

ISSN : 2541-0725



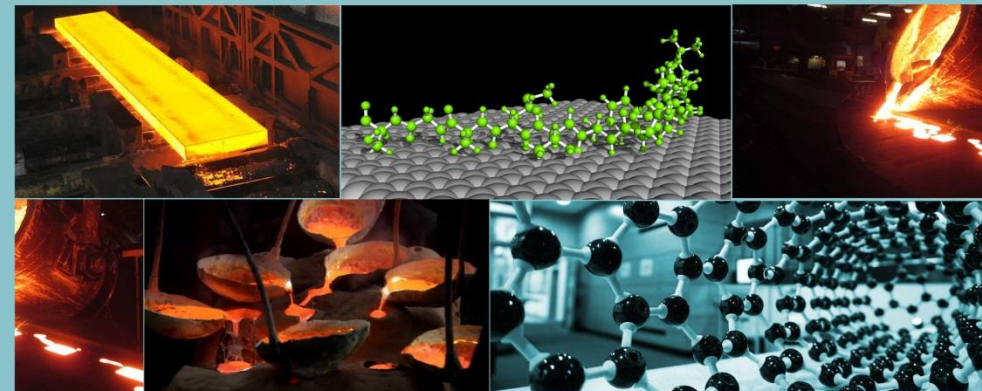
FORUM KOMUNIKASI METALURGI DAN MATERIAL SE-INDONESIA

# PROSIDING

## SEMINAR NASIONAL METALURGI DAN MATERIAL IX (SENAMM IX) 2016

*"Kolaborasi Riset Metalurgi dan Material Untuk  
Meningkatkan Daya Saing Dalam Menghadapi  
Masyarakat Ekonomi ASEAN (MEA)"*

CILEGON, 11 Oktober 2016



Seminar Nasional Metalurgi dan Material IX 2016



JURUSAN METALURGI  
FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA

# **SEMINAR NASIONAL METALURGI DAN MATERIAL IX**

**“KOLABORASI RISET METALURGI DAN MATERIAL UNTUK  
MENINGKATKAN DAYA SAING DALAM MENGHADAPI  
MASYARAKAT EKONOMI ASEAN (MEA)”**

# **PROSIDING**

**FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA  
CILEGON, 11 OKTOBER 2016**

## **SUSUNAN DEWAN REDAKSI**

- Penanggungjawab : Dr. Eng. A. Ali Alhamidi
- Dewan Redaksi**
- Ketua : Muhammad Fitrullah, S.T., M.T
- Anggota : Abdul Aziz, S.T., M.T  
Anistasia Milandia, S.T., M.T  
Andinnie Juniarsih, S.T., M.T  
Yanyan Dwiyantri, S.Si, M.Si  
Aditya Trenggono, S.T., M.Sc
- Mitra Bestari : Prof. Anne Zulfia M.Phil.Eng., Ph.D (UI)  
Prof. Dr. Kuncoro Diharjo, ST, MT (UNS)  
Dr. Eng. Akhmad Ardian Korda, MT (ITB)  
Prof. Ir. Jamasri, Ph.D (UGM)  
Dr. Supono Adi Dwiwanto, Ing., Ir (UNJANI)
- Pelaksana Redaksi : Alfirano, S.T., M.T., Ph.D  
Tri Partuti, S.Si, M.Si  
Tiara Triana, S.T., M.T  
Bening Nurul Hidayah Kambuna, S.T., M.T  
Yeni Muriani Zulaida, S.T., M.T
- Penerbit : Jurusan Metalurgi Fakultas Teknik  
Universitas Sultan Ageng Tirtayasa  
Jl. Jend. Sudirman Km. 03 Cilegon, Banten  
Telp.0254-395502 ext. 17 Fax. 0254-395440
- Alamat Sekretariat : Jurusan Metalurgi Fakultas Teknik  
Universitas Sultan Ageng Tirtayasa  
Jl. Jend. Sudirman Km. 03 Cilegon, Banten  
Telp.0254-395502 ext. 17 Fax. 0254-395440

## KATA PENGANTAR

Dengan memanjatkan puji syukur kehadirat Allah SWT, atas berkat dan rahmat-Nya pada tanggal 11 Oktober 2016 telah diselenggarakan Seminar Nasional Metalurgi dan Material IX (SENAMM IX) oleh Jurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa di Gedung CoE, Fakultas Teknik, Untirta, Cilegon, Banten dengan tema **“Kolaborasi Riset Metalurgi dan Material untuk Meningkatkan Daya Saing dalam Menghadapi Masyarakat Ekonomi ASEAN (MEA)”**.

Seminar Nasional Metalurgi dan Material IX dibuka dengan sambutan dari Ketua Panitia (Abdul Aziz, ST, MT), Dekan Fakultas Teknik (Dr. Eng. A. Ali Alhamidi) dan Rektor Universitas Sultan Ageng Tirtayasa (Prof. Dr. H. Sholeh Hidayat, M.Pd.). Pembicara kunci pada seminar ini adalah Gubernur Banten (diwakili oleh Drs. M. Natsir Aziz, M.Si, M.Kes. selaku staf ahli gubernur bidang ekonomi dan keuangan), Ir. Djoko Muljono, ME, MM dari Jurusan Teknik Metalurgi Untirta, Prof. Bambang Suharno dari Departemen Teknik Metalurgi dan Material FTUI, Prof. Zenji Horita dari Kyushu University dan Prof. Takayuki Narushima (Tohoku University).

Hasil dari SENAMM IX dipublikasikan dalam bentuk Prosiding versi CD yang merupakan kumpulan makalah yang dipresentasikan dan berasal dari berbagai institusi pendidikan, lembaga penelitian dan praktisi/industri. Makalah yang berjumlah 95 makalah dengan topik metalurgi ekstraksi, metalurgi manufaktur, korosi dan analisa kegagalan, karakterisasi material, aplikasi material keramik, polimer dan komposit, permodelan dan simulasi material, desain dan inovasi material, nanomaterial, biomaterial dan rekayasa mekanik material dipresentasikan secara oral menjadi 3 kelompok, yaitu metalurgi proses, metalurgi manufaktur dan rekayasa material.

Kami atas nama Panitia SENAMM IX 2016 menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya kepada para penilai/*reviewer*, Forum Komunikasi Metalurgi dan Material se-Indonesia (FKMMI), para sponsor dan seluruh panitia atas segala bantuan dan kerjasamanya dalam menyukseskan seminar ini. Semoga Prosiding ini bermanfaat bagi peneliti, dosen, mahasiswa dan praktisi/industri, khususnya di bidang metalurgi dan material.

Cilegon, Oktober 2016

**Panitia SENAMM IX**

## **KATA SAMBUTAN KETUA PANITIA SENAMM IX 2016**

Yth. Bapak Dr. Eng. A. Ali Alhamidi, Dekan FT. Untirta

Yth. Bapak Prof. Dr. H. Sholeh Hidayat, M.Pd., Rektor Untirta

Yth. Drs. M. Natsir Aziz, M.Si, M.Kes., staf ahli gubernur bidang ekonomi dan keuangan

Yth. Bapak Ir. Djoko Muljono, ME, MM, Dosen Teknik Metalurgi FT Untirta

Yth. Bapak Prof. Bambang Suharno, Departemen Teknik Metalurgi dan Material FTUI

Yth. Bapak Prof. Zenji Horita, Kyushu University

Yth. Bapak Prof. Takayuki Narushima (Tohoku University) dan

Para hadirin dan undangan sekalian yang kami muliakan,

Puji dan syukur kami panjatkan ke kehadiran Allah SWT yang atas ijin, rahmat dan karunia-Nya sehingga kami dapat melaksanakan Seminar Nasional Metalurgi dan Material IX (SENAMM IX) 2016.

Seminar Nasional Metalurgi dan Material (SENAMM) merupakan seminar tahunan yang diadakan oleh Forum Komunikasi Metalurgi dan Material se-Indonesia (FKMMI). Pada tahun ini SENAMM IX diselenggarakan oleh Jurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa dengan tema **“Kolaborasi Riset Metalurgi dan Material untuk Meningkatkan Daya Saing dalam Menghadapi Masyarakat Ekonomi ASEAN (MEA)”**

Seminar ini diharapkan dapat menyumbangkan hasil penelitian yang bermanfaat untuk menghasilkan produk yang berkualitas dan ekonomis serta tidak kalah bersaing dari produk dari negara-negara ASEAN lainnya dengan dimulainya era Masyarakat Ekonomi ASEAN (MEA) sejak 1 Januari 2016. Untuk mencapai hal tersebut diperlukan penelitian yang berkesinambungan antara peneliti, akademisi, industri dan peran pemerintah untuk dapat mengubah paradigma masyarakat yang masih bersifat konsumtif untuk menjadi masyarakat yang produktif, kreatif dan inovatif. Selain itu, seminar ini juga merupakan ajang untuk bersilatuhrahim antar pihak-pihak terkait dan pemerhati perkembangan dunia metalurgi dan material.

Pada seminar ini terdapat 94 makalah yang berasal dari institusi pendidikan, lembaga penelitian dan praktisi/industri yang diterbitkan dalam Prosiding versi CD setelah melalui proses *review* dan edit oleh pelaksana redaksi SENAMM IX.

Akhir kata, atas nama Panitia SENAMM IX, kami mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah berpartisipasi dalam seminar ini. Terima kasih kami ucapkan kepada PT. Multi Fabrindo Gemilang, PT. Buana Prima Raya, PT. Tawada Graha, PT. Sigma Mitra Sejati, PT. Gestrindo Sakti Utama dan PT. Fajar Mas Murni atas dukungannya dalam pelaksanaan seminar ini. Kami berharap kerjasama ini dapat terus terbina untuk kemajuan riset di bidang metalurgi dan material.

Saya mewakili seluruh kepanitiaan SENAMM IX memohon maaf sebesar-besarnya jika ada hal-hal yang kurang berkenan dalam pelaksanaan seminar baik teknik maupun non-teknis.

Wassalamu'alaikumsalam, Wr. Wb

Abdul Aziz,

Ketua SENAMM IX

## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR</b> .....	iv
<b>KATA SAMBUTAN KETUA PANITIA SENAMM IX 2016</b> .....	v
<b>DAFTAR ISI</b> .....	viii
<b>SESI PLENO I: KEYNOTE SPEAKER</b>	
Zenji Horita - Production of high-performance hydrogen storage materials using process of severe plastic deformation under high pressure.....	1
Kyosuke Ueda,Alfirano,Takayuki Narushima - NiTi and Co-Cr Alloys Used in Biomedical Stents.....	7
<b>SESI PARAREL :METALURGI PROSES</b>	
Agus Budi Prasetyo,Wahyu Mayangsari,Lindasari - PROSES KALSINASI TERHADAP BIJIH NIKEL LATERIT JENIS LIMONIT PADA TEMPERATUR 600 °C, 800 °C DAN 1000 °C.....	17
Ahmad Royani, Eko Sulistiyono - Kinetika proses kalsinasi pada pembuatan kalsium-magnesium oksida dari mineral dolomit .....	23
Inas Amirah Hanan, Zulfiadi Zulhan - Pengaruh penambahan CaO dan NaCl serta waktu reduksi terhadap perolehan (recovery) nikel dan besi dari bijih nikel saprolit dengan metode isothermal-gradien temperatur .....	29
Ir. Puguh Prasetyo - Proses Hydrometalurgi Khususnya Proses Berbasis HPAL/PAL Belum Mapan (Unproven Technology) Untuk Mengolah Laterit Kadar Rendah .....	37
Erlina Yustanti,Andinnie Juniarsih,Eko Haryanto - Pengaruh Laju Alir dan Waktu Flotasi pada Pembuatan Kokas menggunakan Metode Blending Non Cooking Coal dengan Cooking Coal .....	45
<b>SINTESIS PIGMEN BESI OKSIDA (<math>\alpha</math>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI BIJIH BESI PRIMER JENIS MAGNETIT (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)</b>	
Agus Budi Prasetyo, Puguh Prasetyo, Erick Ryan Yulianto - SINTESIS PIGMEN BESI OKSIDA ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) DARI BIJIH BESI PRIMER JENIS MAGNETIT (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) .....	51
Fakhreza Abdul,Sungging Pintowantoro,Adji Kawigraha,Dio Yoshitaka Anggarda - Studi Variasi Jenis Fluks Terhadap Proses Reduksi dan Morfologi Briket Bijih Nikel Laterit dalam Proses Aglomerasi untuk Persiapan Bahan Baku Mini Blast Furnace.....	58
Santi Ari Respati, Adji Kawigraha, Abdul Hapid, Angella Natalia Ghea Puspita - Analisis Thermogravimetri pada Proses Reduksi Bijih Laterit Nikel.....	65



Mohammad Zaki Mubarak, Zela Tanlega Ichlas, Wahyudin Prawira Minwal, Riri Dasmiranti, Andik Yudiarto - Proses Ekstraksi Nikel dan Magnesium dari Terak Peleburan Ferronikel dengan Pelindian dan Ekstraksi Pelarut .....	72
Sungging Pintowantoro, Fakhreza Abdul, Adji Kawigraha, Afriyanto, M.Hidayatullah Nur - Analisa Numerik Pengaruh Laju Alir Udara terhadap Distribusi Temperatur dan Tekanan Pada Mini Blast Furnace (Mbf).....	78
Agus Junaedi, Fajar Nurjaman, Yusup Hendronursito, Suharto - Rancang Bangun dan Uji Performa Dry-Magnetic Separator .....	88
Ariyo Suharyanto, Latifa Hanum Lalasari - Pengaruh Ukuran Butir terhadap kelarutan Kasiterit .....	93
Andi Rustandi, Ariyana Dwiputra Nugraha - Investigasi Struktur Mikro secara 3 Dimensi terhadap Korosi Temperatur Tinggi Material Tube Boiler .....	98
Arif Basuki - Mikrostruktur, Kekerasan dan Ketahanan Aus Aluminium Berpenguat Al <sub>3</sub> Ni.....	104
Faizinal Abidin, Adji Kawigraha, Abdul Hapid, Wahyu Garinas - Karakterisasi Bijih Besi Kabupaten Lamandau, Provinsi Kalimantan Tengah.....	111
Eko Sulistiyono - KARAKTERISTIK HASIL PROSES REKRISTALISASI ALAM PADA BATU KAPUR .....	116
Nadia Chrisayu Natasha, Eko Sulistiyono - Studi potensi pertambangan garam di Kabupaten Rembang untuk bahan baku magnesium karbonat .....	123
Faizinal Abidin, Mahendra Anggaravidya, Ade Sholeh Hidayat - Optimasi Fromula Vulkanisat Pneumatic Rubber Fender (PRF) Untuk Peningkatan Ketahanan Terhadap Proses Aging .....	129
Nashiratunnisa, Musfirah Cahya, Elda Rayhana - Variasi Suhu Dalam Pembentukan Puncak - Puncak Difraksi Kalsium Karbonat (CaCO <sub>3</sub> ) Pada Kulit Telur Ayam Broiler .....	137
Nur Ikhwani, Adji Kawigraha, Abdul Hapid, Wahyu Garinas - Analisa Pengujian Work Index serta Karakterisasi Unsur dan Senyawa pada Bijih Besi Lamandau Kalimantan Tengah.....	142
Sugeng Supriadi, Bambang Suharno, Tjokro Prasetyadi, Adam Septiyono Arlan, Estaura Rahmandari, Danang Widiyanto Mohammad, Gerra Maulana, Rizki Hidayatullah - PENGARUH BAKTERI STREPTOCOCCUS MUTAN, STAPHYLOCOCCUS AUREUS, DAN CANDIDA ALBICAN TERHADAP MICROBIOLOGY INDUCED CORROSION DAN BIOCOMPATIBILITY HEAT TREATED STAINLESS STEEL 17-4 PH.....	147
Husaini Ardy, Maya Nurlaila Putri - STUDI OKSIDASI LOGAM INDUK DAN LAS BAJA SA213 T91 DENGAN DEPOSIT Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> PADA TEMPERATUR 750 DAN 850°C .....	154

Indah Uswatun Hasanah, Asep Ridwan Setiawan, Aditianto Ramelan, Ahmad Nurrudin - Studi Awal Pengaruh Frekuensi Arus pada Proses Pelapisan Cu-Fe diatas Substrat SUS 430 dengan Metoda Pulsed Current Electrodeposition .....	160
Gadang Priyotomo, Lutviasari Nuraini - Studi Awal Potensi Limbah Organik Kulit Buah Kelengkeng Sebagai Inhibitor Korosi Alami pada Baja karbon di Media Larutan Asam Klorida.....	168
Bambang Widyanto, Irma Pratiwi, Arie Wibowo - Studi Pengaruh CO <sub>2</sub> dan Asam Asetat (HAc) pada Korosi Baja API 5L X65 dalam Lingkungan NaCl .....	176
Abdul Hay, Muhammad Syahid, Milka Rante - Pengaruh Penambahan Unsur Mg Pada Paduan Al-10Si Terhadap Ketahanan Korosi Erosi.....	182
A. Purniawan, H. Ardyananta, A. Rahman - Pengaruh Tekanan Blasting Terhadap Kekuatan Adhesi Epoxy Coating Pada Baja Karbon di Lingkungan Laut .....	186
Aldy Kurnia Azhari, Yanyan Dwiyantri, Wahyudin - STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN PENAMBAHAN Ca(OH) <sub>2</sub> PADA PROSES PHOSPHATING TERHADAP DAYA REKAT ORGANIC COATING PADA BAJA GALVANIS .....	192
Arie Wibowo, Bunbun Bundjali, Bambang Sunendar P. - Pengaruh Doping Asam Klorida terhadap Kristalinitas, Jumlah dan Mobilitas Pembawa Muatan dalam Polianilin .....	198
Dedi Irawan, Saefudin - PENGARUH SiC PADA BAJA KARBON RENDAH HASIL PELEBURAN SCALLING BAJA DAN BESI LATERIT KADAR RENDAH.....	203
Didied Haryono, Hermansyah Emir Faisal, Kholis Daniah, Harisma Nugraha, Mahfudz Al Huda, Sri Harjanto - Simulasi Monitoring Proses Flotasi Kolom Menggunakan Electrical Capacitance Volume Tomography.....	211
Dipo Wiro Sekti, Muhammad Fitrullah, Yanyan Dwiyantri, Tri Partuti - PENGARUH COATING BREAKDOWN DAN MEDIA TANAH TERHADAP CURRENT DENSITY YANG DIBUTUHKAN DI PIPA API 5L HASIL COATING WRAPPING TAPE PADA APLIKASI IMPRESSED CURRENT CATHODIC PROTECTION (ICCP).....	235
Husaini Ardy, Muhammad Rafiansa - Studi oksidasi baja ASTM A-213 T22 dengan Lapisan Garam Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pada Temperatur 550 dan 650°C.....	240
Mizwar Purnama Rachman, Yanyan Dwiyantri, Wahyudin - PENGARUH WAKTU CELUP DAN TEMPERATUR PROSES PHOSPHATING TERHADAP GAYA ADHESI ORGANIC COATING PADA BAJA GALVANIS .....	247

Muhammad Victoryan N, Soesaptri Oediyani, Andinnie Juniarsih - Karakterisasi dan Pengolahan Bertingkat Pasir Besi Pantai Selatan Pulau Jawa Dengan Metode Screening Dan Magnetic Concentration .....254

Muhammad Fitrullah, R.E. Dinar Rahmawati, Yanyan Dwiyantri - PENGARUH TEMPERATUR PADA COATING WRAPPING TAPE TERHADAP COATING BREAKDOWN DAN CURRENT DENSITY PADA PIPA BAJA DALAM APLIKASI IMPRESSED CURRENT CATHODIC PROTECTION (ICCP) .....261

Tom Purwono - PROPOSED TECHNOLOGY TO PROCESS INDONESIAN IRON SAND .....268

Tubagus Noor R, Budi Agung K, Sepridany Jaya H - PERANCANGAN SISTEM PROTEKSI KATODIK ANODA KORBAN PADA PIPA BAJA API 5L GRADE B COATING DAN NON-COATING DI DALAM TANAH MENGGUNAKAN ANODA ZINC .....274

Wardalia - PENGARUH KONSENTRASI AKTIVATOR DAN UKURAN PARTIKEL DALAM PEMBUATAN ADSORBEN CANGKANG KACANG TANAH.....282

Yuli Yetri, Gunawarman, Rahmi Hidayati - Pengaruh Penggunaan Inhibitor Ekstrak Kulit Buah kakao (*Theobroma cacao*) Terhadap Perbaikan Sifat mekanik Baja Lunak Setelah Korosi.....290

Alfred Gurning, M. Zaki Mubarak - Recovery besi dan titanium serta regenerasi asam dari larutan hasil pelindian konsentrat pasir besi dalam larutan asam klorida menggunakan metode distilasi.....302

Abu Khalid Rivai, Bambang Sugeng, Deswita, Rohmad Salam, Agus Sudjatno, Sumaryo, Fauziyah Amini, Dian Fitriyani - Sintesis Baja Feritik ODS (Oxide Dispersion Strengthened) 20% Kromium Secara Pemaduan Mekanik Dengan High Energy Ball Milling: Studi Awal.....317

Edward Armanda Wardaya, Zulfiadi Zulhan - Pengaruh variasi laju kenaikan temperatur dan ukuran butiran konsentrat terhadap reduksi briket komposit konsentrat pasir besi menggunakan reduktor batubara dengan metode isothermal-gradien temperatur .....323

Richman Mulia Rocky, Soesaptri Oediyani, Anistasia Milandia - PENGARUH JENIS DAN VARIASI KOMPOSISI REDUKTOR TERHADAP PEROLEHAN PERSEN METALISASI HASIL REDUKSI PASIR BESI PANDEGLANG.....329

#### **SESI PARAREL: METALURGI MANUFAKTUR**

Abu Khalid Rivai, Bambang Sugeng, Deswita, Rohmad Salam, Agus Sudjatno, Sumaryo, Fauziyah Amini, Dian Fitriyani - Sintesis Baja Feritik ODS (Oxide Dispersion Strengthened) 20% Kromium Secara Pemaduan Mekanik Dengan High Energy Ball Milling: Studi Awal.....337

Alvian Toto, Hosta Ardhayananta, dan Muhammad Shena - Studi Penambahan Aluminium dan Pengaruh Penggunaan Chill terhadap Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Paduan Kuningan .....	345
Rochim Suratman, Afina Hasna Ghaida Taufik - Studi Pengaruh Temperatur Pada Zona Transisi Hasil Furnace Brazing Baja Karbon Rendah dengan Logam Pengisi Kuningan .....	351
Ayu Pratiwi Hanidah Satriyo Putri, Sri Bimo Pratomo, dan Pawawoi - Pengaruh penambahan Molibdenum (Mo) pada paduan Fe-Cr-Mo (Chromolly Steel) terhadap struktur mikro dan sifat mekaniknya Ayu Pratiwi Hanidah Satriyo Putri .....	357
Kusmonoa, M. N. Ilman, dan Y.S. Samosir - AUSTEMPERING PADA BAJA COR 0,29C-2,22Si-1,02Mn.....	362
Fathan Bahfie, M. Yunus, Fajar Nurjaman - Pengaruh tempering terhadap struktur mikro dan kekuatan impak pada baja karbon sedang 0,45 C - 0,238 Si - 0,704 Mn - 0,942 Cr.....	368
Yayah Yuliah, Cukup Mulyana - Uji Kekuatan Tarik Baja Karbon pada Temperatur Tinggi .....	373
Rochim Suratman, Rita Debora Uli - Studi pengaruh kekasaran permukaan pada penyambungan baja karbon rendah dengan logam pengisi kuningan terhadap besar zona transisi hasil furnace brazing pada temperatur 1050 <sup>0</sup> C.....	379
Satrio Herbirowo, Dedi Irawan - Pengaruh Perlakuan Panas dan Penempaan terhadap Sifat Kekerasan dan Struktur Mikro pada Baja Laterit .....	386
Annisa Amalia Martiano, Slameto Wiryolukito - Pengaruh Deformasi Plastis dan Temperatur Terhadap Ketahanan Korosi Sumuran Material UNS N08825 Berdasarkan ASTM G48.....	391
Nufus Kanani, Agus Rochmat, Syah Reza Pahlevi, Fitri Yuyu Rohani - ANTIOKSIDAN BERBASIS KUNIR PUTIH DARI PANDEGLANG DENGAN METODE EKSTRAKSI DIGESTI .....	398
Husaini Ardy, Mohammad Hamdani - Studi Oksidasi Sambungan Las Baja Feritik SA 213 – T22 akibat Lapisan Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pada Temperatur 550 dan 650 <sup>0</sup> C.....	402
Hanna Zakiyya, Rini Riastuti, dan Muhammad Anis - Studi Pengaruh Proses Pengelasan terhadap Ketahanan Korosi Baja Tahan Korosi Cuaca Tipe A (BTKC A) .....	409
Bambang Suharno, Sugeng Supriadi, Muhammad Luthfan Togar, Husain Abdullah, Tjokro Prasetyadi, Hantoro Restucondro Saputro, dan Lingga Pradinda Suharno -	

PENGARUH PENGUATAN PENUAAN PADA 540°C DAN 570°C TERHADAP KEKERASAN, MIKROSTRUKTUR, DAN KETAHANAN KOROSI DARI STAINLESS STEEL 17-4 PH .....	416
Slameto Wiryolukito, Esa Trisaputra Sidiq - STUDI PENGARUH DEFORMASI PLASTIS TERHADAP KETAHANAN KOROSI CELAH PADA MATERIAL BAJA TAHAN KARAT DUPLEX UNS S32760 BERDASARKAN ASTM G48 .....	422
Slameto Wiryolukito, Mohammad Mersa Bayu Wibisono - STUDI PENGARUH DEFORMASI PLASTIS DAN TEMPERATUR TERHADAP KETAHANAN KOROSI CELAH PADA MATERIAL UNS N08825 BERDASARKAN ASTM G48 .....	428
Tubagus Noor Rohmanudin, Sulistijono, Agung Purniawan, Bayu Zen Ahmad - Modifikasi Alat Ekstrak Metode Soxhletasi untuk Produksi Industry Skala Menengah .....	435
Rochim Suratman, Abdurrahman Alghani - Pengaruh Variasi Temperatur PWHT terhadap Fenomena Dark Band antara Baja Paduan Rendah Cr-Mo dengan Filler Metal ER-308R .....	440
Rochim Suratman dan Athiya Fathinati Anindya - PENGARUH VARIASI TEMPERATUR AUSTENISASI DAN TEMPERATUR TEMPERING TERHADAP KEKERASAN DAN STRUKTUR MIKRO BAJA PADUAN RENDAH .....	447
Abdul Aziz, Aditya Trenggono, Muhammad Fitrullah, Yeni Muriani, A. Ali Alhamidi - PENGARUH ARUS DAN ZAT KIMIA PADAT (LOGAM PENGISI) PADA PENGELASAN TIG TERHADAP KEKERASAN, JENIS CACAT, DAN STRUKTUR MIKRO PADUAN TEMBAGA BERILIUM C82000 .....	453
A. Ali Alhamidi, Muhammad Fitrullah, dan Asfari Azka Fadhilah, - STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN WAKTU AGING TERHADAP SIFAT MEKANIK DAN MIKROSTRUKTUR KOMPOSIT Al/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> HASIL PROSES CANAI DINGIN .....	463
Cukup Mulyana, Aswad H. Saad - Perbandingan Kekuatan Tarik Temperatur Tinggi untuk Baja Karbon <i>Ferritic</i> SA-213 T22 dan <i>Austenitic</i> SA-213 TP304H .....	471
Dhimas Satria, Mohammad Fawaid, Haryadi, Sunardi, Rina Lusiani, Erni Listijorini dan Edo Putra Agustyra - Analisa Pengaruh Tempering Dengan Variasi Temperatur dan Waktu Penahanan Terhadap Kekuatan Sambungan Las Aluminium Alloy Seri: 6xxx .....	486
Hairul Arsyad - Pengaruh Lubrikasi dan Luas Permukaan Kontak Terhadap Nilai Kekasaran Permukaan Pada Aluminium Sirkular Akibat Beban Impak .....	493
Lukmanul Hakim, Alfirano, Andinnie Juniarsih - PERILAKU TRANSFORMASI FASA $\gamma$ - HCP PADUAN Co-Cr-Mo ASTM F75 PADA PROSES AGING .....	499

Lusiana - ANALISA KERUSAKAN PIPA SUPERHEATER PADA BOILER PIPA AIR DI PABRIK KELAPA SAWIT .....	505
Rochim Suratman dan Priska Kristanti Retnadewi - Studi Pengaruh Kekasaran Permukaan Pada Assembly Baja Karbon Rendah dengan Filler Metal Kuningan Terhadap Zona Transisi Hasil Furnace Brazing Pada Temperatur 950°C .....	512
Ratna Ekawati, Nafila Amalia - ANALISIS SIX SIGMA UNTUK MENGURANGI CACAT PADA PRODUK BATANG KAWAT DI PABRIK WIRE ROD MILL .....	518
Rianti Dewi Sulamet-Ariobimo, Gregah Yudha, Yoska Oktaviano, Yusep Mujalis dan Tono Sukarnoto - Penerapan Teknologi Pengecoran Dinding Tipis pada Batang Piston .....	525
Aditianto Ramelan, Riska Rachmantyo, dan Richo Rezky Bukit - Pengaruh Kadar TiO <sub>2</sub> , Sudut Impak, Dan <i>Feed Rate</i> Terhadap Ketahanan Aus Lapisan Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + TiO <sub>2</sub> Hasil Pelapisan <i>Flame Spray</i> .....	532
Rohmad Salam, Sumaryo, Bandriyana, Agus Sujatno, Arbi Dimiyati - Sintesa Paduan ODS Fe-12Cr Menggunakan APS Dengan variasi kandungan ZrO <sub>2</sub> dan Waktu Milling Dalam Rangka Studi Proses Pembentukan Fasa Pertama .....	538
Triyono, Nurul Muhayat, dan Arifudin Anggoro - Lapisan Intermetalik pada Interface Sambungan Las Spot TIG Welding Material Tak Sejenis Antara Baja dan Aluminium .....	544
Riyan Afrizal, Yeni M. Zulaida, Anistasia Milandia, Suryana - PENGARUH GAYA PUTAR VERTIKAL TERHADAP SEGREGASI MAKRO PADUAN SN-BI PADA KOMPOSISI EUTEKTIK DAN HIPEREUTEKTIK .....	551
<b>SESI PARAREL : REKAYASA MATERIAL</b>	
Herlina, Muki Satya Permana, Rochim Suratman - PRELIMINARY STUDI PENGGUNAAN MATERIAL KOMPOSIT DAN KARAKTERISTIK PROSES MANUFAKTUR PESAWAT TERBANG TANPA AWAK .....	556
Hermawan Judawisastra, Untung Ari Wibowo, Achmadana Putratama - Karakteristik Sifat Tarik Serat Bambu Petung ( <i>Dendrocalamus asper</i> ) .....	561
Ikhsan Purnomo, Mardiyati, dan Steven - Pengaruh Fraksi Volume Serat Serta Panjang Serat Terhadap Sifat Mekanik Komposit Polipropilena Berpenguat Serat Lidah Mertua .....	567
Muhammad Fadhil Pradana, Mardiyati, Rochim Suratman - Studi Potensi Damar dengan Penambahan Variasi Komposisi Albumin sebagai Bahan Baku Adhesif Kayu Meranti, Kayu Ulin, dan Kayu Jati .....	573

Silvia Mar'atus Shoimah, Mardiyati, Steven, dan Arif Basuki - Pembuatan <i>Coating</i> Berbahan Dasar Lignin yang Diisolasi dari Limbah <i>Kraft Black Liquor</i> .....	579
Hermawan Judawisastra, Untung Ari Wibowo, Bryna Mariska - Karakteristik Sifat Tarik Serat Bambu Ampel Hijau ( <i>Bambusa vulgaris</i> var <i>Schrad</i> ) .....	584
Sigit Dwi Yudanto, Mona Sintia, dan Agung Imaduddin - Sintesis Material Superkonduktor MgB <sub>2</sub> Melalui Proses Reaksi Padat .....	590
Wahyuaji Narottama Putra, Alfari Radian Wahyudya, Sri Harjanto - Sintesis Partikel Karbon Submikron dengan Metode Kominusi Menggunakan Planetary Ball Mill .....	595
Muhammad Iqbal Yusrian, Mardiyati, Arif Basuki - Pengaruh Perendaman Air Terhadap Struktur dan Sifat Kayu Ulin .....	600
Mardiyati, Fathimah Azzahro, Steven, Arif Basuki - Pembuatan Kertas dari Limbah Kulit Jagung dan Karakterisasinya .....	606
Eva Afrilinda, Mardiyati, dan Steven, Bambang Widiyanto - Pemanfaatan Damar Sebagai Alternatif Bahan Baku Pembuatan <i>Coating</i> pada Baja .....	611
Zulkifli Djafar, Ilyas Jamal, dan Muhammad Daud - Pengaruh lama perendaman serat kulit batang waru ( <i>Hibiscus Tillaceus</i> ) terhadap sifat kekuatan tarik dan mampu rekat (pull-out) dengan Matriks resin epoksi .....	618
Mas Irfan P. Hidayat, Hosta Ardyananta, Sigit Tri Wicaksono, Amaliya Rasyida - Algoritma Differential Evolution dan Wavelets untuk Prediksi Umur Lelah Material Komposit dengan Neural Networks .....	625
Dyah Lintang Trenggonowati - Pemodelan dan Simulasi Material .....	631
Evi Febianti, Bobby Kurniawan, Muhammad Ryan Permana - PENJADWALAN PRODUKSI PADA ALIRAN FLOWSHOP DENGAN MENGGUNAKAN METODE CAMPBELL DUDEK SMITH (CDS) DAN NAWAZ ENSCORE HAM (NEH) UNTUK MEMAKSIMALKAN UTILITAS .....	634
Dian Susanto, Rochim Suratman, Muki Satya Permana - STUDI KASUS KEGAGALAN COOLER MOTOR CIRCULATING WATER PUMP PLTU .....	644

**SESI PLENO I:  
KEYNOTE SPEAKER**



## **Production of high-performance hydrogen storage materials using process of severe plastic deformation under high pressure**

Zenji Horita<sup>1, 2, a</sup>

<sup>1</sup> Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering,  
Kyushu University, Fukuoka 819-0395, Japan

<sup>2</sup> WPI International Institute for Carbon-Neutral Energy Research (WPI-I2CNER),  
Kyushu University, Fukuoka 819-0395, Japan

[horita@zaiko.kyushu-u.ac.jp](mailto:horita@zaiko.kyushu-u.ac.jp)

### **Abstract**

Hydrogen storage requires not only fast absorption/desorption kinetics but also lower operating temperatures near ambient pressure. Two major hydrogen storage materials such as TiFe and Mg<sub>2</sub>Ni intermetallics were processed by severe plastic deformation (SPD) through high-pressure torsion (HPT). Microstructures were well refined by the HPT process so that nanograins were formed in the materials. After the HPT processing, the TiFe intermetallic no longer requires pre-activation which is a serious practical limitation as it involves exposure to hydrogen atmosphere under high pressures (>3 MPa) at high temperatures (~450°C). The reason for no pre-activation is because hydrogen diffusion is enhanced through introduction of high densities of lattice defects by the HPT processing. Furthermore, the HPT-processed TiFe was not deactivated even after prolonged exposure in air. Application of the HPT process to Mg<sub>2</sub>Ni made its hydrogen storage performance improved so that hydrogen absorption was feasible at a reduced temperature as 423 K with faster hydrogen kinetics. This was due to the introduction of high densities of planar lattice defects such as grain boundaries and stacking faults.

**Keywords:** Ultrafine-grains, Metal hydrides, Intermetallics, Hydrogenation activation, lattice defects

### **INTRODUCTION**

Important requirement for high performance of hydrogen storage is not only fast absorption/desorption kinetics but also lower operating temperatures [1]. There are two major hydrogen storage metallic materials which are based on Ti and Mg. For the Ti alloy systems, TiFe intermetallic is a well-known candidate for stationary hydrogen storage [2-4]. However, its practical application is limited as it requires exposure to hydrogen atmosphere under high pressures (>3 MPa) at high temperatures (~450°C) prior to use [2-8]. For the Mg alloy system, Mg<sub>2</sub>Ni intermetallic is a good candidate for on-board application to automobile industries because of their light weight. However, the main drawbacks are due to its high dehydrogenation temperature (>473 K) and slow hydrogenation and dehydrogenation kinetics [9-20]. Since the dehydrogenation temperature should be close to room temperature (<353 K) for on-board application, the Mg-based hydrides including the Mg<sub>2</sub>Ni intermetallic are considered insufficient for practical applications.

Severe plastic deformation (SPD) is a well-known process for microstructure control including grain refinement to the submicrometer and/or nanometer range, reduction in the size and distribution of second phase particles, supersaturation of alloying elements, consolidation of powders, and stress- and/or strain-induced phase transformation in bulk metallic materials [21]. Among several methods of the SPD processes [22], the high-pressure torsion (HPT) [23,24] is now gaining popularity as it is applicable to hard-to-deform materials such as intermetallics [25-27], ceramics [28-30] and semiconductors [31,32]. Recently, we applied the HPT process to TiFe and Mg<sub>2</sub>Ni intermetallics and showed that their hydrogen storage performance was well improved. Because TiFe and Mg<sub>2</sub>Ni are

intermetallics with high hardness and little ductility, the application of the HPT process was inevitable for introduction of severe plastic strain. This paper will give a brief review of our recent results published on the improvement of both hydrogen storage intermetallics [25-27].

### APPLICATION TO TiFe [25,26]

A TiFe (50.7 atom% Ti, 49.3 atom% Fe) ingot was cut to disks with 10mm diameter and 0.8mm thickness. The disks were annealed for 24 hours at 1273 K under an argon atmosphere, and subjected to HPT processing at room temperature in the air under a pressure of 6 GPa for 1/4-10 turns with a rotation speed of 1 rpm. The HPT-processed disks were evaluated using Vickers microhardness, X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM), transmission electron microscopy (TEM) and hydrogen storage analysis.

Figure 1 shows P-C isotherms for (a) the annealed sample and (b) the HPT-processed sample after  $N = 10$ . Hydrogen absorption is negligible in the annealed sample. However, after the HPT processing, the sample absorbs ~1.7 wt.% of hydrogen without any activation process. This value is fairly close to the maximum capacity of hydrogen storage in TiFe (1.9 wt.%) [2]. The absorption pressure decreases and the **absorption/desorption hysteresis** becomes smaller in the 2nd, 3rd and 4th cycles than the 1st cycle.

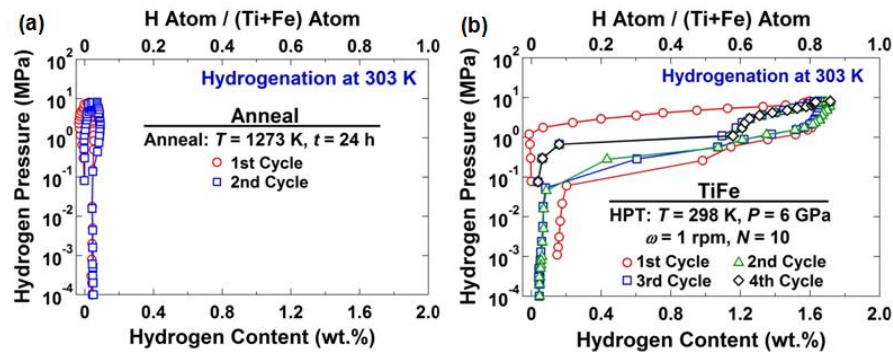


Figure 1 P-C isotherms at 303 K for samples processed by (a) annealing at 1273 K for 24 h and (b) HPT processing for 10 turns. 4th cycle in (b) was terminated after absorption for conducting XRD analysis.

The hydrogen pressure-composition (P-C) isotherms for the sample after annealing, after compression but without rotation ( $N = 0$ ) and after HPT processing for different numbers of turns are shown in Fig.2 where (a) and (b) correspond to the first and second hydrogenation cycles, respectively. It should be noted that all samples were processed by HPT in air and left in air for at least 400 days prior to hydrogenation to examine the sensitivity of the samples to oxidation in air. When the samples were processed by HPT for more than 1/4 turns, hydrogen absorption of 1.6-2.1 wt% is achieved, despite exposure to air for more than 400 days. It should be noted an HPT-processed sample was left in air for 400 days, subjected to hydrogenation for 5 cycles and left in the air for extra 30 days also absorbed hydrogen without activation. These experiments confirm that TiFe becomes active for hydrogenation after HPT processing and it is hardly deactivated in the air.

Figure 3 shows an OM micrograph of (a) the annealed sample and TEM micrographs including SAED patterns after processing for (b-d)  $N = 1/4$  (early stages of straining) and (e-h)  $N = 10$  (saturated state). In Fig. 4, micrographs (c-d) are dark-field images of (b) and micrographs (f-g) are dark-field images of (e) taken from the upper surface of disks and (h) is a dark-field image taken from the mid-point of thickness. All dark-field images were taken with diffracted beams indicated by arrows in the SAED patterns. The microstructure after annealing in (a) consists of large grains with an average grain size of ~750 μm. A heterogeneous microstructure develops after  $N = 1/4$ , which consists of coarse grains as in (c) and nanograins as in (d). The microstructures after  $N = 10$  consist of coarse grains, as marked A in (e-g), and nanograins, as marked B in (e-g). The microstructure at the mid-point of thickness in (h) appears to be more homogenous than that at the disk surface shown in (e-g). The ring-shape halo in the SAED patterns in (f-h) indicates the presence of amorphous-like or short-range ordered phases at the saturated state. The absence of

superlattice diffraction corresponding to (100) plane in the SAED patterns in (f-h) indicates that disordering may have occurred during the HPT processing.

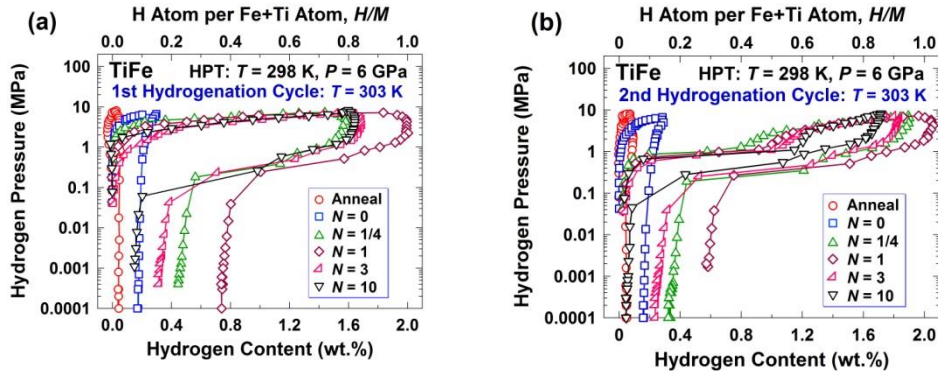


Figure 2 P-C isotherms at 303 K. (a) first and (b) second hydrogenation cycles for annealed sample and samples processed by compression under 6 GPa ( $N = 0$ ) and HPT for  $N = 1/4$ -10 turns.

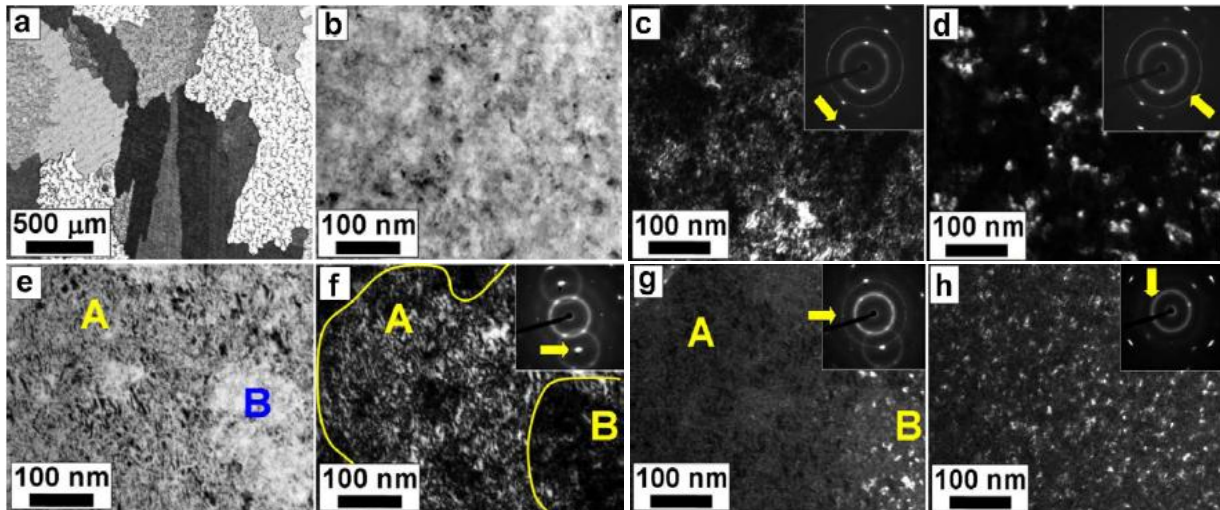


Figure 3 OM micrograph for annealed sample, and TEM micrographs and SAED patterns taken from surface of discs processed by HPT for (b-d) 1/4 and (e-h) 10 turns, where micrographs (c) and (d) are dark-field images of (b), micrographs (f) and (g) are dark-field images of (e). (h) is dark-field image taken from mid-point of thickness after 10 turns. Dark-field images were taken with diffracted beams indicated by arrows in SAED patterns.

### APPLICATION TO $Mg_2Ni$ [27]

A  $Mg_2Ni$  ingot was cut to disks with 10mm diameter and 1mm thickness. The disks were further annealed in an Ar atmosphere for 3 h at 673 K. The annealed disks were subjected to HPT processing at room temperature under a pressure of  $P = 6$  GPa for either  $N = 0$  (mere compression), 1/4, 1/2, 1, 5 or 10 turns with a rotation speed of  $\omega = 1$  rpm. Some samples after processing by HPT for 10 turns were further annealed at 423-673 K for either 1 or 3 h in an Ar atmosphere. The HPT-processed disks including annealing were examined using X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) equipped with energy dispersive X-ray spectrometry (EDS), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), transmission electron microscopy (TEM) and hydrogen storage analysis.

Figure 4 shows P-C isotherms for (a) the sample annealed at 673 K and (b) the HPT-processed sample after 10 turns and (c) the sample processed by HPT for 10 turns and subsequently annealed at 673 K. The hydrogenation tests were conducted at 423 K, where the lattice strain remains unchanged. All samples absorb hydrogen at 423 K but

the desorption pressure was too low to be measured with the gas absorption apparatus used in this study. The hydrogen absorption is 2.2 wt% for the annealed sample in the first hydrogenation cycle and the hydrogen absorption pressure is higher than 0.1 MPa, indicating that the sample is not fully activated. The hydrogen absorption in the annealed sample increases with increasing the number of cycles and the hydrogenation pressure decreases to 0.01 MPa, indicating that the material is gradually activated. After HPT processing and post-HPT annealing, the samples absorbs ~3.3 wt.% of hydrogen without any activation process at a plateau pressure of ~0.01 MPa, and this value is fairly close to the maximum theoretical capacity of hydrogen storage in Mg<sub>2</sub>Ni (3.6 wt.%) [1]. The equilibrium hydrogenation pressures are reasonably the same for the three types of the samples, indicating that the thermodynamics of hydrogenation does not change by HPT processing or post-HPT annealing.

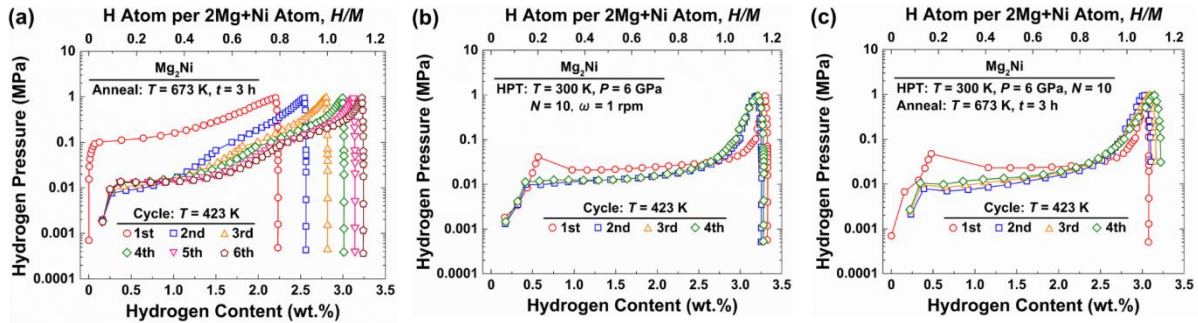


Figure 4. P-C isotherms at 423 K for samples after (a) annealing at 673 K, (b) HPT processing for 10 turns at room temperature and (c) HPT processing for 10 turns at room temperature followed by annealing at 673 K

Figure 5 plots the amount of hydrogen absorption against the exposure time under 0.7 MPa at 423 K for the samples after (a) annealing at 673 K, (b) HPT processing for 10 turns and (c) HPT processing for 10 turns followed by annealing at 673 K. The hydrogenation kinetic is slightly faster in the second hydrogenation cycles when compared to the first hydrogenation cycle because of improvement of activation and generation of lattice defects such as dislocations during the first cycle [4]. The hydrogenation kinetics is significantly improves by HPT processing and post-HPT annealing.

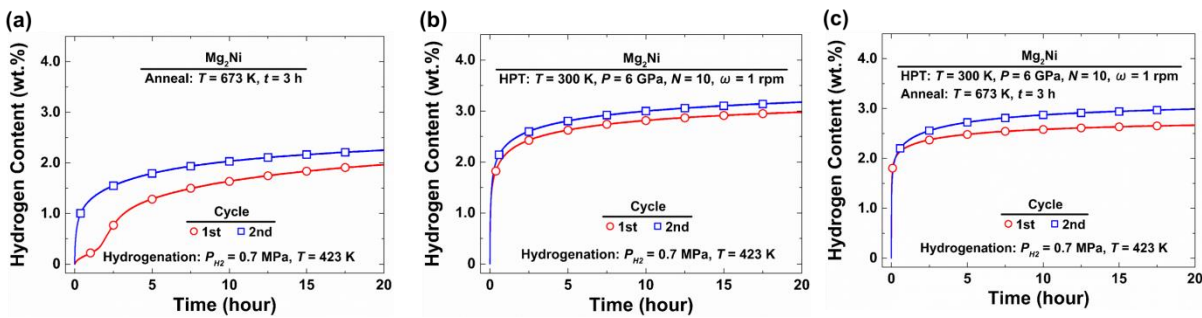


Figure 5. Variation of hydrogen content against hydrogenation time at 423 K under hydrogen pressure of 0.7 MPa for samples after (a) annealing at 673 K, (b) HPT processing for 10 turns at room temperature and (c) HPT processing for 10 turns at room temperature followed by annealing at 673 K.

Figure 6 shows TEM bright-field images (left), dark-field images (right) and corresponding SAED patterns (center) are shown in Fig. 5 for samples processed by (a-b) annealing, (c-d) HPT processing for 10 turns and (e-f) HPT processing for 10 turns followed by annealing at 673 K. TEM observation indicates that the grains are in the size well over the micrometer range after the annealing, but they are significantly refined to the nanometer level after the HPT processing. Grain coarsening occurs after the post-HPT annealing and the grain sizes reach a few micrometer sizes as in Figs. 6(e-f). Close inspection of Figs. 6(e-f) reveals that there are many parallel straight lines within the grains. As

shown in Figs. 7 (a-c), these lines correspond to the stacking faults of the (00l) plane of Mg<sub>2</sub>Ni: ABCABCACBCABC atomic order with an extra C atomic layer in Fig.7 (c) in comparison with the perfect stacking as in the simulated image of Fig.7 (d). The formation of dislocations, grain boundaries and stacking faults, which can act as pathways for hydrogen transport, can be the reason why the hydrogenation kinetics is significantly improved by HPT processing and post-HPT annealing. .

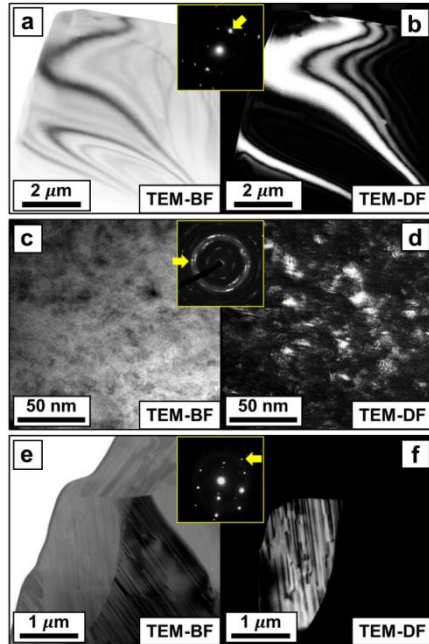


Figure 6. TEM bright-field images (left), corresponding SAED patterns (center) and dark-field images (right) for samples after (a, b) annealing at 673 K, (c, d) HPT processing at room temperature for 10 turns and (e, f) HPT processing at room temperature followed by annealing at 673 K. Dark-field images were taken with diffracted beams indicated by arrows in SAED patterns

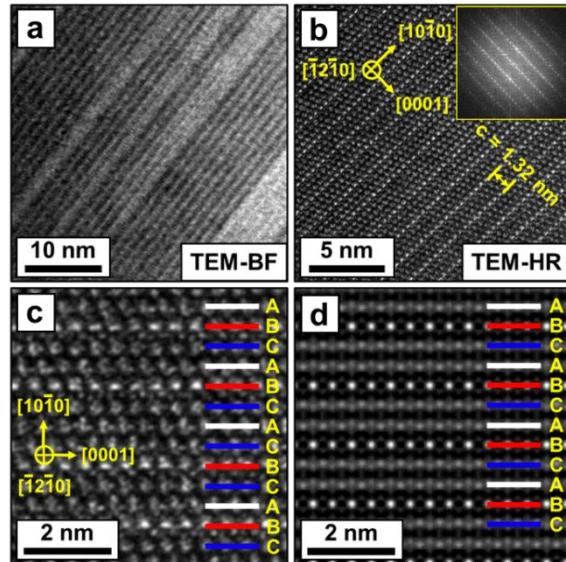


Figure 7. TEM micrographs for sample processed by HPT for 10 turns and subsequently annealed at 673 K: (a) bright-field image, (b) high-resolution lattice image and corresponding diffractogram, (c) lattice image and corresponding order of atoms with one stacking fault, (d) simulated lattice image based on normal stacking.

## SUMMARY

1. For TiFe, the pre-activation involving the exposure to high pressure and high temperature is no longer required when TiFe is processed by HPT. Furthermore, the HPT-processed sample is not deactivated even after long time exposure to air.
2. For Mg<sub>2</sub>Ni, HPT processing leads to improvement of hydrogen storage performance so that hydrogen absorption is feasible at 423 K with faster hydrogen kinetics.
3. The significant improvement of hydrogen storage performance in TiFe and Mg<sub>2</sub>Ni is because large fractions of grain boundaries and stacking faults are produced by HPT processing and they can act as pathways to transport hydrogen from the surface to the interior of samples and activate the material with fast hydrogenation kinetics.

## ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported in part by a Grant-in-Aid for Scientific Research (S) from the MEXT, Japan (No. 26220909), and in part by a Grant-in-Aid for Challenging Exploratory Research from the MEXT, Japan (No. 15K14183). The HPT process was carried out in the International Research Center on Giant Straining for Advanced Materials (IRC-GSAM) at Kyushu University.

## REFERENCES

- [1] L. Schlapbach, A. Zuttel, *Nature* 414 (2001) 353-358.
- [2] J.J. Reilly, R.H. Wiswall, *Inorg. Chem.* 13 (1974) 218-222.
- [3] S.K. Kulshreshtha, O.D. Jayakumar, K.B. Bhatt, *J. Mater. Sci.* 28 (1993) 4229-4233.
- [4] H. Inui, T. Yamamoto, M. Hirota, M. Yamaguchi, *J. alloys Compd.* 330-332 (2002) 117-124.
- [5] J.Y. Lee, C.N. Park, S.M. Pyun, *J. Less-Common Met.* 89 (1983) 163-168.
- [6] L. Schlapbach, T. Riesterer, *Appl. Phys. A* 32 (1983) 169-182.
- [7] L. Schlapbach, A. Sella, Y. Stucki, B.C. Siegmann, *J. Less-Common Met.* 73 (1980) 145-160.
- [8] T. Schober, D.G. Wastlake, *Scripta Metall.* 15 (1981) 913-918.
- [9] J.J. Reilly, R.H. Wiswall Jr., *Inorg. Chem.* 7 (1968) 2254-2256.
- [10] L. Schlapbach, D. Shaltiel, *Mater. Res. Bull.* 14 (1979) 1235-1246.
- [11] K. Nomura, E. Akiba, S. Ono, *Int. J. Hydrogen Energy* 6 (1981) 295-303.
- [12] L. Zaluski, A. Zaluska, J.O. Strom-Olsen, *J. Alloys Compd.* 217 (1995) 245-249.
- [13] T. Kohno, M. Kanda, *J. Electrochem. Soc.* 144 (1997) 2384-2388.
- [14] S. Orimo, H. Fujii, K. Ikeda, *Acta Mater.* 45 (1997) 331-341.
- [15] T. Akiyama, H. Isogai, J. Yagi, *J. Alloys Compd.* 252 (1997) L1-L4.
- [16] S. Orimo, H. Fujii, *Intermetallics* 6 (1998) 185-192.
- [17] P. Tessier, H. Enoki, M. Bououdina, E. Akiba, *J. Alloys Compd.* 268 (1998) 285-289.
- [18] S.C. Han, P.S. Lee, J.Y. Lee, A. Zuttel, L. Schlapbach, *J. Alloys Compd.* 306 (2000) 219-226.
- [19] Q. Li, Q. Lin, L. Jiang, K. Chou, F. Zhan, Q. Zheng, *J. Mater. Sci. Technol.* 20 (2004) 209-212.
- [20] H. Shao, H. Xu, Y. Wang, X. Li, *Nanotechnology* 15 (2004) 269-274.
- [21] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer, Y. T. Zhu, *Mater. Res. Lett.* 4 (2016) 1-21.
- [22] R.Z.Valiev, Y.Estrin, Z.Horita, T.G.Langdon, M.J.Zehetbauer, Y.Zhu, *JOM* 58(4) (2006) 33-39.
- [23] P.W. Bridgman, *Phys. Rev.* 48 (1935) 825-847.
- [24] K. Edalati, Z. Horita, *Mater. Sci. Eng. A*, 652 (2016) 325-352.
- [25] K. Edalati, J. Matsuda, H. Iwaoka, S. Toh, E. Akiba, Z. Horita, *Int. J. Hydrogen Energy* 38 (2013) 4622-4627.
- [26] K. Edalati, J. Matsuda, M. Arita, T. Daio, E. Akiba, Z. Horita, *Appl. Phys. Lett.* 103 (2013) 143902.
- [27] T. Hongo, K. Edalati, M. Arita, J. Matsuda, E. Akiba, Z. Horita, *Acta Mater.* 92 (2015) 46-54.
- [28] K. Edalati, Z. Horita, *Scripta Mater.* 63 (2010) 174-177.
- [29] K. Edalati, S. Toh, Y. Ikoma, Z. Horita, *Scripta Mater.* 65 (2011) 974-977.
- [30] K. Edalati, M. Arimura, Y. Ikoma, T. Daio, M. Miyata, D.J. Smith, Z. Horita, *Mater. Res. Lett.* 3 (2015) 216-221.
- [31] Y. Ikoma, K. Hayano, K. Edalati, K. Saito, Q. Guo, Z. Horita, *Appl. Phys. Lett.* 101 (2012) 121908 1-4.
- [32] Y. Ikoma, K. Hayano, K. Edalati, K. Saito, Q. Guo, Z. Horita, T. Aoki, D.J. Smith, *J. Mater. Sci.* 49 (2014) 6565-6569.

## **NiTi and Co-Cr Alloys Used in Biomedical Stents**

Takayuki Narushima<sup>1, a</sup>, Alfirano<sup>2</sup> and Kyosuke Ueda<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Materials Processing, Tohoku University,  
6-6-02 Aza Aoba, Aramaki, Aoba-ku, Sendai 980-8579, Japan  
<sup>2</sup>Metallurgy Engineering Department, Sultan Ageng Tirtayasa University,  
Jl. Jenderal Sudirman KM 3 Cilegon 42435, Indonesia

*<sup>a</sup>narut@material.tohoku.ac.jp*

### **Abstract**

Mechanical properties of metallic biomaterials such as NiTi and Co-Cr alloy are described, with a focus on applications in metallic stents. The background of studies on biomaterials is discussed, and the relationship between the microstructure and mechanical properties of NiTi and Co-20Cr-15W-10Ni alloys is described. The effect of non-metallic inclusions and phase transformation on the properties of the above alloys is presented. The precise alloy design by taking light elements such as O and C into account and appropriate heat treatment are required to improve the mechanical properties of these alloys. Finally, the concept of mechanical biocompatibility, which is an advantage of metallic biomaterials over polymer and ceramic counterparts, is introduced.

**Key words:** metallic biomaterials, NiTi, Co-Cr alloy, stent, mechanical property

### **INTRODUCTION**

The elderly population is growing rapidly all over the world. It is predicted that the number of patients suffering from injuries sustained during falls or deterioration of body functions will increase in this “super-aged” society. In order to maintain the QOL (quality of life) of these patients, dental and medical devices need to be improved further so that they are capable of performing the functions of the human body. Highly functional and safe biomaterials can contribute to the development of such dental and medical devices.

The strength, ductility, and durability within the human body make metals useful materials for use in medical and dental devices. As such, over 80% of implant devices are made of metals<sup>[1]</sup>, and this imparts advantages such as high strength, high elasticity, high fracture toughness, a combination of high elasticity and stiffness, and high electrical conductivity to those devices. Table 1 lists clinical divisions and medical devices in which metallic biomaterials have been employed<sup>[2]</sup>. Although functionality and biocompatibility are given priority when considering metallic biomaterials, the cost of production of the devices is also an important aspect. Low-cost devices can be fabricated by using inexpensive materials and suitable production processes. The utilization of common metals and light elements (such as C, N, and O) is effective in lowering the production cost. Therefore, alloy design and processing using such elements need to be investigated further. In addition, lowering the cost of metallic elements that constitute the alloys needs to be explored. In other words, not only the production of medical devices, but also smelting, refining, and recycling processes of metals require improvement.

Table 2 shows the chemical compositions of the stainless steels, Co-Cr alloys, and Ti and its alloys registered in the ASTM (American Society of Testing and Materials) standards for surgical implant applications<sup>[3]</sup>. Hereafter, the chemical compositions of the alloys are denoted by their mass percentages, and the notation “mass%” is omitted. In this article, NiTi and Co-Cr alloys are studied, focusing on their application in metallic stents. A stent is a medical device whose function is to dilate a tubular part of the human body, such as blood vessels, from inside the lumen. Table 3 summarizes the materials used for metallic stents in conjunction with their diameter, length, and strut thickness. NiTi, Co-Cr alloys, and stainless steels have been employed as stent materials. In particular, NiTi and Co-Cr alloys are mainly used for self-expandable and balloon-expandable stents, respectively. The vascular stent market in the world

accounts for more than ten billion US dollars and has seen a steady annual increase<sup>[4]</sup>. These metallic biomaterials contain Ni, Ti, and Co as their main constituents, of which Indonesia potentially has abundant reserves.

The latest data from the Geological Agency of the Ministry of Energy and Mineral Resources<sup>[5]</sup> show that Indonesia has Ni ore reserves of 2.6 billion tons with 577 million tons spread in Sulawesi, Kalimantan, Maluku, and Papua. These resources are mined and exported in the form of Ni matte, ferronickel or crude Ni. In addition, Indonesia, which has a large amount of laterite-Ni ore reserves, could have the opportunity for producing more Co, because Co is obtained as a byproduct of the processing of the laterite-Ni ore.

**Table 1. Metallic biomaterials and their applications<sup>[2]</sup>**

<b>Materials</b>	<b>Clinical divisions and medical devices</b>
<b>Stainless steels</b>	<b>Orthopedic surgery:</b> Spinal fixation, Spinal spacer, Bone fixation, Artificial joint <b>Cardiovascular medicine and surgery:</b> Stent, Guide-wire, Cerebral aneurysm clip <b>Dentistry:</b> Inlay, Crown, Clasp, Bridge, Denture base, Orthodontic wire, Magnetic attachment <b>General surgery:</b> Treatment device, Needle of syringe, Scalpel, Catheter, Staple
<b>Ti and its alloys</b>	<b>Orthopedic surgery:</b> Spinal fixation, Spinal spacer, Bone fixation, Artificial joint <b>Cardiovascular medicine and surgery:</b> Implant-type artificial heart, Pace maker, Artificial valve, Cerebral aneurysm clip <b>Dentistry:</b> Dental implant, Inlay, Crown, Clasp, Bridge, Denture base, Orthodontic wire <b>General surgery:</b> Treatment device
<b>Co-Cr alloys</b>	<b>Orthopedic surgery:</b> Bone fixation, Artificial joint <b>Cardiovascular medicine and surgery:</b> Stent, Guide-wire, Cerebral aneurysm clip <b>Dentistry:</b> Inlay, Crown, Clasp, Bridge, Denture base, Orthodontic wire <b>General surgery:</b> Catheter
<b>NiTi</b>	<b>Cardiovascular medicine and surgery:</b> Stent, Guide-wire <b>Dentistry:</b> Orthodontic wire <b>General surgery:</b> Catheter
<b>Ta</b>	<b>Orthopedic surgery:</b> Artificial joint <b>Cardiovascular medicine and surgery:</b> Stent,
<b>Au and its alloys</b>	<b>Dentistry:</b> Filling, Inlay, Crown, Clasp, Bridge, Denture base, Orthodontic wire, Solder <b>General surgery:</b> Catheter
<b>Ag alloys</b>	<b>Dentistry:</b> Filling, Inlay, Crown, Clasp, Bridge, Denture base, Solder
<b>Pt and its alloys</b>	<b>Cardiovascular medicine and surgery:</b> Electrode, Embolization wire <b>General surgery:</b> Catheter
<b>Mg alloys</b>	<b>Orthopedic surgery:</b> Bone fixation



**Table 2. Chemical composition of metallic biomaterials registered in the ASTM standards (mass%)<sup>[3]</sup>**

Stainless steels	Co-Cr alloys	Ti and its alloys
<b>Fe-18Cr-14Ni-2.5Mo (C&lt;0.03)</b> F138-13 wrought (bar, wire) F139-12 wrought (sheet, strip) F1350-08 wrought (wire) F2257-14 wrought (tube)	<b>Co-28Cr-6Mo</b> F75-12 castings	<b>CP* Ti, <math>\alpha</math> type</b> F67-13 Grade 1 Grade 2 Grade 3 Grade 4
<b>Fe-22Cr-13Ni-5Mn-2.5Mo (C&lt;0.03, 0.2&lt;N&lt;0.4)</b> F1314-13 wrought (bar, wire)	<b>Co-28Cr-6Mo</b> F1537-11 wrought H799-11 wrought (forgings)	<b>Ti-6Al-4V, <math>\alpha+\beta</math> type</b> F1108-14 castings F1472-14 wrought
<b>Fe-21Cr-10Ni-3Mn-2.5Mo (0.25&lt;N&lt;0.5)</b> F1586-13 wrought (bar)	<b>Co-20Cr-15W-10Ni</b> F90-14 wrought F1091-12 wrought (wire)	<b>Ti-6Al-4V ELI**<math>\alpha+\beta</math> type</b> F136-13 wrought
<b>Fe-23Mn-21Cr-1Mo (0.85&lt;N&lt;1.10)</b> F2229-12 wrought (bar, wire)	<b>Co-35Ni-20Cr-10Mo</b> F562-13 wrought F688-14 wrought (plate, sheet, foil) F961-14 wrought (forgings)	<b>Ti-6Al-7Nb, <math>\alpha+\beta</math> type</b> F1295-11 wrought
<b>Fe-11Mn-17Cr-3Mo (0.45&lt;N&lt;0.55)</b> F2581-12 wrought (bar, wire)	<b>40Co-20Cr-16Fe-15Ni-7Mo</b> F1058-08 wrought (wire, strip)	<b>Ti-3Al-2.5V, <math>\alpha+\beta</math> type</b> F2146-13 wrought (tube) <b>Ti-13Nb-13Zr, near <math>\beta</math> type</b> F1713-08 wrought <b>Ti-12Mo-6Zr-2Fe, <math>\beta</math> type</b> F1813-13 wrought <b>Ti-15Mo, <math>\beta</math> type</b> F2066-11 wrought <b>NiTi, intermetallic (Ti:54.5-57)</b> F2063-12 wrought

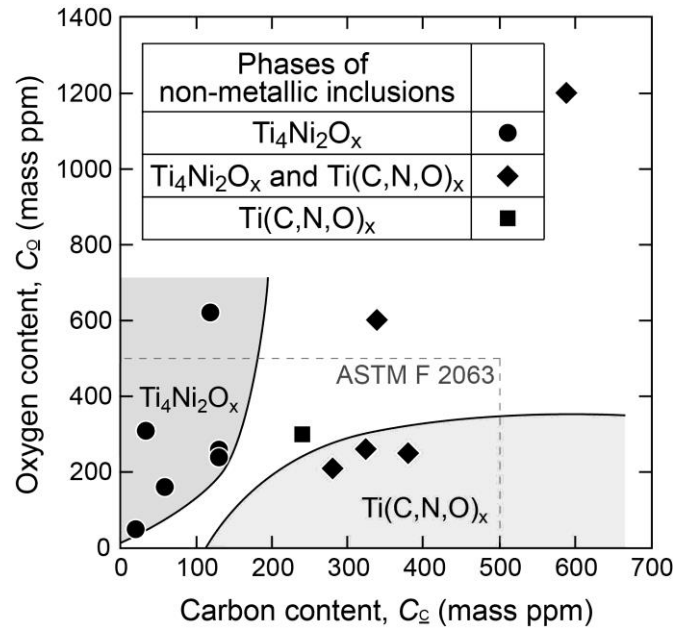
\*CP: commercially pure, \*\*ELI: extra low interstitials

**Table 3. Materials for metallic stents**

Stent	Materials	Implantation method	Outer diameter (mm)	Length (mm)	Strut thickness ( $\mu\text{m}$ )
Coronary	Co-Cr alloy, Stainless steel	Balloon-ex.	2.0 – 4.5	6 – 32	80 – 110
Neurovascular	NiTi	Self-ex.	2.0 – 5.0	6 – 50	100 – 150
Carotid	NiTi	Self-ex.	6.0 – 10.0	15 – 60	100 – 200
Peripheral	NiTi, Stainless steel	Self-ex.	9.0 – 14.0	20 – 80	150 – 200
Bile duct	NiTi	Self-ex.	6.0 – 14.0	20 – 150	200 – 300

### NiTi

The superelasticity, shape memory effect, and high corrosion resistance of NiTi has made it a suitable material for fabricating self-expandable stents. Stents require high fatigue resistance to withstand the repeated processes of pulsation-induced expansion and contraction. Practical NiTi stents are fabricated by vacuum induction melting, hot forging, repeated cold-working and annealing, shape memory treatment, laser cutting, and finally, surface polishing<sup>[6]</sup>. During melting, the alloy is unavoidably contaminated by light elements, such as O, C, and N, which remain in the final product. In NiTi used for medical devices, the C and O+N contents are limited to a maximum of 0.05 mass% by the ASTM F2063 standard. These elements cause the formation of non-metallic inclusions, even when the composition is standard-compliant.  $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$ -type oxide and  $\text{Ti}(\text{C},\text{N},\text{O})_x$ -type carbide ( $x \leq 1$ ) are the main non-metallic inclusions found in NiTi, and form depending on the O and C content in the alloy<sup>[7]</sup>. Figure 1 summarizes phases of non-metallic inclusions as functions of O and C content in forged NiTi. It is evident that the non-metallic inclusions are formed even in the region with the low O and C content as per the ASTM standard. Therefore, it is difficult to prevent the formation of such inclusions in NiTi. However, few reports have discussed the relationship between the fatigue properties and the phases of the non-metallic inclusions in NiTi with various light-element contents.



**Figure 1. Phases of non-metallic inclusions in forged NiTi**

**Table 4. Chemical composition, diameters, and Young's moduli of NiTi wires**

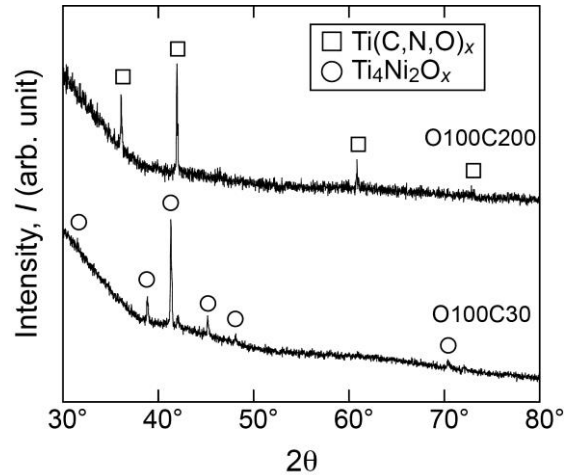
Notation	Chemical composition (mass%)				Diameter, $\delta$ / $\mu\text{m}$	Young's modulus, $E$ / GPa
	Ni	Ti	O	C		
O100C30	55.6	Bal.	0.0118	0.0033	155	50.1
O100C200	55.5	Bal.	0.0116	0.0189	159	48.7

NiTi wires with two different C contents were fabricated, and their fatigue strength was evaluated with a focus on the phases of non-metallic inclusions. The diameter of the wires was 160  $\mu\text{m}$ , which is approximately the size of strut parts in medical stents. Table 4 shows the notations, chemical compositions, diameters ( $\delta$ ), and Young's moduli ( $E$ ) of the wires. The fatigue properties of the wires were evaluated by rotating-bending fatigue testing in Hanks' solution at 310 K<sup>[8]</sup>. The rotation rate and maximum number of cycles were 1000 rpm and  $10^7$ , respectively. The strain amplitude ( $\varepsilon_a$ ) and maximum bending stress ( $\sigma$ ) applied to the wires were controlled by changing the distance between the centerline of the two axes ( $D$ ) where the wire was attached, following Eqs. (1) and (2).

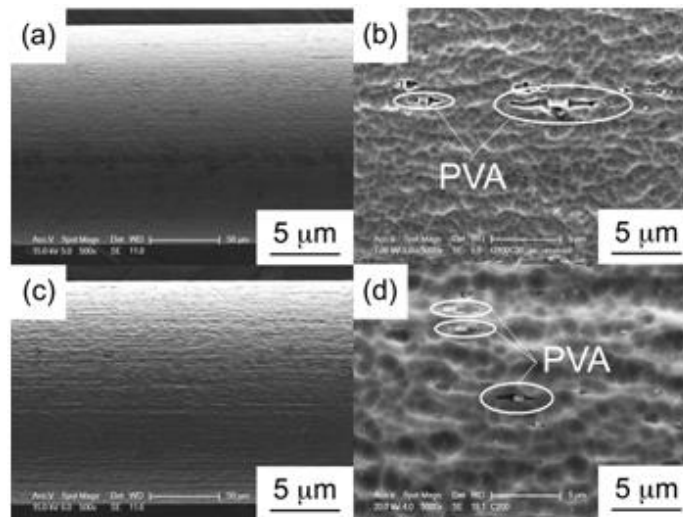
$$\varepsilon_a (\%) = \delta/D \times 100 \tag{1}$$

$$\sigma (\text{MPa}) = E \times \delta/D \tag{2}$$

Non-metallic inclusions in NiTi wires were separated from the metallic matrix using electrolytic extraction<sup>[7]</sup>. The combination of electrolytic extraction and XRD allows for direct and precise analysis of the phase of non-metallic inclusions. The XRD patterns of the non-metallic inclusions in the O100C30 and O100C200 wires are shown in Figure 2. The O100C30 and O100C200 wires contained single  $Ti_4Ni_2O_x$ -type oxide and single  $Ti(C,N,O)_x$ -type carbide as non-metallic inclusions, respectively. The phases of the non-metallic inclusions changed with the C/O content ratio of the NiTi wires. Figure 3 shows the surfaces of the O100C30 and O100C200 wires. Surface grooves, originating from the cold-drawing and/or pickling processes during wire fabrication, are observed. Higher-magnification images confirm the presence of PVAs (particle and void assemblies)<sup>[9]</sup>. PVAs are surface defects resulting from non-metallic inclusions, associated with the draw-direction elongation of voids in the wire; the voids are mainly formed during cold-drawing.

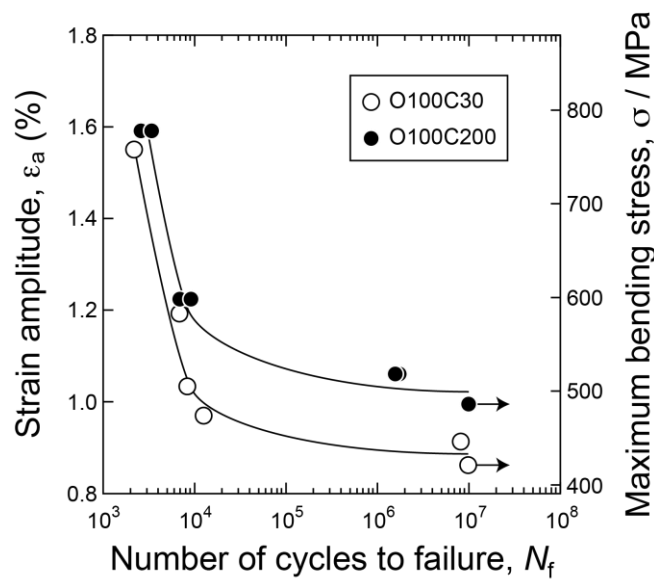


**Figure 2.** XRD patterns of non-metallic inclusions electrolytically extracted from O100C30 and O100C200 wires

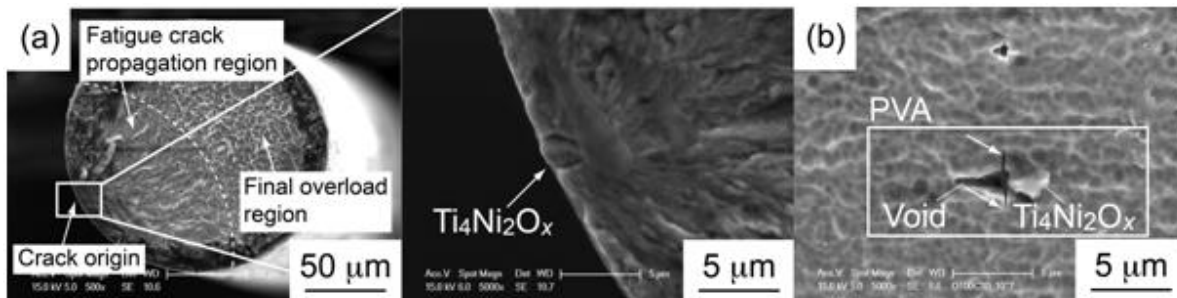


**Figure 3.** SEM (scanning electron microscopy) images of surface of (a, b) O100C30 and (c, d) O100C200 wires. (b) and (d) are higher magnification images of (a) and (c), respectively.

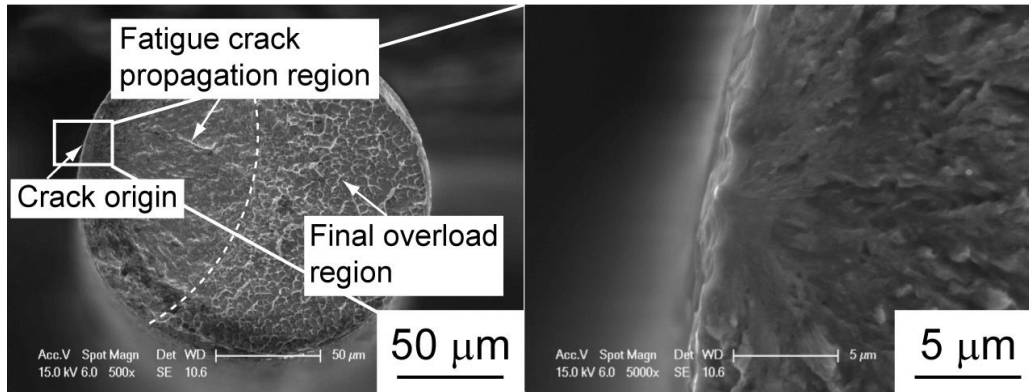
Figure 4 shows the fatigue curves of the O100C30 and O100C200 wires, where the strain amplitude of the vertical axis is calculated using the average Young's modulus across both materials. The fatigue strengths are evaluated as 432–457 MPa and 484–516 MPa for O100C30 and O100C200 wires, respectively. These fatigue curves demonstrate that the O100C200 wire has greater fatigue strength than the O100C30 wire. An SEM image of a typical O100C30 wire fracture surface after fatigue testing is shown in Figure 5 (a). The crack origin, fatigue crack propagation region, and final overload region are clearly observed. A  $Ti_4Ni_2O_x$ -type non-metallic inclusion is observed at the crack initiation site in the higher-magnification image.  $Ti_4Ni_2O_x$ -type non-metallic inclusions are also observed in the post-testing fracture surfaces of wires at other  $\epsilon_a$  levels. Hence, it can be concluded that the  $Ti_4Ni_2O_x$ -type non-metallic inclusions in the O100C30 wire cause crack initiation. Figure 5 (b) depicts the surface of the O100C30 wire after  $10^7$  cycles without failure. Cracks initiate from around the interface of a  $Ti_4Ni_2O_x$ -type non-metallic inclusion and a void in a surface PVA. The fracture surface of the O100C200 wire was also observed, and the images are shown in Figure 6. Although non-metallic inclusions are not observed at the crack origins, the observed surface grooves seem to act as crack initiation sites. These results suggest that  $Ti_4Ni_2O_x$ -type non-metallic inclusions, surface defects such as PVAs related to  $Ti_4Ni_2O_x$ -type non-metallic inclusions, or a combination of both cause cracks and reduce the fatigue strength of the O100C30 wire to a value lower than that of the O100C200 wire.



**Figure 4. Fatigue curves of O100C30 and O100C200 wires in rotating-bending fatigue test. Arrows indicate no failure after  $10^7$  cycles in the tests**



**Figure 5. SEM images of (a) fracture surface and (b) surface without failure after the fatigue test of O100C30 wire at  $\epsilon_a$  of (a) 1.19% and (b) 0.86%**



**Figure 6.** SEM images of fracture surface of O100C200 wire after the fatigue test at  $\epsilon_a$  of 1.06%

### Co-Cr ALLOYS

Alloys used for balloon-expandable stents are required to have high strength, workability, and corrosion resistance. Recently, the Co-20Cr-15W-10Ni alloy, which is registered in the ASTM F90 standard, has received much attention for such stent applications. In order to establish a reasonable process for stent manufacturing, understanding the changes in microstructure, mechanical properties, and corrosive properties during heat treatment is essential. In this section, the microstructure and tensile properties of the biomedical Co-20Cr-15W-10Ni alloy after heat treatment are reported<sup>[10]</sup>.

The specimen used for the base alloy (as-received alloy) was a forged Co-Cr-W-Ni alloy bar with a diameter of 22.5 mm (Carpenter Technology Corporation, PA, USA), whose chemical composition is in accordance with the ASTM F90 standard, as listed in Table 5. The as-received alloy was sealed in a silica ampoule with Ar gas at room temperature, which was then inserted into an electric-resistance muffle furnace maintained at temperatures in the 673–1723 K range. The holding time of the heat treatment was between 0.6 and 259.2 ks. After heat treatment for a specified length of time, the alloys were water-quenched by breaking the silica ampoule.

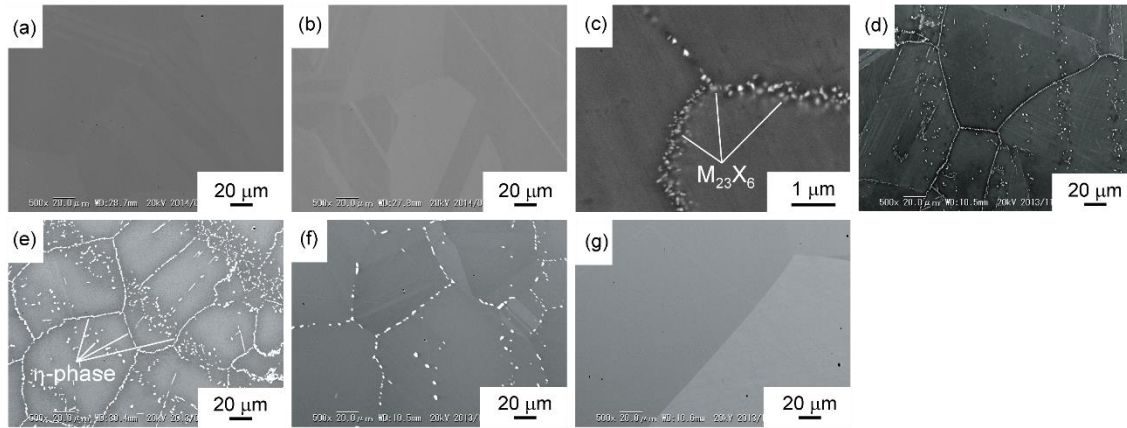
**Table 5.** Chemical composition of ASTM F90 Co-20Cr-15W-10Ni alloy (mass%)

Co	Cr	W	Ni	Fe	Mn	C	N
Bal.	20.18	15.05	9.84	1.87	1.65	0.08	0/05

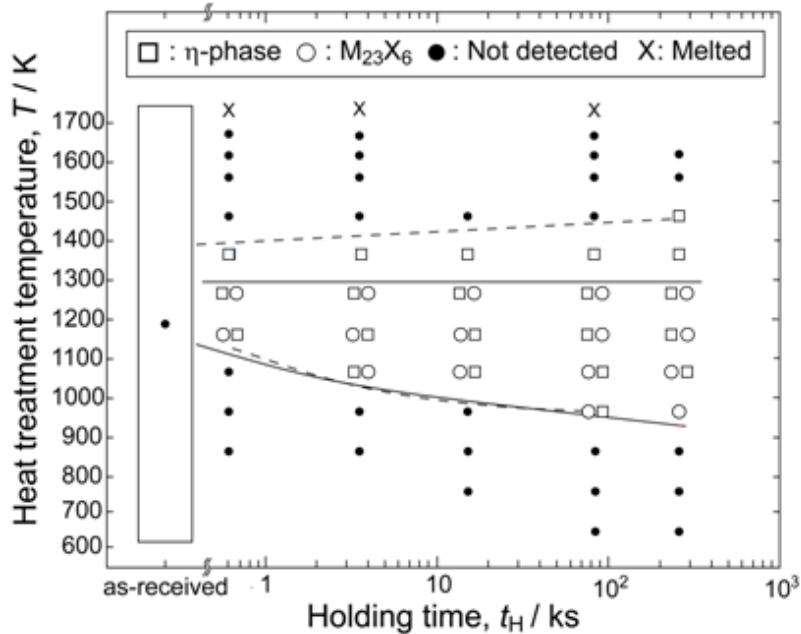
The mechanical properties of the heat-treated alloy specimens were evaluated by tensile testing. Specimens used for tensile testing were first mechanically machined from the as-received alloy into bars with a size of  $\phi$  6 mm  $\times$  40 mm, and then, these bars were heat-treated at 673–1623 K for 0.6–259.2 ks. The heat-treated bars were mechanically machined into tensile test specimens with a gauge diameter of 3 mm and gauge length of 10 mm. Then, the tensile tests were conducted at room temperature and a strain rate of  $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

The grain size of the as-received alloy was 78  $\mu\text{m}$ , while the grain sizes of the specimens heat treated at 673–1373 K for 259.2 ks were approximately 80–130  $\mu\text{m}$ . On the other hand, after heat treatment at 1473–1623 K for 259.2 ks, noticeable grain coarsening and grain sizes above 600  $\mu\text{m}$  were observed. Figure 7 shows the microstructures of the specimens heat-treated at 773–1623 K for 259.2 ks. At 1073–1373 K, precipitates were observed at the grain boundaries and within the grains, while no precipitates were observed in the specimens heat treated at temperatures of 773 K and 1623 K.

Figure 8 summarizes the phases of precipitates as functions of heat treatment time and temperatures.  $M_{23}X_6$ -type (where M is a metallic element and X is C and/or N) and  $\eta$ -phase ( $M_6X-M_{12}X$ -type) precipitates were detected in the heat-treated specimens. The amount of  $\eta$ -phase increased as the holding time increased, whereas the amount of  $M_{23}X_6$  was almost constant. In biomedical Co-Cr-Mo alloys, which do not contain W, the  $\eta$ -phase was not the main phase of the precipitates<sup>[11,12]</sup>. The occurrence of the  $\eta$ -phase as the main precipitate is characteristic of Co-Cr alloys containing W as a major alloying element.



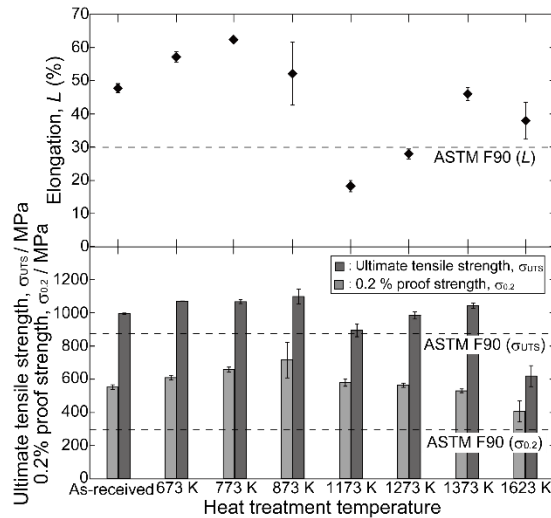
**Figure 7.** SEM/BSE (backscattered electron) images of (a) the as-received alloy and the alloy specimens heat-treated at (b) 773 K, (c) 1073 K, (d) 1173 K, (e) 1273 K, (f) 1373 K, and (g) 1623 K. The holding time was 259.2 ks except (c) (86.4 ks).



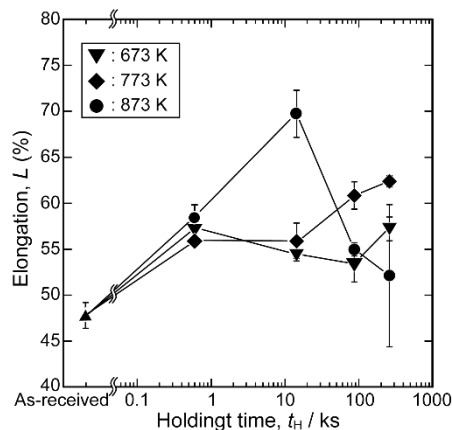
**Figure 8.** Phases of precipitates formed in Co-Cr-W-Ni alloys after heat treatment

Figure 9 summarizes the ultimate tensile strength, 0.2% proof strength, and total elongation of the specimens heat-treated for 259.2 ks. The dashed lines in Figure 9 correspond to the minimum requirements as per the ASTM F90 standard. The elongation values of the specimens heat-treated at 673–873 K are higher than that of the as-received alloy. On the other hand, the elongation values of the specimens heat-treated at 1173 K and 1273 K are 20–30%, which are lower than that of the minimum requirement as per the ASTM F90 standard. Among the heat-treated specimens, tensile strength is the lowest in the alloy heat-treated at 1623 K because of grain coarsening.

The effects of holding time on the mechanical properties of specimens heat-treated at 673–873 K are shown in Figure 10. Comparison with the as-received alloy specimen showed that both tensile strength and ductility improved for the alloy specimens heat treated at 673–873 K. In the case of the specimens heat treated at 673 and 773 K, elongation increased with increasing holding time, while in the case of the specimen heat treated at 873 K, elongation showed a maximum value of 70% at a holding time of 14.4 ks. TEM analysis of the alloy specimens heat treated at low temperatures shows the formation of  $\epsilon$ -phase during deformation when the samples were subjected to tensile testing. The  $\epsilon$ -phase was considered to be formed by SIMT (strain-induced martensitic transformation). In the Fe-Cr-Ni alloy, which is a typical TRIP (transformation-induced plasticity) steel, elongation is improved by the formation of the  $\epsilon$ -phase due to SIMT that occurs during deformation<sup>[13]</sup>. The formation of the  $\epsilon$ -phase indicates that the improvement in both tensile strength and elongation of Co-20Cr-15W-10Ni alloy specimens heat-treated at low temperatures is related to the TRIP effect.



**Figure 9. Mechanical properties of Co-Cr-W-Ni alloys heat treated for 259.2 ks**



**Figure 10. Effect of the holding time on the elongation of alloys heat-treated at 673–873 K**

## **SUMMARY**

Metallic biomaterials have a long history of being used for implants. However, there are still issues to be resolved when we use these materials to face aging on a global scale. Based on the fact that the biofunctionality of metallic biomaterials is insufficient when compared with that of polymer and ceramic biomaterials, mechanical biocompatibility<sup>[14]</sup>, which is defined as the factors to be adjusted to levels suitable for structural biomaterials used in implants, must be improved. The factors considered when evaluating mechanical biocompatibility include Young's modulus, tensile strength, ductility, fatigue life, fretting fatigue life, wear properties, and mechanical functionalities. In addition, medical devices made of metals need to be fabricated with low cost, and a stable supply of the necessary raw materials is required.

For NiTi and Co-Cr alloys used for the fabrication of metallic stents, fatigue life is considered to be a critical property. Their fatigue properties can be improved by alloy design that takes into account incorporated light elements and by establishing reasonable fabrication processes. Because these alloys contain Ni as a major alloying element, improving corrosion resistance under stress-loaded condition is another issue, even though they already possess excellent corrosion resistance when long time use as implant materials is considered. Therefore, further research on effects of alloying elements on the phase transformation, reactions, and properties of these alloys is essential.

## **REFERENCES**

- [1] T. Hanawa, Research and development of metals for medical devices based on clinical needs, *Sci. Tech. Ad. Mater.* 13 (2012) 064102 (15pp).
- [2] T. Nakano, Metals, in: T. Okano (Ed.), *Biomaterials: Fundamentals and Applications*, Tokyo Kagaku Dojin, Tokyo, Japan, 2016, p. 67.
- [3] V.A. Mayer (Ed.), *Annual Book of ASTM Standards, Section Thirteen, Medical Devices and Services*, vol. 13.01. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012.
- [4] Information on [http://www.meti.go.jp/meti\\_lib/report/2015fy/000535.pdf](http://www.meti.go.jp/meti_lib/report/2015fy/000535.pdf)
- [5] Pusat Data dan Informasi Energi dan Sumber Daya Mineral, "Kajian Supply Demand Mineral", Ministry of Energy and Mineral Resources of Indonesia, 2012.
- [6] S. Miyazaki, T. Sakuma and T. Shibuya, *Applications of Shape Memory Alloys*, CMC Publishing Co., Ltd., Tokyo, Japan, 2001, pp. 131-137.
- [7] D. Ito, N. Nishiwaki, K. Ueda and T. Narushima, Effect of Ba deoxidation on oxygen content in NiTi alloys and non-metallic inclusions, *J. Mater. Sci.* 48 (2013) 359-366.
- [8] T. Narushima, K. Suzuki, T. Murakami, C. Ouchi and Y. Iguchi, Fatigue properties of stainless steel wire ropes for electrodes in functional electrical stimulation systems, *Mater. Trans.* 46 (2005) 2083-2088.
- [9] M. Rahim, J. Frenzel, M. Frotscher, J. Pfetzinger-Micklich, R. Steegmüller, M. Wohlschlägel, H. Mughrabi and G. Eggeler, Impurity levels and fatigue lives of pseudoelastic NiTi shape memory alloys, *Acta Mater.* 61 (2013) 3667-3686.
- [10] K. Ueki, K. Ueda and T. Narushima, Microstructure and mechanical properties of heat-treated Co-20Cr-15W-10Ni alloy for biomedical application, *Metall. Mater. Trans. A* 47 (2016) 2773-2782.
- [11] S. Mineta, S. Namba, T. Yoneda, K. Ueda and T. Narushima, Carbide formation and dissolution in biomedical Co-Cr-Mo alloys with different carbon contents during solution treatment, *Metall. Mater. Trans. A* 41 (2010) 2129-2138.
- [12] T. Narushima, S. Mineta, Y. Kurihara and K. Ueda, Precipitates in biomedical Co-Cr alloys, *JOM* 65 (2013) 489-504.
- [13] I. Tamura, Deformation-induced martensitic transformation and transformation-induced plasticity in steels, *Met. Sci.* 16 (1982) 245-253.
- [14] M. Niinomi, Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 1 (2008) 30-42.



# **SESI PARAREL : METALURGI PROSES**

## PROSES KALSINASI TERHADAP BIJIH NIKEL LATERIT JENIS LIMONIT PADA TEMPERATUR 600°C, 800°C DAN 1000°C

Agus Budi Prasetyo<sup>1,a</sup>, Wahyu Mayangsari<sup>1</sup>, dan Lindasari<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Puslit Metalurgi dan Material LIPI, Gedung 470,  
Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia

<sup>2</sup>Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, UNS Surakarta, Indonesia

<sup>a</sup>Email : [chencen\\_abp@yahoo.com](mailto:chencen_abp@yahoo.com)

### Abstrak

Telah dilakukan karakterisasi terhadap bijih nikel laterit jenis limonit hasil kalsinasi pada temperatur 600°C, 800°C dan 1000°C. Bijih nikel limonit terlebih dahulu di oven untuk menghilangkan air yang masih terkandung didalam bijih. Tahap selanjutnya yaitu digerus menjadi serbuk dengan ukuran kurang lebih 100 mesh. Serbuk sampel dimasukkan ke dalam crucible kemudian di kalsinasi dalam muffle furnace selama 1 jam. Proses kalsinasi dilakukan pada variasi temperatur 600, 800, dan 1000 °C. Hasil dari penelitian ini kemudian dianalisa dengan menggunakan XRD dan SEM. Hasil dari proses kalsinasi nikel limonit pada temperatur 600-1000 °C selama 1 jam menyebabkan serbuk limonit dengan fasa lizardite dan geotite terdekomposisi dan membentuk fasa baru berupa Fe-ringwoodite. Dari hasil SEM dapat dilihat bahwa proses kalsinasi menyebabkan bertambah besarnya ukuran partikel dalam bijih limonit. Proses kalsinasi terhadap bijih limonit meningkatkan kemampuan agregasi partikel dalam bijih limonit sehingga menyebabkan bertambah besarnya ukuran partikel. Berdasarkan hasil mapping, terlihat bahwa tidak terjadi perubahan terhadap kelimpahan dan persebaran logam-logam dalam bijih limonit setelah dilakukan kalsinasi, hal tersebut dapat terjadi karena pemanasan tidak mampu menghilangkan kandungan logam dalam bijih limonit melainkan hanya merubah fasa mineral.

**Kata kunci :** nikel laterit, limonit, kalsinasi, XRD, SEM

### PENDAHULUAN

Nikel merupakan logam feromagnetik yang memiliki titik leleh cukup tinggi, yaitu sekitar 1453 °C. Logam nikel banyak dimanfaatkan dalam kehidupan karena sifatnya yang tahan karat. Umumnya logam ini digunakan dalam produksi baja tahan karat dan juga sebagai *alloy*. Sumber utama nikel di alam berasal dari batuan berupa nikel sulfida dan nikel laterit.<sup>[1]</sup> Sekitar 70% sumber nikel berasal dari nikel laterit dan 30% berasal dari nikel sulfida.<sup>[2]</sup> Meskipun demikian, 60% produksi nikel berasal dari nikel sulfida dan 40% berasal dari nikel laterit. Namun seiring meningkatnya kebutuhan akan nikel, penambangan nikel sulfida menjadi sulit karena deposit nikel sulfida yang semakin sedikit.<sup>[3]</sup> Berdasarkan alasan tersebut maka nikel laterit menjadi alternatif utama dalam produksi nikel.

Nikel laterit adalah produk residual pelapukan kimia pada batuan ultramafik. Proses ini berlangsung selama jutaan tahun dimulai ketika batuan ultramafik tersingkap di permukaan bumi. Pelapukan pada peridotit menyebabkan unsur-unsur dengan mobilitas rendah sampai *immobile* seperti Ni, Fe dan Co mengalami pengayaan secara residual dan sekunder.<sup>[4]</sup> Indonesia memiliki cadangan bijih nikel laterit yang cukup besar, mencapai 12% dari cadangan nikel di seluruh dunia yang tersebar di Sulawesi, Halmahera dan Papua. Bijih nikel laterit terbagi menjadi dua yaitu bijih nikel jenis limonit dan jenis saprolit. Pada bijih nikel jenis limonit memiliki kandungan nikel antara 0,6-1,7% dan besi hingga 45%. Sedangkan pada bijih nikel jenis saprolit memiliki kadar nikel yang lebih tinggi yaitu sekitar 0,4-3% sedangkan kadar besi sekitar 9-25%.<sup>[5]</sup> Bijih nikel laterit jenis limonit terletak di atas lapisan bijih nikel jenis saprolit sehingga penambangan nikel laterit jenis limonit lebih mudah dan ekonomis.

Ekstraksi nikel dari bijih nikel laterit dilakukan dengan menggunakan metode pirometalurgi dan hidrometalurgi maupun campuran keduanya. Metode pirometalurgi merupakan metode ekstraksi nikel dengan

proses seperti pengeringan, kalsinasi, reduksi dan smelting. Sedangkan metode hidrometalurgi meliputi leaching pada kondisi atmosfer maupun leaching dengan asam pada tekanan tinggi. Metode campuran antara pirometalurgi dan hidrometalurgi disebut dengan metode Caron.<sup>[6]</sup> Rendahnya kadar nikel dalam bijih nikel limonit menjadi kendala tersendiri dalam produksi nikel. Berbagai upaya dilakukan untuk meningkatkan *recovery* dan presentase dalam ekstraksi nikel, diantaranya adalah dengan melakukan proses kalsinasi serta dengan peningkatan temperatur dan lama waktu *leaching* terhadap bijih limonit. Kalsinasi merupakan proses pemanasan suatu bahan atau material dengan menggunakan temperatur tinggi. Kim *et al.* (2010) telah melakukan kalsinasi nikel laterit kadar rendah dilanjutkan dengan pemisahan magnet. Kalsinasi yang dilakukan pada temperatur 500 °C selama 1 jam menghasilkan peningkatan kadar nikel dari 1,5% menjadi 2,9%.<sup>[7]</sup> Sedangkan *leaching* merupakan proses pemurnian bahan yang dapat larut dari suatu padatan dengan menggunakan pelarut. Nikel yang terkandung dalam bijih laterit tersebar dalam mineral lizardit bersama magnesium umumnya lebih mudah di *leaching* dengan asam sulfat daripada dengan asam klorida maupun asam nitrat.<sup>[8]</sup> Luo *et al.* (2010) telah melakukan *leaching* terhadap nikel laterit dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% pada temperatur 90 °C selama 5 menit, nikel yang dapat terlarut sebanyak 84,8%.<sup>[9]</sup>

Berdasarkan uraian di atas, dalam penelitian ini dilakukan kalsinasi bijih nikel laterit jenis limonit dengan variasi temperatur 600-1000 °C, kemudian perubahan struktur morfologi dan persebaran mineral dalam sampel hasil kalsinasi dikarakterisasi dengan menggunakan SEM (*Scanning ElectronMicroscopy*) dan XRD (*X-Ray Diffraction*).

## PROSEDUR PENELITIAN

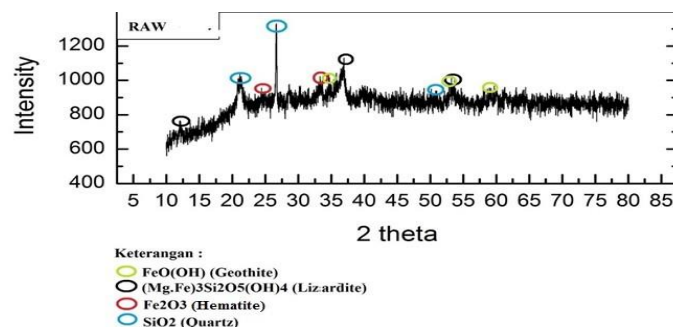
Pada tahap preparasi sampel, dilakukan proses pengeringan dan penggerusan bijih yang berbentuk bongkahan. Sampel dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 110 °C selama 6 jam. Bijih limonit selanjutnya dihancurkan dengan menggunakan *crusher*, digerus dengan menggunakan *disk mill* dan diayak untuk mendapatkan ukuran yang lebih kecil (80-100 *mesh*). Proses selanjutnya yaitu kalsinasi, sampel dimasukkan ke dalam *crussible* kemudian dikalsinasi dalam *muffle furnace* selama 1 jam. *Muffle furnace* yang digunakan yaitu *muffle furnace carbolite*. Proses kalsinasi dilakukan pada varisasi temperatur 600, 800 dan 1000 °C.

Karakterisasi sampel dan hasil kalsinasi dilakukan dengan analisis XRD dan SEM. Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui komposisi senyawa-senyawa yang dominan yang terdapat pada sampel dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-x. Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dan persebaran partikel-partikel yang terdapat pada sampel.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakterisasi Bijih Nikel Limonit

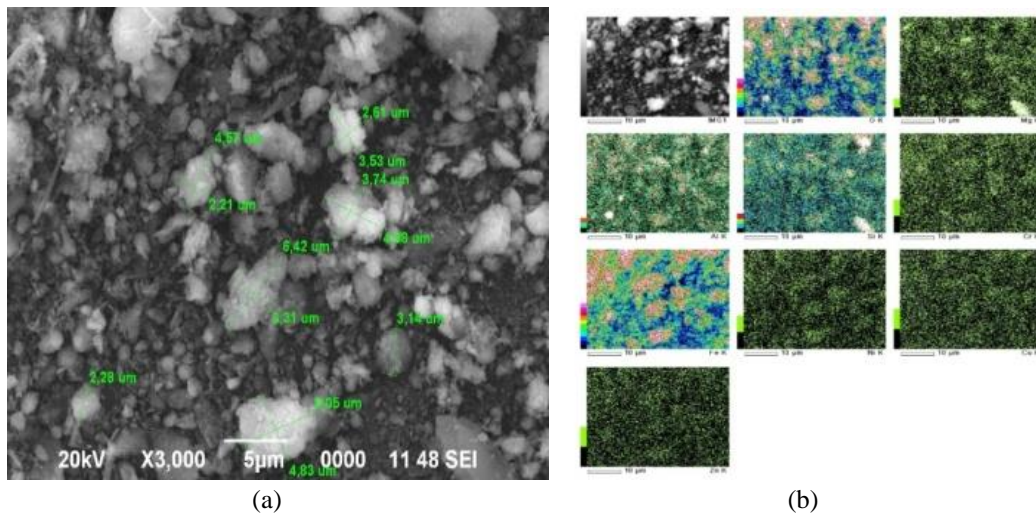
Bijih nikel limonit dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa-fasa yang terdapat dalam bijih nikel laterit jenis limonit awal (*raw sampel*). Hasil analisa XRD ditunjukkan dalam difraktogram pada Gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram Bijih Limonit Awal (*Raw Sampel*)

Berdasarkan standar LPF (*Linus Puling File*) No. 2080021, *peak-peak* yang terbentuk merupakan fasa *lizardite* ((Mg,Fe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>), *quartz* (SiO<sub>2</sub>), *hematite* (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan *goethite* (FeO(OH)). Difraktogram pada Gambar 1 menunjukkan bahwa *quartz* (SiO<sub>2</sub>) merupakan fasa mineral yang intensitasnya paling tinggi, sedangkan Fe tersebar di beberapa *peak* dalam bentuk *lizardite*, *hematite* dan *goethite* sehingga dapat dikatakan bahwa fasa Fe merupakan fasa mineral dominan dalam bijih limonit.

Analisis *raw* sampel dengan menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi bijih limonit yang belum diberi perlakuan. Hasil pengamatan analisis SEM pada Gambar 2.a) menunjukkan bahwa adanya variasi ukuran butiran sampel antara 2,5-6,5  $\mu\text{m}$ . Hasil *mapping* pada Gambar 2.b) menunjukkan bahwa secara kualitatif besi merupakan logam paling dominan yang tersebar dalam bijih limonit. Terlihat pula persebaran O, Si dan Al yang cukup tinggi dalam bijih limonit tersebut. Persebaran logam Fe, O, Al dan Si ini membentuk fasa fasa *lizardite* ( $(\text{Mg,Fe})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ), *quartz* ( $\text{SiO}_2$ ), *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan *goethite* ( $\text{FeO}(\text{OH})$ ) seperti yang ditunjukkan dalam analisis XRD. Selain logam-logam yang disebutkan di atas, terlihat pula persebaran logam lain seperti Cr, Ni, Mg, Cu, Zn namun dalam konsentrasi yang rendah yang ditunjukkan oleh indikator warna disebelah kiri *mapping* masing-masing unsur.



Gambar 2. a) Analisis SEM terhadap Raw Sampel b) Mapping terhadap Raw Sampel

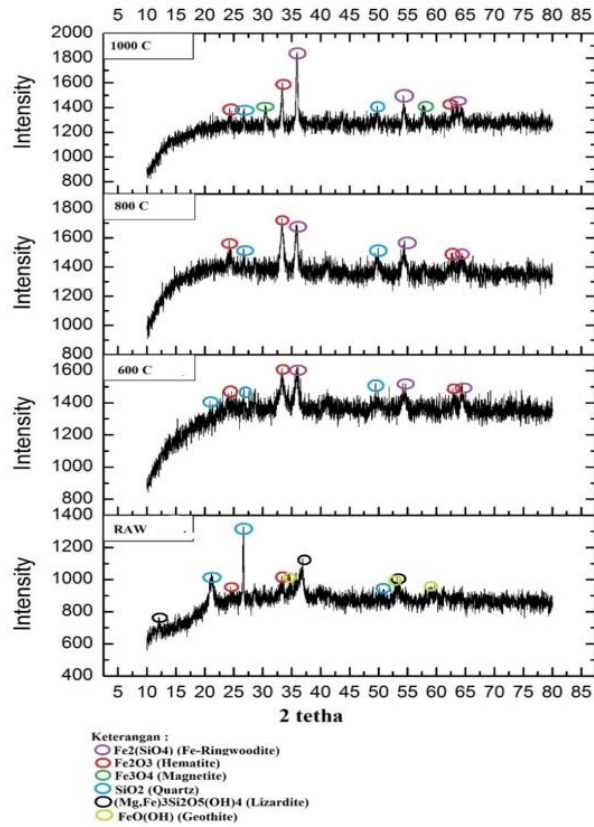
### Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Karakteristik Bijih Limonit

Analisis menggunakan XRD dan SEM dilakukan pada sampel yang dikalsinasi pada temperatur 600, 800, dan 1000  $^{\circ}\text{C}$ .

#### 1. Analisis XRD

Analisis menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui perubahan fasa dalam bijih limonit yang terjadi setelah dilakukan kalsinasi. Hasil analisis XRD diperoleh difraktogram yang ditunjukkan pada Gambar 3.

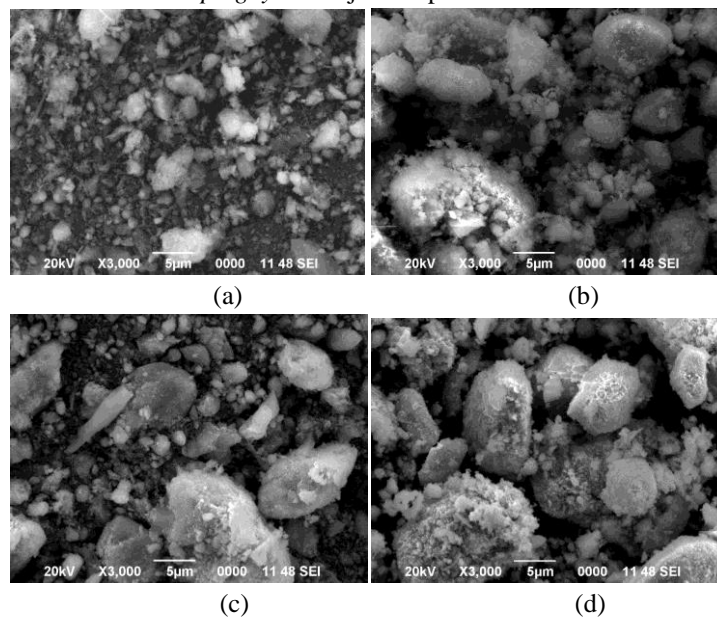
Difraktogram pada Gambar 3 menunjukkan adanya perubahan *peak-peak* dalam bijih limonit sebelum dan setelah dilakukan kalsinasi. Pada *raw* sampel, terlihat bahwa *peak-peak* fasa *quartz* memiliki intensitas tinggi. Setelah dilakukan kalsinasi *peak-peak* fasa *quartz* mengalami penurunan intensitas, baik pada sampel hasil kalsinasi 600, 800 maupun 1000  $^{\circ}\text{C}$ . Berbeda untuk fasa *hematite*, di mana *peak-peak* fasa *hematite* mengalami kenaikan intensitas setelah dilakukan proses kalsinasi. Selain itu terdapat *peak-peak* yang hilang maupun muncul *peak* baru pada sampel hasil kalsinasi, dimana pada bijih limonit yang semula memiliki fasa *lizardite* dan *goethite*, setelah dilakukan kalsinasi *peak-peak* fasa tersebut tidak nampak lagi pada difraktogram. *Peak-peak* baru yang terbentuk pada sampel hasil kalsinasi menunjukkan adanya fasa *Fe-ringwoodite* dan *magnetite*. *Goethite* tidak nampak pada hasil kalsinasi 600 $^{\circ}$  - 1000 $^{\circ}\text{C}$ , hal tersebut disebabkan karena *goethite* kehilangan air kristal dengan adanya pemanasan sehingga terbentuk hematite,<sup>[10][11]</sup> dimana intensitasnya meningkat seiring dengan meningkatnya suhu kalsinasi hingga 800 $^{\circ}\text{C}$ , pada suhu kalsinasi 1000 $^{\circ}\text{C}$  intensitasnya turun diikuti dengan terbentuknya *magnetite*. Sedangkan *lizardite* akan terdekomposisi pada suhu lebih dari 600 $^{\circ}\text{C}$ ,<sup>[12]</sup> Fe hasil dekomposisi *lizardite* berasosiasi dengan *quartz* membentuk fasa *Fe-ringwoodite*, dimana fasa tersebut meningkat dengan meningkatnya suhu kalsinasi yang disertai penurunan intensitas *quartz*. Fasa *Fe-ringwoodite* dan *hematite* merupakan fasa dominan dalam yang terbentuk dalam sampel hasil kalsinasi. Terlihat pada Gambar 3, fasa *Fe-ringwoodite* dan *hematite* memiliki intensitas yang hampir sama pada sampel hasil kalsinasi pada temperatur 600  $^{\circ}\text{C}$  dan 800  $^{\circ}\text{C}$ , sedangkan untuk sampel hasil kalsinasi pada temperatur 1000  $^{\circ}\text{C}$ , *Fe-ringwoodite* lebih dominan dibanding dengan fasa *hematite*.



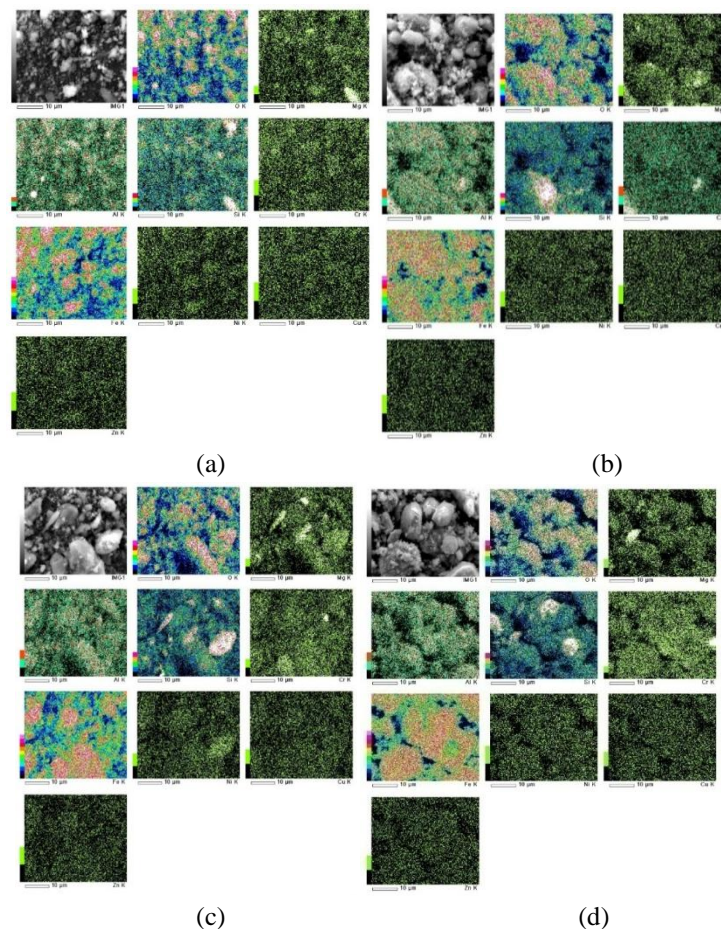
**Gambar 3. Kromatogram Bijih Limonit (Raw Sampel dan Sampel Hasil Kasinasi pada Temperatur 600, 800 dan 1000 °C)**

## 2. Analisis SEM

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui perubahan morfologi dalam bijih limonit setelah dilakukan kalsinasi. Hasil analisis SEM beserta *mappingnya* ditunjukkan pada Gambar 4 dan Gambar 5.



**Gambar 4. Analisis SEM Bijih Limonit a) Raw Sampel, b) Sampel Hasil Kalsinasi 600°C, c) Sampel Hasil kalsinasi 800°C, d) Sampel Hasil Kalsinasi 1000°C**



Gambar 5. *Mapping* Bijih Limonit a) *Raw* sampel, b) Sampel Hasil Kalsinasi 600°C, c) Sampel Hasil kalsinasi 800°C, d) Sampel Hasil Kalsinasi 1000°C

Hasil analisis SEM dengan perbesaran 3000 kali untuk masing-masing sampel ditunjukkan pada Gambar 4 yang menunjukkan bahwa telah terjadi perubahan morfologi dari bijih limonit awal dengan setelah dilakukan kalsinasi pada temperatur 600, 800 dan 1000 °C. Dapat dilihat bahwa proses kalsinasi menyebabkan ukuran partikel bijih limonit bertambah besar. Proses kalsinasi terhadap bijih limonit meningkatkan kemampuan agregasi partikel dalam bijih limonit sehingga menyebabkan bertambah besarnya ukuran partikel tersebut. Hasil *mapping* bijih limonit pada Gambar 5 menunjukkan persebaran logam dalam bijih limonit. Berdasarkan hasil *mapping* tersebut, terlihat bahwa tidak terjadi perubahan terhadap kelimpahan dan persebaran logam-logam dalam bijih limonit setelah dilakukan kalsinasi, hal tersebut dikarenakan pemanasan tidak mampu menghilangkan kandungan logam dalam bijih limonit melainkan hanya merubah fasa mineral seperti yang dijelaskan dalam analisis XRD. Gambar 5 menunjukkan bahwa besi merupakan logam paling dominan yang tersebar dalam bijih limonit baik pada *raw* sampel maupun sampel hasil kalsinasi pada temperatur 600, 800 dan 1000 °C. Terlihat pula persebaran O, Si dan Al yang cukup tinggi dalam bijih limonit tersebut. Persebaran logam-logam lain yaitu Cr, Ni, Mg, Cu, Zn juga terlihat namun dalam konsentrasi yang rendah.

## KESIMPULAN

Proses kalsinasi nikel limonit pada temperatur 600-1000 °C selama 1 jam dengan menyebabkan serbuk limonit dengan fasa *lizardite* dan *gothite* terdekomposisi dan membentuk fasa baru berupa *Fe-ringwoodite*. Dari hasil SEM dapat dilihat bahwa proses kalsinasi menyebabkan bertambah besarnya ukuran partikel dalam bijih limonit. Proses kalsinasi terhadap bijih limonit meningkatkan kemampuan agregasi partikel dalam bijih limonit sehingga menyebabkan bertambah besarnya ukuran partikel tersebut. Berdasarkan hasil *mapping* tersebut, terlihat bahwa tidak terjadi perubahan terhadap kelimpahan dan persebaran logam-logam dalam bijih limonit setelah

dilakukan kalsinasi, hal tersebut dikarenakan pemanasan tidak mampu menghilangkan kandungan logam dalam bijih limonit melainkan hanya merubah fasa mineral seperti yang diterangkan dalam analisis XRD.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Cempel, M., and Nickel, G, Nickel: A Review Of Its Sources And Environmental Toxicology. Polish Journal Of Environmental Studies (2006) 15 (3), 375–382.
- [2] Mcdonald, R.G., and Whittington B.I, Atmospheric Acid Leaching of Nickel Laterites Review. Part I. Sulphuric Acid Technologies. Hydrometallurgy (2008) 91, 35–55.
- [3] Norgate, T. And Jahanshahi, S, Assessing The Energy and Greenhouse Gas Footprints Of Nickel Laterite Processing. Minerals Engineering (2011) 24, 698-707.
- [4] Burger, P.A, Origins and Characteristics of Lateritic Deposits in: Proceeding Nickel. The Australasian Institute of Mining and Metallurgi (1996) 179-183.
- [5] Dalvi, A.D., Wagon W.D., and Osborne R.C, The Past and the Future of Nickel Laterites. International Convention, Trade Show & Investors Exchange. Canada (2004).
- [6] Basturcu, H., and Acarkan N, Separation of Nickel and Iron From Lateritic Ore Using A Digestion Roasting Leaching Precipitation Process. Physicochem. Probl. Miner. Process (2016) 52 (2), 564–574.
- [7] Kim, J., Dodbiba G., Tanno H., Okaya K., Matsuo S., and Fujita T, Calcination of Low-Grade Laterite for Concentration of Ni by Magnetic Separation. Minerals Engineering (2010) 23, 282–288.
- [8] Thubakgale, C.K., Mbaya R.K.K., and Kabongo K, Leaching Behaviour of a Low-grade South African Nickel Laterite. International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering (2012) 6 (8), 761-765.
- [9] Luo, W., Feng Q., Ou L., Zhang G., and Chen Y, Kinetics of saprolitic Laterite Leaching by Sulphuric Acid at Atmospheric Pressure. Minerals Engineering (2010) 23, 458–462.
- [10] Harris C.T., Peacey J.G., Pickles.C.A. Selective sulphidation of a nickeliferous lateritic ore, Elsevier: Minerals Engineering Journal. (2010).
- [11] Ruan, H.D., Frost, R.L., Kloproggr, J.T., Duong, L. Infrared spectroscopy of goethite dehydroxylation: III. Ft-Irmicroscopy of in situ study of the thermal transformation of goethite to hematite. (2002).
- [12] Jie Lu, Shoujun Liu, Ju Shanguan, dkk. The effect of sodium sulphate on the hydrogen reduction process of nickel laterite ore, Elsevier: Minerals Engineering. (2013).

## Kinetika proses kalsinasi pada pembuatan kalsium-magnesium oksida dari mineral dolomit

Ahmad Royani<sup>1,a</sup> dan Eko Sulistiyono<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI  
Gedung 470 Kawasan Puspiptek - Serpong, Tangerang Selatan 15314

<sup>a</sup> e\_mail: ahmad.royani@lipi.go.id

### Abstrak

Potensi dolomit di Indonesia cukup besar dan banyak dimanfaatkan pada berbagai industri. Usaha pemanfaatan dolomit dapat dilakukan melalui proses kalsinasi. Mengetahui parameter kinetika dekomposisi dolomit pada proses kalsinasi merupakan hal penting supaya proses berjalan efektif dan efisien. Pada tulisan ini dipelajari studi kinetika dekomposisi dolomit melalui data percobaan kalsinasi. Percobaan kalsinasi dilakukan dengan menggunakan muffle furnace dengan memvariasikan temperatur dan waktu proses. Sebanyak 100 gram sampel serbuk dolomit -60 mesh dipanaskan pada temperatur 500 sampai 900 °C selama 1 sampai 5 jam. Hasil eksperimen menunjukkan fraksi perubahan berat semakin meningkat apabila temperatur kalsinasi dinaikkan dari 500 sampai 900 °C dan waktu pemanasan diperpanjang dari 1 sampai 5 jam. Hasil optimum didapat pada temperatur 900 °C selama 4 jam dengan persen terdekomposisi sebesar 97,78 %. Tinjauan kinetika reaksi proses dekomposisi kalsinasi dolomit didapat nilai energi aktivasi ( $E_a$ ) sebesar 99,327 kJ/mol dan model matematika kinetika mengikuti persamaan:

$$\text{Fraksi terdekomposisi (X)} = 1 - e^{-(5,3634e^{-11,947 \frac{1}{T}}) \cdot t}$$

**Kata kunci:** Dolomit, Kalsinasi, Kinetika, Dekomposisi.

### PENDAHULUAN

Dolomit, salah satu variasi batu gamping, merupakan bahan baku penting yang digunakan industri gelas dan kaca lembaran, industri keramik dan porselin, industri refraktori, pupuk, dan pertanian<sup>[1,2]</sup>. Dalam industri hilir, pemakai dolomit dapat digunakan baik secara langsung atau dikalsinasi terlebih dahulu<sup>[2]</sup>. Potensi dolomit di Indonesia cukup besar dan terbesar mulai dari propinsi di Aceh hingga ke Papua dengan spesifikasi yang berbeda-beda. Penyebaran dolomit yang cukup besar terdapat di Propinsi Sumatera Utara, Sumatera Barat, Jawa Tengah, Jawa Timur dan Madura dan Papua<sup>[3]</sup>. Dolomit di alam jarang yang murni, karena umumnya mineral tersebut selalu terdapat bersama-sama dengan batu gamping, kwarsa, rijang, pirit dan lempung<sup>[4]</sup>. Sehingga diperlukan proses peningkatan kadar dolomit supaya dapat diolah untuk tujuan tertentu.

Proses benefisiasi/peningkatan kadar mineral dolomit dapat dilakukan secara fisik maupun secara kimia<sup>[5]</sup>. Proses dekomposisi dari mineral dolomit sudah banyak dipelajari dan diteliti<sup>[5-8]</sup>. Proses dekomposisi dolomit dalam kondisi atmosferik dapat terjadi dalam satu tahap menurut persamaan reaksi<sup>[6]</sup>:



Proses dekomposisi masing-masing dari kalsit dan magnesit secara keseluruhan dapat digambarkan menurut persamaan reaksi:



Pemahaman mengenai kinetika dekomposisi sangat dibutuhkan supaya desain proses kalsinasi dolomit lebih efisien. Beberapa model kinetika yang menjelaskan tentang mekanisme dekomposisi diantaranya model



Normal Grain Growth (NGG), model Johnson Mehl Avrami (JMA) dan model Three Dimensional Diffusion (3D-D). Ketiga model tersebut dipengaruhi oleh masing-masing oleh orde reaksi, nukleasi, serta proses difusi. Model tersebut dapat diilustrasikan sebagai berikut<sup>[6]</sup>:

$$f(x_B) = (1 - x_B)^n \tag{4}$$

$$f(x_B) = n(1 - x_B)[- \ln(1 - x_B)]^{n+1/n} \tag{5}$$

$$f(x_B) = [(1 - x_B)^{-1/3} - 1]^{-1} \tag{6}$$

Model-model tersebut berhubungan dengan kinetika reaksi kimia serta menggambarkan proses nukleasi dan pertumbuhan kristal<sup>[6]</sup>. Nilai energi aktivasi yang dihasilkan dari reaksi proses dekomposisi dolomit berbeda-beda. Energi aktivasi yang dihasilkan dari dekomposisi dolomit pada tekanan atmosfer dengan menggunakan analisa thermogravimetric (TG) dan differential thermal analysis (DTA) sebesar 51,84 kJ/mol dan 191,97 kJ/mol<sup>[9]</sup>. Dekomposisi dolomit-kalsit dengan metode differential thermal analysis (DTA) sebesar  $176 \pm 9$  kJ/mol<sup>[10]</sup>. Energi aktivasi yang dihasilkan pada pengaruh SO<sub>2</sub> terhadap kinetika dekomposisi dolomit Brazil dengan TG-DTG sebesar 88 kJ/mol<sup>[11]</sup>. Penelitian perbandingan kinetika dekomposisi pada bijih magnesit, kalsit dan dolomit menghasilkan energi aktivasi sebesar masing-masing 226,34 kJ/mol, 192,5 kJ/mol dan 175,05kJ/mol<sup>[6]</sup>. Studi pengaruh tekanan gas CO<sub>2</sub> pada kinetika kalsinasi batu kapur dan dolomit menghasilkan energi aktivasi sebesar 169 kJ/mol<sup>[12]</sup>. Parameter kinetika merupakan parameter penting dalam proses dekomposisi sehingga dengan mengontrol reaksi dapat diperoleh pembentukan fasa kalsit atau magnesit secara sempurna.

Penelitian ini ditekankan pada studi kinetika dekomposisi dolomit melalui proses kalsinasi dalam suasana atmosferik. Variabel yang diteliti meliputi pengaruh temperatur dan waktu proses kalsinasi. Permasalahan dibatasi pada penggunaan bijih mangan dari daerah Jawa Timur berukuran -60 mesh. Perhitungan parameter kinetik didasarkan pada penggunaan persamaan Arrhenius dengan asumsi reaksi berorde satu (n=1).

**METODE PENELITIAN**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa serbuk dolomit (-60 mesh) dari daerah Jawa Timur. Karakteristik dolomit dengan difraksi sinar-X (Shimadzu XRD 700) ditunjukkan pada Gambar 1 (a). Sebelum dilakukan pemanggangan terlebih dahulu dolomit dikeringkan dalam oven pada temperatur 100 °C selama 7 jam. Proses kalsinasi dilakukan dengan menimbang 100 gram dolomit kemudian dimasukkan dan dipanaskan dalam *muffle furnace* pada temperatur 500, 600, 700, 800 dan 900 °C selama 1 sampai 5 jam. Setelah proses kalsinasi selesai, sampel ditimbang dan dikarakteristik dengan difraksi sinar-X. Penentuan parameter kinetik, didasarkan pada kombinasi persamaan 7, 8 dan persamaan 9 sebagai berikut:



$$\frac{dx}{dt} = k f(x) \tag{7}$$

$$x = \frac{BM \text{MgCa}(\text{CO}_3)_2}{2BM \text{CO}_2} \frac{w_o - w_t}{y.w_o} \tag{8}$$

$$k = A e^{-\frac{E}{RT}} \tag{9}$$

Dimana:

- |                               |                                 |
|-------------------------------|---------------------------------|
| ( X ) : Fraksi terdekomposisi | A : Konstanta                   |
| BM : Berat molekul            | R : Tetapan gas (8,314 J/mol K) |
| γ : Kadar dolomit (%)         | T : Temperatur (K)              |

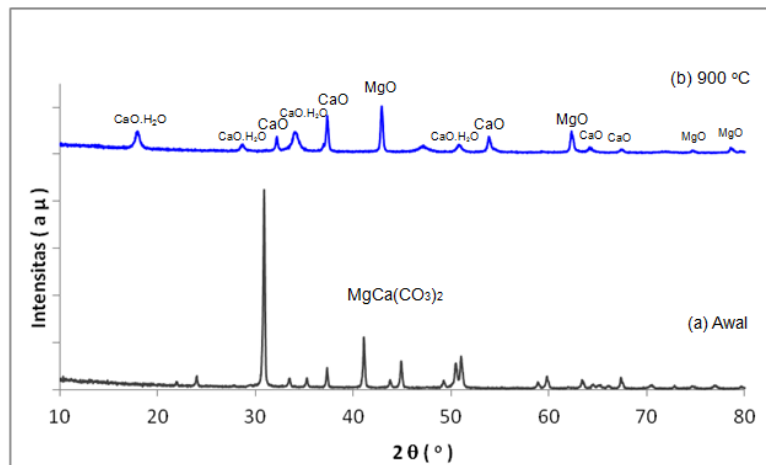
$W_0$  : Berat awal (gr)                                 $k$  : Konstanta laju reaksi  
 $W_t$  : Berat setiap waktu (gr)                         $E$  : Energi aktivasi (J/mol)

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Hasil dekomposisi kalsinasi dolomit pada berbagai temperatur dan waktu ditunjukkan pada Tabel 1. Proses dekomposisi dolomit dapat diprediksi dengan perubahan berat sampel karena terbentuknya gas CO<sub>2</sub> sesuai dengan persamaan reaksi 1. Hasil pengurangan berat maksimum secara teoritik sebesar 47,8 % berat awal. Dapat dilihat bahwa semakin tinggi temperatur dan semakin lama waktu kalsinasi maka pengurangan berat semakin meningkat. Perubahan berat ini mengindikasikan telah terjadi dekomposisi dolomit menjadi MgO dan CaO serta terbentuknya gas CO<sub>2</sub>. Data hasil analisa dengan difraksi sinar-X seperti pada Gambar 1 (b) memperkuat telah terjadinya proses dekomposisi dari fasa MgCa(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> menjadi fasa MgO dan fasa CaO pada temperatur 900 °C. Fasa MgCa(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> mulai terdekomposisi menjadi MgO dan CaO setelah proses kalsinasi selama 2 jam pada temperatur 900 °C. Proses dekomposisi optimal didapat pada temperatur 900 °C selama 4 jam yakni sebesar 46,74 % atau setara dengan 97,78 % stokiometri.

**Tabel 1. Persen perubahan berat sampel dolomit terhadap waktu.**

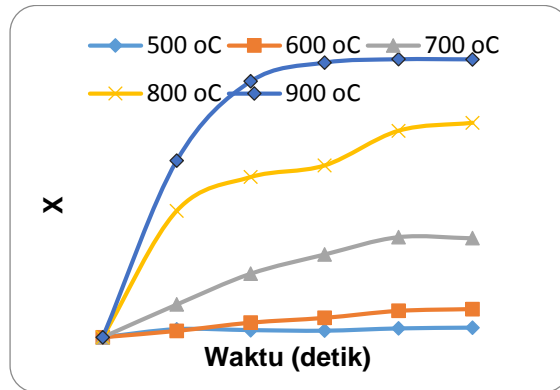
Waktu (jam)	Perubahan Berat (%)				
	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
1	1,35	1,06	5,50	21,24	29,68
2	1,19	2,44	10,68	26,92	43,02
3	1,09	3,25	13,92	28,88	46,18
4	1,47	4,42	16,84	34,72	46,74
5	1,60	4,73	16,65	36,05	46,73



**Gambar 1. Pola difraksi sinar-X sampel dolomit sebelum dan sesudah dikalsinasi.**

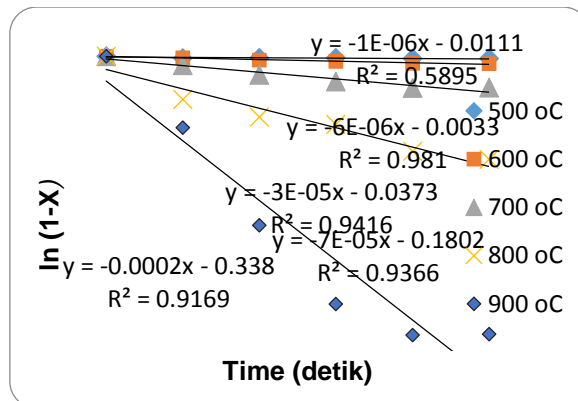
Proses dekomposisi dolomit menjadi CaO dan MgO membutuhkan waktu yang lama pada temperatur rendah. Pada temperatur lebih tinggi (900 °C), reaksi berjalan lebih cepat sehingga proses terjadinya dekomposisi menjadi CaO dan MgO jauh lebih cepat. Peningkatan temperatur dapat menurunkan nilai energi aktivasi (E<sub>a</sub>) yakni energi minimum yang dibutuhkan suatu zat untuk terjadinya reaksi, sehingga dengan penurunan energi aktivasi ini membuat reaksi berjalan lebih cepat.

Tinjauan kinetika didasarkan pada perubahan berat sampel terdekomposisi terhadap waktu pada berbagai temperatur. Fraksi terdekomposisi (X) dihitung dengan menggunakan persamaan 8 dengan asumsi nilai (γ=1). Hasil konversi hubungan fraksi terdekomposisi (nilai X) terhadap waktu pada berbagai temperatur disajikan pada Gambar 2.

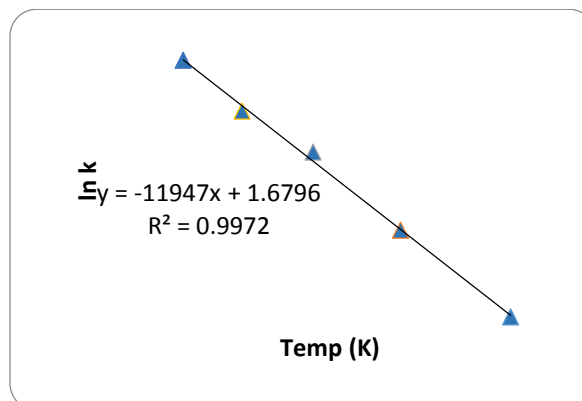


**Gambar 2. Fraksi terdekomposisi terhadap waktu pada berbagai temperatur.**

Dari data pada grafik gambar 2 dan persamaan 7, dapat diperoleh nilai k dengan cara mengulurkan logaritma persamaan 7 terhadap waktu. Hasil korelasi antara logaritma fraksi terdekomposisi terhadap waktu pada berbagai temperatur digambarkan seperti pada gambar 3.



**Gambar 3. Grafik ln (1-X) terhadap waktu pada berbagai temperatur.**



**Gambar 4. Grafik korelasi data ln k terhadap temperatur.**

Nilai – nilai k pada berbagai temperatur dari grafik pada Gambar 3 digunakan untuk menentukan energi aktivasi ( $E_a$ ) dan konstanta (A) menggunakan persamaan Arrhenius (persamaan 9). Hasil plot data ln k terhadap temperatur disajikan dalam Gambar 4. Dari grafik pada gambar 4, diperoleh nilai energi aktivasi sebesar 99,327 J/mol atau 99,327 KJ/mol dan konstanta A sebesar 5,3634. Perbandingan nilai-nilai energi aktivasi dari beberapa penelitian dekomposisi dolomit dapat dilihat pada Tabel 2. Sehingga model matematika kinetika proses dekomposisi kalsinasi dolomit pada berbagai temperatur dan waktu mengikuti persamaan sebagai berikut:

$$X = 1 - e^{-kt} \tag{10}$$

dengan:

$$k = 5,3634 e^{-11947 \frac{1}{T}} \tag{11}$$

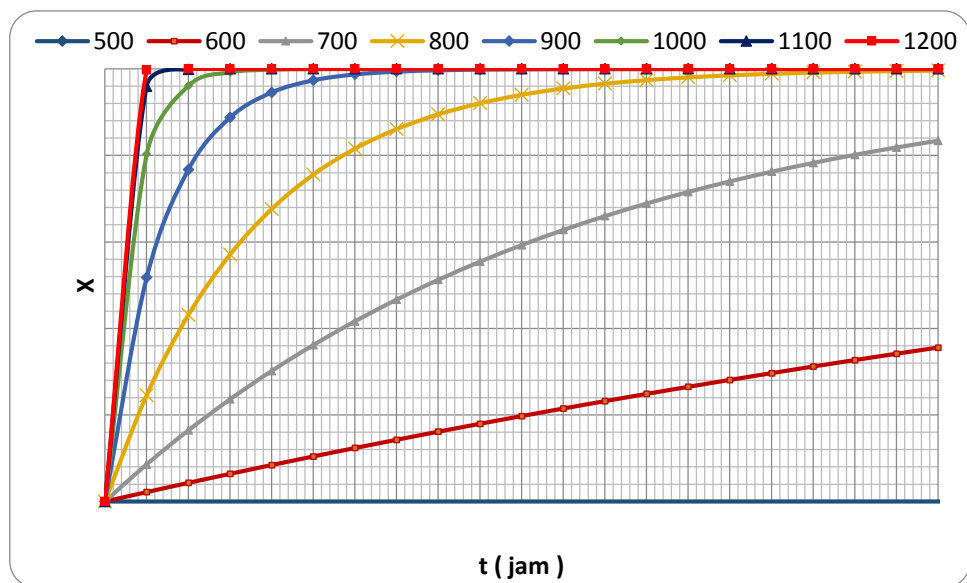
Jika persamaan 11 disubstitusi ke dalam persamaan 10, maka hubungan fraksi terdekomposisi pada proses kalsinasi dolomit terhadap waktu pada berbagai temperatur menjadi persamaan sebagai berikut:

$$X = 1 - e^{-(5,3634 e^{-11947 \frac{1}{T}}) \cdot t} \tag{12}$$

t : Waktu (detik)

X : Fraksi terdekomposisi      T : Temperatur (K)

Dari persamaan model kinetika dekomposisi dolomit menjadi MgO dan CaO menunjukkan bahwa dengan meningkatkan temperatur akan meningkatkan laju reaksi proses dekomposisi sehingga jumlah fraksi yang terdekomposisi akan meningkat. Sehingga dari model kinetika persamaan 12 ini, kita dapat memprediksi dan mendesain proses dekomposisi mineral dolomit pada beberapa temperatur selama waktu tertentu. Hasil desain dengan bantuan program MS. Excel menggunakan model kinetika persamaan 12 terhadap fraksi terdekomposisi pada berbagai temperatur dan waktu ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Fraksi terdekomposisi terhadap waktu pada berbagai temperatur (pemodelan).

Tabel 2. Perbandingan Nilai Energi Aktivasi (Ea) Proses Dekomposisi Dolomit.

No	Peneliti (Tahun, Negara)	Topik Penelitian	Energi aktivasi (E <sub>a</sub> )
1	Penelitian ini		99,33 kJ/mol
2	LIU X. W, dkk (2011, Cina)	Kinetika dekomposisi thermal magnesium karbonat suasana atmosferik dengan TG dan DTA	51,84 dan 191,97 kJ/mol,
3	Carlos R.N, dkk (2009, Spanyol)	Dekomposisi kalsit 600-1150 °C dengan DTA	176 ± 9 kJ/mol
4	P.M. Crnkovic, dkk (2006, Brazil)	Studi pengaruh SO <sub>2</sub> pada kinetika dekomposisi dolomit dengan thermogravimetric analysis (TG-DTG)	88 kJ/mol
5	M. Samtani, dkk (2002, USA)	Perbandingan dekomposisi magnesite, calcite dan dolomit dengan thermogravimetric analysis dan differential thermal analysis (TGA-DTA)	226,34; 192,5 dan 175.05 kJ/mol

---

6	J. S. Dennis & A. N. Hayhurst (1987, UK)	Pengaruh CO <sub>2</sub> pada kinetika kalsinasi batu kapur dan dolomit	169 kJ/mol
---	--	---	------------

---

## KESIMPULAN

Hasil eksperimen menunjukkan fraksi perubahan berat semakin meningkat apabila temperatur kalsinasi dinaikkan dari 500 sampai 900 °C dan waktu pemanasan diperpanjang dari 1 samapi 5 jam. Hasil optimum didapat pada temperatur 900 °C selama 4 jam dengan persen terdekomposisi sebesar 97,78 %. Tinjauan kinetika reaksi proses dekomposisi kalsinasi dolomit didapat nilai energi aktivasi (Ea) sebesar 99,327 kJ/mol dan model matematika kinetika mengikuti persamaan:

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. A. Buasri et al. "The Application of Calcium Oxide and Magnesium Oxide from Natural Dolomitic Rock for Biodiesel Synthesis." *Energy Procedia* 79 (2015) 562 – 566.
- [2]. X. Lingling, D. Min. "Dolomite used as raw material to produce MgO-based expansive agent." *Cement and Concrete Research* 35 (2005) 1480 - 1485.
- [3]. Tekmira-ESDM, "Data pertambangan dolomit" 2016. Information on <http://www.tekmira.esdm.go.id/data/Dolomit/Ulasan.asp?xdir=Dolomit&commId=10&comm=Dolomit>.
- [4]. Dinas Pertambangan Daerah Provinsi Jawa Timur, 1996.
- [5]. A.A.Olajire. "A review of mineral carbonation technology in sequestration of CO<sub>2</sub>." *Journal of Petroleum Science and Engineering* 109 (2013) 364–392.
- [6]. K.S. Alexander. "Comparison of Dolomite Decomposition Kinetics with Related Carbonates and The Effect of Procedural Variables on Its Kinetic Parameters." *Thermochimica Acta* 392-393 (2002) 135–145.
- [7]. J. Xie et al. "The thermochemical activity of dolomite occurred in dolomite–palygorskite." *Applied Clay Science* 119 (2016) 42–48.
- [8]. H. Galai. "Mechanism of growth of MgO and CaCO<sub>3</sub> during a dolomite partial decomposition." *Solid State Ionics* 178 (2007) 1039–1047.
- [9]. Liu X. W et al. "Preparation of basic magnesium carbonate and its thermal decomposition kinetics in air." *Journal Cent. South Univ. Technol* 18 (2011) 1865–1870.
- [10]. Carlos R.N et al. "Thermal decomposition of calcite: Mechanisms of formation and textural evolution of CaO nanocrystals." *American Mineralogist* 94 (2009) 578–593.
- [11]. P.M. Crnkovic et al. "Kinetics study of the SO<sub>2</sub> sorption by Brazilian dolomite using thermogravimetry." *Thermochimica Acta* 447 (2006) 161–166.
- [12]. J. S. Dennis & A. N. Hayhurst. "The effect of CO<sub>2</sub> on the kinetics and extent of calcination of limestone and dolomite particles in fluidised beds." *Chemical Engineering science* 42 (1987) 2361-2372.

# **Pengaruh penambahan CaO dan NaCl serta waktu reduksi terhadap perolehan (*recovery*) nikel dan besi dari bijih nikel saprolit dengan metode isothermal-gradien temperatur**

**Inas Amirah Hanan<sup>1, a</sup>, Zulfiadi Zulhan<sup>2</sup>**

<sup>1,2</sup>Teknik Metalurgi, Fakultas Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>[inasamirahanan@gmail.com](mailto:inasamirahanan@gmail.com)

## **Abstrak**

*Nikel merupakan salah satu logam yang sangat penting dan sering digunakan pada paduan seperti baja tahan karat dan superalloy karena memiliki sifat ketahanan terhadap korosi dan suhu tinggi yang baik. Logam feronikel yang mengandung lebih dari 10% nikel dapat diolah melalui jalur pirometalurgi. Penambahan CaO dan NaCl pada reduksi bijih nikel saprolit dapat meningkatkan perolehan dan kadar nikel serta menurunkan temperatur leleh terak. Serangkaian percobaan dilakukan di laboratorium untuk mempelajari pengaruh variasi waktu reduksi dan penambahan NaCl. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penggunaan metode isothermal-gradien temperatur pada reduksi bijih nikel saprolit menghasilkan feronikel dan terak pada temperatur 1380°C. Selain itu, penambahan CaO dan NaCl dapat mempengaruhi perolehan serta kadar nikel dan besi. Persen perolehan nikel dan besi tertinggi diperoleh pada penambahan 18% CaO dan 5% NaCl yaitu 91,31% dan 75,07%. Pada jumlah NaCl tersebut, kadar nikel mencapai 21,41% dengan kadar besi sekitar 78,58%. Sementara itu, waktu untuk proses reduksi optimum yaitu setelah dilakukan sampai tahap ketiga isothermal pada 1380°C selama 60 menit.*

*Kata kunci: Feronikel, Isothermal-Gradien Temperatur, Nikel Saprolit, NaCl*

## **PENDAHULUAN**

Nikel merupakan unsur logam yang sangat penting dan banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Setiap tahunnya sekitar 90% nikel yang telah diolah diperuntukkan sebagai paduan, dimana dua pertiganya adalah baja tahan karat yang merupakan paduan antara besi, nikel, dan kromium<sup>[1]</sup>. Logam nikel dapat dihasilkan dari pengolahan bijih nikel laterit (NiO) seperti yang telah dilakukan di Indonesia sejak tahun 1970-an. Bijih nikel saprolit merupakan salah satu tipe dari bijih nikel laterit yang memiliki kandungan Ni sekitar 1,5-3%. Pengolahan bijih nikel saprolit yang dilakukan melalui jalur pirometalurgi dapat menghasilkan feronikel dengan kandungan Ni > 20%.

Bijih nikel saprolit umumnya mengandung beberapa unsur utama seperti Ni, Fe, Mg, Si, dalam bentuk senyawa oksida yang stabil. Berdasarkan diagram Ellingham, nikel oksida dapat direduksi oleh karbon pada temperatur lebih tinggi dari 450°C. Di sisi lain, besi oksida dapat tereduksi oleh karbon ketika temperatur reduksi lebih tinggi dari 900°C. Untuk mendapatkan logam feronikel, reduksi harus dilakukan pada temperatur sekitar 1400°C karena terdapat berbagai senyawa oksida lainnya (MgO dan SiO<sub>2</sub>) yang harus dilebur membentuk terak sehingga logam dapat terpisah dari oksida-oksida tersebut. Penambahan bahan imbuhan dapat dilakukan untuk menurunkan temperatur leleh terak sehingga konsumsi energi baik listrik maupun kimia dapat dikurangi.

Pada penelitian ini, penambahan CaO dan NaCl pada proses reduksi bijih nikel saprolit dengan metode isothermal-gradien temperatur dari 1200°C sampai 1380°C dilakukan untuk mendapatkan logam feronikel dengan kandungan Ni lebih dari 20%. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari penggunaan metode isothermal-gradien temperatur pada proses reduksi nikel saprolit dengan penambahan CaO dan NaCl, mempelajari pengaruh

waktu reduksi terhadap perolehan nikel dan besi, serta pengaruh penambahan bahan imbuhan CaO dan NaCl terhadap perolehan besi dan nikel.

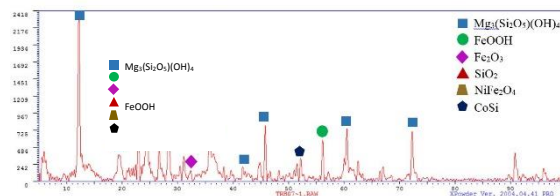
## METODE

Bijih nikel saprolit yang digunakan pada penelitian ini berasal dari Sulawesi Tenggara. Bijih tersebut kemudian dipreparasi melalui proses kominusi yaitu penggerusan dan pengayakan sampai didapatkan bijih dengan ukuran - 60#. Setelah itu, pengambilan sampel dilakukan dengan metode *riffle* yang selanjutnya dianalisis dengan XRF, AAS, dan XRD. Analisis dengan XRF dan AAS dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia dalam bijih seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1. Hasil uji kandungan bijih nikel saprolit dengan XRF dan AAS**

XRF		AAS	
Unsur	Persentase (%)	Unsur	Persentase (%)
Ni	1,8	Ni	1,819
Fe	10,63	Fe	10,182
Co	0,02	Co	0,009
Ca	0,4	Ca	0,428
Mg	15,905	Mg	15,102
Si	20,822		

Hasil analisis XRD bijih nikel saprolit seperti pada Gambar 1 menunjukkan bahwa mineral dominan yang terkandung dalam bijih adalah *lizardite* [ $(\text{Mg}_3(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4)$ ] yang termasuk dalam grup *serpentine*. Selain *lizardite*, mineral lain yang terdapat di dalam bijih yaitu *goethite* ( $\text{FeOOH}$ ), *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ), dan  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ . Batubara sebagai reduktor turut dianalisis dengan uji proksimat untuk mengetahui kandungan *moisture*, *ash*, *volatile matter*, dan *fixed carbon*. Kandungan *fixed carbon* yang terdapat dalam batubara yang digunakan pada penelitian ini adalah 42,55%.

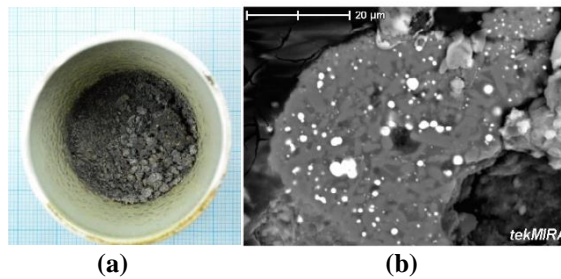


**Gambar 1. Hasil XRD bijih nikel saprolit**

Bijih, batubara, serta bahan imbuhan berupa CaO dan NaCl dimasukkan ke dalam tanur pengering (*oven*) selama 24 jam pada 130°C untuk menghilangkan air permukaan. Kemudian bahan-bahan tersebut dicampur menjadi satu di dalam krusibel dan dimasukkan ke *muffle furnace*. Proses reduksi dilakukan melalui 3 tahap isothermal-gradien temperatur. Tahap pertama, reduksi dilakukan pada temperatur 1200°C selama 30 menit. Kemudian pada tahap kedua, reduksi dilakukan pada temperatur gradien menuju 1380°C selama 18 menit dengan laju 10°C/menit. Pada tahap ketiga, reduksi dilakukan pada temperatur isothermal 1380°C dengan variasi waktu, yaitu selama 30, 45, dan 60 menit. Hasil proses reduksi dianalisis dengan AAS untuk selanjutnya diolah menjadi data perolehan serta kadar nikel dan besi dalam feronikel. Analisis dengan SEM-EDS turut dilakukan untuk mempelajari pembentukan feronikel.

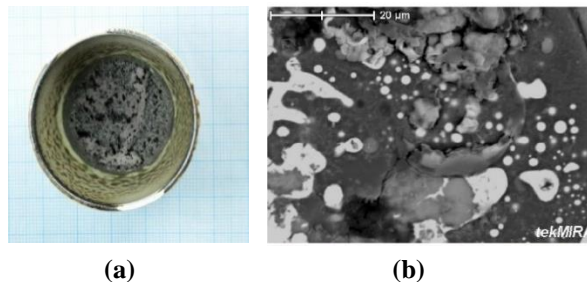
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Bijih saprolit direduksi dengan penambahan batubara dan bahan imbuah sebanyak 18% CaO dan 5% NaCl. Hasil reduksi pada menit ke-30 (1200°C) dapat dilihat pada Gambar 2 (a). Gambar tersebut menunjukkan bahwa bijih belum dapat terpisahkan dari pengotornya karena reaksi belum sepenuhnya berlangsung. Namun, hasil SEM seperti yang diperlihatkan Gambar 2 (b) menunjukkan bahwa unsur logam Fe dan Ni yang ditandai dengan warna putih sudah terbentuk dengan persentase nikel dan besi hasil EDS masing-masing adalah sebesar 4,51% dan 13,55%. Warna abu-abu menunjukkan oksida yang belum tereduksi sempurna menjadi logam. Selain itu, terdapat NaCl yang masih belum bereaksi menjadi logam klorida.



**Gambar 2. Sampel hasil reduksi 1200°C (a) Penampakan sampel. (b) SEM dengan perbesaran 2000x**

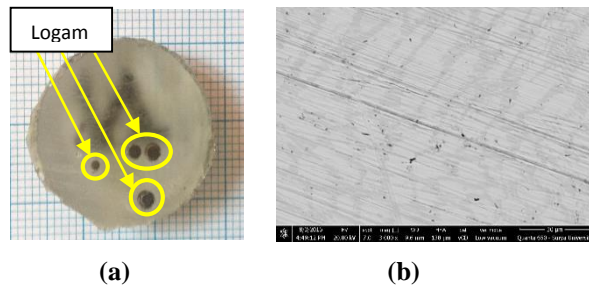
Pada menit ke-39 (1290°C), sampel dengan penambahan sebanyak 18% CaO dan 5% NaCl diambil keluar dari tanur untuk mengetahui fenomena yang terjadi, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3 Secara makro, sebagian sampel sudah mulai meleleh dan mengumpul di tengah membentuk rongga. Hasil SEM pada Gambar 3 (b) menunjukkan bahwa unsur Fe dan Ni yang berwarna putih berkumpul menjadi satu di area tertentu dan ukurannya terlihat semakin besar. Namun, pemisahan logam feronikel masih belum dapat dilakukan karena terak pada temperatur tersebut belum meleleh. Hasil EDS menunjukkan kandungan nikel sebesar 6,69% dan besi sebesar 33,13%.



**Gambar 3 Sampel hasil reduksi 1290°C (a) Penampakan sampel. (b) SEM perbesaran 2000x**

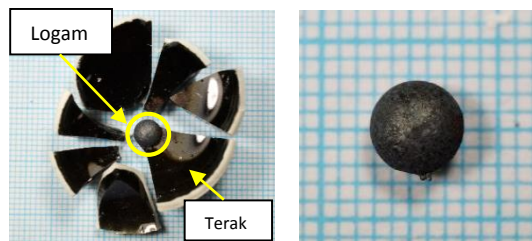
Hasil reduksi tahap ketiga pada temperatur isothermal 1380°C selama 30 menit dengan penambahan 18% CaO dan 2,5% NaCl berupa butiran kecil logam feronikel turut dianalisis dengan SEM-EDS. Gambar 4 menunjukkan hasil logam feronikel yang selanjutnya dianalisis dengan SEM-EDS. Pada hasil SEM, terlihat batas butir yang cukup jelas dan berdasarkan hasil *X-ray Mapping*, nikel banyak terdapat di dalam butiran. Kadar nikel dan besi menurut hasil EDS adalah 13,47% dan 72,06%. Unsur lain berupa karbon dan silikon masih terdapat di dalam logam feronikel, yakni 11,62% dan 1,56%.





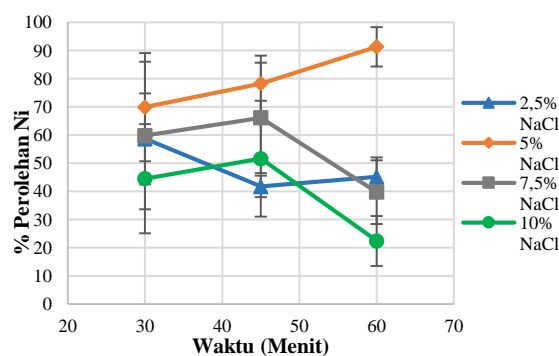
**Gambar 4. Logam feronikel hasil reduksi 1380°C selama 30 menit. (a) Logam. (b) SEM perbesaran 3000x**

Pada penelitian ini, selain temperatur, parameter waktu juga menjadi hal yang perlu dipelajari. Proses reduksi dilakukan pada temperatur isothermal 1200°C selama 30 menit dilanjutkan dengan isothermal pada 1380°C selama 30, 45, dan 60 menit. Gambar 5 menunjukkan logam feronikel dan terak hasil reduksi pada tahap ketiga yakni isothermal pada 1380°C. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa logam yang dihasilkan berbentuk menyerupai bola. Hal ini dapat terjadi karena lelehan logam mengalir ke tempat yang paling rendah dari krusibel, kemudian menyatu dan membentuk bola logam pada dasar krusibel. Ketika krusibel didinginkan, dapat dilihat hasil feronikel dengan berbagai ukuran (diameter 1-6 mm) yang telah terpisah dari teraknya.



**Gambar 5. Terak dan logam feronikel setelah reduksi pada isothermal 1380°C selama 45 menit**

Nilai persen perolehan dari nikel dan besi dapat diperoleh dengan melarutkan logam feronikel yang telah didapat di dalam *aquaregia* dan dianalisis dengan AAS. Kemudian nilai persen perolehan yang didapatkan dari hasil percobaan secara *triplo* dihitung rata-ratanya serta dihitung pula standar deviasinya. Hubungan antara persen perolehan Ni terhadap waktu reduksi ditunjukkan pada Gambar 6.



**Gambar 6. Hubungan waktu reduksi dengan perolehan nikel**

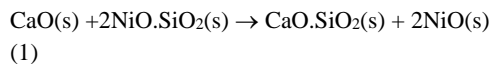
Dari Gambar 6 didapatkan nilai persen perolehan Ni yang optimum adalah 91,31%. Variasi waktu reduksi menunjukkan kecenderungan perolehan Ni yang meningkat pada temperatur isothermal 1380°C selama 45 menit. Namun, hasil optimum yang didapat adalah ketika NaCl yang ditambahkan sebanyak 5% pada temperatur isothermal selama 60 menit. Hal tersebut dapat disebabkan karena pada penambahan sebanyak 5% NaCl, terbentuk logam klorida yang selanjutnya dapat tereduksi dengan baik oleh gas CO dari batubara dan gas H<sub>2</sub>O selama 60

menit. Proses reduksi yang dilakukan kurang dari 60 menit membuat reaksi belum sepenuhnya terjadi. Selama waktu tertentu, reduktor akan bereaksi dengan oksida logam dan bahan imbu. Hingga mencapai waktu yang optimum, reduktor akan habis dan lingkungan di dalam krusibel sudah tidak lagi reduktif sehingga proses reduksi tidak baik untuk dilanjutkan. Hal tersebut membuat logam yang telah tereduksi sebagian, kembali teroksidasi menjadi oksidanya, sehingga perolehan nikel menjadi berkurang.

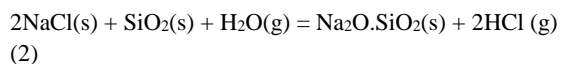
Percobaan dilakukan dengan penambahan CaO sebanyak 18%. Pada penambahan dengan jumlah tersebut, basisitas terak adalah sekitar 1. Basisitas memiliki efek yang berbeda pada temperatur leleh dan viskositas terak. Menurut Liu<sup>[2]</sup>, seiring dengan bertambahnya basisitas, dari 0,6 hingga 1, maka viskositas terak akan menurun pada temperatur yang sama. Kecenderungan yang sama juga terjadi ketika temperatur semakin meningkat, maka viskositas akan menurun. Penambahan CaO yang kurang dari 10% dapat menurunkan perolehan besi dan kembali meningkat ketika CaO yang ditambahkan sekitar 10-25%. Hal tersebut telah dijelaskan pula oleh Zakaria<sup>[3]</sup> bahwa peningkatan perolehan nikel dan besi pada 1400°C terjadi ketika penambahan CaO 10-20%.

Kemampuan bijih nikel laterit untuk direduksi bergantung pada mineralogi dan tipe bijih. Nikel oksida pada bijih saprolit lebih sulit untuk direduksi karena terbentuknya *olivine* pada temperatur tinggi<sup>[4]</sup>. Nikel memiliki jari-jari ion yang hampir sama ukurannya dengan magnesium (0,068 dan 0,065 nm secara berurutan untuk Ni dan Mg), sehingga nikel dapat dengan mudah bertukar posisi dengan magnesium pada ikatan dengan silika<sup>[5]</sup>. Selain itu, *olivine* memiliki densitas yang padat dengan luas permukaan yang kecil sehingga laju reaksi yang terjadi menjadi kurang efektif.

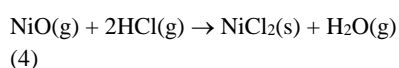
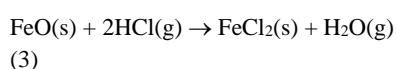
Untuk menghindari terbentuknya *olivine* pada proses reduksi bijih nikel saprolit, CaO dapat ditambahkan dalam jumlah tertentu sebagai bahan imbu. Penambahan CaO dilakukan dalam penelitian ini karena dapat memungkinkan terjadinya efek oksida alkalin (*alkaline oxide effect*) yakni peristiwa pertukaran senyawa NiO dengan CaO pada ikatan senyawa SiO<sub>2</sub> dalam terak *olivine*. Kemudian senyawa NiO yang sudah tidak berikatan lagi dengan SiO<sub>2</sub> bereaksi dengan gas CO menghasilkan logam nikel. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

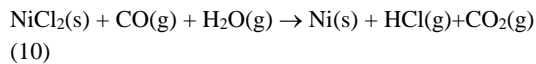
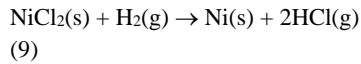
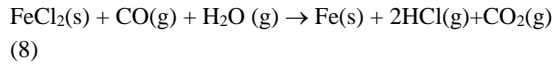
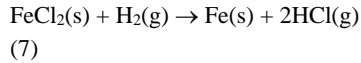
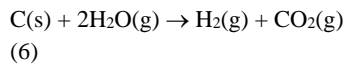
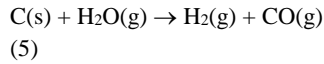


Pada penelitian ini, ditambahkan pula NaCl sebagai bahan imbu. Variasi penambahan NaCl adalah 2,5%; 5%; 7,5%; 10% yang dikombinasikan dengan CaO dalam jumlah tetap yaitu 18%. Penambahan 18% CaO dan variasi NaCl menghasilkan logam feronikel berupa butiran-butiran dengan berbagai ukuran. Penambahan NaCl tersebut dapat menginisiasi terjadinya proses kloridasi, yaitu proses terbentuknya nikel klorida dan besi klorida dari yang semulanya oksida, yang kemudian membentuk logam dengan menggunakan gas klorida dan reduktor batubara. Nikel dan besi dapat terkloridasi secara selektif oleh gas HCl yang terbentuk berdasarkan stabilitas termal nikel dan besi klorida. Gas HCl dapat terbentuk karena adanya reaksi antara NaCl dengan H<sub>2</sub>O yang berasal dari uap air bijih, batubara, maupun NaCl itu sendiri. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut<sup>[6]</sup>:

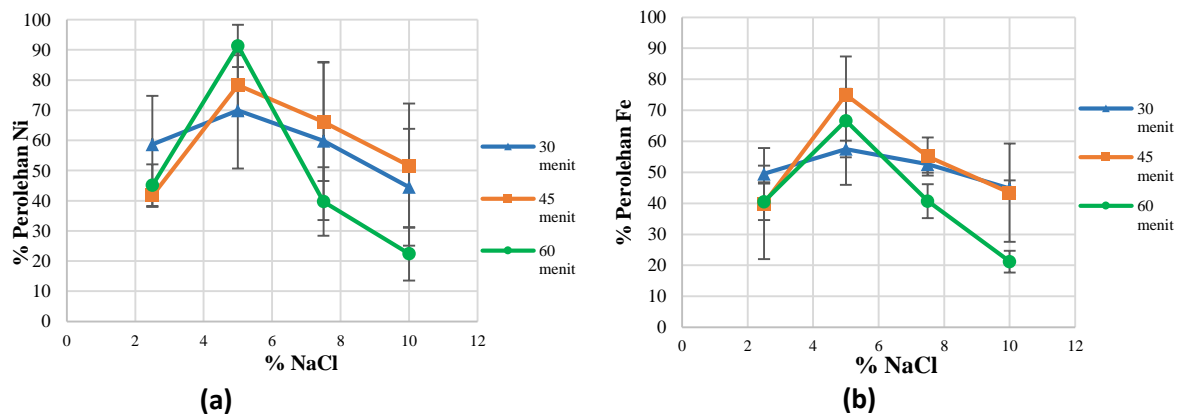


Kemudian Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang telah direduksi karbon menjadi FeO, beserta NiO akan membentuk besi klorida dan nikel klorida setelah bereaksi dengan gas HCl hasil hidrolisis garam oleh air dan bereaksi dengan silika. Karbon yang berasal dari reduktor batubara juga bereaksi dengan H<sub>2</sub>O dari uap air bijih menghasilkan gas H<sub>2</sub>. Kemudian besi dan nikel klorida akan bereaksi dengan gas CO dan H<sub>2</sub>O membentuk logam besi dan nikel (proses segregasi). Gas HCl yang terbentuk dapat digunakan kembali untuk mereduksi senyawa besi dan nikel oksida. Reaksi terjadi adalah sebagai berikut<sup>[6]</sup>:

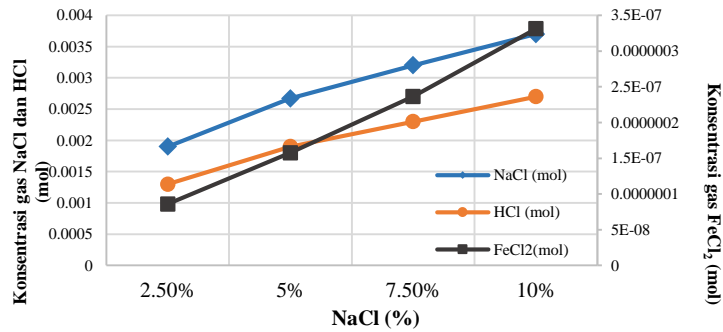




Secara kuantitatif, hubungan antara variasi penambahan NaCl dengan persen perolehan nikel dan besi dapat dilihat pada Gambar 7. Tampak pada Gambar 7 (a) perolehan nikel memiliki kecenderungan yang sama untuk setiap variasi waktu pada temperatur isothermal 1380°C. Untuk waktu reduksi selama 60 menit, perolehan nikel meningkat dari 45,13% saat penambahan 2,5% NaCl menjadi 85,45% saat penambahan 5% NaCl. Sementara itu, pada selang penambahan NaCl 7,5% - 10%, terjadi penurunan perolehan nikel hingga 20%. Hal tersebut dapat disebabkan oleh jumlah senyawa nikel klorida yang terlalu banyak menguap, sehingga tidak dapat tersegregasi membentuk logam nikel. Dapat dilihat pula pada Gambar 7 (b), perolehan besi memiliki kecenderungan yang sama seperti perolehan nikel. Pada penambahan NaCl sebanyak 5%, perolehan besi mencapai nilai optimum untuk setiap variasi waktu reduksi. Namun saat penambahan NaCl lebih dari 5%, terjadi penurunan perolehan besi hingga mencapai nilai 20%. Dapat disimpulkan dari Gambar 7 tersebut, penambahan 5% NaCl merupakan kondisi optimum dalam percobaan ini untuk mendapatkan perolehan nikel tertinggi. Selain perolehan nikel, pada penelitian ini, didapatkan pula hasil kadar nikel di dalam feronikel. Kadar nikel tertinggi yang didapat adalah saat penambahan NaCl sebanyak 5% dan pada temperatur isothermal 1380°C selama 60 menit, yaitu 21,41%.



Penurunan perolehan nikel dan besi dapat terjadi karena pergerakan molekul dari besi klorida pada temperatur tinggi meningkat sehingga semakin mudah menguap dan mengurangi kemungkinan terbentuknya logam feronikel. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan simulasi *FactSage* pada Gambar 8 yang menunjukkan konsentrasi gas NaCl, HCl, dan FeCl<sub>2</sub> yang meningkat seiring bertambahnya NaCl.



Gambar 8. Hubungan gas yang terbentuk hasil reduksi dengan penambahan NaCl

## KESIMPULAN

Berdasarkan serangkaian percobaan dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Metode isothermal-gradien temperatur dapat digunakan untuk mengolah bijih nikel laterit tipe saprolit menghasilkan feronikel yang terpisah dari terak pada temperatur 1380°C dengan penambahan bahan imbuhan CaO dan NaCl.
2. Waktu reduksi mempengaruhi perolehan nikel dan besi. Pada penelitian ini waktu optimum reduksi nikel saprolit yaitu setelah dilakukan sampai tahap ketiga isothermal pada 1380°C selama 60 menit.
3. Penambahan CaO dan NaCl meningkatkan perolehan dan kadar nikel dengan membentuk senyawa FeNi. Persen perolehan nikel tertinggi didapatkan pada penambahan 18% CaO dan 5% NaCl yaitu 91,31% dengan kadar nikel 21,41%.

## REFERENSI

- [1] Informasi dari <https://www.nickelinstitute.org/en/NickelUseInSociety/AboutNickel/WhereWhyNickelIsUsed.aspx>. Diakses 24 Juli 2016
- [2] W. Liu. Pretreatment Study on Chloridizing Segregation and Magnetic Separation of Low-Grade Nickel Laterites. Nonferrous Metallurgical Society of China. (2010) 82-86.
- [3] Zakaria, A. A., Penambahan CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan Bauksit pada Reduksi Bijih Nikel Saprolit Menggunakan Reduktor Batubara pada Temperatur 1400°C, Tugas Akhir, Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2013.
- [4] Chen, P. Lv, Xuwei. Preparation of Ferronickel Alloy Nugget Through Reduction Roasting of Nickel Laterite Ore. 5th International Symposium on High-Temperature Metallurgical Processing. (2014)
- [5] Pournaderi, S., Optimization of Ferronickel Production from Sivrihisar Nickel Laterite Ore, A Thesis, Metallurgical and Materials Engineering, Middle East Technical University, 2014.
- [6] Shiwei, Z., Yonggang, W., Bo, L., Hua, W., Baozhong, M., Chengyan, W. Chloridization and Reduction Roasting of High Magnesium Low-Nickel Oxide Ore Followed by Magnetic Separation to Enrich Ferronickel Concentrate. The Minerals, Metals, & Materials Society and ASM International. (2015) 145-153.



**Proses Hydrometalurgi Khususnya Proses Berbasis HPAL/PAL Belum Mapan (*Unproven Technology*)  
Untuk Mengolah Laterit Kadar Rendah**

**Ir. Puguh Prasetyo**

**Pusat Penelitian Metalurgi Dan Material (P2MM) LIPI**

[pprasetyo2002@yahoo.com](mailto:pprasetyo2002@yahoo.com)

**Abstrak :**

Logam nikel (Ni) diperoleh dari pengolahan bijih nikel sulfida dan nikel oksida yang lazim disebut laterit. Ada dua jalur proses untuk mengolah bijih nikel menjadi logam nikel, yaitu pyrometalurgi dan hydrometalurgi. Pyrometalurgi digunakan untuk mengolah bijih berkadar nikel tinggi sedangkan hydrometalurgi untuk mengolah bijih berkadar nikel rendah.

Untuk mengolah laterit, pyrometalurgi digunakan untuk mengolah saprolit dengan kandungan Ni  $\geq 1,8$  % (untuk Indonesia) untuk memproduksi FeNi atau Ni matte. Di Sulawesi Tenggara sudah digunakan oleh BUMN PT Aneka Tambang untuk memproduksi FeNi di Pomalaa sejak 1973/1974, dan PMA PT Vale Indonesia untuk memproduksi Ni matte di Sorowako sejak 1977/1978. Perkembangan terbaru setelah 2005, pyrometalurgi digunakan untuk mengolah laterit kadar rendah untuk memproduksi NPI (Nickel Pig Iron). Di Cilegon Banten, PT INDOFERRO mengolah laterit kadar rendah menggunakan blast furnace (BF) untuk memproduksi NPI sejak 2012. Kenyataan ini menunjukkan bahwa jalur proses pyrometalurgi sudah proven (mapan) untuk mengolah laterit kadar tinggi maupun kadar rendah. Dimana laterit kadar rendah terdiri dari limonit dan saprolit dengan kandungan Ni  $< 1,5$  %. Untuk Indonesia, laterit kadar rendah terdiri dari limonit dan saprolit dengan kandungan Ni  $< 1,8$  %.

Untuk mengolah laterit, hydrometalurgi digunakan untuk mengolah laterit kadar rendah. Proses hydrometalurgi terutama proses berbasis HPAL/PAL (High Pressure Acid Leach) masih unproven (belum mapan) untuk mengolah laterit kadar rendah. Kenyataan ini terbukti dengan "kegagalan" tiga (3) HPAL/PAL plant (Bulong, Cawse, dan Murrin Murrin) di Australia, Goro HPAL/PAL plant di New Caledonia, dan Ravensthorpe EPAL (Enhance Pressure Acid Leaching) plant di Australia.

Atas dasar penjelasan diatas maka dibuat tulisan ini.

**Kata kunci :** Laterit kadar rendah, saprolit, limonit, Ni  $< 1,8$  %, HPAL/PAL

**PENDAHULUAN**

Dialam ada dua jenis bijih nikel, yaitu nikel sulfida dan nikel oksida yang lazim disebut laterit. Dari pengolahan bijih nikel sulfida dan laterit, diperoleh logam nikel yang banyak digunakan oleh umat manusia dari barang rumah tangga sampai teknologi canggih. Pada umumnya bijih nikel sulfida berada dibelahan bumi subtropis seperti Rusia dan Canada sedangkan laterit berada dikhatulistiwa seperti New Caledonia, Indonesia, Philipina, Cuba dsb. Secara global sumber daya bijih nikel didominasi oleh laterit seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1 dibawah ini.

Tabel 1. Sumber Daya Nikel Secara Global<sup>1)</sup>

	Juta ton	% Ni	Juta ton Ni	% Total
Nikel Sulfida	10.500	0,58	62	27,8 %
Laterit	12.600	1,28	161	72,2 %
Total	23.100	0,97 %	223	100

Perkembangan terbaru berdasarkan data yang dikeluarkan oleh USGS Januari 2015, sumber daya nikel yang mengandung Ni  $\geq 1$  % atau paling sedikit 150 juta ton Ni sekitar 60 % berupa laterit sedangkan sisanya 40 % berupa nikel sulfida.<sup>2)</sup>

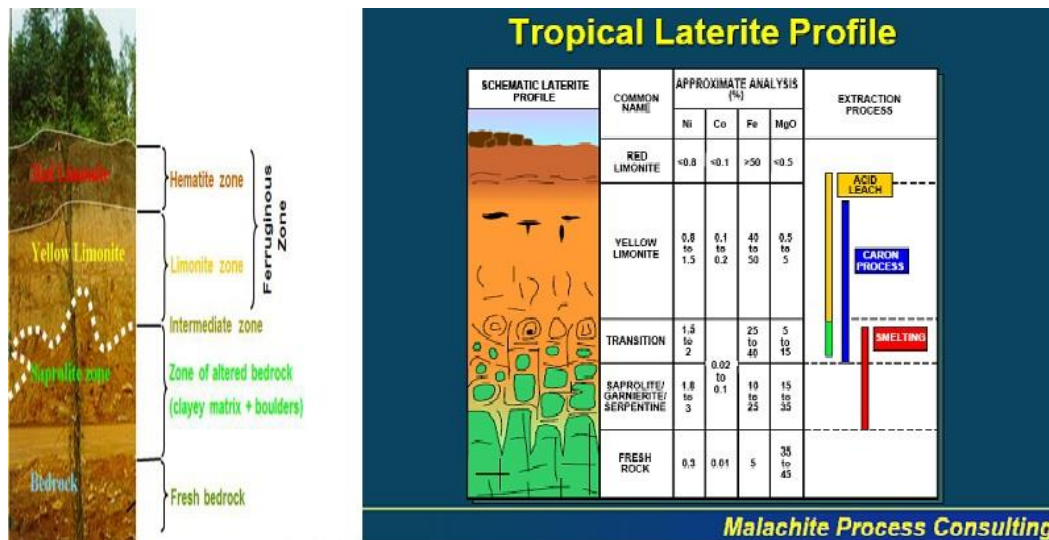
Untuk memperoleh nikel dari laterit digunakan dua jalur proses, yaitu hydrometalurgi dan pyrometalurgi. Hydrometalurgi untuk mengolah laterit kadar rendah yang terdiri dari limonit dan saprolit dengan kandungan Ni  $< 1,5$  %. Dari segi teknologi jalur proses hydrometalurgi belum mapan (*unproven technology*) terutama untuk teknologi proses berbasis HPAL/PAL (*High Pressure Acid Leach*). Kenyataan ini terbukti dengan "kegagalan" tiga (3) HPAL/PAL plant (Bulong, Cawse, dan Murrin Murrin) di Australia, Goro HPAL/PAL plant di New Caledonia, dan Ravensthorpe EPAL (*Enhance Pressure Acid Leaching*) plant di Australia.

Pyrometalurgi untuk mengolah laterit kadar tinggi saprolit untuk memproduksi FeNi atau Ni matte. Di Sulawesi Tenggara jalur proses ini telah digunakan untuk mengolah saprolit dengan kandungan Ni  $\geq 1,8$  % untuk

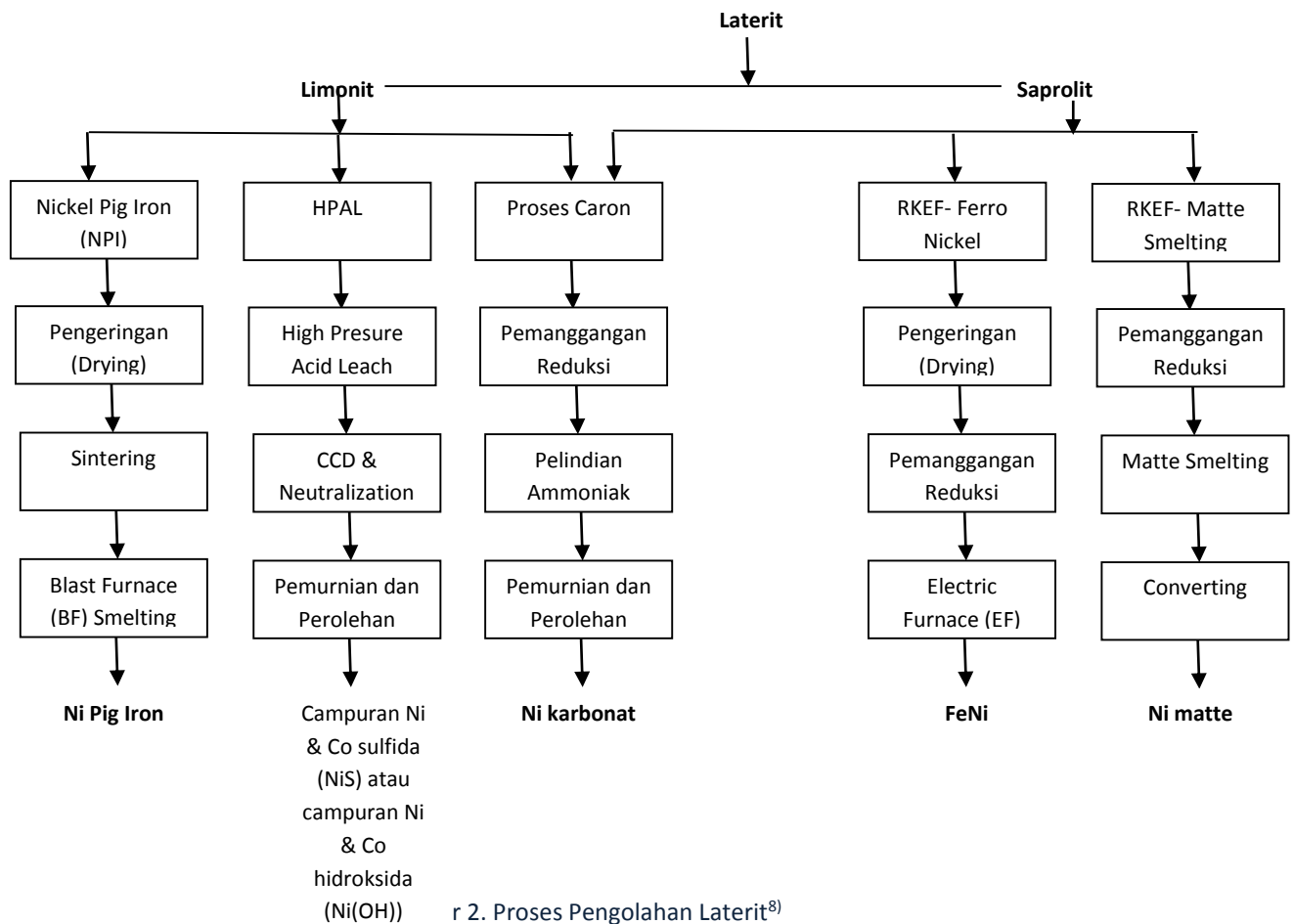
memproduksi FeNi dan Ni matte. Dimana FeNi diproduksi oleh BUMN PT Aneka Tambang di Pomalaa sejak 1973/1974 sedangkan Ni matte oleh PMA PT Vale Indonesia di Sorowako sejak 1977/1978. Dengan demikian untuk Indonesia, definisi laterit kadar rendah adalah limonit dan saprolit dengan kandungan Ni < 1,8 %. Perkembangan terbaru setelah 2005, China yang tidak mempunyai sumber daya laterit mengolah laterit kadar rendah dengan jalur proses pyrometalurgi untuk memproduksi NPI (*Nickel Pig Iron*). Selanjutnya NPI digunakan sebagai pengganti FeNi untuk membuat SS (*Stainless Steel*). Untuk mendapatkan bahan baku NPI, China mengimpor laterit dengan kandungan Ni < 1,5 % (limonit) dari Philipina dan laterit dengan kandungan Ni ≥ 1,5 % (saprolit kadar rendah) dari Indonesia.<sup>3, 4)</sup> Di Cilegon Banten, PT INDOFERRO menggunakan BF (*Blast Furnace*) dengan kapasitas ± 450 M<sup>3</sup> untuk memproduksi ± 250.000 ton/tahun NPI (*Nickel Pig Iron*). BF I komisioning 21 Agustus 2012, kemudian BF II dengan kapasitas yang sama komisioning 2014. Sehingga dengan menggunakan dua (2) BF (*Blast Furnace*), PT INDOFERRO memproduksi ± 500.000 ton/tahun NPI.<sup>5)</sup> Dari penjelasan diatas, menunjukkan bahwa jalur proses pyrometalurgi sudah mapan (*proven technology*) untuk mengolah laterit kadar tinggi maupun kadar rendah. Sedangkan proses berbasis HPAL/PAL yang tergolong dalam jalur proses hydrometalurgi belum mapan (*unproven technology*) untuk mengolah laterit kadar rendah.

**LATERIT DAN PENGOLAHANNYA**

Endapan laterit secara ideal didaerah khatulistiwa dan proses pengolahannya yang sudah komersial, dapat dilihat pada Gambar 1 dan Gambar 2 dibawah ini.



Gambar 1. Endapan Laterit Secara Ideal Dan Proses Pengolahannya.<sup>6,7)</sup>



Seperti yang dijelaskan diatas untuk mengolah laterit digunakan dua jalur proses, yaitu hydrometalurgi dan pyrometalurgi (smelting). Hydrometalurgi digunakan untuk mengolah laterit kadar rendah dengan kandungan Ni < 1,5 %. Pyrometalurgi digunakan untuk mengolah laterit kadar tinggi saprolit untuk memproduksi FeNi atau Ni matte. Perkembangan terbaru setelah 2005, pengolahan laterit kadar rendah dengan jalur proses pyrometalurgi digunakan untuk memproduksi NPI (*Nickel Pig Iron*). Dimana China adalah negara pelopor sekaligus produsen terbesar NPI.

Dari segi sumber daya, laterit kadar rendah jumlahnya lebih besar d/p laterit kadar tinggi. Kenyataan tersebut ditunjukkan pada Tabel 2 dibawah ini.

Tabel 2. Sumber Daya Laterit Kadar Rendah Dan Kadar Tinggi<sup>1)</sup>

	Juta ton	Kadar Ni	Juta ton Ni	Distribusi
Laterit Kadar Tinggi	4000	1,55 %	62	39 %
Laterit Kadar Rendah	8600	1,15 %	99	61 %
Total	12600	1,28 %	161	100 %

Pabrik (*plant*) untuk mengolah laterit kadar tinggi saprolit dengan pyrometalurgi untuk memproduksi FeNi pertama kali beroperasi 1879 di Doniambo New Caledonia. Pabrik tersebut dibangun oleh Eramet Perancis, dan sampai saat ini masih beroperasi. Sedangkan pabrik (*plant*) untuk mengolah laterit kadar rendah dengan hydrometalurgi pertama kali dibangun di Cuba oleh Freeport USA, yaitu proses Caron untuk memproduksi NiO di Nicaro dan proses HPAL/PAL (High Pressure Acid Leaching) untuk memproduksi NiS di Moa Bay. Adapun kandungan laterit kadar rendah yang diolah di Cuba, dapat dilihat pada Tabel 3 dibawah ini.



Tabel 3. Analisa Kimia Laterit Kadar Rendah Cuba (Laterit Kering)<sup>9)</sup>

	Limoniit	Serpentin
Ni	1,3	1,4
Co	0,1	0,1
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3	1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	64	30
<b>MgO</b>	<b>1,7</b>	<b>8</b>
CaO	1	1
<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>3,7</b>	<b>40</b>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,5	2
MnO	1	0,5
H <sub>2</sub> O	12,5	10

- Limoniit diolah di Moa Bay
- Serpentin (saproilit kadar rendah) diolah di Nicaro dan Punta Gorda.

### PROSES CARON

Freeport membangun pabrik (plant) menggunakan proses Caron untuk mengolah serpentin (saproilit kadar rendah) menjadi NiO dengan kapasitas produksi ± 23.000 ton Ni/tahun di Nicaro Cuba mulai beroperasi 1945. Sampai saat ini Nicaro plant masih beroperasi, dan di Punta Gorda Cuba telah berdiri Caron plant untuk memproduksi NiO mulai beroperasi 1986. Selanjutnya proses Caron digunakan ditempat lain seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4 dibawah ini.

Tabel 4. Negara Negara Pengguna Proses Caron <sup>10)</sup>

Perusahaan	Lokasi	Tahun Beroperasi	Status
Cubaniquel	Nicaró, Holguin, Cuba	1945	Aktif
QNY	Yabulu, Australia	1974	Aktif
Niquel Tocantins	Niquelandia, Brazil	1981	Aktif
Cubaniquel	Punta Gorda, Cuba	1986	Aktif
Ferromin	Sered, Slovakia	1958	Tutup
International Níkel	Sudbury, Canada	1975	Tutup
Nonoc	Philipina	1975	Tutup

Menurut para ahli kedepan tidak ada lagi pengolahan laterit kadar rendah dengan proses Caron, pengolahan laterit kadar rendah cenderung menggunakan proses berbasis HPAL/PAL (*High Pressure Acid Leach*).

### PROSES BERBASIS HPAL/PAL

Menjelang 1960 di Moa Bay Cuba, Freeport USA dengan bantuan Sherrit Gordon Canada membangun HPAL/PAL plant untuk mengolah limoniit menjadi NiS dengan kapasitas produksi ± 25.000 ton Ni/tahun. Pada tahun 1960, Freeport USA dinasionalisasi oleh pemerintah Cuba dibawah rezim Fidel Castro dan saat dinasionalisasi Moa Bay plant belum *commisioning*. Dengan bantuan Uni Soviet (Rusia) maka Moa Bay plant bisa *commisioning* 1961, dan Moa Bay HPAL/PAL plant baru bisa berjalan normal setelah berhasil mengatasi berbagai masalah plant selama 6 – 7 tahun.

Seiring dengan bubarnya Uni Soviet tahun 1990-an, Uni Soviet (Rusia) tidak lagi membeli seluruh produk NiS yang diproduksi oleh Moa Bay HPAL/PAL plant. Selanjutnya pemerintah Cuba bekerja sama dengan Sherrit Gordon Canada untuk proyek Moa Bay. Dalam kerja sama tersebut kinerja Moa Bay plant diperbaiki, dan seluruh produk NiS diolah oleh Sherrit Gordon di Fortsaskatchewan Canada. Kerja sama dengan kepemilikan saham sama masing masing 50 % ditandatangani Desember 1994.

Setelah kerja sama ditidak lanjuti maka terjadi kemajuan yang berarti pada Moa Bay HPAL/PAL plant. Sebelum kerja sama pada unit leaching didalam *autoclave vertical* dicapai perolehan Ni : 93 – 95 %, setelah kerja sama dicapai perolehan Ni > 95 %. Sebelum kerja sama pada unit pengendapan didalam *autoclave vertical* untuk memproduksi NiS, dicapai efisiensi pengendapan Ni ≤ 99 % dan Co ≤ 98,5 %. Setelah kerja sama dicapai efisiensi pengendapan Ni > 99 % dan Co > 98,5 %. Sebelum kerja sama terjadi masalah lingkungan untuk buangan sulfat, setelah kerja sama masalah buangan sulfat teratasi. Selalu dilakukan *shut down* rutin pada *autoclave vertical* untuk

membersihkan *scaling* (endapan) pada dinding dalam *autoclave vertical*, sama seperti sebelum dilakukan kerja sama. *Shut down* rutin setiap 3 – 4 bulan pada *autoclave vertical* unit leaching untuk membersihkan *scaling* berupa alunit, hematit, dan jarosit. *Shut down* rutin setiap 850 jam (35 hari) pada *autoclave vertical* unit produksi untuk membersihkan *scaling* berupa NiS. Pembersihan *scaling* dilakukan dengan cara manual menggunakan alat sederhana *pneumatic hammer*.<sup>11)</sup>

Melihat kesuksesan Moa Bay HPAL/PAL plant menyebabkan proses berbasis HPAL/PAL sangat menjanjikan untuk mengolah laterit kadar rendah yang jumlahnya berlimpah (lihat Tabel 2). Karena jika dibandingkan dengan proses pengolahan laterit yang lain, proses berbasis HPAL/PAL membutuhkan energi relatif lebih rendah dengan perolehan logam relatif lebih tinggi. Kenyataan tersebut juga sudah terbukti dari litbang (penelitian dan pengembangan) yang sukses oleh AMAX USA dari 1960 – 1980an, dan kerja sama antara AMAX USA dengan Cofremmi Perancis untuk pilot plant skala besar. Dalam kerja sama tersebut AMAX – Cofremmi mengolah berbagai jenis laterit dari New Caledonia didalam pilot plant skala besar selama tiga (3) tahun.<sup>12)</sup> Adapun hasil studi perbandingan proses berbasis HPAL/PAL dengan proses proses yang lain, dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Perbandingan Proses Berbasis HPAL/PAL Dengan Proses Lain.<sup>13)</sup>

Perbandingan	Matte Smelting	Ferro Nickel Smelting	Ammonia Leaching (Proses Caron)	Moa Bay Acid Leaching	Cofremmi Acid Leaching
Konsumsi energi (MJ/Kg Ni)	700 – 800	600 – 700	500 – 600	350 – 400	200 – 300
Perolehan Logam (% Total)	65 – 80 %	60 – 70 %	65 – 75 %	80 – 90 %	92 – 94 %

### **PERKEMBANGAN PROSES BERBASIS HPAL/PAL**

Selanjutnya diselenggarakan pertemuan oleh pemain pemain nikel dunia di Australia yang difasilitasi oleh ALTA pada 1995. Pertemuan tersebut khusus membicarakan proses berbasis HPAL/PAL untuk mengolah laterit kadar rendah, dan memperbaiki kelemahan kelemahan proses HPAL/PAL di Moa Bay.<sup>14)</sup> Perbaikan tersebut terutama merubah posisi *autoclave vertical* yang digunakan di Moa Bay menjadi *autoclave horizontal* untuk HPAL/PAL plant generasi berikutnya.<sup>15)</sup> Kemudian dibangun tiga (3) HPAL/PAL plant generasi kedua di Australia Barat, yaitu Bulong, Cawse, dan Murrin Murrin. Ketiga HPAL/PAL plant tersebut yang mengolah laterit kadar rendah Australia commissioning dalam waktu bersamaan akhir 1998/ awal 1999. Pada saat itu jika kapasitas produksi ketiga plant tersebut dijumlahkan ± 63 kt Ni/tahun atau 10 % produksi nikel dunia. Kenyataan ini menunjukkan bahwa proses berbasis HPAL/PAL menjanjikan untuk mengolah laterit kadar rendah untuk memenuhi kebutuhan nikel dunia.

Menurut Dalvi dkk walaupun sumber daya alam bijih nikel dunia ± 70 % berupa laterit namun produksi nikel dunia ± 42 % berasal dari laterit pada 2003, dan produksi nikel dunia yang berasal dari laterit diperkirakan naik menjadi 51 % pada 2012. Sebagian besar produksi tersebut berasal dari laterit kadar rendah yang diolah dengan proses berbasis HPAL/PAL. Namun perkiraan Dalvi dkk meleset karena berdasarkan data yang dipaparkan kepublik pada seminar 2013 di pulau Bali Indonesia, sebagian besar produksi nikel dari laterit justru berasal dari jalur proses pyrometalurgi untuk memproduksi FeNi maupun NPI, bukan dari hydrometalurgi khususnya HPAL/PAL. Kenyataan tersebut ditunjukkan pada Tabel 6 dibawah ini.

Tabel 6. Produksi Nikel Total Dari Laterit<sup>16)</sup>

Ferro nickel smelting (termasuk NPI)	60 %
Matte smelting	14 %
Ammonia leaching (proses Caron)	14 %
Acid leaching (proses HPAL/PAL)	12 %

Perkiraan Dalvi dkk meleset diduga karena proses berbasis HPAL/PAL masih *uproven technology* (belum mapan) untuk mengolah laterit kadar rendah. Kenyataan ini terbukti dengan “kegagalan” tiga HPAL/PAL plant generasi

kedua (Bulong, Cawse, dan Murrin Murrin) di Australia Barat yang commissioning 1998/1999. Ternyata belum setahun beroperasi ketiga HPAL/PAL plant mengalami “*ramp up*”, yaitu gangguan gangguan pada operasi pabrik yang disebabkan penyumbatan pada unit unit peralatan didalam pabrik (plant). “Kegagalan” operasi HPAL/PAL plant terus dicari jalan keluarnya agar kapasitas produksi pabrik yang dicapai optimal. Konsekuensi dengan mengatasi kegagalan adalah keluar biaya ekstra, bagi yang tidak sanggup mengatasi terpaksa tutup seperti yang dialami oleh Bulong dan Cawse. Bulong tutup 2003, Cawse tutup 2008, dan Murrin Murrin berpindah kepemilikan ke Minara pada 2003/2004. Minara menambahkan proses *heap leaching* (HL) untuk mengolah laterit. Filtrat (larutan) hasil HL bersama dengan bijih (ore) laterit yang sudah diseleksi terlebih dulu, kemudian diproses dengan teknologi HPAL/PAL didalam *horizontal autoclave*. Setelah berjuang cukup lama dari 2003/2004 s/d 2013, Minara berhasil mengatasi “*ramp up*” sehingga produksi 2014 mencapai 44,1 kt/tahun mendekati disain kapasitas 45 kt/tahun.

Perkembangan selanjutnya HPAL/PAL generasi ketiga tetap dibangun walaupun HPAL/PAL generasi kedua mengalami “kegagalan”. “Revensthorpe EPAL Plant” dibangun oleh BHPB di Australia Barat, Goro oleh INCO di New Caledonia, Ambatovy oleh Sherrit Gordon di Madagaskar, Ramu oleh China di Papua Nugini, CBNC dan THPAL oleh SMM (Sumitomo Metal Mining) Jepang di Philipina. Ternyata HPAL/PAL generasi ketiga yang sukses yang dibangun oleh SMM sedangkan HPAL/PAL plant yang lain masih mengalami masalah sehingga kapasitas produksi belum tercapai optimal. Kenyataan ini ditunjukkan pada Tabel 7 dibawah ini

Tabel 7. HPAL/PAL Proyek Diluar Moa Bay Cuba Sampai 2015<sup>17)</sup>

	Kapasitas (X1000 ton/tahun)	<i>Start Up</i>	Tercapai Kapasitas Produksi	Produksi 2014 (X1000 ton/tahun)	<i>Cost Index (PJ Cost/A-Ni lb)</i>
Murrin Murrin	45	1999	2013	44.1	N.A
Ravensthorpe	45	2008	-	36.4	28.2
Goro	60	2011	-	19.8	>52.9
Ramu	31	2012	-	19.9	30.6
Ambatovy	60	2012	-	37.0	52.9
CBNC	20	2009	2011	24.0	12.6
THPAL	30	2013	2015	26.3	27.1

- Ravensthorpe di Australia menggunakan proses EPAL (*Enhance Pressure Acid Leach*). Pada proses EPAL, limonit diolah dengan proses HPAL/PAL sedangkan saprolit diolah dengan proses AL (*Atmospheric Leaching*).

### MASALAH PROSES HPAL/PAL

Setelah Moa Bay HPAL/PAL plant generasi pertama, HPAL/PAL plant generasi berikutnya yang sukses hanya dua HPAL/PAL plant milik SMM (*Sumitomo Metal Mining*) Jepang, yaitu CBNC dan THPAL yang berada di Philipina. Diduga kesuksesan CBNC dan THPAL karena mengolah limonit dengan kandungan silikat rendah, yaitu  $Si < 10\%$  atau  $SiO_2 < 21,43\%$ . HPAL/PAL maupun EPAL plant yang masih mengalami “kegagalan” seperti yang ditunjukkan pada Tabel 7 diatas, diduga karena mengolah laterit kadar rendah dengan kandungan silikat tinggi, yaitu  $Si > 10\%$  atau  $SiO_2 > 21,43\%$ . Minara (Murrin Murrin) berhasil mengatasi “kegagalan HPAL/PAL plant” karena berhasil mengendapkan silikat pada unit proses HL (*heap leaching*). Selanjutnya filtrat (larutan) hasil proses *heap leaching* bersama sama dengan nontronit yang sudah diseleksi, diproses dengan HPAL/PAL didalam *horisontal autoclave*. Dimana Minara (Murrin Murrin) berjuang 10-an tahun sampai “berhasil” mengatasi kegagalan.

Adapun perbandingan kandungan silikat ( $SiO_2$ ) didalam laterit yang diolah oleh HPAL/PAL plant yang sukses maupun “gagal” seperti Minara (Murrin Murrin), Cawse tutup 2008, Goro, Moa Bay, dan CBNC, dapat dilihat pada Tabel 8 dibawah ini.

Tabel 8. Tipe Laterit Untuk Bahan Baku HPAL/PAL Plant<sup>9, 18, 19,20, 21)</sup>

	Nontronite (Murrin Murrin)	Cawse	Saprolit PT Inco Sorowako	Goro New Caledonia	Plaine des Lacs New Caledonia	Limonit (Moa Bay)	Limonit CBNC
Ni	1,25	1,0	1,99	1,73	1,26	1,30	1,26
Co	0,08	0,07	0,05	0,105	0,077	0,12	0,09
<b>Mg</b>	<b>3,7</b>	<b>1,58</b>	<b>10,1</b>	<b>2,73</b>	<b>0,81</b>	<b>0,55</b>	<b>2,21</b>
Fe	22,0	18	20,7	41,1	42,4	48,0	42,3
Al	2,7	1,71	1,66	2,57	3,97	4,8	1,83
Mn	0,4	0,17	0,36	0,68	0,50	0,8	0,70
Cr	1,0	0,92	0,8	1,73	1,44	2,0	1,89
Ca	-	0,03	-	-	-	-	-
<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>42,0</b>	<b>42,5</b>	<b>30,43</b>	<b>10,95</b>	<b>8,85</b>	<b>8,3</b>	<b>17,47</b>
<b>Si</b>	<b>19,5</b>	<b>19,83</b>	<b>14,6</b>	<b>5,11</b>	<b>4,13</b>	<b>3,87</b>	<b>8,15</b>
Moisture	-	>20 %	-	-	-	>20 %	-

- Goro mengolah campuran limonit dengan saprolit sebagai bahan baku
- Saprolit yang ada di New Caledonia mirip dengan saprolit PT Inco Sorowako di Sulawesi Tenggara Indonesia.
- Diduga hasil pencampuran limonit dengan saprolit mengandung silikat cukup tinggi, yaitu Si > 10 % atau SiO<sub>2</sub> > 21,43 %.

## KESIMPULAN

1. Jalur proses pyrometalurgi sudah *proven technology* (mapan) untuk mengolah laterit kadar tinggi saprolit untuk memproduksi FeNi atau Ni matte seperti di Sulawesi Tenggara. Maupun laterit kadar rendah untuk memproduksi NPI seperti di Cilegon Banten. Dimana laterit kadar rendah untuk Indonesia terdiri dari limonit dan saprolit dengan kandungan Ni < 1,8 %.
2. Pada skala industri jalur proses hydrometalurgi berbasis HPAL/PAL *unproven technology* (belum mapan) untuk mengolah laterit dengan kandungan silikat tinggi yang merupakan ciri khas untuk saprolit. Diduga kandungan silikat tersebut adalah SiO<sub>2</sub> > 21,43 % atau Si > 10 %.

## REFERENSI :

1. Dalvi, Ashok D. dkk. PDAC 2004 International Convention Trade Show & Investors Exchange, March 7 – 10, 2004. “The Past and The Future of Nickel Laterite”, INCO Limited, 2060 Flavelle Boulevard, Sheridan Park, Mississauga, Ontario L5K 1Z9 Canada.
2. Anonim 2015. U.S. Geological Survey, Mineral Commodities Summary, Januari 2015.
3. Anonim 2012. INSG (International Nickel Study Group) Insight. April 2012 - No. 16. “Nickel Ore Shipment To China”.
4. Jiang, Kaixi. Dkk. “The Process Research And Development For Copper, Nickel And Cobalt In BGRIMM (Beijing General Research Institute Of Mining And Metallurgy). ALTA 2014 Free Paper.
5. Anonim 2016. Presentasi PT INDOFERRO.
6. Sukaesih/Nip 196409121990032001., “Atlas Mineral Dan Batuan Nikel”.
7. Butt, Charles., “Nickel laterites characteristics, classification, and processing option”. CRCLEME. Cooperative Research Centre for Landscape Environments And Mineral Exploration. August 2007.
8. Rodrigues, Filipe Manuel. 2013. “Investigation Into The Thermal Upgrading Of Nickeliferous Laterite Ores”. A thesis submitted to the Robert Buchan Departement of Mining In Corminity with the requirements for The degree of Master of Applied Sciece. Queens University, Kingston, Toronto, Canada.
9. Habashi, Fathi. “Nickel in Cuba”. Extractive Metallurgy of Copper, Nickel, and Cobalt, Proceeding of the Paul E.Queneau International Symposium 1993.
10. Prado, L Faustino. 2004. ”Sixty Years of Caron : Current Assesment”, International Laterite Nickel Symposium 2004. Edited by W.P Imrie and D.M. Lane. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). March 14 – 18.
11. Chalkley, M.E.dkk. “The Acid Pressure Leach Process for Nickel and Cobalt Laterite, Part I : Review of Operation at Moa”. Hydrometallurgy and Refining of Nickel and Cobalt. Proceeding of Nickel-Cobalt 97 International Symposium-Volume 1, August 17-20, 1997, Sudbury, Ontario, Canada. 36<sup>th</sup> Conference of Metallurgist of CIM. 27<sup>th</sup> Hydrometallurgical Meeting of CIM.

12. Wicker, Gordon R., Jha, Mahesh C., "Developments in the AMAX-COFREMMI Acid Leach Process for Nickel Laterites", 25<sup>th</sup> Annual Conference of Metallurgist of CIM, Toronto Canada, August 17 – 20, 1986.
13. Anonim 1986. The Cofremmi Acid Leach Process For Laterite Ores, COFREMMI S.A, Compagnie Francaise d'Entreprises minières, Metallurgi ques et d'Investissements.
14. Taylor, Alan. 2015. "ALTA : 20 YEARS AS A WINDOW INTO THE WORLD OF PAL". ALTA 2015, 23 – 30 May, Perth, Australia.
15. Taylor, Alan. "PAL- The Great Survivoe". ALTA Metallurgical Services. ALTA 2011.
16. Elias, Mick. Principal Consultant CSA Global. "Nickel Laterites in SE Asia". Geology, Technology and Economics – Finding the Balance. Bali 2013. East Asia : Geology, Exploration Technologies and Mines. May 27, 2013.
17. Tsuchida, N. 2015. "HPAL IN Past, Present, AND Future", ALTA 2015 Nickel – Cobalt – Copper Proceedings. ALTA 2015 Free Paper, Australia.
18. Motteram, G. dkk. "Application of the Pressure Acid Leach Process to Western Australian Nickel/Cobalt Laterite". Hydrometallurgy and Refining of Nickel and Cobalt, Proceeding of Nickel-Cobalt 97 International Symposium-Volume 1, August 17-20, 1997, Sudbury, Ontario, Canada. 36<sup>th</sup> Conference of Metallurgist of CIM. 27<sup>th</sup> Hydrometallurgical Meeting of CIM.
19. Kyle, J.H. dkk. "The Cawse Nickel/Cobalt Laterite Project Metallurgical Process Development". Hydrometallurgy and Refining of Nickel and Cobalt, Proceeding of Nickel-Cobalt 97 International Symposium-Volume 1, August 17-20, 1997, Sudbury, Ontario, Canada. 36<sup>th</sup> Conference of Metallurgist of CIM. 27<sup>th</sup> Hydrometallurgical Meeting of CIM.
20. Tsuchida, N dkk. 2004."Development of Process Design For Coral Bay Nickel Project", International Laterite Nickel Symposium 2004. Edited by W.P Imrie and D.M. Lane. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). March 14 – 18.
21. Chen, T.T. dkk. "Mineralogical Characterization of Nickel Laterites from New Caledonia And Indonesia". International Laterite Nickel Symposium 2004, page 79 – 99. A publication TMS.

## Pengaruh Laju Alir dan Waktu Flotasi pada Pembuatan Kokas menggunakan Metode *Blending Non Cooking Coal* dengan *Cooking Coal*

Erlina Yustanti<sup>1, a</sup>, Andinnie Juniarsih<sup>1</sup>, dan Eko Haryanto<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

<sup>a</sup>[erlina.yustanti68@gmail.com](mailto:erlina.yustanti68@gmail.com)

### Abstrak

Batubara merupakan salah satu bahan bakar fosil yang banyak digunakan sebagai sumber energi. Salah satu industri yang menggunakan batubara adalah industri baja, sebagai bahan baku di dalam blast furnace. Batubara dijadikan kokas terlebih dahulu sebelum dijadikan bahan baku blast furnace. Dalam usaha meningkatkan kualitas batubara diperlukan proses pencucian melalui metoda flotasi. Metode flotasi dapat menurunkan kadar sulfur dan abu pada batubara sehingga terjadi peningkatan kualitas batubara. Metode blending dapat memodifikasi kualitas batubara dengan mencampurkan batubara kualitas tinggi dan batubara kualitas rendah. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui variabel optimum proses flotasi dan pembuatan briket kokas dengan metode blending batubara non coking hasil flotasi dengan batubara coking. Flotasi batubara menggunakan komposisi kolektor 20%, frother 30%, dengan kecepatan impeller 1200 rpm, variasi laju alir udara pada 2, 4 dan 6 liter/menit dan variasi waktu flotasi 15, 30 dan 45 menit. Persentase penurunan sulfur tertinggi setelah proses flotasi adalah 61,9% pada laju alir udara 6 liter/menit dan waktu flotasi 30 menit, sedangkan persentase penurunan abu tertinggi yaitu 72,17 % pada laju alir udara 4 liter/menit dan waktu flotasi 30 menit. Proses pembriketan dilakukan dengan tekanan 150 kg/mm<sup>2</sup> pada cetakan tabung diameter 5, dilanjutkan rekarbonisasi untuk proses pengkokasan pada temperatur 1000 °C selama 4 jam. Karakterisasi hasil kokas melalui analisa proximate, pengukuran total sulfur, nilai kalori serta indeks kekuatan kokas. Dari penelitian diperoleh nilai kalori 6360 cal/gram dan total sulfur terendah 1,33 % dengan indeks kekuatan kokas 99,6%.

**Kata kunci:** Batubara, flotasi, *blending*, kokas, kalori

### PENDAHULUAN

Batubara merupakan bahan bakar yang banyak digunakan sebagai sumber energi selain minyak bumi. Data pemakaian bahan bakar di Indonesia pada tahun 2011 terbagi atas minyak bumi 50%, batubara 24%, gas alam 20% dan energi terbarukan 6%<sup>[1]</sup>. Pada tahun 2014 konsumsi batubara di dalam negeri mencapai 95,55 juta ton. Batubara masih banyak digunakan sebagai sumber energi, meskipun batubara bukanlah bahan bakar yang sempurna. Terdapat pengotor-pengotor di dalamnya yang dapat berakibat buruk seperti pencemaran lingkungan dan kerusakan alat pembakar<sup>[2]</sup>. Selain hal tersebut banyaknya jumlah pengotor yang ada pada batubara mengakibatkan penurunan kandungan *fixed carbon* sehingga akan menurunkan nilai kalori pada batubara<sup>[2]</sup>. Beberapa pengotor pada batubara diantaranya *volatile matter*, *ash* dan sulfur. Pada saat ini telah dikembangkan berbagai metode untuk mengurangi pengotor yang ada pada batubara. *Volatile matter* dapat diturunkan melalui pemanasan pada temperatur tertentu yang dikenal dengan istilah karbonisasi (peningkatan nilai karbon). Pengotor lain seperti abu dan sulfur dapat diturunkan dengan cara pencucian batubara. Metode pencucian batubara merupakan upaya menuju Teknologi Batubara Bersih (TBB) dengan tujuan meningkatkan kualitas batubara, terbukti metode flotasi cukup efektif<sup>[2]</sup>.

Salah satu industri yang menggunakan batubara adalah industri peleburan baja. Batubara yang akan dijadikan kokas harus memiliki kriteria tertentu sebagai batubara *coking coal*. *Coking coal* yang berasal dari Samarinda memiliki kualitas yang cukup baik untuk dijadikan kokas sebagai bahan baku *blast furnace*, namun terdapat beberapa *coking coal* yang kurang memenuhi standar. Penelitian ini menggunakan bahan baku *coking coal* dari Samarinda yang memiliki kadar sulfur yang tinggi 3,43% dan memiliki nilai kalori yang tinggi juga 7352

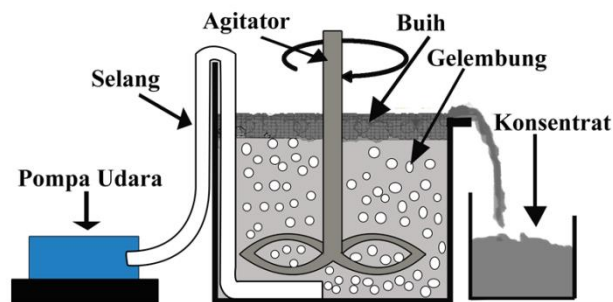
cal/gram. Dalam penelitian ini batubara *coking coal* harus dicampur (*blending*) dengan batubara *non coking coal* untuk mendapatkan sifat yang saling memperbaiki. Sebagai pertimbangan batubara *non coking coal* digunakan sebagai batubara pencampur karena ketersediannya yang melimpah di Indonesia<sup>[3]</sup> dan kadar sulfur rendah. Produksi *non coking coal* mencapai 180 juta ton/tahun, sedangkan produksi *coking coal* yang hanya 5 juta ton/tahun<sup>[1]</sup>, menjadikan *non coking coal* dipilih sebagai campuran bahan baku kokas. Metode *blending* ini diharapkan mampu memperbaiki kualitas *coking coal* dan juga memanfaatkan *non coking coal* yang ketersediannya melimpah sebagai bahan baku kokas. Banten memiliki sumber daya batubara *non coking* yang memiliki kadar sulfur rendah terletak di desa Bayah. *Non coking coal* Bayah yang digunakan dalam penelitian ini memiliki kadar sulfur 0,77% yang diharapkan dapat menurunkan kadar sulfur dari *coking coal* Samarinda. Namun demikian, *non coking coal* Bayah memiliki kandungan *fixed carbon* rendah serta kandungan abu tinggi, sehingga *non coking coal* Bayah wajib dilakukan karbonisasi dan di flotasi terlebih dahulu sebelum dilanjutkan proses *blending*.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa pengaruh laju alir udara dan waktu flotasi terhadap penurunan kadar sulfur dan abu pada batubara *non coking coal* serta mendapatkan parameter optimum *blending* antara *coking coal* dan *non coking coal*.

## METODE

Batubara yang awalnya berbentuk bongkahan di preparasi terlebih dahulu untuk menyeragamkan ukuran. Preparasi dilakukan dengan menggunakan *ball mill* hingga ukuran batubara seragam sebesar -40#. Sebelum ke proses lanjut batubara yang telah dipreparasi dilakukan analisa *proximate*, total sulfur dan nilai kalori. *Non coking coal* yang ukurannya telah seragam, dikarbonisasi untuk meningkatkan % *fixed carbon*. Karbonisasi dilakukan pada temperatur 1000°C selama 4 jam menggunakan *muffle furnace* tanpa kontak dengan udara. Hasil dari karbonisasi akan menyebabkan *volatile matter* turun sehingga *fixed carbon* naik, tetapi abu pada batubara akan ikut naik. *Non coking coal* yang memiliki kadar abu yang lebih tinggi dari kadar abu awal dilanjutkan proses pencucian menggunakan metode flotasi, sekaligus berfungsi menurunkan kadar sulfur<sup>[4]</sup>.

Flotasi yang digunakan adalah metode flotasi buih dengan menggunakan *reagent* solar sebagai kolektor dan *crude palm oil* (CPO) sebagai *frother*<sup>[5]</sup>. Komposisi solar:CPO yang digunakan adalah 20:30 dari volume total 1000 ml. Kecepatan *impeller* yang digunakan adalah 1200 rpm. Variasi laju alir udara yaitu 2, 4 dan 6 liter/menit, sedangkan variasi waktu flotasi 15, 30 dan 45 menit. Proses flotasi diawali dengan memasukkan batubara, air dan solar ke dalam wadah flotasi. Setelah seluruhnya dimasukkan, agitator dinyalakan dengan kecepatan 1200 rpm selama 5 menit, kemudian CPO dimasukkan dan menyalakan *air pump* dengan variasi laju alir udara yang telah ditentukan. Proses flotasi dilakukan sampai batas waktu yang telah ditentukan. Skema dari proses flotasi dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema Proses Flotasi

*Non coking coal* hasil proses flotasi selanjutnya dikeringkan dan dilakukan analisa *proximate*, total sulfur dan nilai kalori. Setelah itu, *non coking coal* siap untuk dilakukan proses *blending* dengan *coking coal* untuk dijadikan kokas. *Blending* dilakukan dengan komposisi *coking* dan *non coking coal* 80:20, dengan penambahan 8% *damdex* sebagai binder. Tahapan selanjutnya adalah proses pencetakan dengan memasukkan hasil *blending* ke dalam silinder *die* diameter 5 cm dilanjutkan pemberian tekanan menggunakan mesin pres pada 150 kg/cm<sup>2</sup>. Batubara hasil *blending* yang berbentuk briket di rekarbonisasi pada 1000°C selama 4 jam di dalam *muffle furnace* tanpa kontak udara. Tahapan terakhir meliputi proses *quenching* yaitu menyemprotkan air pada kokas hasil

karbonisasi, dengan tujuan untuk meningkatkan nilai kekuatan kokas. Briket kokas yang telah dihasilkan dilanjutkan analisa *proximate*, total sulfur, nilai kalori serta indeks kekuatan kokas.

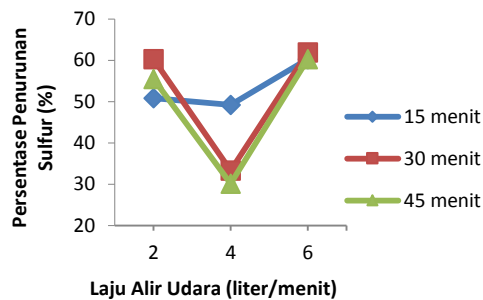
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisa awal dilakukan untuk dapat mengkaji perbedaan yang terjadi setelah batubara dilakukan proses lebih lanjut. Hasil analisa awal *coking coal* dan *non coking coal* dapat dilihat pada Tabel 4.1.

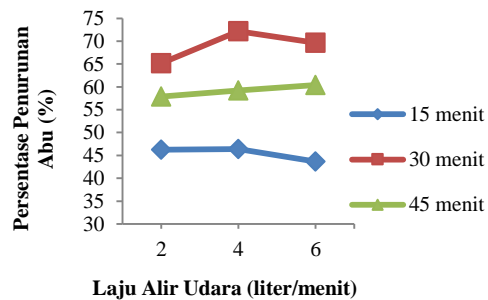
**Tabel 1. Analisa Awal Batubara**

Analisa	<i>Non coking coal</i>	<i>Coking coal</i>	Unit
<i>Moisture In</i>	4,1	2,39	%
<i>Volatile Matter</i>	32,28	34,93	%
<i>Fixed Carbon</i>	39,83	53,35	%
<i>Ash</i>	23,79	9,33	%
<i>Total Sulphur</i>	0,77	3,43	%
Nilai Kalori	5397	7352	cal/g

Beberapa faktor yang mempengaruhi proses flotasi diantaranya adalah waktu flotasi dan laju alir udara. Variasi waktu yang digunakan adalah 15, 30 dan 45 menit, sedangkan variasi laju alir yang digunakan adalah 2, 4 dan 6 liter/menit. Hasil dari proses flotasi batubara terbukti dapat menurunkan kadar sulfur dan abu pada batubara. Penurunan kadar sulfur dan abu pada batubara disederhanakan dengan menggunakan persentase selisih kadar awal dengan kadar akhir yang dapat dilihat pada Gambar 2 dan Gambar 3.



**Gambar 2. Persentase Penurunan Sulfur**



**Gambar 3. Persentase Penurunan Abu**

Gambar 2. menunjukkan persentase penurunan kadar sulfur dari yang terbesar sampai yang terkecil berturut-turut adalah pada laju alir 6, 2 dan 4 liter/menit. Pada laju alir 6 liter/menit persen penurunan sulfur mencapai lebih dari 60 %, hal ini disebabkan oleh banyaknya gelembung yang berada di dalam *slurry* sehingga proses flotasi berjalan optimal. Gelembung udara yang dihasilkan oleh *air pump* mampu bersinergi dengan solar sebagai *collector* yang menyelimuti dinding batubara dan CPO yang menyelimuti permukaan gelembung udara sehingga gelembung udara tidak mudah pecah, dengan demikian penurunan sulfur dapat mencapai lebih dari 60%.

Pada Gambar 3. terlihat bahwa laju alir udara berpengaruh terhadap penurunan kadar abu batubara. Dalam persentase penurunan kadar abu laju alir optimum berada pada laju alir udara 4 liter/menit dengan nilai terbesar terjadi pada waktu 30 menit yaitu 72,17%. Laju alir udara 4 liter/menit kurang optimal dalam menurunkan kadar sulfur pada batubara dengan metode flotasi, sehingga menyebabkan gelembung yang dihasilkan oleh laju alir ini lebih efisien dalam menurunkan kadar abu batubara. Hal inilah yang menyebabkan pada laju alir 4 liter/menit lebih banyak memisahkan abu pada batubara dibandingkan dengan laju alir lainnya. Laju alir sangat mempengaruhi proses flotasi karena dibutuhkan udara yang cukup untuk menghasilkan gelembung selama proses flotasi berlangsung, akan tetapi bila terlalu tinggi laju alir udara dapat menyebabkan gelembung terlalu besar untuk menyebar atau *pulp* terlalu turbulen untuk pemisahan partikel yang optimal<sup>[6]</sup>.

Waktu flotasi merupakan parameter yang sangat penting, lamanya proses flotasi berkaitan dengan banyaknya waktu kontak yang terjadi untuk mengangkat mineral hidrofobik selama proses flotasi berlangsung,



dengan demikian proses pemisahan dapat optimum<sup>[7]</sup>. Penurunan kadar abu dan sulfur batubara setelah proses flotasi tidak selalu berbanding lurus dengan lamanya waktu flotasi, sehingga harus ditentukan waktu optimum untuk proses flotasi batubara.

Gambar 3. Menunjukkan bahwa waktu optimal dalam menurunkan kadar sulfur dan abu batubara dengan metode flotasi ini terjadi pada 30 menit. Berdasarkan beberapa literatur yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya, desulfurisasi batubara dengan metode flotasi kolom di dapatkan hasil bahwa desulfurisasi batubara meningkat dengan bertambahnya waktu flotasi hingga waktu 40 menit dan kembali turun pada menit ke 60<sup>[7]</sup>. Dari hasil yang didapat terlihat bahwa adanya penurunan yang tidak terlalu signifikan dari waktu flotasi 30 menit sampai ke 45 menit, jika merunut pada literatur<sup>[7]</sup>, bisa diindikasikan bahwa persentase penurunan sulfur terus naik sampai waktu 40 menit dan kembali turun pada waktu 5 menit terakhir. Penurunan hasil dari flotasi diakibatkan terjadi kejenuhan akibat kelebihan *collector* sehingga partikel-partikel yang akan dipisahkan telah mengalami batas optimum dan tidak ada lagi partikel yang dapat dipisahkan meskipun dilakukan penambahan waktu, dengan kata lain sulfur (pirit) yang ada pada batubara sudah semakin kritis atau sudah hampir habis<sup>[7]</sup>. Hal serupa juga berlaku untuk penurunan kadar abu, dengan bertambahnya waktu flotasi menyebabkan abu pada batubara yang mengendap di dasar tangki ikut terangkat ke atas dikarenakan sudah semakin sedikit batubara yang di angkat oleh gelembung, sehingga akhirnya abu ikut terangkat ke atas. Waktu flotasi paling optimal pada penelitian ini yaitu 30 menit dengan persentase penurunan kadar sulfur tertinggi adalah 61,9% dan persentase penurunan kadar abu 72,17%.

### **Pengaruh Flotasi terhadap Nilai Kalori Non Coking Coal**

*Non coking coal* yang telah mengalami proses karbonisasi dan flotasi mengakibatkan terjadinya perubahan nilai kalori seperti diperlihatkan pada Tabel 2. Setelah proses karbonisasi nilai kalori *non coking coal* turun dan setelah proses flotasi naik kembali. Faktor yang mempengaruhi naik turunnya nilai kalori ini jelaslah dipengaruhi dari perubahan nilai *fixed carbon*, abu dan *volatile matter*.

**Tabel 2. Data Nilai Kalori Non Coking Coal**

Nilai kalori awal (cal/gram)	5397	5397	5397
Nilai kalori setelah karbonisasi (cal/gram)	4760,5	4760,5	4760,5
Laju alir udara (liter/menit)	2	4	6
Nilai kalori setelah flotasi (liter/menit)	6853,2	7095,3	6991,7

Setelah proses karbonisasi kandungan *fixed carbon* dan abu naik, sedangkan *volatile matter* turun. Penurunan nilai kalori ini dapat disebabkan oleh meningkatnya kadar abu dan turunnya kadar *volatile matter* yang tidak bisa ditutupi oleh meningkatnya *fixed carbon*. *Volatile matter* mempunyai nilai kalori per satuan massa lebih rendah dibanding karbon<sup>[8]</sup>, sehingga penurunan *volatile matter* dalam jumlah besar akan menurunkan nilai kalori batubara. Salah satu faktor lainnya adalah peningkatan *fixed carbon* yang tidak terlalu signifikan dikarenakan adanya udara yang masuk saat pemanasan yang menyebabkan *fixed carbon* terbakar.

Nilai kalori kembali naik setelah dilakukan proses flotasi disebabkan karena *reagent* yang digunakan pada proses flotasi menyebabkan kandungan *volatile matter* meningkat dan menurunkan abu batubara sehingga nilai kalori akan kembali naik. Abu merupakan pengotor pada batubara yang tidak dapat terbakar atau dapat diartikan tidak memiliki nilai kalori. Semakin banyaknya abu pada batubara menyebabkan semakin kecilnya nilai kalori pada batubara, begitupun sebaliknya. Hal ini terbukti pada Tabel 2. Bahwa pada laju alir 4 liter/menit memiliki nilai kalori terbesar, dikarenakan memiliki kadar abu kecil, sedangkan kandungan *fixed carbon* dan *volatile matter* merupakan yang terbesar dari sampel lainnya.

### **Analisa Kadar Sulfur pada Kokas Hasil Blending**

Kadar sulfur yang ada pada kokas dipengaruhi oleh bahan baku yang digunakan saat pembuatan kokas. Bahan baku kokas yang digunakan adalah *coking coal* dan *non coking coal* hasil flotasi. *Coking coal* yang

digunakan sebagai bahan baku kokas memiliki kandungan sulfur yang tinggi sehingga pencampuran dengan *non coking coal* yang memiliki kadar sulfur rendah diharapkan dapat menghasilkan briket kokas dengan kadar sulfur sesuai standar. Hasil analisa sulfur pada kokas hasil *blending* dapat dilihat pada Tabel 3. Data yang didapatkan pada hasil analisa sulfur pada kokas menunjukkan bahwa sulfur yang ada pada kokas masih tergolong tinggi karena berada pada kisaran 1-3 %. Total sulfur yang sangat tinggi pada *coking coal* hingga mencapai 3,43% merupakan faktor penyebab utama tingginya sulfur pada kokas hasil *blending*, hal ini menjadi sangat dimungkinkan karena jumlah *coking coal* yang digunakan pada pembuatan briket kokas adalah 80%.

**Tabel 3. Analisa Sulfur Kokas**

t/AFR (liter/menit)	2	4	6
15 menit	2,37	1,78	2,92
30 menit	2,96	2,1	3,09
45 menit	2,02	1,33	2,51

Secara umum metode *blending* telah berhasil dilakukan, sehingga mendapatkan kokas dengan nilai sulfur di bawah persentase sulfur pada *coking coal* sebagai bahan baku utama kokas. Persentase nilai sulfur briket kokas tertinggi 3,09 % dan terendah 1,33 %. Kadar sulfur terendah didapatkan pada campuran *non coking coal* hasil flotasi dengan laju alir 4 liter/menit dan waktu flotasi 45 menit.

#### **Analisa Nilai Kalori pada Kokas Hasil *Blending***

Selain kadar sulfur, kokas juga memiliki kriteria lain untuk dapat diaplikasikan dalam skala industri. Salah satu kriteria yang paling penting adalah nilai kalori pada kokas tersebut. Standar umum nilai kalori yang dapat di aplikasikan dalam industri metalurgi, khususnya sebagai bahan baku *blast furnace* harus memiliki nilai kalori minimal 6800 cal/g. Kokas yang telah dibuat belum mencapai standar tersebut. Untuk lebih jelas dalam melihat perbandingan antara campuran batubara *non coking* dengan perbedaan laju alir udara dan waktu flotasi yang berbeda terhadap nilai kalori pada kokas dapat dilihat pada Tabel 4.

**Tabel 4. Analisa Nilai Kalori Kokas**

t/AFR(liter/menit)	2	4	6
15 menit	6288,8	5514,3	6086,1
30 menit	6193,5	5455	5870,4
45 menit	6360	6013	6143,2

Tabel 4. menunjukkan bahwa nilai kalori pada kokas yang tertinggi mencapai 6360 cal/gram dan terendah 5455 cal/gram. Dengan demikian hasil *blending coking coal* dan *non coking coal* belum berhasil mendapatkan kokas sesuai standar yang diharapkan. Bila kita telaah ke belakang data pada Tabel 2. terlihat nilai kalori *non coking* hasil flotasi pada ke tiga laju alir yaitu 2, 4 dan 6 liter/menit kesemuanya memiliki nilai kalori di atas 6.800 cal/gram, kemudian dilakukan *blending* dengan *coking coal* yang memiliki nilai kalori 7352 cal/gram, namun hasilnya diluar dugaan kenyataannya belum mendapatkan batas minimal nilai kalori 6800 cal/gram. Kandungan *fixed carbon* pada kokas lebih tinggi yaitu 65 % dibandingkan dengan kandungan *fixed carbon* pada *coking coal* hanya 53,5 %, tetapi hal ini tidak membuktikan bahwa kandungan *fixed carbon* yang tinggi akan sebanding dengan nilai kalori yang tinggi juga. Perlu diperhatikan dan menjadi pertimbangan bahwa ternyata kadar abu pada *coking coal* sebesar 9.33% jauh lebih kecil daripada kadar abu pada kokas hasil *blending* yang rata-rata di atas 15%. Faktor kadar abu ini diduga menjadi penyebab nilai kalori kokas hasil *blending* masih belum sesuai dengan yang diharapkan. Bila diperhatikan dengan seksama kadar *volatile matter* pada *coking coal* 34,93 % menurun drastis dalam kisaran 10-13 % dikarenakan proses pemanasan pada temperatur 1000°C selama 4 jam.

#### **Analisa Indeks Kekuatan Kokas**

*Coking coal* merupakan batubara yang dapat digunakan dalam pembuatan kokas dan memiliki *checking properties* yang menyebabkan briket kokas akan mengikat saat dipanaskan. Penelitian ini menggunakan kokas hasil *blending* antara *coking coal* dan *non coking coal* yang tidak memiliki *checking properties*. Indeks kekuatan

kokas (IKK) perlu dilakukan untuk memastikan apakah *non coking coal* yang ada di dalam kokas dapat bercampur dan terikat kuat. Hasil analisa IKK pada kokas dapat kita lihat pada Tabel 5, dari keseluruhan kokas hasil *blending* menunjukkan nilai IKK di atas standar minimal 92%. Nilai IKK tertinggi 99,6% terdapat pada kokas dengan waktu flotasi 30 menit dan laju alir 6 liter/menit sedangkan pada waktu flotasi 45 menit dengan laju alir 2 liter/menit memiliki nilai IKK terendahnya adalah 93,24%.

**Tabel 5. Analisa Indeks Kekuatan Kokas**

t/AFR (liter/menit)	2	4	6
15 menit	93,97	98,35	99,28
30 menit	98,01	98,38	99,60
45 menit	93,24	97,69	98,88

Secara keseluruhan nilai IKK yang di dapatkan pada kokas hasil *blending* berhasil melampaui standar minimal yang telah ditetapkan yaitu 92% dengan demikian berarti pembuatan briket kokas ini berhasil mencapai kriteria IKK standar kokas untuk *blast furnace*.

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa laju alir udara optimum dalam penurunan sulfur melalui metode flotasi pada 6 liter/menit dan laju alir udara optimum pada penurunan kadar abu pada 4 liter/menit, sedangkan waktu flotasi optimum pada 30 menit. Penurunan kadar sulfur tertinggi 61,9% dan penurunan kadar abu tertinggi 72,17%. Proses flotasi terbukti dapat meningkatkan nilai kalori *non coking coal* dan menurunkan kadar sulfur yang sangat signifikan dari 3,43 hingga mencapai 1,33%, namun nilai kalori maksimal hasil *blending* baru mencapai 6360 cal/gram dengan nilai IKK kokas di atas 92 %.

## REFERENSI

- [1] Kementrian Energi dan Sumber Daya Mineral, "Indikator Energi dan Sumber Daya Mineral Indonesia", Pusat Data dan Informasi Energi dan Sumber Daya Mineral, 2011.
- [2] A. Aladin, "Desulfurisasi Batubara Asal Sulawesi Secara Flotasi Menggunakan Surfaktan *Crude Palm Oil* (CPO)", Teknik Kimia ITS, Surabaya, 2006.
- [3] E. Yustanti, "Pencampuran Batubara *Coking* dengan Batubara *Lignite* Hasil Karbonisasi sebagai Bahan Pembuatan Kokas", Jurnal Teknologi Pengelolaan Limbah, ISSN 1410-9565, Volum 15, Edisi Suplemen, Pusat Teknologi Limbah Radioaktif, BATAN, 2012.
- [4] R. Sundari, Subandrio, H. Gaos, A. Yanker, "Aplikasi Metode Flotasi Buih untuk Pencucian Batubara Peringkat Rendah", Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia, ISSN 1693-4393, Yogyakarta, 2010.
- [5] A. S. Sudarsono, "*Pengantar Preparasi dan Pencucian Batubara*. Departemen Teknik Pertambangan, Institut Teknologi Bandung, ISBN 979-8305-23-x, Bandung, 2003.
- [6] C. Han, "*Coal Cleaning by Froth Flotation*", *Retrospective Theses and Dissertations, Digital Repository*, Paper 8476, IOWA State University, 1983.
- [7] A. Aladin, Mandasini, W. Latri, A. Roesyadi dan Mahfud, "Desulfurisasi Batubara Secara Flotasi Menggunakan Kolektor Minyak Sawit", Laporan Penelitian Hibah Pekerti, 2004/2005.
- [8] D. Supramono, "Penyingkatan Waktu Penyalaan Kompiler Briket Batubara", Jurnal Ilmiah Teknologi Energi, Volum 1 No. 10, Balai Besar Teknologi Energi, 2010

## SINTESIS PIGMEN BESI OKSIDA ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) DARI BIJIH BESI PRIMER JENIS MAGNETIT ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Agus Budi Prasetyo<sup>1,a</sup>, Puguh Prasetyo<sup>1</sup> dan Erick Ryan Yulianto<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Puslit Metalurgi dan Material LIPI, Gedung 470,  
Kawasan Puspipetek Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia  
<sup>2</sup>Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, UNS Surakarta, Indonesia

<sup>a</sup>Email : [chencen\\_abp@yahoo.com](mailto:chencen_abp@yahoo.com)

### Abstrak

Telah dilakukan percobaan pembuatan pigmen besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dari bijih besi magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dengan proses piro-hidrometalurgi. Pada tahap awal percobaan dilakukan preparasi untuk mendapatkan ukuran sampel  $\pm 100$  mesh dengan peremuk, penggerusan, dan pengeringan. Peremuk menggunakan jaw crusher sedangkan penggerusan menggunakan disk mill. Kemudian dilanjutkan dengan proses pengeringan (drying) menggunakan oven pada suhu  $\pm 150$  °C selama  $\pm 1$  jam. Tahap selanjutnya dilakukan pemanggangan (roasting) terhadap sampel yang sudah dikeringkan dengan menahan waktu selama 1 jam pada suhu 700 °C, 800 °C, dan 900 °C. Kemudian dilakukan pelindian (leaching) dengan 200 ml HCl 37 % pada sampel yang telah dipanggang. Filtrat (larutan) hasil leaching diendapkan dengan larutan ammonia 25% hingga pH larutan menjadi  $\pm 7$ . Larutan disaring dengan menggunakan kain sehingga diperoleh endapan. Kemudian endapan tersebut dikeringkan dengan oven pada suhu 150 °C. Selanjutnya terhadap endapan yang telah dikeringkan digerus dengan mortar hingga berukuran lebih kecil dan halus. Tahap terakhir dilakukan analisis terhadap sampel sampel hasil percobaan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy), XRD (X-Ray Diffraction), dan XRF (X-Ray Fluoresence). Dari hasil analisis sampel sampel dengan penambahan batubara maupun tanpa penambahan batu bara pada variasi pemanggangan pada suhu 700 °C, 800 °C, dan 900 °C. Menunjukkan bahwa suhu pemanggangan (roasting) tidak berpengaruh secara signifikan terhadap massa dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan. Hasil analisis dengan SEM, XRD maupun XRF juga menunjukkan bahwa telah berhasil dibuat pigmen  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sintesis. Kenyataan ini ditandai dengan pengamatan visual yang berwarna merah terang, dan dari hasil analisa XRD semua peak (puncak) yang terbentuk menunjukkan bahwa semua hasil pemanggangan berupa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Dari hasil XRF menunjukkan bahwa kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sudah diatas 95%, dengan kadar tersebut pigmen yang dihasilkan bisa digunakan sebagai bahan kimia pada aneka industri.

**Kata Kunci** : Magnetit, pemanggangan (roasting), pelindian (leaching), besi oksida, pigmen

### PENDAHULUAN

Mineral bijih besi merupakan salah satu hasil bahan tambang yang melimpah di Indonesia. Pada tahun 2006 tercatat dihasilkan  $\pm 392.818.138,95$  ton bijih besi.<sup>[1]</sup> Bijih besi di alam biasanya dalam bentuk mineral *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), *hematite* ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) atau *maghemite* ( $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Salah satu kegunaan bijih besi adalah sebagai bahan baku untuk membuat pig iron. Pig iron merupakan salah satu bahan baku utama untuk membuat baja. Dari hasil tambang bijih besi, 98 % hasil tambang tersebut digunakan untuk membuat baja. Seiring dengan berkembangnya teknologi dan dengan sumber daya alam yang melimpah, mendorong pengolahan bijih besi bukan lagi sebagai bahan baku pembuatan baja. Bijih besi juga bisa dijadikan pigmen besi oksida yang mempunyai banyak kegunaan sehingga dapat meningkatkan nilai tambah sebagai pendukung industri dalam negeri.<sup>[2]</sup>

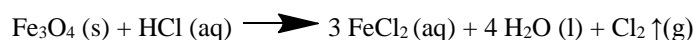
Pigmen menjadi salah satu komponen dasar dalam pembuatan cat yang fungsinya sebagai pewarna dan daya penutup (*hiding power*) pada cat. Penggunaan pigmen setiap tahunnya selalu meningkat sejalan dengan pertumbuhan industri – industri penyerapan pigmen seperti industri: cat, keramik, gelas, tekstil, plastik dan coating.<sup>[3]</sup> Berdasarkan material penyusunnya pigmen terbagi menjadi dua, yaitu pigmen organik (*dyes*) yang larut dalam air dan pigmen anorganik (*pigment*) larut dalam solven.<sup>[4]</sup> Selain sebagai bahan dasar cat, pigmen besi oksida (terutama jenis  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan kemurnian Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  $\geq$  90 % bisa digunakan untuk campuran bahan baku baterai lithium. Dimana baterai lithium banyak digunakan untuk berbagai keperluan, dan pada masa mendatang baterai lithium dapat diaplikasikan untuk peralatan yang membutuhkan daya besar yang bergerak seperti mobil listrik.<sup>[5]</sup>

Pigmen besi oksida salah satunya dalam bentuk hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan *nontoxicity*, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup, dan daya tahan baik. Pada umumnya suplai pigmen di Indonesia kebanyakan masih impor, padahal negeri ini memiliki sumber daya alam bijih besi yang berlimpah untuk bahan baku pigmen hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Melihat kenyataan ini perlu penelitian terkait pembuatan pigmen hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), sebagai upaya supaya kedepan negeri ini tidak bergantung produk luar negeri. Penelitian ini bertujuan untuk membuat dan mengkarakterisasi pigmen besi oksida menggunakan bahan dasar bijih besi magnetit dengan menggunakan metode pengendapan (*presipitasi*).

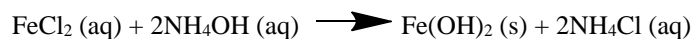
### PROSEDUR PERCOBAAN

Pada tahap awal percobaan dilakukan preparasi sampel, yaitu proses peremukan, penggerusan, dan pengeringan. Bijih besi magnetit pertama-tama diremukkan dengan *crusher* untuk mendapatkan ukuran yang lebih kecil agar lebih mudah digerus. Selanjutnya dilakukan penggerusan dengan *diskmill* untuk mendapatkan ukuran  $\pm$  100 mesh. Kemudian dilakukan pengayakan (*screening*) terhadap sampel yang sudah digerus untuk mendapatkan sampel yang siap untuk dikeringkan, yaitu sampel yang mempunyai ukuran partikel homogen  $\pm$  100 mesh. Untuk pengeringan (*drying*), sampel dimasukkan ke dalam oven pada suhu  $\pm$  150 °C selama 1 jam. Tujuan dari pengeringan (*drying*) untuk menghilangkan uap air yang terdapat pada bijih.

Tahap selanjutnya setelah pengeringan adalah tahap konsentrasi. Pada tahapan ini digunakan magnetik separator untuk mendapatkan konsentrat magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang tertarik oleh magnet, dan pengotor yang tidak tertarik oleh magnet. Kemudian dilakukan pemanggangan (*roasting*) terhadap konsentrat magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dengan dua perlakuan. Perlakuan pertama dilakukan penambahan  $\pm$  20 gram batu bara pada 100 gram serbuk bijih besi magnetit, dan tanpa penambahan batu bara pada perlakuan kedua. Kemudian sampel bijih besi magnetit tersebut dipanggang pada suhu 700 °C, 800 °C, dan 900 °C dengan waktu penahanan selama 1 jam. Setelah selesai pemanggangan dilakukan pelindian (*leaching*) terhadap sampel yang telah dipanggang. Dimana sampel bijih besi magnetit diproses *leaching* dengan 200 ml HCl 37% dengan memanaskan menggunakan hot plate selama kurang lebih 1 jam. Adapun reaksi yang terjadi pada proses pelarutan dengan asam klorida (HCl) adalah sebagai berikut:



Kemudian larutan hasil *leaching* disaring dengan kertas saring teknis. Tahap selanjutnya yaitu proses pengendapan, larutan (*filtrat*) yang diperoleh dari hasil penyaringan setelah proses *leaching* diendapkan dengan cara menambahkan larutan ammonia 25% hingga pH larutan menjadi  $\pm$  7. Reaksi yang terjadi pada proses pengendapan dengan amoniak sebagai berikut:

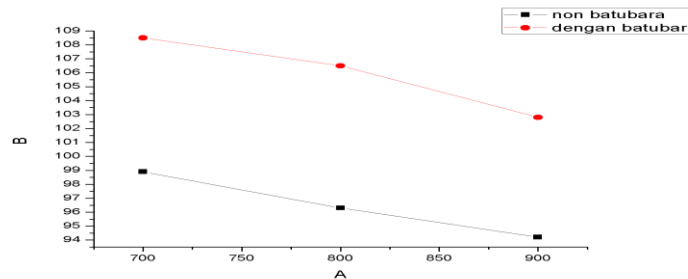


Larutan disaring dengan menggunakan kain sehingga diperoleh endapan. Endapan tersebut lalu dikeringkan dengan oven pada suhu 150 °C. Selanjutnya terhadap endapan yang telah dikeringkan digerus dengan mortar hingga berukuran lebih kecil dan halus. Kemudian dilakukan penimbangan berat akhir dengan neraca analitik. Tahap akhir adalah analisis terhadap sampel hasil percobaan. Analisis dilakukan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan XRF (*X-Ray Fluorescence*).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Suhu Pemangangan (*Roasting*) terhadap Massa Hasil Pemangangan (*Roasting*)

Sampel bijih besi magnetit  $\pm 100$  gram diberi dua perlakuan, yaitu perlakuan pertama tanpa penambahan batubara dan perlakuan kedua dengan penambahan batubara  $\pm 20$  gram. Dimana batubara berfungsi sebagai reduktor. Selanjutnya dilakukan pemangangan (*roasted*) dengan variasi suhu 700 °C, 800 °C, dan 900 °C. Setelah mencapai suhu yang diinginkan (mis 700 °C) kemudian waktunya ditahan  $\pm 1$  jam, dan setelah pemangangan diperoleh massa hasil pemangangan (*roasting*) bijih besi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1 dibawah ini.



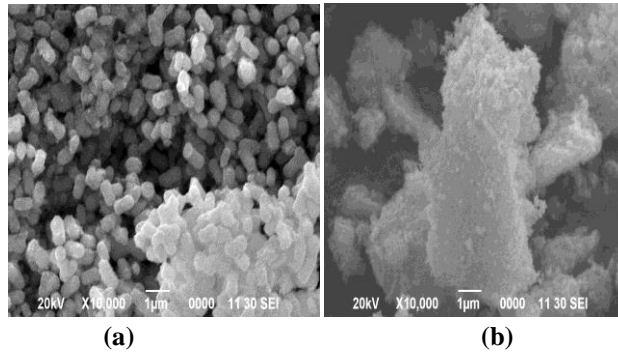
Gambar 1. Grafik Massa vs Suhu Proses Pemangangan Bijih Besi

Dari hasil percobaan dengan variabel pemangangan pada suhu 700 °C sampai 900 °C seperti yang ditunjukkan pada gambar 1 diatas, dengan naiknya suhu pemangangan terjadi penurunan massa bijih besi. Kenyataan ini terjadi pada percobaan dengan penambahan batubara maupun tanpa batubara. Dimana peristiwa ini disebabkan telah terurainya kandungan air atau hidroksida dalam bijih besi. Semakin tinggi temperatur maka energi penguraian akan semakin besar sehingga proses penghambatannya semakin kecil. Akan tetapi pada percobaan variabel temperature ini tidak memberikan perbedaan perolehan akhir massa yang signifikan. Karena sangat sedikit sekali perbedaan massa yang diperoleh.

### Analisis dengan SEM – EDX

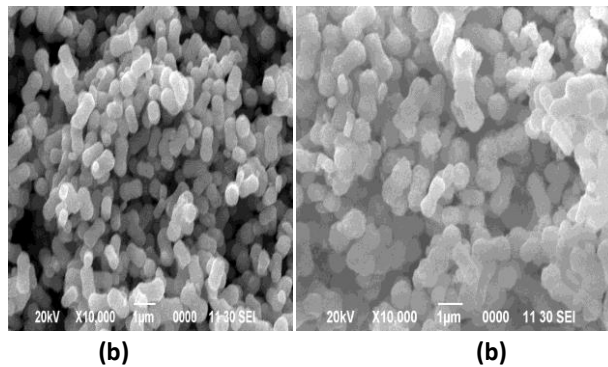
Pada analisis SEM dilakukan pengujian terhadap sampel bijih besi magnetit dengan penambahan batubara maupun tanpa penambahan batubara pada suhu pemangangan (*roasting*) 700 °C, 800 °C, dan 900 °C. Hal ini bertujuan untuk membandingkan morfologi serta kandungan sampel. Adapun struktur morfologi dari sampel sampel dengan perbesaran 10000x hasil pengukuran SEM, ditunjukkan pada Gambar 2-4.

Gambar 2.(a) menunjukkan struktur morfologi bijih besi tanpa penambahan batubara setelah dipanggang (*roasting*) pada suhu 700 °C terlihat seperti butiran-butiran kecil dengan rata-rata ukuran yang hampir sama. Sedangkan Gambar 2.(b) menunjukkan struktur morfologi bijih besi dengan penambahan batubara setelah dipanggang (*roasting*) pada suhu 700 °C, nampak seperti bongkahan besar. Hal ini diduga masih terdapat sisa-sisa asam yang menempel pada sampel maupun penumbukan sampel kurang homogen.



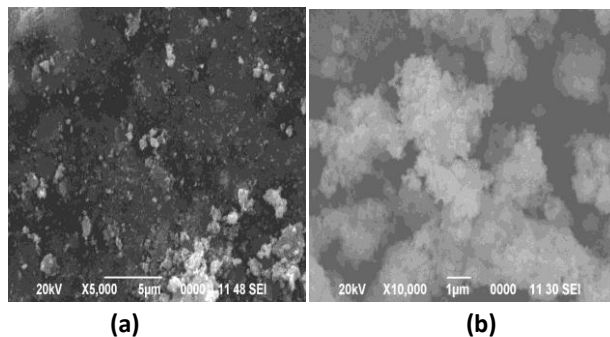
**Gambar 2. Hasil Analisa SEM 700 °C Non Batubara (a) dan dengan batubara (b)**

Pada Gambar 3(a) dan 3(b) menunjukkan struktur morfologi bijih besi tanpa penambahan batubara dan dengan penambahan batubara setelah diroasting pada suhu 800°C, terlihat butiran-butiran kecil yang saling bertumpuk.



**Gambar 3. Hasil Analisa SEM 800 °C Non Batubara (a) dan dengan batubara (b)**

Sedangkan pada gambar 4(a) dan 4(b) menunjukkan struktur morfologi bijih besi tanpa penambahan batubara dan dengan penambahan batubara setelah dipanggang pada suhu 900 °C, terlihat ukurannya lebih besar daripada suhu 800 °C dan 700 °C. Suhu semakin tinggi pada proses pemanggangan (*roasting*) menyebabkan berkurangnya kapasitas air yang terkandung didalam bahan uji karena pori pori yang terbentuk semakin sedikit.



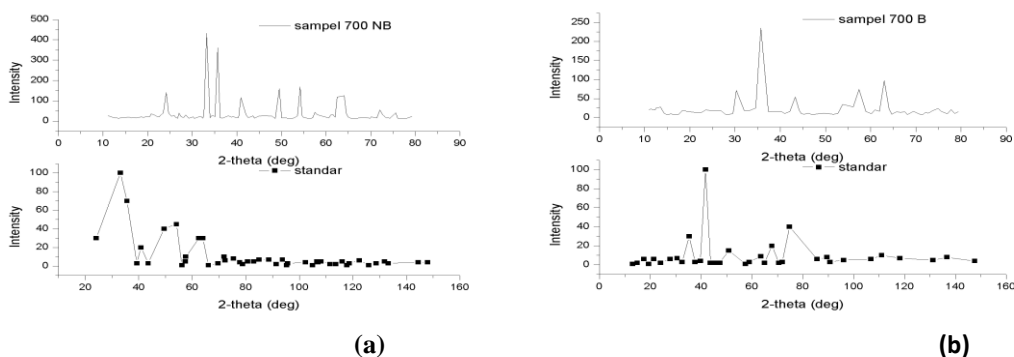
**Gambar 4. Hasil Analisa SEM 900 °C Non Batubara (a) dan dengan Batubara (b)**

### Analisa Hasil XRD

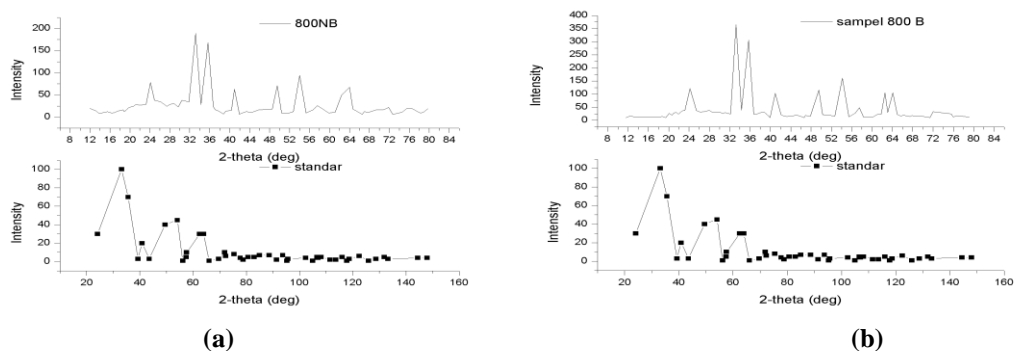
Dilakukan analisa XRD terhadap sampel sampel dengan penambahan batubara maupun tanpa penambahan batubara yang sudah dipanggang (*roasting*) dengan variasi suhu. Adapun tujuan pengujian dengan XRD untuk mengetahui senyawa senyawa pada sampel sampel hasil pemanggangan (*roasting*) berdasarkan hasil pola difraksi sinar X. Kemudian dilakukan analisa secara kualitatif dengan identifikasi fasa fasa yang terbentuk pada sampel yang telah dianalisa. Identifikasi fasa yang terbentuk didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi yang terukur dengan basis data (*database*). Fasa-fasa tersebut telah dikompilasi dalam bentuk CD PDF (*Powder Diffraction File*). Pencarian posisi puncak dan pencocokan data pada fasa basis data, dilakukan secara manual dengan langkah mencari dan mencocokkan (*search-match*). Dari *search-match* (mencari dan mencocokkan) dapat diketahui kandungan fasa yang ada di dalam sampel, Kemudian dilakukan analisa berdasarkan hasil pembacaan *peak* (puncak).

Hasil XRD dan *search-match* ini memperlihatkan bahwa mineral yang dominan terdapat pada sampel sampel adalah hematite atau fasa *Iron Oxide* dengan *chemical formula*  $Fe_2O_3$ . Data yang cocok pada *search-match* untuk sampel dengan penambahan batubara maupun tanpa penambahan batubara dengan variasi suhu 700 °C, 800 °C, 900 °C adalah JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standar*) nomor 33-0664. Struktur kristal untuk pola XRD tersebut adalah *Hexagonal*, dimana pada analisa terlihat *space group* yang terbentuk adalah R-3c. Ini terbukti dari puncak tertinggi pada sudut  $2\theta$  adalah 33,1924°. Hal ini dukung dengan adanya puncak-puncak lainnya pada sudut  $2\theta$  yaitu 35,6657° dan 54,1350°. Grafik XRD hasil *search match* ditunjukkan pada Gambar 5-7.

Difraktogram hasil pengolahan bijih besi magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dengan asam klorida menghasilkan puncak yang menandakan adanya kandungan  $Fe_2O_3$  (hematite). Hal ini dikarenakan puncak yang dihasilkan mendekati atau sama dengan puncak  $Fe_2O_3$  (hematite) dengan CAS Number : 1309-37-1. Fase hematite terbentuk karena pengolahan bijih besi magnetit yang *dileaching* (pelindian) dengan asam klorida (HCl).

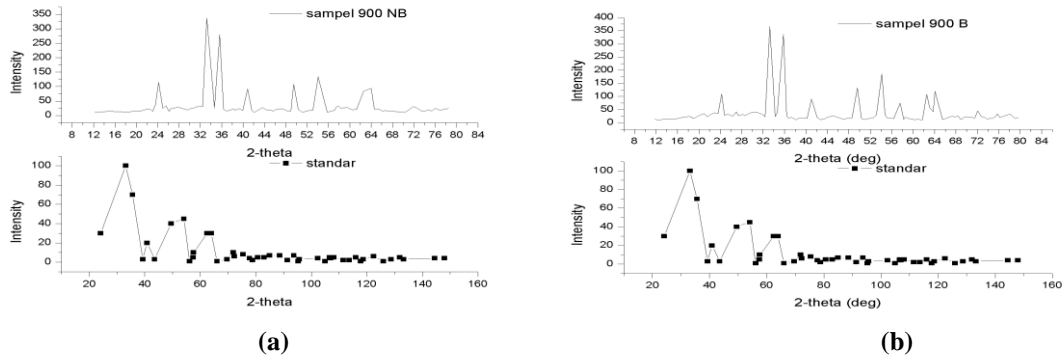


Gambar 5. Hasil difraktogram *roasting* 700 °C tanpa batubara (a) dan dengan batubara (b)



Gambar 6. Hasil difraktogram *roasting* 800 °C tanpa batubara (a) dan dengan batubara (b)





**Gambar 7. Hasil difraktogram roasting 900 °C tanpa batubara (a) dan dengan batubara (b)**

**Analisa XRF**

Karakterisasi serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hematite) dilakukan pada 6 variasi sampel hasil pengujian laboratorium. Tujuan analisa ini adalah untuk mengetahui kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terkandung pada sampel, dan untuk mengetahui kadar pengotor yang terkandung serta komposisi unsur pada sampel. Adapun hasil analisa dapat dilihat pada Tabel 1. Dari hasil analisa XRF terlihat bahwa kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fluktuatif pada perlakuan dengan penambahan batubara maupun tanpa penambahan batubara. Hal ini dimungkinkan karena masih ada pengotor yang belum dihilangkan dan ada sisa-sisa asam dari pengolahan dengan asam klorida. Dari hasil analisa XRF secara kuantitatif menunjukkan adanya Cl pada tiap variasi suhu. Hasil diatas dengan perolehan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diatas 90%, menunjukkan bahan kimia besi tersebut dapat digunakan dalam campuran berbagai aplikasi dalam aneka industri terutama industri cat maupun pada pembuatan baterai lithium sebagai campuran LiFePO<sub>4</sub>.

**Tabel 1. Hasil Analisa XRF**

Perlakuan	Suhu (°C)	Konsentrasi	
		% Fe	% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Tanpa	700	68,12	97,39
Penambahan	800	66,61	95,24
Batubara	900	68,03	97,26
Dengan	700	67,65	96,72
Penambahan	800	66,72	95,40
Batubara	900	67,73	96,83

**KESIMPULAN**

1. Dari analisis dengan SEM, XRD maupun XRF menunjukkan bahwa percobaan ini telah berhasil dibuat “Pigmen Besi Oksida (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Sintetis Dari Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)”. Hal ini ditunjukkan dengan hasil pengamatan visual berwarna merah terang dan analisa XRD. Dari analisis XRD menunjukkan pemanggangan magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) menghasilkan puncak yang sesuai dengan puncak hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).
2. Pada variasi suhu pemanggangan (*roasting*) 700 °C, 800 °C, dan 900 °C dengan penambahan batubara maupun tanpa penambahan batu bara. Menunjukkan bahwa suhu pemanggangan (*roasting*) tidak berpengaruh secara signifikan terhadap massa dan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan.
3. Dari hasil XRF menunjukkan bahwa kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sudah diatas 95%, dengan kadar tersebut pigmen yang dihasilkan bisa digunakan sebagai bahan baku campuran berbagai aplikasi dalam aneka industri terutama industri cat maupun pada pembuatan baterai lithium sebagai campuran LiFePO<sub>4</sub>.

**DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Tim Neraca, Peluang Bijih Besi dalam Pemenuhan Komoditas Mineral Strategis Nasional, Laporan Penyusunan Neraca Sumber Daya Mineral, Pusat Sumber Daya Geologi (2006).
- [2] Harianto E, Studi Pemanfaatan Bijih Besi Hematit dan Magnetit Low Grade dan Grade di Indonesia sebagai Bahan Baku Pembuatan Besi Cor, Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan, Pusat Penelitian Metalurgi, Tangerang Selatan (2008).
- [3] Shen L., Qiao Y., Guo Y., Tan J., Preparation and Formation Mechanism of Nano-Iron Oxide Black Pigment from Blast Furnace Flue Dust, Departement of Chemical School of Chemistry and Chemical Engineering, Tianjin University (2012).
- [4] Buxbaum G., Pfaff G, Industrial Inorganuc Pigments 3<sup>rd</sup> Edition, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA, Germany (2005).
- [5] Prasetyo P dkk, Peningkatan Kadar Hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dari Bijih Besi Primer Kalimantan Selatan, Laporan Akhir Program Insentif Sinas Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI, Tangerang Selatan (2013).

## Studi Variasi Jenis Fluks Terhadap Proses Reduksi dan Morfologi Briket Bijih Nikel Laterit dalam Proses Aglomerasi untuk Persiapan Bahan Baku Mini Blast Furnace

Fakhreza Abdul<sup>1, a</sup>, Sungging Pintowantoro<sup>2</sup>, Adji Kawigraha<sup>3</sup>, dan Dio Yoshitaka Anggarda<sup>4</sup>

<sup>1,2,4</sup>Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia

<sup>3</sup>Pusat Pengembangan Sumber Daya Mineral Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (PPSDM – BBPT)

<sup>a</sup>fakhrezaabdul@gmail.com

### Abstrak

Pengolahan bijih nikel laterit merupakan suatu solusi atas keterbatasan bijih nikel sulfida. Berbagai teknologi sudah banyak diaplikasikan pengolahan bijih nikel laterit, salah satunya ialah pengolahan bijih nikel laterit melalui proses *Mini Blast Furnace*. Agar bijih nikel dapat diolah dengan baik di dalam reaktor *Mini Blast Furnace*, maka proses aglomerasi harus berjalan dengan baik. Adapun sifat – sifat yang dibutuhkan agar produk proses aglomerasi berjalan dengan baik antara lain : memiliki basistas yang optimal, kekuatan yang cukup, geometri yang homogen, porositas yang memadai dan cukup terjadi reduksi nikel dan besi. Salah satu hal yang mempengaruhi produk aglomerasi tadi ialah jenis fluks yang digunakan. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa perbandingan jenis fluks terhadap proses reduksi dan morfologi briket nikel laterit dalam proses aglomerasi untuk persiapan bahan baku *Mini Blast Furnace*. Bahan baku yang digunakan pada untuk briket nikel laterit ini, antara lain bijih nikel laterit, batubara sebagai reduktor, fluks (kapur, dolomit dan gipsum). Semua bahan baku tersebut pertama – tama dihancurkan hingga ukuran 50 mesh. Kemudian, dilakukan karakterisasi menggunakan EDX, XRD, SEM dan TGA/DSC. Setelah itu, dilakukan pencampuran antara bijih nikel laterit, batubara, fluks serta kanji dengan variabel tetap berupa rasio Ni/C, Fe/C dan Ca/SiO<sub>2</sub>. Setelah pencampuran, produk campuran tadi kemudian dikompaksi untuk membentuk briket. Kemudian, dilakukan *drying* pada temperatur 105<sup>0</sup>C selama 3 jam. Setelah proses *drying*, briket yang sudah kering tadi dimasukkan ke dalam tungku *muffle* untuk dilakukan proses *indurating* pada temperatur 1200<sup>0</sup>C selama 3 jam. Setelah itu, produk aglomerasi dikarakterisasi menggunakan XRD, EDX dan SEM. Hasilnya, ketiga jenis fluks tadi memiliki pengaruh berbeda – beda terhadap produk hasil proses aglomerasi. Artinya, perbedaan jenis fluks juga akan mempengaruhi performa produksi dari *Mini Blast Furnace*.

**Kata kunci:** fluks, aglomerasi, *Mini Blast Furnace*.

### PENDAHULUAN

Menurut tren beberapa tahun terakhir, permintaan akan baja tahan karat (*stainless steel*) semakin meningkat. Dan diprediksi akan terus meningkat hingga tahun-tahun ke depan [1]. Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam yang melimpah. Salah satu hasil sumber daya alam dari Indonesia adalah bijih nikel laterit. Diprediksi bahwa 16 % cadangan bijih nikel laterit di dunia terdapat di Indonesia, berada di urutan ketiga setelah New Caledonia dan Filipina [2]. Di Indonesia, pasca diberlakukannya UU Minerba No. 4 Tahun 2009 tentang peningkatan nilai tambah mineral dan batu bara melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian mineral mulai tanggal 12 Januari 2014 maka ekspor mineral mentah sudah tidak dapat dilakukan. Sehingga, solusi untuk hal tersebut ialah pembangunan industri pengolahan mineral dan batu bara, khususnya nikel.

*Mini Blast Furnace (MBF)* dipilih untuk digunakan sebagai reaktor karena pada proses menggunakan MBF telah mencakup hampir semua proses pada pirometalurgi, mulai dari proses pengeringan, proses kalsinasi dan reduksi, dan proses *smelting*. Dengan beberapa proses telah terintegrasi menjadi satu alat yaitu MBF akan lebih menghemat konsumsi energi dan juga waktu yang membuatnya lebih efisien dan ekonomis.

Salah satu feed material pada reaktor MBF serta pada proses pembriketan ore laterit adalah fluks. Fluks berguna untuk menjaga tingkat basisitas slag agar proses pengolahan / smelting dapat berjalan dengan baik. Akan tetapi, jika fluks tersebut langsung dimasukkan dalam MBF maka akan membutuhkan banyak energi untuk menaikkan temperatur fluks tadi. Sehingga, fluks akan lebih baik ditambahkan saat proses persiapan material / roasting sebelum masuk ke dalam MBF. Di alam, fluks dapat diperoleh dari berbagai macam mineral organik ataupun anorganik. Sebagai contoh, dolomit, gipsum dan cangkang kerang. Akan tetapi, tentunya setiap jenis material yang digunakan sebagai fluks dalam MBF akan memiliki pengaruh yang berbeda untuk proses. Oleh karena itulah, penelitian yang berjudul “Studi Variasi Jenis Fluks Terhadap Kadar Nikel dan Besi serta Morfologi Briket Bijih Nikel Laterit dalam Proses Aglomerasi untuk Persiapan Bahan Baku *Mini Blast Furnace*” ini dilakukan.

Fluks merupakan suatu senyawa yang berfungsi sebagai pengikat slag/pengotor dalam proses smelting. Selain itu, untuk proses roasting dan kalsinasi, fluks digunakan sebagai sumber CO<sub>2</sub> untuk kemudian bereaksi dengan karbon reduktor dan menghasilkan gas reduktor berupa CO atau memfasilitasi terjadinya reaksi Boudouard ( $C + CO_2 \rightarrow 2CO$ ). Fluks yang paling banyak digunakan pada sinter atau pellet antara lain limestone, dolomit dan olivine. Ketiganya tadi merupakan sumber oksida fluksing seperti CaO dan MgO. Pengaruh oksida – oksida ini pada laju reduksi telah diteliti sebelumnya oleh [3]. Dari penelitian tersebut, adanya CaO akan menginisiasi reduksi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hingga pada suatu komposisi tertentu. Di atas komposisi optimal tersebut, laju reduksi akan menurun. Pengaruh peningkatan laju reduksi tersebut dikarenakan meningkatnya porositas dari CaO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sebaliknya, perlanbatan laju reduksi disebabkan karena pembentukan fasa ferrite.

Penggantian CaO oleh MgO akan membuat penurunan kekuatan dingin dari sinter yang diproduksi pada berapapun nilai basisitasnya. Hal tersebut dikarenakan suatu fakta bahwa CaO dapat membentuk fasa lelehan dengan konstituen lain dari campuran sinter pada temperatur yang rendah (1423 K). Di sisi lain, MgO dapat membentuk fasa lelehan dengan SiO<sub>2</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada temperatur yang lebih tinggi, yaitu 1623 K dan 1873 K secara berurutan. Sehingga, penggantian CaO oleh MgO dapat meningkatkan temperatur likuidus dari fasa lelehan sinter [4].

Dengan tingkat basisitas yang sama, limestone akan menyebabkan laju reduksi lebih cepat dibandingkan dengan dolomit. Peningkatan basisitas akan menyebabkan kenaikan laju reduksi, baik untuk limestone maupun dolomit [4]. Basisitas merupakan suatu sifat yang sangat penting pada fluks. Basisitas ialah perbandingan senyawa – senyawa yang bersifat basa dengan senyawa – senyawa yang bersifat asam. Basisitas ialah  $(\%CaO + \%MgO)/(\%SiO_2 + \%Al_2O_3)$ . Basisitas tersebut akan mempengaruhi beberapa sifat antara lain : Temperatur deformasi (T<sub>D</sub>), temperatur sphere (T<sub>S</sub>) dan temperatur flow (T<sub>F</sub>). Nilai basistas yang optimal ialah pada nilai 1,0 [5].

**Tabel 1. Titik leleh dari berbagai senyawa yang mungkin terbentuk [6]**

No	Nama Senyawa	Formula	Titik Leleh (°C)
1	Forsterite	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	1898
2	Enstatite	MgSiO <sub>3</sub>	1577
3	Wollastonite	CaSiO <sub>3</sub>	1558
4	Calcium silicate	Ca <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	2130
5	Cuspidine	Ca <sub>3</sub> SiO <sub>5</sub>	2070
6	Rankinite	Ca <sub>3</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	1410
7	Diopside	CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	1391
8	Akermanite	Ca <sub>2</sub> MgSi <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	1590
9	Merwinnite	Ca <sub>3</sub> MgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	1598

Tabel 1 menunjukkan berbagai titik leleh untuk bermacam – macam senyawa oksida. T<sub>d</sub> (Teperatur dripping) akan cenderung menurun ketika kandungan Fe naik. T<sub>d</sub> akan mencapai nilai yang paling minimum pada range basisitas (CaO/SiO<sub>2</sub>) dari 1,0 hingga 1,1. Di sisi lain, T<sub>d</sub> akan cenderung untuk turun ketika kandungan MgO naik (maksimal MgO ialah 1,7%). Hal tersebut dikarenakan adanya perubahan viskositas dan jumlah fasa likuid dari slag yang

mengandung FeO dalam konsentrasi yang rendah. Sifat reduksi Fe pada temperatur tinggi dapat ditingkatkan dengan cara menurunkan kandungan SiO<sub>2</sub> dan MgO agar dapat memproduksi sinter yang kaya akan kandungan FeO [7]. Penggantian CaO oleh MgO pada level basisitas yang berbeda akan menyebabkan peningkatan pada temperatur likuidus dari fasa lelehan [8] dan akan menimbulkan perbedaan mekanisme reaksi reduksi serta membentuk sinter dengan tekstur mikro yang berbeda [9]. Penggunaan dolomit pada kandungan 4% dari total berat sinter akan menurunkan kekuatan dan reduksibilitas dikarenakan pembentuk mineral magnesium ferit dan magnesio-wustit [8,10], keduanya memiliki reduksibilitas yang rendah [8].

Kalsium ferit ialah fasa pengikat utama dalam sinter. Kalsium ferit sendiri akan meningkat dengan meningkatnya basisitas sinter [11]. Secara umum, tingginya kandungan kalsium ferit sinter akan meningkatkan kekuatan dari sinter tersebut. Peningkatan kandungan MgO dapat memperlambat pembentukan reoksidasi hematit selama tahap pendinginan sintering. Hematit yang teroksidasi ini merupakan fasa yang menyebabkan penurunan RDI (*Reduction Degradation Index*) [12].

Kalsium ferit memiliki sifat – sifat spesial antara intensitas yang baik, reduksibilitas yang baik dan temperatur pembentukan yang rendah. Hal tersebut dapat membuat sintering memiliki temperatur pembentukan yang rendah, memiliki properti sinter yang baik dan membutuhkan bahan bakar yang lebih sedikit. Kondensasi kristalin merupakan kunci dalam pembentukan kalsium ferit [13].

Kalsium ferrit ini dipengaruhi oleh komposisi dari bahan masukan. Biasanya, kalsium ferrit ini akan ada dalam bentuk SCFA (Silico-Ferrite of Calcium and Aluminium) Untuk perbandingan Ca/Fe, nilai yang paling optimal ialah pada rasio molar Ca/Fe sebesar 0,4. Jika lebih dari 0,4 maka akan terjadi penurunan jumlah SCFA yang terbentuk. Semakin meningkatnya kandungan MgO, maka SCFA yang terbentuk akan semakin menurun. Hal tersebut dikarenakan ion Mg<sup>2+</sup> akan terdifusi ke dalam kisi kristal magnetit, yang mana akan membentuk suatu fasa baru berupa magnesiaspinel [(Fe,Mg)O Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>] [14,15].

## **METODE**

### *Bahan*

Bijih nikel laterit yang digunakan dalam penelitian ini ialah bijih nikel laterit jenis limonit dengan kandungan unsur nya ditunjukkan oleh Tabel 2.

**Tabel 2. Kandungan unsur yang terdapat dalam bijih nikel**

Unsur	Ni	Ca	Cr	Fe	Mg	Mn	P	S	Al	Si
Wt%	1,25	0,136	2,87	69,3	1,18	0,886	0,0025	0,01	8,1	10,6

Batubara yang digunakan mengandung 39.62% karbon fiks, 48.89% *volatile matter*, 9.299% ash. Sedangkan fluks yang digunakan sebanyak empat jenis, yaitu dolomit, gipsum dan cangkang kerang hijau. Komposisi unsur yang terkandung dalam masing – masing fluks ditunjukkan pada Tabel 3.

**Tabel 3. Kandungan unsur yang terdapat dalam bijih nikel**

Unsur	Ca	Mg	S	Si
Dolomit (wt%)	18,015	14,61	0,034	0,18
Gipsum (wt%)	17,1	-	8,31	0,26
Cangkang kerang hijau (wt%)	27,33	-	0,016	0,288

### *Pelaksanaan penelitian*

Sebelum trial aglomerasi, dilakukan terlebih dahulu persiapan bahan, yaitu bijih nikel laterit, batu bara dan fluks dihancurkan hingga ukuran 30 mesh. Kemudian, dilakukan proses drying pada T = 105°C selama 3 jam. Kemudian,

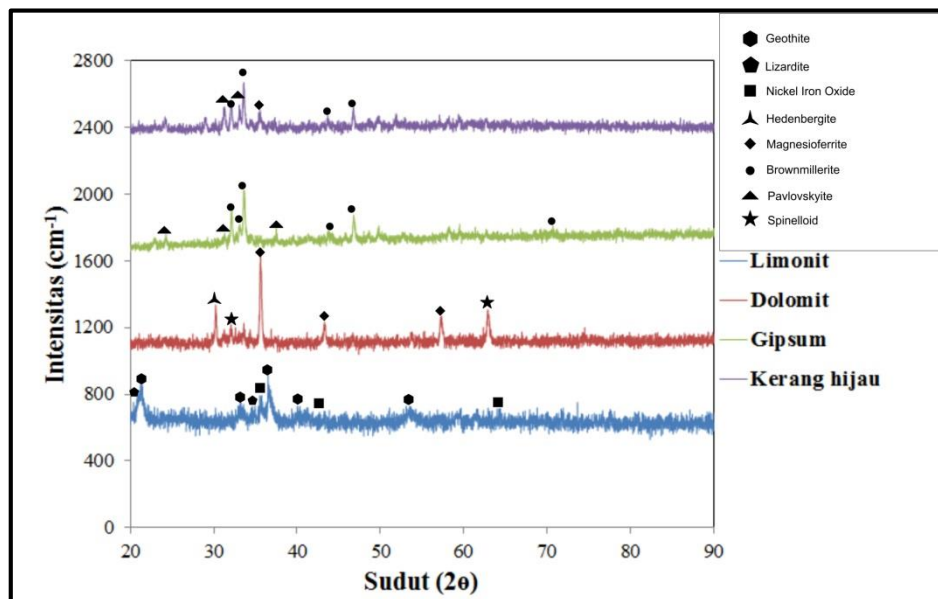
bijih nikel laterit dikarakterisasi menggunakan DSC/TGA, EDX dan XRD. Di sisi lain, fluks dikarakterisasi menggunakan EDX dan XRD. Sedangkan batu bara diuji *proximate analysis*. Setelah langkah persiapan dan karakterisasi awal bahan dilakukan, proses selanjutnya ialah pembuatan briket nikel laterit. Komposisi campuran briket disesuaikan dengan perhitungan basisitas dan reduksi. Campuran dibentuk menjadi briket *pillow* dengan alat kompaksi 30 kgf/cm<sup>2</sup>. Briket hasil kompaksi kemudian dikeringkan dalam oven dengan temperatur 95 °C selama 5 jam untuk menghilangkan *moisture content*.

Setelah briket terbentuk, selanjutnya ialah proses pengeringan. Briket hasil pengeringan dalam oven kemudian dimasukkan ke dalam *muffle furnace* untuk dilakukan proses aglomerasi. Pemanasan *muffle furnace* dilakukan hingga temperatur 1200 °C selama 2 jam dan holding selama 3 jam. Setelah proses aglomerasi selesai, setiap sampel dikeluarkan dari *muffle furnace*. Kemudian, briket hasil proses aglomerasi selanjutnya akan dilakukan proses pengujian XRD, EDX dan SEM.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1 Pengaruh jenis fluks terhadap proses reduksi yg terjadi pada produk aglomerasi

Proses reduksi yang terjadi ini dapat diketahui melalui hasil pengujian X-Ray Diffraction (XRD) dan Energy Dispersive X-Ray (EDX). Gambar 1 menunjukkan hasil XRD untuk bijih nikel laterit sebelum proses aglomerasi, produk aglomerasi saat fluks jenis dolomit, penambahan fluks jenis gipsium dan penambahan fluks jenis kerang hijau.



Gambar 1. Hasil XRD produk aglomerasi

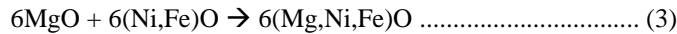
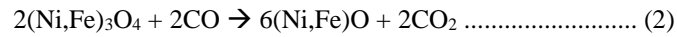
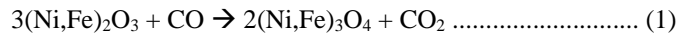
Gambar 1 menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk saat proses aglomerasi menggunakan fluks sebagai bahan input berbeda. Selain itu, juga terdapat perbedaan yang signifikan antara senyawa bijih nikel sebelum dilakukan proses aglomerasi dengan bijih nikel setelah dilakukan proses aglomerasi baik itu tanpa menggunakan fluks ataupun menggunakan fluks.

Tabel 4 menunjukkan komposisi unsur yang ada dalam bijih nikel yang sudah melalui proses aglomerasi, baik itu menggunakan fluks ataupun tanpa adanya fluks.

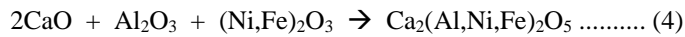
**Tabel 4. Hasil pengujian EDX produk hasil aglomerasi**

Sampel	% Unsur (wt%)							
	Mg	Al	Si	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni
Bijih nikel laterit	1,18	8,1	10,6	0,136	2,87	0,886	69,3	1,25
Dolomit	15,67	3,5	1,86	9,70	2,87	-	39,36	0,46
Gypsum	-	3,55	1,95	25,69	0,84	0,66	29,83	0,51
Kerang hijau	-	2,86	1,37	23,85	1,17	0,52	26,28	0,97

Tabel 4 menunjukkan bahwa penambahan fluks mempengaruhi kadar Ni dari produk hasil aglomerasi. Secara neraca massa, kadar Ni akan menurun saat jika dilakukan penambahan fluks. Hal tersebut dikarenakan unsur yang terkandung dalam fluks akan menyebabkan tambahan massa total dari produk aglomerasi. Hal tersebut mengakibatkan kadar Ni akan mengalami penurunan. Dari ketiga jenis fluks, produk aglomerasi yang memiliki penurunan kadar Ni paling rendah ialah saat menggunakan kerang hijau. Pada kerang hijau terdapat senyawa yang menunjukkan bahwa reduksi yang terjadi yaitu Magnesioiwustite ((Mg,Ni,Fe)O).

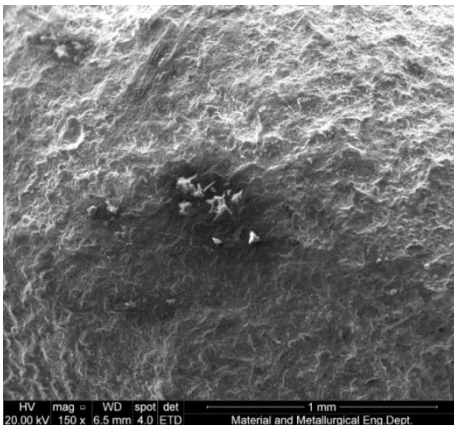


Di sisi lain, penambahan fluks menghalangi terjadinya reaksi reduksi Fe. Hal tersebut dikarenakan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan bersenyawa terlebih dahulu dengan CaO membentuk Ca<sub>2</sub>(Al,Fe)<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Reaksinya ditunjukkan pada persamaan di bawah.

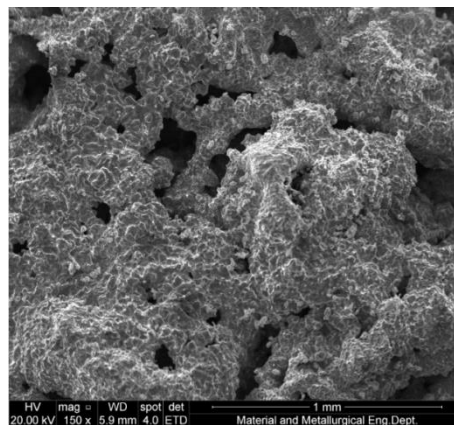


3.2 Pengaruh jenis fluks terhadap morfologi produk aglomerasi

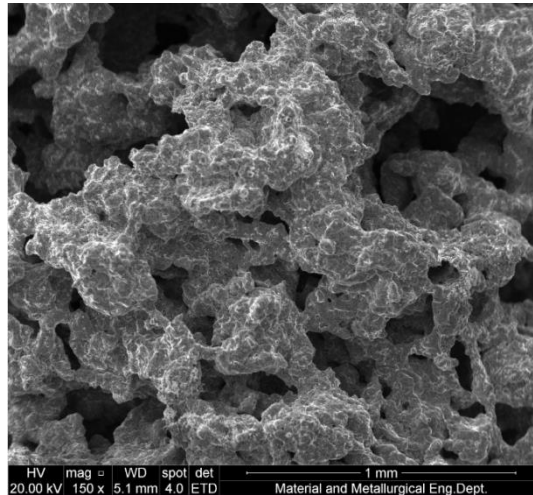
Variasi jenis fluks yang digunakan dalam proses aglomerasi bijih nikel laterit mempengaruhi morfologi produk aglomerasi. Hal tersebut disebabkan karena adanya perbedaan senyawa yang terbentuk, sehingga sifat softening dari produk aglomerasi juga akan berbeda. Perbedaan senyawa yang terbentuk dan sifat softening ini mengakibatkan morfologi produk aglomerasi berbeda – beda. Gambar 2 menunjukkan perbedaan morfologi dari produk aglomerasi untuk variasi jenis fluks yang digunakan.



(a)



(b)



(c)

**Gambar 2.** Morfologi produk aglomerasi untuk variasi jenis fluks (a) Fluks dolomit, (b) fluks gipsum dan (c) kerang hijau pada perbesaran 150x

Perbedaan jelas terlihat pada penggunaan fluks dolomit, yaitu tidak adanya rongga yang terbentuk antar partikel. Sedangkan pada saat penggunaan fluks gipsum dan kerang hijau terdapat rongga. Rongga terbesar dan terbanyak diperoleh saat menggunakan fluks kerang hijau. Rongga ini berperan penting dalam proses smelting menggunakan Mini Blast Furnace. Hal tersebut dikarenakan permeabilitas gas reduktor akan makin baik saat rongga material semakin tinggi. Sehingga, dari segi permeabilitas, fluks terbaik ialah kerang hijau sedangkan yang memiliki permeabilitas yang paling rendah ialah fluks dolomit. Di sisi lain, fluks dolomit akan memiliki kekuatan yang sangat tinggi jika dibandingkan dengan produk aglomerasi saat menggunakan fluks gipsum ataupun kerang hijau.

## **KESIMPULAN**

Kesimpulan dari penelitian ini ialah bahwa variasi jenis fluks yang digunakan dalam proses aglomerasi bijih nikel laterit menyebabkan perbedaan mekanisme reduksi oksida Fe dan Ni serta menyebabkan perbedaan geometri dari produk aglomerasi. Perbedaan mekanisme reduksi disebabkan oleh perbedaan senyawa yang terbentuk pada saat proses indurating. Dilihat dari segi kekuatan, maka fluks dolomit memiliki kekuatan produk aglomerasi yang paling tinggi. Di sisi lain, dari segi permeabilitas, maka fluks kerang hijau memiliki permeabilitas yang paling baik dibandingkan fluks dolomit dan gipsum.

## **UCAPAN TERIMA KASIH**

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kemenristekdikti dan Institut Teknologi Sepuluh Nopember yang telah memberikan bantuan dana untuk pelaksanaan penelitian ini. Selain itu, penulis juga menyampaikan terima kasih kepada PTSDM BPPT yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

## **REFERENSI**

- [1]. International Stainless Steel Forum (ISSF). 2015. Global consolidation-StainlessSteel all products consumption and demand index development.
- [2]. Dalvi, Ashok D., W Gordon Bacon dan Robert C. Osborne. 2004. PDAC 2004 Internatinal Convention, Tradeshow & Investors Exchange March 7-10, The Past and the Future of Nickel Laterites.
- [3]. Shehata, K.A., Ezz S.Y., 1973, "Study of final stages of reduction of iron oxides, Trans. Inst. Min., 82 C, 538.



- [4]. Khedr, M.H., Abdel-Khalik, M.H., 1996, "Study on Using Dolomite Instead of Limestone as Fluxing Material During Sintering Process and Its Effect on The Reduction and Mechanism", *Fizykochemiczne Problemy Mineralurgii*, 30 (1996) 135-144
- [5]. Li Guanghui, Zhi Qian, Rao Mingjun, Zhang Yuanbao, Cai Wen, Jiang Tao, 2013, "Effect of Basicity on Sintering Behavior of Saprolitic Nickel Laterite in Air, *Powder Technology* 249 212-219.
- [6]. D.L. Ye, J.H. Hu, *Thermodynamic Data Sheet of Practical Inorganic*, 79 Metallurgical Industry Press, Beijing, 2002
- [7]. Higuchi, K., Orimoto, T., Koizumi, F., Furuta, H., Takamoto, Y., Sato, T., Shinigawa, K., 2006, "Quality Improvement of Sintered Bijih in Relation to Blast Furnace Operation", *Nippon Stee; Technical Report No.94*.
- [8]. Panigrahy, S.C., Rigaud M, Dilewijns, 1984, *Iron Making & Steelmaking* 11 (5) 246.
- [9]. Kramer, C.M., German, R.M., 1978, *J. American Ceramic Soc.* Vol. 61 No. 7-8, 340-342
- [10]. Mohammed OA, 1980, *Iron & Steel International*, 341 – 348.
- [11]. Sasaki, K.I., Wan, S., 2001, "Commencemet on Creating Porous Meso-mosaic Texture Sinter. Report of Examination Committe on Agglomeration of Iron Bijih Unsuitable for Sintering, ISIJ, ed. By T. Usui et al, ISIJ, Tokyo 65-72.
- [12]. Bolukbasi, O., S., Tufan, B., Batar, T., Altun, A., 2013, "The Influence of Raw Material Composition on The Quality of Sinter", *Nature and Science* 11 (9) 37-47.
- [13]. Gan, M., Fan, X., Chen, X., 2015, "Calcium Ferrit Generation During Iron Bijih Sintering – Crystallization Behavior and Influencing Factors", *Advanced Topics in Crystallization Chap. 12* 301-321.
- [14]. Kim, H.S., Park, J.H., Cho, Y.C., 2002, "Crystal Structure of Calcium and Aluminium Silico-Ferrite in Iron Bijih Sinter, *Ironmaking & Steelmaking* 29(4) 266-270.
- [15]. Yajima, K., Jung, S.M., 2012, "Data Arrangement and Consideration of Evaluation Standard for Silico-Ferrite of Calcium and Aluminium (SCFA) Phase in Sintering Proscsess, *ISIJ International*, 52(3) 535-537.

## **Analisis Thermogravimetri Pada Proses Reduksi Bijih Laterit Nikel**

**Santi Ari Respati<sup>1,a</sup>, Adji Kawigraha<sup>2</sup>, Abdul Hapid<sup>3</sup>, Angella  
Natalia Ghea Puspita<sup>4</sup>**

1,2,3,4Pusat Teknologi Pengembangan Sumberdaya Mineral (PTPSM), Teknologi Pengembangan Sumberdaya Alam (TPSA), Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), Gedung Gesotech No. 820 Kawasan Puspipetek Serpong, Tangerang Selatan, 15314

*[santi.arirespati@gmail.com](mailto:santi.arirespati@gmail.com)*

### **Abstrak**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui perubahan berat dan mineral yang terjadi selama proses reduksi pelet komposit yang terdiri dari bijih nikel, batubara, bahan aditif serta perekat. Bijih nikel terlebih dahulu dipreparasi dengan cara penggerusan, pencampuran bahan, pencetakan pelet dan pengeringan. Analisis dilakukan dengan memadukan hasil analisis termogravimetri dengan mineralogi selama proses reduksi. Analisis termogravimetri dilakukan dengan memanaskan pelet komposit menggunakan alat TGA. Analisis mineralogi dilakukan dengan memanaskan pelet dalam tungku tabung. Pemanasan dilakukan dari temperatur 450 °C hingga temperatur 1100 °C. Produk yang dihasilkan kemudian dianalisis dengan difraksi sinar X untuk mengetahui perubahan mineralnya. Hasil pemanasan menunjukkan bahwa pelet mengalami perubahan berat dan komposisi mineralogi. Pemanasan pada temperatur 1000 °C hingga 1100 °C menyebabkan terbentuk FeNi. Total persen yang hilang selama pemanasan sampai temperatur 1100 °C sebesar 26,36%.

Kata kunci : bijih laterit nikel, reduksi pelet bijih nikel, thermogravimetri.

### **PENDAHULUAN**

Indonesia memiliki cadangan nikel yang cukup besar, oleh karena itu Indonesia yang sebelum tahun 2014 merupakan salah satu eksportir bijih nikel penting untuk memenuhi kebutuhan nikel dunia. Selama ini bijih nikel tersebut diekspor dalam bentuk bahan mentah. Pemberian nilai tambah bijih nikel dapat dilakukan dengan mengolah bijih tersebut di dalam negeri sebelum diekspor.

Proses pengolahan bijih nikel dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu pirometalurgi dan hidrometalurgi. Proses pirometalurgi adalah proses yang melibatkan temperatur tinggi, sedangkan proses hidrometalurgi adalah proses yang melibatkan cairan kimia untuk memisahkan nikel dari batuan induknya<sup>[3,4]</sup>. Kedua cara pengolahan tersebut dapat dikombinasikan untuk mengolah bijih nikel. Salah satu cara pengolahan bijih nikel untuk menghasilkan logam nikel dengan cara pembuatan pelet komposit yang terdiri dari bijih dan reduktor. Pengolahan melalui cara ini dilakukan dengan jalur pirometalurgi.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perubahan berat dan mineral yang terjadi selama proses reduksi dengan melakukan analisis termogravimetri yang dipadukan dengan analisis difraksi sinar X. Analisis termogravimetri dilakukan untuk mengetahui pengurangan berat pada proses reduksi<sup>[1]</sup> sedangkan hasil analisis difraksi sinar X dilakukan untuk mengetahui perubahan mineral yang terbentuk<sup>[2]</sup>.

## METODE

### Bahan Baku

Bijih nikel yang digunakan dalam penelitian ini adalah jenis saprolit yang berasal dari Pulau Sulawesi. Komposisi kimia saprolit dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. Komposisi kimia saprolit**

Ni (%)	Al (%)	Ca (%)	Cr (%)	Fe (%)	K (%)	Mg (%)	Mn (%)	Si (%)
1,73	3,98	0,473	1,76	36,6	0,01	7,94	0,628	26,2
Na (ppm)	P (ppm)	S (ppm)	Ti (ppm)	Co (ppm)	Cl (ppm)	Cu (ppm)	Zn (ppm)	
215	58	100	546	684	50	76,7	286	

Saprolit yang digunakan memiliki kadar nikel dan besi 1,73% dan 36,6%. Reduktor yang digunakan adalah batubara. Pada penelitian ini batubara yang digunakan memiliki nilai *Fixed Carbon* antara 35 – 75 %. Batubara yang digunakan untuk penelitian ini memiliki nilai *Fixed Carbon* sebesar 38,13% dan kandungan sulfurnya sebesar 1,92%. Karakteristik batubara dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2. Karakteristik Batubara**

Parameter	Batubara	Unit	Basis
<b>Proksimat</b>			
Moisture in dried sample	5,70	%	adb
Kadar Abu	24,00	%	adb
Volatile Matter	32,17	%	adb
Fixed Carbon	38,13	%	adb
<b>Ultimat</b>			
Karbon	54,81	%	adb
Hidrogen	4,96	%	adb
Nitrogen	1,61	%	adb
Total Sulfur	1,92	%	adb
Oksigen	12,70	%	adb

Perekat yang digunakan untuk membentuk pelet komposit adalah bentonit. Tujuan dari penambahan bentonit ini adalah untuk mempermudah saat proses pembentukan pelet komposit agar tidak hambur saat dicetak. Karakteristik bentonit dapat dilihat pada Tabel 3.

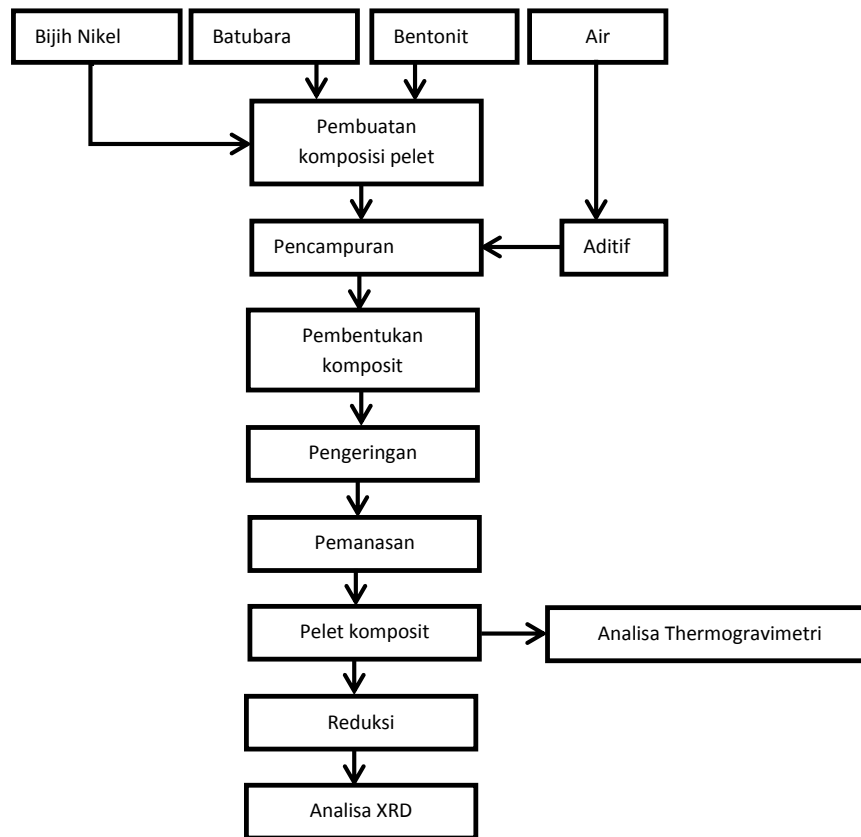
**Tabel 3. Karakteristik Bentonit**

Oksida (%)												
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	MnO	LOI	H <sub>2</sub> O
4,71	0,59	65,0	17,37	1,12	1,25	0,14	0,02	0,32	1,90	0,04	7,30	14,31

Dalam pembuatan pelet komposit ditambahkan bahan aditif berupa natrium sulfat. Natrium sulfat yang digunakan adalah natrium sulfat dari Merck dengan kadar 99%. Jumlah natrium sulfat yang ditambahkan untuk membuat pelet komposit sebanyak 10% dari berat komposit.

### Pembuatan pelet.

Bahan baku yang digunakan yaitu bijih nikel dan batubara dikeringkan di dalam oven pada temperatur 105 °C untuk mengurangi kadar air bebas. Masing – masing bahan kemudian dihaluskan untuk mengecilkan ukuran hingga 200 mesh. Pelet komposit dibuat dengan perbandingan sapolit dan batubara 7 : 3. Semua bahan kecuali bahan aditif natrium sulfat dicampur menggunakan alat pencampur. Proses pencampuran dilakukan dalam keadaan kering. Bahan aditif natrium sulfat dilarutkan dengan air. Setelah bahan kering homogen, air yang sudah dicampur dengan bahan aditif ditambahkan sedikit demi sedikit hingga membentuk pasta dan kemudian dibentuk dengan alat cetak. Pelet komposit yang dicetak berukuran 2 cm x 2 cm x 2 cm. Pelet komposit kemudian dikeringkan kembali di dalam oven pada temperatur 105 °C sampai beratnya tetap. Diagram alir pembuatan pelet hingga pengujian dapat dilihat pada Gambar 1.

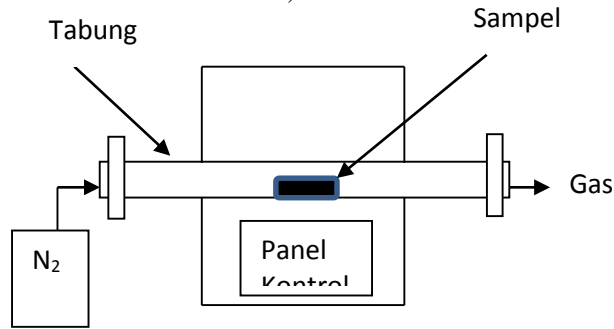


Gambar 1. Diagram alir proses pembuatan pelet komposit sampai analisa.

### Proses Reduksi.

Sampel pelet komposit dibagi menjadi dua bagian. Sampel pertama digunakan untuk analisis thermogravimetri dengan alat thermogravimeter (TGA), sedangkan sampel kedua digunakan untuk pengujian reduksi dengan tungku tabung. Produk hasil proses reduksi dikarakterisasi dengan sinar X melalui metode difraksi menggunakan alat XRD.

Pelet komposit direduksi dalam tungku tabung. Pelet diletakkan pada cawan kemudian dicatat beratnya. Proses reduksi dilakukan pada temperatur 450 °C hingga 1100 °C. Tungku tabung diprogram dengan kecepatan kenaikan temperatur 10 °C/menit. Setelah temperatur mencapai 1100 °C, temperatur tungku tabung akan mulai turun, pada saat bersamaan ke dalam tungku tabung dialirkan gas nitrogen hingga temperatur tungku tabung kembali pada temperatur kamar. Skema rangkaian alat proses reduksi dengan tungku tabung dapat dilihat pada Gambar 2.

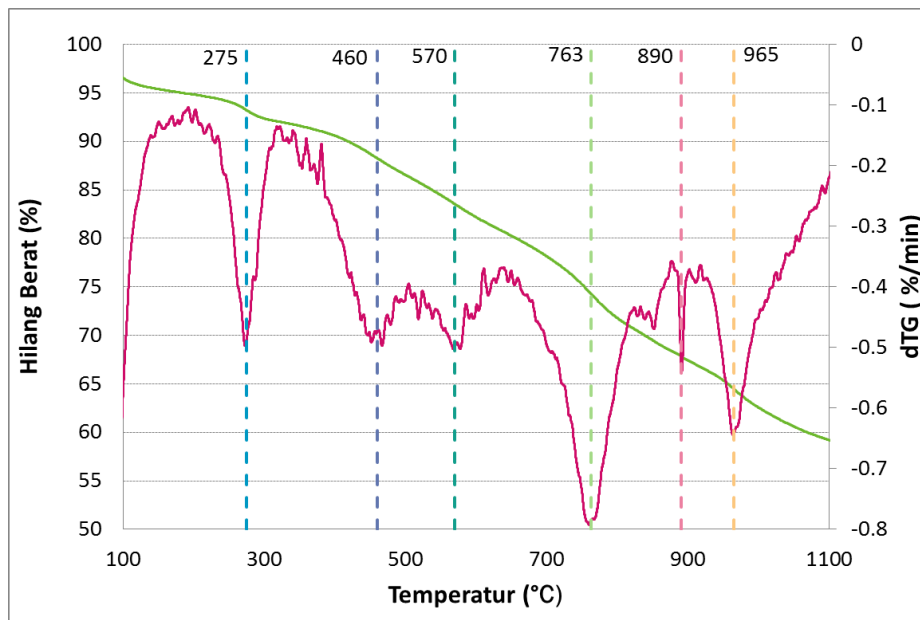


Gambar 2. Skema rangkaian alat dalam penelitian

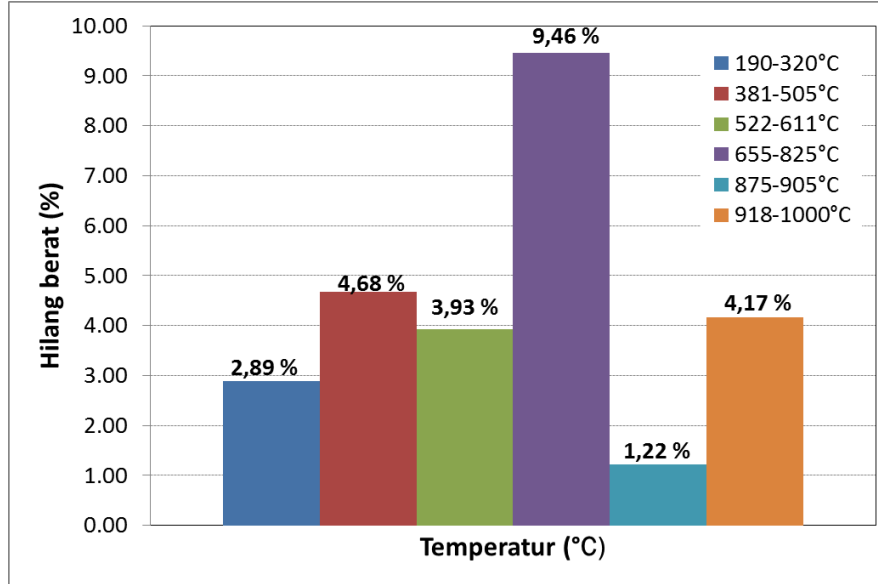
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Grafik thermogravimetri dari pelet komposit bijih nikel pada Gambar 3 menunjukkan bahwa pelet mengalami enam kali perubahan berat pada saat dipanaskan dari temperatur normal hingga 1100 °C. Perubahan berat terjadi pada daerah puncak 275 °C, 460 °C, 570 °C, 763 °C, 890 °C dan 965 °C .

Perubahan berat pada temperatur 275 °C merupakan perubahan berat yang disebabkan oleh hilang air bebas dan perubahan gutit menjadi hematit. Perubahan berikutnya yaitu pada temperatur 460 °C merupakan perubahan hematit menjadi magnetit. Pada temperatur yang lebih tinggi sekitar 763 °C sampai 890 °C terjadi pembentukan forsterite, silika dan enstatite.

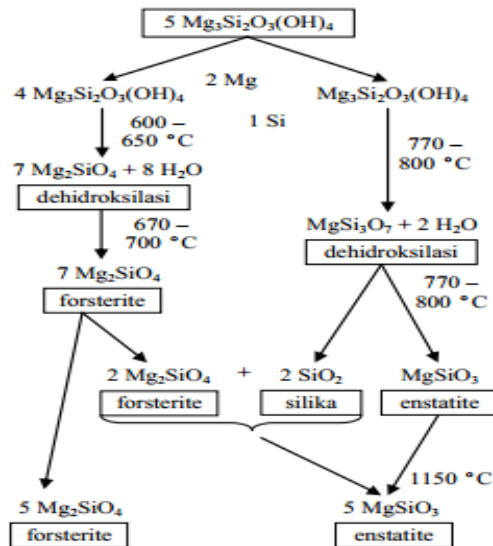


Gambar 3. Grafik thermogravimetri pelet komposit.

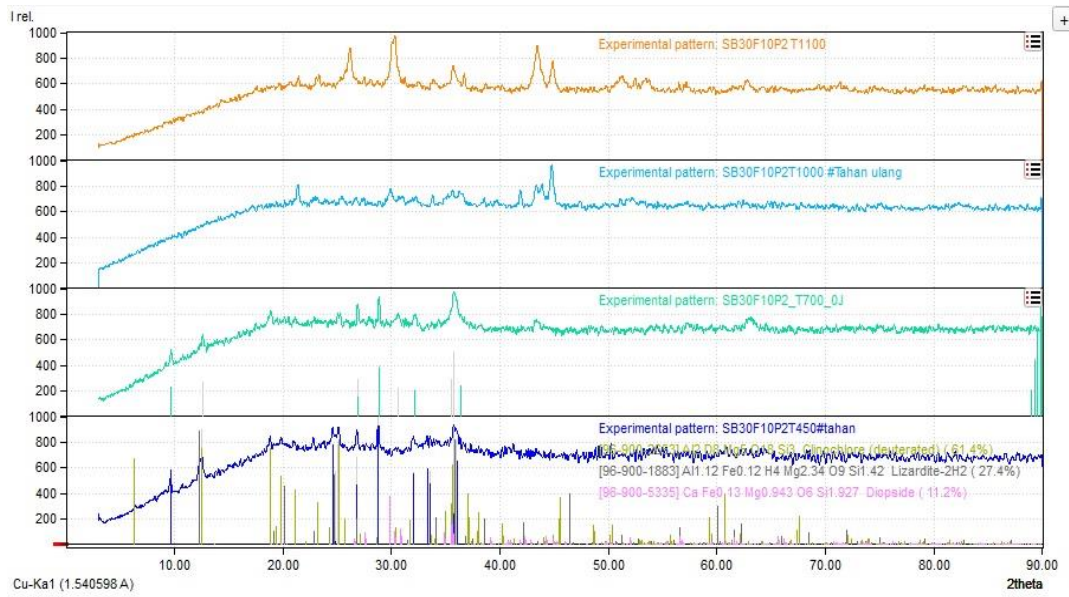


**Gambar 4. Grafik persen hilang berat pelet ko mposit.**

Dari grafik thermogravimetri dapat diketahui persen hilang berat pada pelet komposit. Rekapitulasi persentase hilang berat dapat dilihat pada Gambar 4. Total persen hilang berat pada pelet komposit sebesar 26,36%. Persentase terbesar berat yang hilang terjadi pada temperatur 655 – 825 °C yaitu 9,46%. Dari diagram ellingham kemungkinan pada temperatur tersebut terjadi reaksi kesetimbangan  $Fe_3O_4$  menjadi FeO, tetapi tidak semua terbentuk FeO karena pada temperatur tersebut terjadi juga dehidroksilasi mineral kompleks yaitu proses hilangnya gugus hidroksida dari mineral yang termasuk dalam grup serpentine yaitu  $(Fe,Mg,Al)_2(Si,Al)_2O_5(OH)_4$ . Proses pemisahan tersebut dijelaskan oleh konsep MacKenzie, Meinhold [5] seperti pada Gambar 5.



**Gambar 5. Konsep MacKenzie, Meinhold.**



Gambar 6. Grafik XRD pelet komposit setelah dipanaskan pada temperatur 1000 dan 1100°C.

Data ini didukung oleh hasil hasil karakterisasi dengan sinar X. Grafik yang dihasilkan dari difraksi sinar X pada Gambar 6 menunjukkan bahwa pada temperatur 450 °C mineral yang dikandung oleh bijih nikel masih belum banyak berubah. Perubahan pada temperatur ini kemungkinan disebabkan oleh perubahan hematit menjadi magnetit. Pada temperatur 700 °C magnetit semakin tampak terlihat. Hal ini sesuai dengan hasil analisa termogravimetri pada temperatur 655-825 °C terjadi perubahan berat yang signifikan yang menunjukkan terbentuknya magnetit. Mineral-mineral lain penyusun bijih nikel yaitu antigorit masih belum berubah secara signifikan.

Pada temperatur 1000 °C antigorit akan terdekomposisi menjadi forsterit dan enstatit. Pada temperatur 900-1000°C terjadi juga perubahan berat dari hasil analisis termogravimetri yang berarti terbentuknya forsterit dan enstatit. Pada temperatur tersebut forsterit mulai terbentuk yang diikuti dengan terbentuknya kuarsa. Dari hasil XRD belum memberikan informasi terbentuknya logam namun magnetit masih ada dalam jumlah yang sedikit. Pada temperatur 1100 °C mulai terbentuk tetrataenit yang merupakan logam FeNi.

## KESIMPULAN

Hasil analisis termogravimetri yang dipadukan dengan hasil analisis mineralogi menggunakan difraksi sinar X menunjukkan bahwa proses reduksi untuk pembentukan FeNi terjadi pada temperatur 1000 °C hingga 1100 °C. Jumlah hilang berat total selama proses reduksi adalah 26,36 % dengan persentase hilang berat terbesar terjadi pada temperatur 654 °C hingga 825 °C.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini merupakan bagian dari penelitian yang dibiayai oleh Program Insinas 2016 untuk itu penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada Kemenristekdikti atas bantuan pendanaan sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik.

**REFERENSI**

- [1] Idrus, A., Pramumijoyo, S., Sufriadin, June 2012, “Analisis Termal dan Inframerah Garnierit dari Endapan Laterit Nikel Saroako, Sulawesi, Indonesia”. Indonesian Journal of Geology, Volume 7.
- [2] Cui Yu, De-qing Zhu, Hapugoda sarath, August 2011, “Mineralogy and crystal chemistry of a low grade nickel laterite ore”. Nonferrous Met. Soc. China 22(2012) 907 - 916.
- [3] Liu, K., Chen, Q.Y., Hu, H.P., Yin, Z.L., Wu, B.K., 2010. Pressure acid leaching of a Chinese laterite ore containing mainly maghemite and magnetite. Hydrometallurgy 104 (1), 32-38.
- [4] Rubisov, D.H., Papangelakis, V.G., 2000. Sulphuric acid pressure leaching of laterites-speciation and prediction of metal solubilities “ at temperature”. Hydrometallurgy 58(1), hal.13-26.
- [5] Foldvari Maria, 2011, Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice, the Geological Institute of Hungary



## Proses Ekstraksi Nikel dan Magnesium dari Terak Peleburan Ferronikel dengan Pelindian dan Ekstraksi Pelarut

Mohammad Zaki Mubarak<sup>1, a</sup>, Zela Tanlega Ichlas<sup>1</sup>, Wahyudin Prawira Minwal,  
Riri Dasmiranti<sup>1</sup>, Andik Yudiarto<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung,  
Jalan Ganesha 10, Bandung, Indonesia 40132

<sup>2</sup>PT. Antam (Persero), Tbk., Jalan Letjen T. B. Simatupang No. 1, Jakarta, Indonesia 12530

<sup>a</sup>zaki@mining.itb.ac.id

### Abstrak

*Terak peleburan ferronikel (FeNi) mempunyai komponen logam utama berupa silikon, magnesium dan besi dalam bentuk oksida dan silikat. Selain itu, terak peleburan FeNi juga masih mengandung nikel yang tidak tereduksi hingga 0,1%. Pada paper ini disajikan hasil-hasil percobaan ekstraksi nikel dan magnesium dari terak peleburan FeNi dengan metode pelindian dalam asam klorida, presipitasi besi dan ekstraksi pelarut menggunakan LIX-84 ICNS untuk pemisahan nikel dan magnesium. Pelindian terak dalam HCl 8M, selama 48 jam, dengan nisbah padat/cair 1/8 (g/mL) pada suhu 90°C menghasilkan persen ekstraksi Ni dan Mg masing-masing 82,5% dan 77,5% dengan Fe terlarut 81,8%. Hasil terbaik untuk pemisahan Ni dan Mg terlarut diperoleh pada percobaan ekstraksi pelarut menggunakan LIX-84 ICNS pada pH 6, konsentrasi ekstraktan 15% (v/v), dan nisbah volume larutan organik terhadap volume aqueous (O/A) 1/2 (v/v). Pada kondisi ini diperoleh persen ekstraksi Ni sebesar 99,3% dengan co-ekstraksi Mg 1,98%.*

**Kata Kunci** : Terak peleburan FeNi, pelindian, ekstraksi pelarut, nikel, magnesium, LIX 84-ICNS

### PENDAHULUAN

Indonesia adalah salahsatu negara yang memiliki deposit mineral nikel dalam bentuk nikel laterit yang melimpah. Salahsatu produk proses ekstraksi bijih nikel laterit adalah paduan ferronikel (FeNi). Ferronikel telah diproduksi oleh PT. Antam, Tbk. melalui pabrik peleburannya di Pomalaa, Sulawesi Tenggara selama lebih dari 30 tahun. Produksi ferronikel di PT. Antam dan pabrik-pabrik lain di Indonesia dan dunia umumnya dilakukan dengan Teknologi Elkem yang terdiri dari tahap-tahap pengeringan bijih dalam *rotary dryer*, kalsinasi dalam *rotary kiln*, peleburan dalam tanur listrik dan pemurnian. Pada proses peleburan kalsin dan reduksi oksida-oksida dalam kalsin di tanur listrik, dihasilkan lelehan FeNi wantah (*crude FeNi*) dan terak (*slag*). Pada pabrik peleburan FeNi Antam di Pomalaa, lelehan terak digranulasi dengan cara pendinginan kejut lelehan terak dalam kolam air yang diikuti penyemprotan dalam kolam dengan air bertekanan. Hingga saat ini terak yang sudah digranulasi tersebut belum dimanfaatkan secara optimal menjadi produk-produk yang bernilai tambah. Terak yang sudah digranulasi tersebut baru dimanfaatkan untuk pengurukan jalan dan pantai serta keperluan-keperluan lain yang belum memberikan nilai tambah yang signifikan. Dengan telah beroperasinya pabrik-pabrik peleburan FeNi yang baru dalam 2 tahun terakhir ini di beberapa tempat di Indonesia, jumlah terak FeNi ini ke depan akan terus meningkat.

Terak peleburan FeNi mempunyai komponen utama berupa silikon, magnesium dan besi dalam bentuk oksida dan silikat. Terak peleburan FeNi dari Pomalaa mempunyai kandungan MgO yang cukup tinggi yaitu  $\pm 30\%$ <sup>[1]</sup>. Selain itu, terak peleburan FeNi juga masih dapat mengandung nikel yang tidak tereduksi hingga 0,1%<sup>[1]</sup> bergantung persen perolehan Ni di tanur listrik. Kandungan magnesium yang cukup tinggi dalam terak ini sangat menarik dan berpotensi dimanfaatkan untuk menghasilkan produk-produk yang bernilai tambah yaitu senyawa-senyawa magnesium seperti magnesia (MgO), serbuk *brucite* (Mg(OH)<sub>2</sub>), garam magnesium klorida (MgCl<sub>2</sub>), kiserit (MgSO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O) dan juga logam Mg. Senyawa-senyawa magnesium seperti MgO dan MgSO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O merupakan komoditas yang dibutuhkan di dalam negeri namun penyediaannya masih dipenuhi dari impor<sup>[2]</sup>. Salahsatu penggunaan dari kiserit adalah sebagai bahan

baku pupuk, khususnya pupuk untuk kelapa sawit. Sementara, magnesita digunakan untuk berbagai keperluan mulai dari pupuk, *neutralizing agent* hingga bahan baku untuk pembuatan material refraktori (bata tahan api).

Proses ekstraksi magnesium dari terak peleburan ferronikel belum banyak diteliti. Produksi komersial logam magnesium dan senyawa-senyawa magnesium kebanyakan dilakukan dari magnesit ( $MgCO_3$ ), dolomit ( $CaMg(CO_3)_2$ ), *brucite* ( $Mg(OH)_2$ ) dan beberapa garam seperti *caralite* ( $KMgCl_3 \cdot 6H_2O$ ), *bischofite* ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ), *kainite* ( $MgSO_4 \cdot KCl \cdot 3(H_2O)$ ), *langbeinite* ( $K_2Mg_2(SO_4)_3$ ) serta dari air laut dengan kadar garam tinggi seperti di Laut Mati, Yordania. Keberadaan magnesium dalam terak peleburan FeNi sebagian besar dalam bentuk senyawa kompleks magnesium-silikat dan magnesium-besi-silikat. Percobaan pelindian (*leaching*) mineral-mineral silikat dalam beberapa pelarut telah dipelajari oleh beberapa peneliti. Harris dan Peacey (1992) melaporkan bahwa mineral-mineral magnesium silikat dapat dilarutkan dalam larutan asam klorida (HCl) dengan konsentrasi 20-25% pada rentang suhu 50-105°C<sup>[3]</sup>. Kondisi yang asam dalam rentang pH 0,7-0,8 dan suhu di atas 80°C disarankan untuk mencegah terbentuknya silika gel yang dapat menurunkan ekstraksi Mg. Sejalan dengan Harris dan Peacey, Baker, (2011) juga mengungkapkan bahwa magnesium dalam mineral silikat dapat dilarutkan dengan HCl pekat pada suhu sekitar 90°C dan tekanan atmosfer<sup>[4]</sup>. Pada penelitian ini proses ekstraksi magnesium dan nikel dilakukan dengan proses pelindian dalam asam klorida. Selanjutnya dipelajari pemisahan nikel dan magnesium dengan ekstraksi pelarut menggunakan ekstrak LIX-84 ICNS dari larutan klorida yang komposisinya mengikuti larutan hasil pelindian terak peleburan FeNi yang telah diendapkan besinya.

## MATERIAL DAN METODE PERCOBAAN

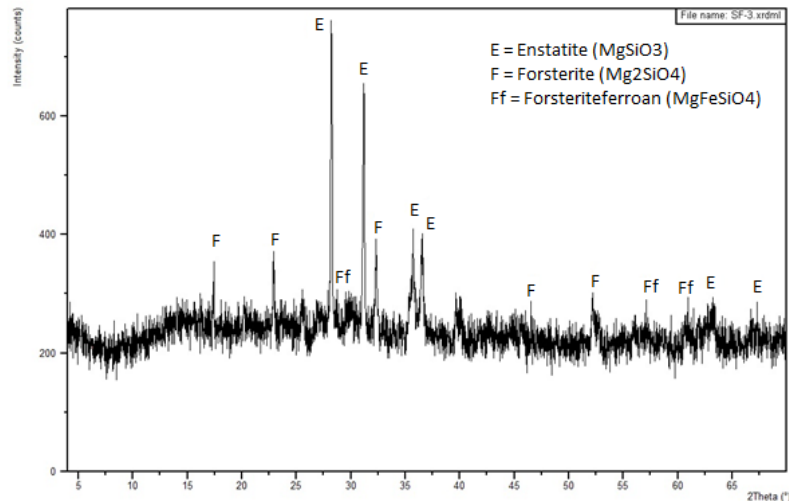
**Contoh Terak.** Contoh terak yang digunakan adalah terak dari pabrik peleburan FeNi, PT Antam (Persero) Tbk. di Pomalaa, Sulawesi Tenggara. Foto contoh terak dalam bentuk granul yang digunakan dalam penelitian disajikan pada Gambar 1. Terak tersebut digerus hingga diperoleh contoh dengan fraksi ukuran -200+325#, yang selanjutnya dipergunakan dalam penelitian ini. Komposisi logam dari contoh terak tersebut dianalisis dengan *X-ray fluorescence* (XRF), sementara komposisi senyawa dominan didalamnya dianalisis dengan *X-ray diffraction* (XRD). Hasil analisis XRF dan XRD dari contoh terak tersebut masing-masing ditunjukkan pada Tabel 1 dan Gambar 2.



**Gambar 1.** Contoh terak peleburan FeNi, dari pabrik peleburan FeNi di Pomalaa, PT. Antam, (Persero), Tbk.

**Tabel 1.** Hasil analisis XRF contoh terak

Oksida	Kadar (%)	Unsur	Kadar (%)
SiO <sub>2</sub>	52,10	Si	23,06
MgO	27,06	Mg	16,90
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11,26	Fe	7,88
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,49	Al	3,43
NiO	0,09	Ni	0,07
MnO	0,61	Mn	0,48
CaO	0,79	Ca	0,56
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,22	Cr	0,84



Gambar 2. Hasil analisis XRD contoh terak peleburan FeNi yang digunakan dalam penelitian

**Percobaan Pelindian.** Pelindian contoh terak dilakukan di dalam sebuah reaktor gelas berleher lima. Rangkaian peralatan pelindian terdiri dari pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*), pelat pemanas (*hot plate*), termometer untuk memonitor suhu larutan selama proses pelindian dan kondenser dengan pendingin air untuk refluks.

**Percobaan Distilasi.** Distilasi asam dilakukan untuk meminimalisir kebutuhan reagen alkali untuk netralisasi asam sekaligus untuk meregenerasi asam klorida sehingga dapat digunakan kembali untuk proses pelindian. Proses distilasi dilakukan dengan menggunakan labu bundar berleher tiga yang diletakkan diatas sebuah mantel pemanas. Ketika suhu operasi yang diinginkan telah tercapai, yakni 120°C, air suling yang telah dipanaskan sebelumnya hingga 50-55°C ditambahkan dengan debit 5-6 mL/menit untuk mencegah hidrolisis logam. Proses distilasi dihentikan ketika nilai pH sekitar 0 telah tercapai.

**Percobaan Pengendapan Besi.** Pengendapan besi dilakukan dengan terlebih dahulu mengoksidasi spesi  $Fe^{2+}$  dalam larutan dengan penambahan  $H_2O_2$  dengan jumlah dua kali stokiometri dari jumlah total ion besi terlarut. Proses oksidasi dilakukan selama dua jam pada suhu ambien ( $27 \pm 1$  °C) dalam sebuah gelas kimia yang larutan didalamnya diaduk dengan pengaduk magnetik. Setelah proses oksidasi Fe(II) selesai dilakukan, proses pengendapan besi dilakukan dengan menambahkan *slurry* kapur (CaO) dengan persen padatan 10 wt% ke dalam larutan.

**Percobaan Ekstraksi Pelarut untuk Pemisahan Ni dan Mg.** Percobaan ini dilakukan dengan menggunakan larutan artifisial yang dipersiapkan dengan melarutkan reagen-reagen murni (*analytical grade*)  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ ,  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ,  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  dan  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  dalam air suling. Komposisi larutan artifisial tersebut disesuaikan dengan hasil komposisi larutan hasil pelindian terak FeNi yang telah diendapkan besi-nya. Ekstraktan organik yang digunakan adalah LIX 84-ICNS yang diperoleh dari BASF, sementara diluen organik yang digunakan adalah ShellSol 2046. Reagen-reagen organik tersebut digunakan secara langsung tanpa proses pemurnian terlebih dahulu.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

**Perilaku Pelindian Terak.** Pelindian dengan menggunakan 8 mol/L HCl, suhu 90 °C, nisbah padat/cair (g/mL) 1/8 selama 48 jam, menghasilkan persen ekstraksi logam-logam seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2. Hasil percobaan pelindian menunjukkan bahwa berbeda dengan nikel yang menunjukkan persen ekstraksi yang tinggi (92,53%), persen ekstraksi magnesium dan besi yang ikut terlarut relatif lebih rendah (yaitu masing-masing 77,53% dan 81,84%). Hal ini bersesuaian dengan hasil analisis XRD dari terak (Gambar 2) yang menunjukkan bahwa magnesium dan besi terdapat sebagai mineral silikat yang sulit dilindi. Persen pelarutan nikel yang tinggi tersebut mengindikasikan bahwa sebagian besar nikel oksida dalam terak tidak terperangkap dalam senyawa silikat (*forsterite*, *enstatite* dan *forsteriteferroan*). Pengaruh berbagai variabel terhadap persen ekstraksi magnesium seperti konsentrasi asam, ukuran partikel terak, suhu dan nisbah solid/liquid terhadap ekstraksi Mg dan Fe dan studi kinetika pelindian tidak dipresentasikan pada paper ini.

**Tabel 2. Hasil ekstraksi logam dari terak FeNi pada pelindian menggunakan 8 mol/L HCl, suhu 90°C, fraksi ukuran terak -200+325mesh, dan nisbah padat/cair 1:8 selama 48 jam**

Unsur	Ekstraksi Logam (%)
Ni	92,53
Mg	77,53
Fe	81,84
Al	39,16
Cr	63,84
Mn	55,85
Ca	24,26

**Perilaku Pengendapan Logam.** Dalam penelitian ini, larutan kaya hasil pelindian yang diperoleh didistilasi hingga pH larutan mencapai 0,01. Pada kondisi ini, telah terjadi pengendapan besi, aluminium dan kromium sebesar masing-masing 9,81%, 11,55%, dan 4,17%, sementara hanya 0,59% nikel, 1,56% mangan dan 0,65% kalsium yang juga ikut mengendap. Besi, aluminium dan kromium yang tersisa kemudian diendapkan dengan menaikkan pH larutan hingga 3 pada suhu ambien ( $27 \pm 1$  °C). Persentase pengendapan logam dan konsentrasi logam dalam larutan setelah proses presipitasi ditunjukkan pada Tabel 3. Metode pengendapan besi dari larutan hasil pelindian dalam asam klorida yang dapat seminimal mungkin ikut mengendapkan Ni masih perlu dipelajari lebih lanjut. Secara teoritis, nikel baru akan mulai mengendap pada pH diatas 6 namun dalam proses pengendapan unsur-unsur pengotor seperti besi, aluminium dan kromium pada pH 2-3, kehilangan nikel dapat berada pada nilai yang relatif signifikan yakni dalam rentang 4-20%<sup>[5,6]</sup>. Belum terdapat penjelasan yang definitif mengenai mekanisme kehilangan nikel tersebut, namun kemungkinan hal ini disebabkan oleh ko-presipitasi nikel bersamaan dengan goethit dan/atau adsorpsi nikel pada permukaan presipitat besi yang terbentuk<sup>[7]</sup>. Proses pengendapan besi dari larutan hasil pelindian terak FeNi dilakukan untuk mengetahui komposisi larutan kaya hasil pelindian setelah proses pengendapan besi. Komposisi larutan ini selanjutnya digunakan sebagai acuan dalam mempreparasi larutan artifisial untuk studi pemisahan Ni dan Mg dengan ekstraksi pelarut.

**Tabel 3. Persentase pengendapan logam-logam dari larutan dan konsentrasi logam dalam larutan setelah proses presipitasi besi**

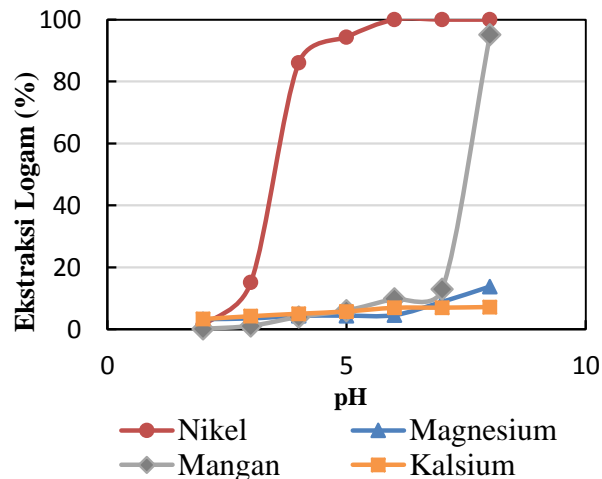
Unsur	Pengendapan (%)	Konsentrasi akhir (mg/L)
Ni	20,99	187,25
Mg	8,34	37.990,00
Fe	95,74	347,27
Al	89,24	436,82
Cr	94,75	34,21
Mn	21,63	689,35
Ca	-*	21.510,00

\*) tidak dapat ditentukan karena adanya penambahan CaO dari luar

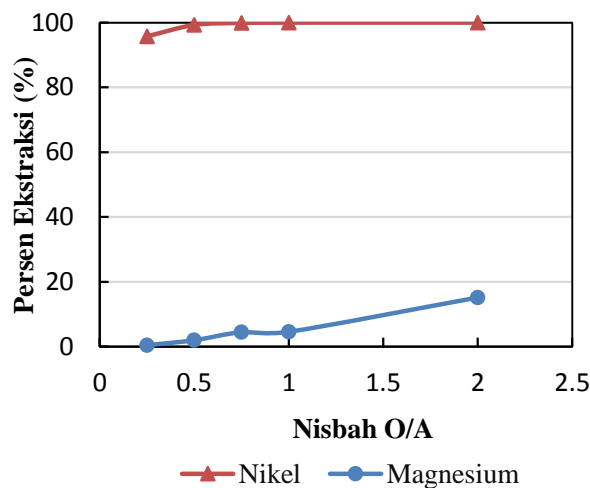
**Perilaku Ekstraksi Pelarut Ni dan Mg.** Dengan menggunakan larutan klorida artifisial pada konsentrasi nikel, magnesium, mangan dan kalsium seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3 namun tanpa kehadiran besi, aluminium dan kromium, dilakukan pemisahan nikel dari pengotornya dengan menggunakan ekstrak LIX 84-ICNS. Selektivitas ekstraksi dengan ekstrak tersebut dievaluasi pada berbagai pH. Percobaan ekstraksi pelarut dilakukan menggunakan LIX 84-ICNS dengan konsentrasi 15% (v/v) dalam diluen ShellSol 20146 pada nisbah nisbah volume organik terhadap volume aqueous (nisbah O/A) 1/1 dan suhu ambien ( $27 \pm 1$  °C). Hasil percobaan ekstraksi pelarut, yang disajikan pada Gambar 3, menunjukkan bahwa persen ekstraksi Ni meningkat seiring dengan meningkatnya pH. Hal ini mengindikasikan bahwa mekanisme ekstraksi Ni terjadi berdasarkan proses pertukaran kation:



dimana HA adalah ekstraktan dalam bentuk asamnya dan garis di atasnya menunjukkan bahwa senyawa tersebut berada dalam fasa organiknya. Gambar 3 juga menunjukkan bahwa pemisahan antara nikel dengan pengotor-pengotornya dapat dicapai dengan baik pada pH sekitar 6. Pada pH 6, seluruh Ni dapat diekstraksi dengan sempurna, sementara ko-ekstraksi Mg, Mn dan Ca secara berurutan hanya 4,58%, 9,86% dan 6,92%. Percobaan dengan variasi nisbah O/A terhadap ekstraksi Ni dan Mg juga dilakukan untuk mempelajari kemungkinan penggunaan nisbah O/A yang lebih kecil yang dapat memberikan ekstraksi Ni yang tinggi. Hasil percobaan yang disajikan pada Gambar 4 menunjukkan bahwa persen ekstraksi Ni pada nisbah O/A 1/4, 2/4 dan 3/4, secara berturut-turut adalah 95,77%, 99,28% dan 99,89%, sementara ko-ekstraksi Mg hanya 0,43%, 1,98% dan 4,46%.



**Gambar 3.** Persen ekstraksi logam sebagai fungsi pH pada percobaan ekstraksi pelarut dengan LIX 84-ICNS 15% (v/v) pada nisbah O/A 1/1 dan suhu ambient ( $27 \pm 1$  °C)



**Gambar 4.** Persen ekstraksi logam sebagai fungsi nisbah O/A pada percobaan ekstraksi pelarut dengan LIX 84-ICNS 15% (v/v) pada pH 6 dan suhu ambient ( $27 \pm 1$  °C)

## KESIMPULAN

Pelindian terak peleburan FeNi dengan fraksi ukuran -200+325 mesh dalam 8 molar HCl, pada suhu 90°C, nisbah padat/cair 1/8 (g/mL) selama 48 jam, menghasilkan persen ekstraksi logam-logam Ni, Fe dan Mg masing-masing 92,53%, 77,53% dan 81,84%. Persen ekstraksi Mg yang relatif lebih rendah karena sebagian besar Mg dalam terak adalah dalam bentuk senyawa-senyawa silikat, yaitu *enstatite* ( $\text{MgSiO}_3$ ) dan *forsterite* ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ). Pengendapan Fe dari larutan hasil pelindian dengan metode distilasi dan pengaturan pH dengan *slurry* CaO 20wt% hingga pH 3 menghasilkan persen pengendapan Fe 95,74% dan Ni yang ikut mengendap 20,99%. Ekstraktan LIX 84-ICNS efektif memisahkan Ni dari Mg, Mn, dan Ca dalam larutan klorida yang mensimulasikan hasil pelindian

terak FeNi dalam HCl 8M yang telah diendapkan besinya dimana kondisi terbaik diperoleh pada pH 6, konsentrasi ekstraktn 15%, dan nisbah O/A = ½. Pada kondisi ini ekstraksi Ni mencapai 99,28% dengan Mg yang ikut terekstraksi hanya 1,98%.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] A. Yudiarto, Proses Pengolahan Terak FeNi menjadi MgCl<sub>2</sub> dan MgO melalui Pelindian, Presipitasi, serta Kristalisasi-Kalsinasi, Tesis Magister, Institut Teknologi Bandung. Bandung, 2014.
- [2] C. Kurniawan, Pelindian Magnesium dari Slag Peleburan Ferronikel dalam Larutan Asam Sulfat dan Asam Klorida untuk Menghasilkan Kiserit, Tugas Akhir Sarjana, Institut Teknologi Bandung, 2012.
- [3] G.B., Harris and J.G. Peacey, Production of Pure Magnesium Chloride Solution from Siliceous Magnesium Minerals, U.S. Patent No. 5,091,161, 25 Feb, 1992.
- [4] J.S.C de Bakker, The Recovery of Magnesium Oxide and Hydrogen Chloride from Magnesium Chloride Brines and Molten Salt Hydrates, Dissertation of the degree of Doctor of Philosophy, Queen's University, Kingston, Ontario, Canada, 2011.
- [5] E.G. Roche, Iron precipitation, World Patent 2009/155651 A1, 2009
- [6] Y. Chang, X. Zhai, B. Li, Y. Fu, Removal of iron from acidic leach liquor of lateritic nickel ore by goethite precipitate, Hydrometallurgy 101 (2010) 84-87
- [7] K. Wang, J. Li, R.G. McDonald, R.E. Browner, The effect of iron precipitation upon nickel losses from synthetic atmospheric nickel laterite leach solutions: Statistical analysis and modelling, Hydrometallurgy 109 (2011) 140-152

## Analisa Numerik Pengaruh Laju Alir Udara terhadap Distribusi Temperatur dan Tekanan Pada Mini Blast Furnace (Mbf)

Sungging Pintowantoro<sup>1,a</sup>, Fakhreza Abdul<sup>1,b</sup>, Adji Kawigraha<sup>2,c</sup>, Afriyanto<sup>1,d</sup>,  
M.Hidayatullah Nur<sup>1,e</sup>

<sup>1</sup> Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

<sup>2</sup> Pusat Teknologi Sumber Daya Mineral (PTSDM) BPPT PUSPIPTEK Serpong

<sup>a</sup>[sungging@mat-eng.its.ac.id](mailto:sungging@mat-eng.its.ac.id), <sup>b</sup>[fakhrezaabdul@mat-eng.its.ac.id](mailto:fakhrezaabdul@mat-eng.its.ac.id), <sup>c</sup>[akawigraha@gmail.com](mailto:akawigraha@gmail.com),  
<sup>d</sup>[afriyanto2712100061@gmail.com](mailto:afriyanto2712100061@gmail.com), <sup>e</sup>[m.hidayatullahnur@gmail.com](mailto:m.hidayatullahnur@gmail.com).

### Abstrak

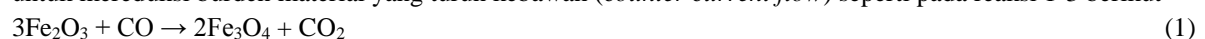
Indonesia adalah negara yang memiliki sumber daya alam mineral bijih besi yang melimpah. Mini Blast Furnace (MBF) merupakan teknologi untuk mengolah bijih besi menjadi besi spon. MBF sangat sesuai digunakan di Indonesia karena biaya investasi yang lebih murah bila dibandingkan dengan Blast Furnace sehingga pengembangan MBF dapat mendukung industri hulu baja lokal dengan kapasitas produksi tingkat menengah. Saat ini masih minimnya kajian MBF karena biaya penelitian yang tinggi menjadikan penguasaan teknologi MBF tidak dikuasai. Solusi untuk mengurai permasalahan ini adalah dengan melakukan kajian MBF secara numerik. Keuntungan menggunakan metode ini adalah dengan biaya yang relatif rendah dapat dilakukan kajian mendalam mengenai fenomena yang terjadi dalam MBF. Dalam proses MBF, sejumlah udara akan ditiupkan melalui tuyer untuk membakar kokas. Laju alir udara yang optimal akan menghasilkan proses yang optimal pula. Pada penelitian ini menggunakan parameter operasi dan geometri MBF Anyang Steel yang memiliki working volume 300 m<sup>3</sup> dengan variasi laju alir udara sebesar 10,36 kg/s, 14,81 kg/s dan 18,25 kg/s. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa semakin tinggi laju alir udara maka profil temperatur MBF akan semakin naik. Kenaikan profil temperatur ini akan menaikkan burden velocity sehingga produktifitas juga ikut naik. Produktifitas tertinggi diperoleh dari laju alir udara 18,25 kg/s dengan nilai sebesar 934 t/day. Selain itu, peningkatan laju alir udara juga akan menaikkan profil tekanan gas di MBF yang mengakibatkan pressure drop naik. Nilai pressure drop tertinggi sebesar 0,94 atm dengan variasi laju alir udara 18,25 kg/s. Jumlah gas karbon monoksida dan gas karbon dioksida mengalami peningkatan seiring dengan kenaikan laju alir udara. Akan tetapi dengan peningkatan laju alir udara efisiensi MBF akan terus menurun. Nilai efisiensi tertinggi diperoleh dari laju alir udara 10,36 kg/s dengan nilai sebesar 62,6 %.

**Kata Kunci** : mini blast furnace, analisa numerik, laju alir udara, produktifitas

### PENDAHULUAN

Mini Blast Furnace (MBF) merupakan reaktor pirometalurgi yang digunakan untuk mengolah bijih besi menjadi besi sponge. Pirometalurgi adalah proses pemurnian mineral menggunakan energi panas yang tinggi dengan rentang temperatur yang diharapkan antara 500 °C – 1600 °C [1]. MBF ini dikembangkan untuk mendukung industri hulu baja lokal dengan kapasitas produksi tingkat menengah karena biaya pembuatannya lebih kecil bila dibandingkan dengan blast furnace sehingga sangat cocok untuk dikembangkan di negara berkembang seperti Indonesia [2]. MBF umumnya terdiri dari baja silinder yang dilapisi dengan batu tahan api (refraktori), yang tidak mengandung logam seperti batu bata tahan api [3].

Proses ekstraksi bijih besi pada MBF diawali dengan memasukan kokas, bijih besi dan fluks, serta udara panas melalui tuyer pada daerah bawah. Sejumlah udara panas ini akan ditiupkan untuk membakar kokas. Hasil pembakaran dari kokas ini berupa gas karbon monoksida dan juga panas. Gas karbon monoksida ini naik keatas untuk mereduksi burden material yang turun kebawah (*counter current flow*) seperti pada reaksi 1-3 berikut





Setelah reduksi selesai, produk akan dilanjutkan pada proses *melting*, pada proses ini terjadi perubahan fasa yaitu dari solid material ke liquid logam. Dengan demikian temperatur yang beroperasi merupakan temperatur tinggi sekitar 1600 °C<sup>[4]</sup>.

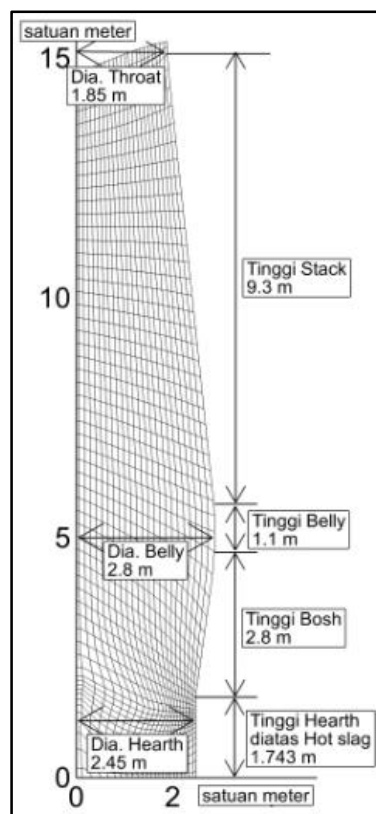
Salah satu faktor untuk meningkatkan produktifitas pada proses ekstraksi bijih besi adalah dengan meningkatkan laju alir udara yang diinjeksikan. Pada prakteknya, laju alir udara yang terlalu banyak akan menyebabkan berbagai masalah pada proses di dalam MBF terutama masalah aerodinamika. Sehingga laju alir yang optimal akan menghasilkan proses berjalan baik di dalam MBF. Hal ini dapat diketahui dari profil distribusi temperatur, profil distribusi tekanan gas dan profil distribusi gas karbon monoksida dan karbon dioksida<sup>[5]</sup>.

Penelitian MBF saat ini berbasis terhadap eksperimen, dimana biaya yang diperlukan juga tidak sedikit. Selain itu penelitian berbasis eksperimen ini menggunakan metode trial error. Maka diperlukanlah sebuah model penelitian berbasis simulasi pemodelan untuk pengembangan MBF dengan tujuan mempersempit parameter pemilihan variabel *trial error* dan tentunya untuk meningkatkan efektifitas penelitian.

Dengan mengaplikasikan metode simulasi pemodelan pada MBF dan memvariasikan jumlah laju alir udara diharapkan akan mampu memberikan informasi empirik mengenai pengaruh laju alir udara terhadap distribusi temperatur, distribusi tekanan dan juga distribusi gas karbon monoksida dan karbon dioksida MBF.

## METODE

Geometri yang digunakan pada penelitian ini menggunakan data MBF yang dikembangkan oleh Anyang Steel yang memiliki inner volume 300 m<sup>3</sup>. Geometri yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 1. Adapun data-data *properties* dari MBF 300 m<sup>3</sup> disajikan dalam Tabel 1, Tabel 2, Tabel 3 dan Tabel 4.



Gambar 1. Mesh geometri 2 dimensi MBF



**Tabel 1. Data dimensi MBF 300 m<sup>3</sup> Anyang Steel <sup>[2]</sup>**

<i>Items</i>	<i>Unit</i>	<i>Parameter</i>
<i>BF Inner volume</i>	m <sup>3</sup>	300
<i>Dia.of throat</i>	mm	3700
<i>Dia.of belly</i>	mm	5600
<i>Dia of hearth</i>	mm	4900
<i>Height of throat</i>	mm	1800
<i>Height of shaft</i>	mm	9300
<i>Height of belly</i>	mm	1100
<i>Height of bosh</i>	mm	2800
<i>Height of hearth</i>	mm	2600
<i>Effective working heighth</i>	mm	17600
<i>Bosh angle</i>	°	81.51
<i>Shaft angle</i>	°	84.25

**Tabel 2. Data operasi MBF Anyang Steel <sup>[2]</sup>**

<i>Descriptions</i>	<i>Unit</i>	<i>Parameters</i>
<i>Produktifitas</i>	t/m <sup>3</sup> ·d	2.611
<i>Smelting Intensity</i>	t/m <sup>3</sup> ·d	1.531
<i>Coke rate</i>	kg/thm	510
<i>PCI rate</i>	kg/thm	76
<i>Fuel rate</i>	kg/thm	586
<i>Top Gas Temperatur</i>	°C	150
<i>Blast Temperature</i>	°C	1100
<i>Oxygen enrichment</i>	%	1.2
<i>Indirect reduction ratio</i>	-	0.52
<i>Hot metal temperature</i>	°C	1450
<i>Si in hot metal</i>	%	0.70
<i>S in hot metal</i>	%	0.03
<i>Slag basicity</i>	-	1.2
<i>Slag volume</i>	Kg/thm	400

**Tabel 3. Material balance dari Anyang Steel MBF <sup>[2]</sup>**

	Kilogram/ton Hot metal	Persentase (%)
<b>Material Input</b>		
<i>Iron bearing burden</i>	1758	42.7
Flux dan limestone	35	0.8
Kokas	510	12.4
Batubara sebagai PCI	76	1.8
<i>Blast panas</i>	1739	42.2
<b>Total</b>	<b>4118</b>	<b>100</b>
<b>Material Output</b>		
<i>Hot Metal</i>	1000	24.3
<i>Slag</i>	450	10.9
<i>Top Gas</i>	2524	12.4
<i>Moisture</i>	70	1.8
<i>Dust</i>	74	42.2
<b>Total</b>	<b>4118</b>	<b>100</b>

**Tabel 4. Data komposisi material yang digunakan pada berbagai blast furnace di cina <sup>[2]</sup>**

	Iron Ore	Sinter
<b>Chemical Analysis, %</b>		
Fe	40-45	53-54
FeO	-	11-12
CaO	8	10.5-12
SiO <sub>2</sub>	13-14	8.5-9
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	-
MgO	1	2.5
S	0.03- 0.04	
Tumbler Index	-	81-82
Basisitas	-	1.2-1.4
<b>Karakteristik Kokas, %</b>		
<i>Ash</i>		13.5-14
Senyawa Volatil		0.7-1.4
Sulfur		0.25-0.75
<i>Moisture</i>		7.5-8.0
<i>Size (mm)</i>		25-60

Setelah melakukan itu dilakukan proses *meshing*, dimana *meshing* adalah membagi model menjadi elemen-elemen kecil yang seragam dengan tujuan agar analisa akan semakin detail pada setiap titik dalam keseluruhan model tersebut <sup>[4]</sup>.

Dalam pemodelan ini terdapat pembebanan yang digunakan dimana beban tersebut merupakan laju alir udara yang divariasikan menjadi 10,36 kg/s (-30%), 14,81 kg/s (0%), 19,25 kg/s (30%).

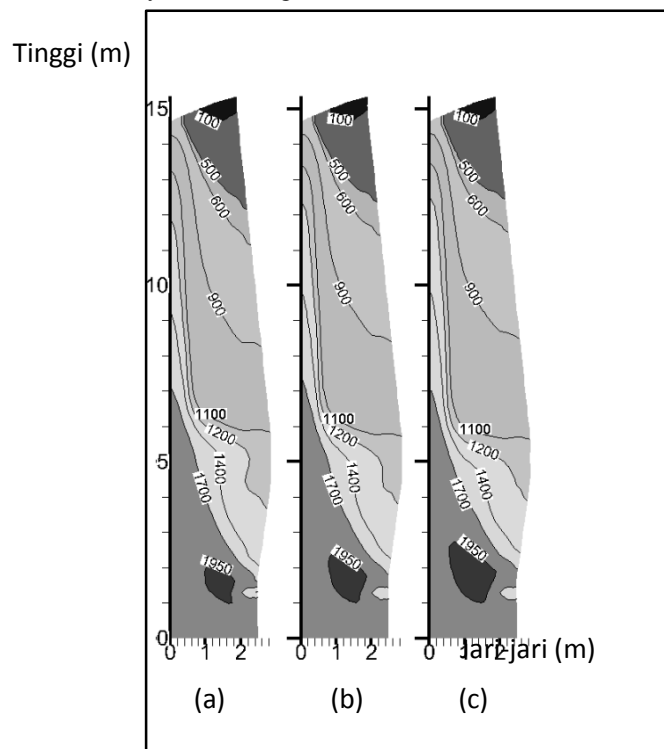
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada proses validasi penelitian ini menggunakan inputan data yang merujuk pada data operasi MBF Anyang Steel, sehingga dapat diketahui kevalidan dari proses pemodelan dengan membandingkan hasil perhitungan secara pemodelan dengan data operasi MBF Anyang Steel.

**Tabel 5. Perbandingan perhitungan dan pengukuran MBF Anyang Steel**

Parameter Operasi	Unit	Hasil		Error
		Pengukuran	Perhitungan	
Produktifitas	t/m <sup>3</sup> /d	2,611	2,6136	0,1%
Laju Slag	Kg/thm	524	519,875	0,78%
Laju Gas Buang	Kg/thm	2594	2573,626	0,79%
Temperatur Gas Buang	°C	150	150,09	0,06%
Kandungan Si dalam Hot Metal	%	0,70	0,644	8%

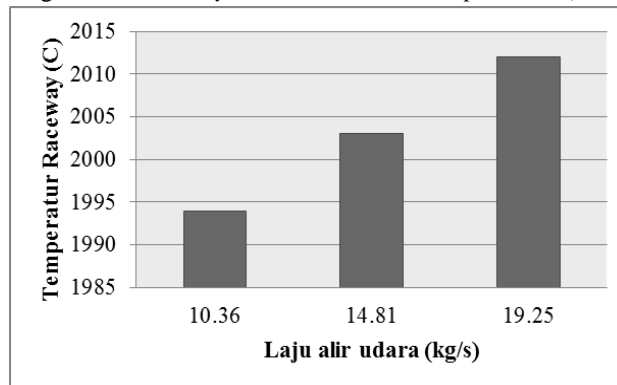
Dengan menggunakan margin *error* sebesar 10% [6] maka dapat disimpulkan bahwa program pemodelan untuk penelitian MBF Anyang Steel telah layak untuk digunakan.



**Gambar 2. Perbandingan distribusi temperatur dengan variasi laju alir udara (kg/s) (a) 10,36, (b) 14,81 dan (c) 19,25**

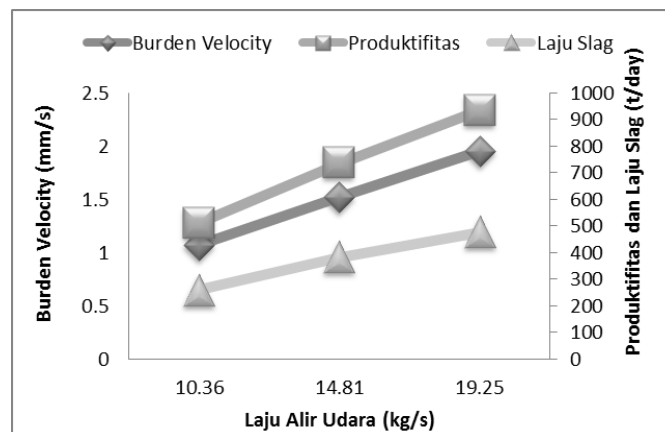
Pada penelitian ini, akan terjadi peningkatan temperatur yang tidak terlalu signifikan seiring dengan meningkatnya laju alir udara (Gambar 2). Hal ini sesuai dengan teori yang ada bahwa peningkatan laju alir udara akan meningkatkan profil temperatur disebabkan kecepatan pembakaran kokas atau batu bara menjadi lebih cepat [7]. Akibatnya akan terjadi peningkatan temperatur didalam MBF. Peningkatan temperatur yang signifikan hanya pada bagian bawah karena konsumsi oksigen sangat besar pada daerah ini yaitu mencapai 90 % dari jumlah oksigen yang diinjeksikan [8].

Perbedaan distribusi temperatur pada bagian bawah dikarenakan adanya peningkatan *Raceway Adiabatic Flame Temperature* (RAFT) yang tidak signifikan pula. Hal ini terjadi karena jumlah oksigen yang meningkat di dalam mini blast furnace akan meningkatkan *Raceway Adiabatic Flame Temperature* (RAFT) [9].



Gambar 3. Grafik peningkatan *raceway adiabatic flame temperature*

Temperatur terendah dari MBF terjadi pada bagian atas (Gambar 2). Dari perhitungan pemodelan tidak terjadi perbedaan karena pengaruh variasi laju alir udara. Hal ini karena adanya daerah *isothermal zone* atau *reverse zone* yang terbentuk pada MBF. Daerah *isothermal zone* atau *reverse zone* ini memiliki perpindahan panas yang sangat sedikit [10].

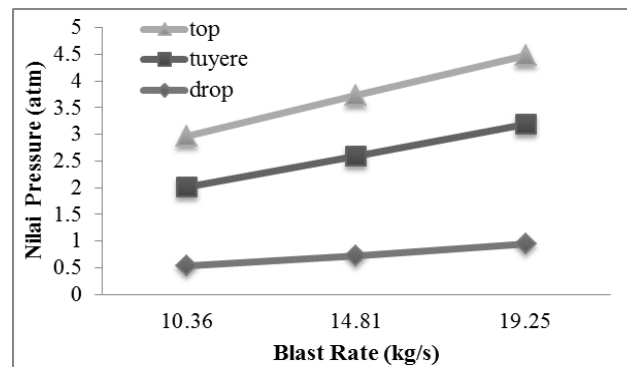


Gambar 4. Grafik peningkatan kecepatan burden material turun dan peningkatan produktifitas

Kecepatan burden material turun dari bagian atas MBF menuju bagian bawah MBF akan semakin meningkat seiring dengan peningkatan laju alir udara (Gambar 4). Kecepatan *burden material* ini sangat penting, karena semakin cepat *burden material* yang turun maka dalam satu hari akan semakin banyak burden material yang diproses sehingga akan meningkatkan produktifitas *hot metal* dan laju slag [5].

Selain itu, semakin besar laju alir udara maka akan meningkatkan tekanan MBF (Gambar 5). Dengan demikian hal ini sesuai dengan hukum termodinamika bahwa dengan kenaikan temperatur pada MBF akan menaikkan tekanan pada MBF [3].

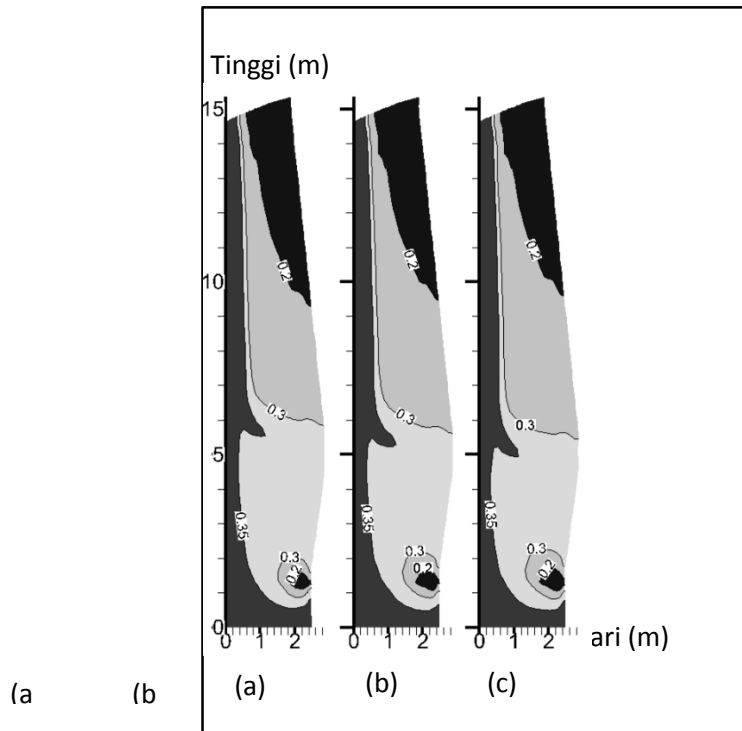
Gambar 5. Perbandingan distribusi tekanan dengan variasi laju alir udara (kg/s) (a) 10,361, (b) 14,819 dan (c) 19,252



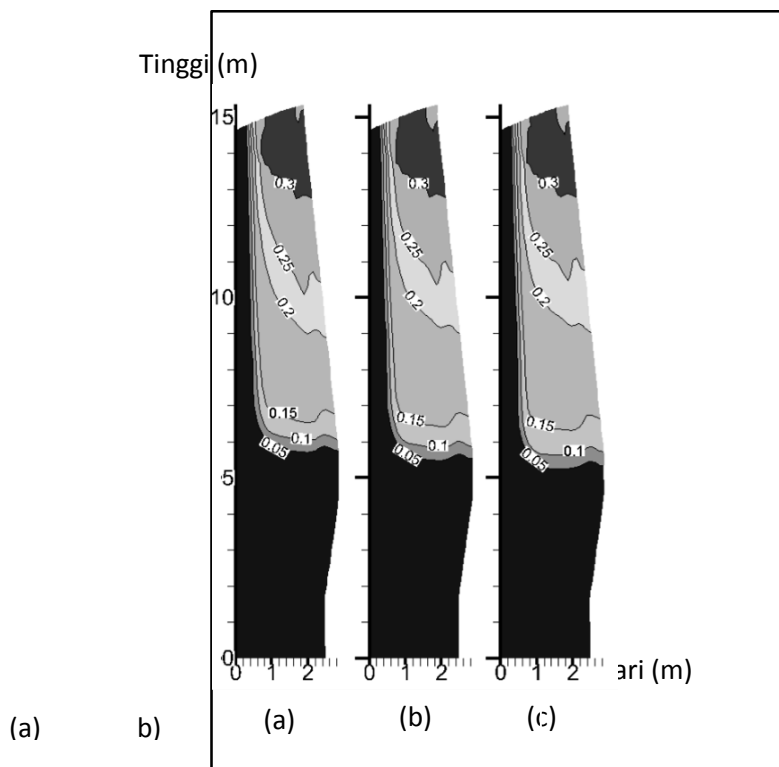
Gambar 6. Grafik peningkatan *pressure drop* MBF

*Pressure drop* akan semakin besar seiring dengan peningkatan laju alir udara (Gambar 6). Hal ini karena dengan peningkatan jumlah laju alir udara otomatis akan meningkatkan kecepatan blast, kecepatan blast ini akan membuat *voidage* atau kekosongan menurun<sup>[11]</sup>. Ketika *voidage* menurun maka hambatan gas untuk naik akan meningkat sehingga gas akan banyak kehilangan energi kinetik. Kehilangan energi ini yang menyebabkan *pressure drop*. *Pressure drop* yang terlalu besar akan menyebabkan *hanging*, *slips* dan *flooding* pada MBF sehingga akan membuat operasi MBF memburuk<sup>[9]</sup>.

Pada penelitian ini, profil fraksi volume CO dan CO<sub>2</sub> tidak mengalami perbedaan karena penambahan laju alir udara (Gambar 7 dan Gambar 8). Gas CO banyak terbentuk pada daerah bawah MBF, karena pada daerah ini banyak terdapat karbon statik yang bereaksi dengan oksigen hasil suplai dari blower sehingga menghasilkan CO. Banyak terdapat gas CO<sub>2</sub> pada bagian bawah MBF, karena dalam daerah ini CO<sub>2</sub> dihasilkan dari reaksi *full combustion* yaitu reaksi pembakaran karbon dengan oksigen<sup>[3]</sup>.

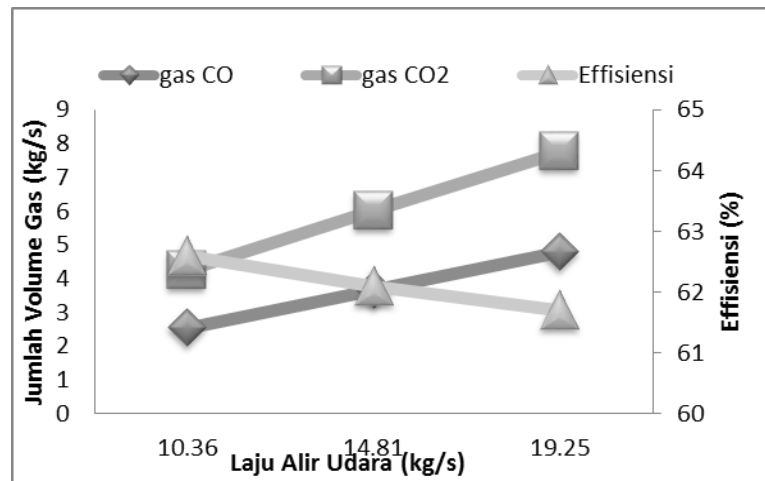


**Gambar 7. Perbandingan distribusi fraksi CO dengan variasi laju alir udara (kg/s) (a) 10,36, (b) 14,81 dan (c) 19,25**



**Gambar 8. Perbandingan distribusi fraksi CO<sub>2</sub> dengan variasi laju alir udara (kg/s) (a) 10,36, (b) 14,81 dan (c) 19,25**

Dengan menggunakan pemodelan ini tidak hanya dapat menggambarkan profil distribusi fraksi volume CO dan CO<sub>2</sub> akan tetapi juga dapat menentukan jumlah CO dan CO<sub>2</sub> yang dihasilkan dari pembakaran. Berikut ini grafik jumlah CO, CO<sub>2</sub> dan efisiensi dari hasil perhitungan dengan pemodelan.



Gambar 9. Grafik jumlah CO atau CO<sub>2</sub> pada top gas dan penurunan efisiensi

Seiring dengan penambahan laju alir udara akan meningkatkan jumlah CO dan CO<sub>2</sub> yang dihasilkan pada MBF (Gambar 9). Hal ini karena jumlah oksigen yang bereaksi dengan karbon semakin banyak sehingga jumlah CO yang dihasilkan juga semakin banyak. Peningkatan jumlah CO akan diiringi dengan peningkatan jumlah CO<sub>2</sub> karena CO akan bereaksi dengan hematit, magnetit dan wustite dengan menghasilkan CO<sub>2</sub>. Sehingga semakin banyak jumlah CO yang bereaksi maka semakin banyak pula CO<sub>2</sub> yang dihasilkan [5].

Nilai efisiensi dari MBF tidak berubah signifikan seiring dengan penambahan laju alir udara (Gambar 9). Nilai efisiensi dari MBF akan terus menurun seiring dengan penambahan laju alir udara. Hal ini terjadi karena kecepatan blast yang meningkat akan menurunkan waktu kontak antara gas dan beban material, sehingga pada *indirect reduction* masih ada CO yang belum sempat bereaksi dengan wustite, magnetit dan hematit untuk membentuk gas CO<sub>2</sub>, sehingga rasio CO/CO<sub>2</sub> pada top gas akan meningkat. Hal inilah yang menyebabkan efisiensi MBF terus menurun [5].

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini akan terjadi peningkatan profil temperatur seiring dengan penambahan laju alir udara. Kenaikan profil temperatur ini akan menaikkan beban velocity dan produktivitas MBF, dimana produktivitas tertinggi diperoleh dari variasi blast 19,25 kg/s dengan nilai 934,8 t/day. Selain itu, penambahan laju alir udara juga akan mempengaruhi profil tekanan pada MBF. Semakin tinggi laju alir udara yang digunakan maka profil tekanan akan naik. Akan tetapi, *pressure drop* juga akan naik seiring dengan kenaikan blast, dimana *pressure drop* tertinggi diperoleh dari variasi laju alir 19,25 kg/s dengan nilai 0,94 atm. Penambahan laju alir udara pada penelitian ini tidak akan mempengaruhi fraksi volume gas CO dan gas CO<sub>2</sub> pada MBF. Akan tetapi jumlah gas CO dan gas CO<sub>2</sub> akan terus meningkat seiring dengan peningkatan laju alir udara. Nilai tertinggi diperoleh dari nilai laju alir udara 19,25 kg/s. Akan tetapi, dengan peningkatan laju alir udara akan mengurangi efisiensi MBF dimana efisiensi MBF tertinggi diperoleh dari variasi laju alir udara 10,36 kg/s.

## REFERENSI

- [1] Sandi dan S. Pintowantoro, Studi pengaruh rasio mineral tembaga malasit dengan batubara terhadap temperatur yang ada dalam mini blast furnace, ITS, Surabaya, 2014.
- [2] Chatterjee, Amit, R. Singh and B. Pandey, *Metallurgy for Steelmaking-Production and Use*, Allied Publisher Ltd., New Delhi, 2001.
- [3] Rahmat, A., *Studi Desain Blast Furnace Kapasitas 5000 Ton/Hari Dengan Sumber Reduktan Arang Berbasis Pemodelan*, ITS, Surabaya, 2016.
- [4] Yasfi, Fakhreza A, dan Sungging P, *Studi Pemodelan Proses ekstraksi Bijih Nikel Laterit Pada Mini Blast Furnace Menggunakan Metode Elemen Hingga*, ITS, Surabaya, 2016.
- [5] Biswas, A.K., *Principles of Blast Furnace Ironmaking*, 1st Indian Ed, SBA Publication., Kolkata, 1984.
- [6] Wonnacott, T.H. and Wonnacott, R.J., *Introductory statistics*, Vol. 19690, Wiley., New York, 1972.
- [7] Patterson, W., Siepmann, H., Pacyna, H., *Giesserei Tech, Wiss. Beihette*, Vol 13, Oct., 1961, pp. 239-252.

- [8] Heynert, G and J Willems. *Stahl u Eisen*, 79,. 1959, pp. 1545-1554.
- [9] Geerdes, M., Toxopeus, H., & van der Vliet, C., *Modern Blast Furnace Ironmaking: An Introduction*. IOS Press., Ijmuiden, 2009.
- [10] B.I. Kitaev, Yu. G. Yaroshenko and V.D. Suchkov, *Heat Transfer in Shaft Furnaces*, Metallurgizdat, Sverdlovsk, Moscow, 1957.
- [11] Thibaut. CH. *Cir inform techns.*, 1958, pp. 1863-1877.



## **Rancang Bangun dan Uji Performa Dry-Magnetic Separator**

**Agus Junaedi<sup>1,a</sup>, Fajar Nurjaman<sup>2</sup>, Yusup Hendronursito<sup>3</sup>, Suharto<sup>4</sup>**

<sup>1,2,3,4</sup> Balai Penelitian Teknologi Mineral – LIPI, Jl. Ir. Sutami KM. 15 Tanjung Bintang, Lampung Selatan

<sup>a</sup>e-mail: sayangga1@gmail.com

### **Abstrak**

*Proses benefisiasi merupakan tahapan awal dalam proses pengolahan mineral untuk memisahkan mineral utama dengan senyawa pengotor yang terkandung dalam batuan mineral tersebut. Magnetic separator merupakan salah satu alat benefisiasi yang mampu memisahkan mineral utama dengan senyawa pengotor berdasarkan sifat magnetiknya. Dalam percobaan ini telah dirancang bangun sebuah alat dry-magnetic separator, type belt conveyor, dengan dimensi 1700 mm x 530 mm x 1300 mm. Seperti pada umumnya belt conveyor, alat ini terdiri dari dua buah drum berputar, yaitu head dan tail, dengan dimensi 330 mm x 250 mm. Pada alat magnetic separator dalam percobaan ini, magnet batang sebanyak 10 buah dengan kuat medan magnet tiap batangnya 500 Gauss diletakkan pada bagian dalam head. Head/drum penggerak, digerakkan oleh sebuah motor listrik dengan daya 750 Watt, yang dilengkapi dengan inverter untuk mengatur putaran motor. Uji performa alat magnetic separator telah dilakukan untuk meningkatkan kandungan Fe pada pasir besi. Dari hasil uji performa dry-magnetic separator tersebut diperoleh peningkatan kandungan mineral Fe dari 29,9% menjadi 47%.*

Kata Kunci : Benefisiasi, mineral, dry-magnetic separator, belt conveyor.

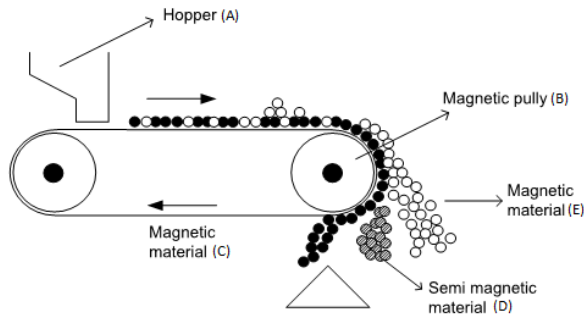
### **PENDAHULUAN**

Magnet adalah benda yang mampu menarik benda-benda disekitarnya. Setiap benda memiliki sifat kemagnetan. Kemagnetan adalah kemampuan benda tersebut untuk menarik benda-benda lain disekitarnya. Kata magnet diambil dari nama daerah di asia yaitu Magnesia, di tempat inilah bangsa Yunani menemukan sifat magnetik dari bebatuan yang mampu menarik biji besi.<sup>[1]</sup> Mineral-mineral yang memiliki sifat kemagnetan tinggi akan tertarik oleh medan magnet dan dikelompokkan sebagai mineral magnetik. Sedangkan mineral-mineral yang tidak memiliki sifat kemagnetan, tidak akan merespon atau terpengaruh ketika dilewatkan pada medan magnet. Mineral-mineral ini tidak akan tertarik oleh medan magnet dan dikelompokkan sebagai mineral non-magnetik.

Pemisahan secara magnetik terjadi karena adanya perbedaan sifat fisik antar mineral magnetik dan non-magnetik sehingga keduanya dapat dipisahkan berdasar sifat magnetnya.<sup>[2]</sup> Umumnya mineral magnetik mengandung senyawa mineral logam utama dan dikenal dengan istilah “konsentrat”, sedangkan untuk senyawa mineral non-magnetik merupakan senyawa pengotor dan dikenal dengan istilah “tailing”. Mineral semi magnetik akan berada diantara mineral magnetik dan non-magnetik, atau dikenal dengan istilah *middling*. Berdasarkan jenis magnetnya, umumnya magnetic separator dikelompokkan menjadi magnet permanen dan non-permanen. Kedudukan dan kuat medan magnet permanen yang tetap pada posisinya, menyebabkan medan magnet selama proses akan ikut tetap<sup>[3]</sup>. Sebaliknya pada magnet non-permanen, kuat medan magnet dapat diatur dengan mengubah arus listrik yang masuk ke dalam kumparan. Perbedaan arus dapat menyebabkan perubahan jarak medan magnet terhadap daerah aliran muatan sehingga akan terjadi perubahan pemisahan antara mineral magnetik (konsentrat), semi magnetik (*middling*) dan non-magnetik (*tailing*).

Mekanisme pemisahan mineral menggunakan magnetic separator seperti ditunjukkan pada Gambar 1 berikut. Mineral yang bersifat ferromagnetik akan tertarik ke daerah dengan kuat medan magnet paling besar (produk C)

untuk mineral magnetik, kemudian para magnetik (produk D) untuk mineral semi magnetik dan diamagnetik (produk E) untuk mineral non magnetik.



Keterangan:

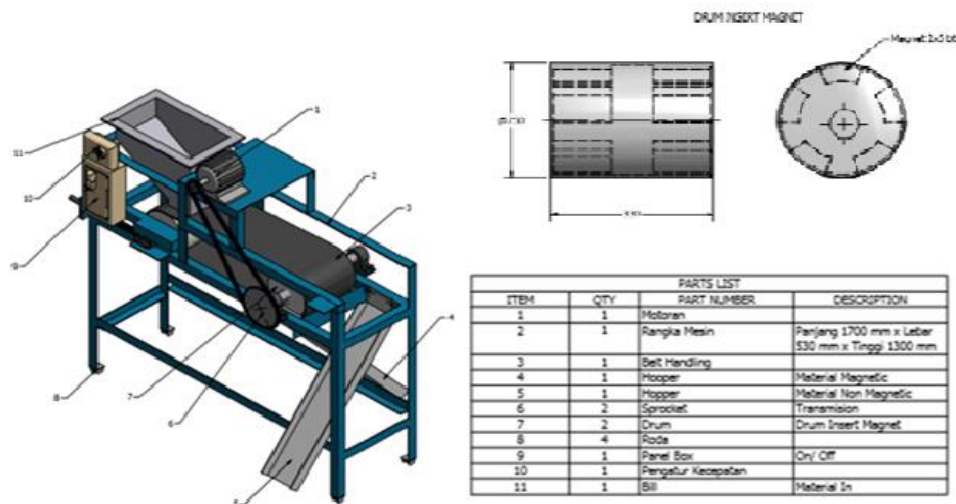
- A. Hopper (wadah umpan)
- B. Magnit
- C. Produk : magnetik
- D. Produk : semi magnetik
- E. Produk non magnetik

**Gambar 1. Mekanisme proses pemisahan**

Dalam penelitian ini telah dilakukan rancang bangun dry-magnetic separator tipe belt conveyor dengan menggunakan magnet permanen. Uji performa terhadap alat tersebut dilakukan untuk meningkatkan kandungan unsur Fe dalam mineral pasir besi.

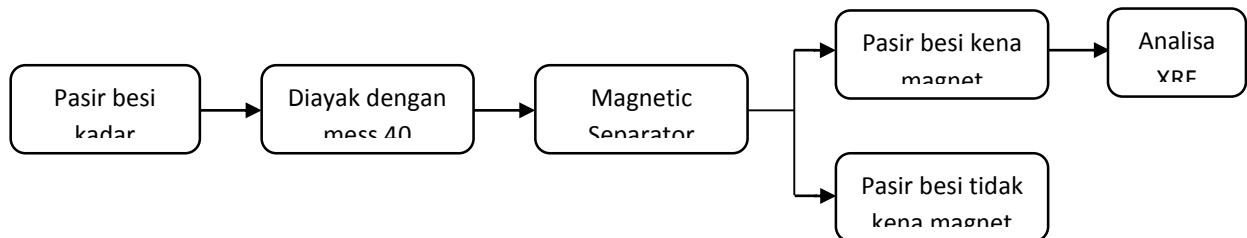
**METODE**

Proses rancang bangun alat magnetic separator dalam percobaan ini diawali dengan perancangan/desain alat dry-magnetic separator type belt conveyor dengan magnet permanen. Seperti belt conveyor pada umumnya, alat ini terdiri dari dua buah drum berputar, yaitu head dan tail. Magnet permanen ditempatkan hanya pada bagian tail. Motor listrik digunakan untuk menggerakkan head, sehingga belt yang berada di atasnya akan bergerak. Proses konstruksi alat magnetic separator tersebut dilakukan dengan mengacu pada hasil rancangan yang telah dilakukan, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.



**Gambar 2. Desain alat magnetic separator type belt conveyor dengan magnet permanen**

Selanjutnya dilakukan uji performa terhadap alat tersebut yang digunakan untuk meningkatkan nilai kandungan unsur Fe dalam pasir besi kadar rendah. Sebelum dimasukkan kedalam alat magnetic separator, terlebih dahulu dilakukan proses pengayakan terhadap pasir besi kadar rendah hingga diperoleh ukuran -40 mesh. Selanjutnya, pasir besi dilewatkan kedalam alat tersebut sehingga diperoleh produk magnetik dan non-magnetik. Produk magnetik merupakan produk yang kaya akan unsur Fe (konsentrat). Analisa XRF dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur Fe dari partikel pasir besi yang tertarik oleh magnet. Berikut adalah Gambar 3 yang menunjukkan diagram alir uji performa alat magnetic separator dalam percobaan ini.



**Gambar 3. Diagram Alir Percobaan Magnetic Separator**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dry-magnetic separator type belt conveyor dalam percobaan ini memiliki dimensi 1700 mm x 530 mm x 1300 mm. Alat ini terdiri dari sebuah hopper, yaitu wadah untuk mengumpalkan bahan baku ke dalam belt conveyor. Komponen drum berputar, yaitu head dan tail, dengan dimensi masing-masing adalah  $\varnothing 330$  mm x 250 mm. Magnet permanen sebesar 500 Gauss ditempatkan pada bagian head. Motor penggerak belt conveyor, dengan daya 750 watt, dihubungkan ke bagian tail dengan menggunakan transmisi *chain* dan *sprocket*. Motor listrik pada alat ini dilengkapi dengan inverter yang berfungsi untuk mengatur kecepatan belt conveyor. Head dan tail akan berputar sehingga belt serta batuan mineral yang terletak di atasnya akan bergerak. Batuan mineral tersebut akan bergerak dari hopper menuju tail, dimana batuan mineral yang mengandung senyawa bersifat magnetik akan menempel/tertarik kemudian akan jatuh ke bagian hopper keluaran magnetik, sedangkan batuan mineral dengan senyawa yang memiliki sifat non-magnet akan jatuh ke hopper keluaran *non-magnetik* secara gravitasi. Berikut Gambar 4 yang menunjukkan foto alat dry-magnetic separator type belt conveyor hasil rancang bangun dalam percobaan ini.



**(a)**



**(b)**



**(c)**

**Gambar 3. Foto alat: (a) dry-magnetic separator hasil rancang bangun, (b) tail dengan magnet permanen pada bagian dalamnya, (c) pengukuran kuat medan magnet permanen menggunakan Gauss meter**

Pasir besi merupakan mineral yang mengandung senyawa logam oksida berupa  $Fe_3O_4$  (magnetit) dan  $FeTiO_3$  (ilmenit), serta senyawa pengotor non-logam (impurities) berupa  $SiO_2$ .<sup>[4-5]</sup> Senyawa magnetit dan ilmenit memiliki sifat kemagnetan yang tinggi. Kedua senyawa akan tertarik oleh medan magnet yang rendah sekalipun. Sedangkan  $SiO_2$  merupakan senyawa non-magnetik. Oleh karena senyawa oksida mengandung besi dalam pasir besi ( $Fe_3O_4$  dan  $FeTiO_3$ ) dapat dimurnikan/dibenefisiasi dengan menggunakan magnetik separator, dengan intensitas kuat medan magnet yang rendah.

Dalam percobaan ini telah dilakukan uji perfoma terhadap *dry-magnetic separator* hasil rancang bangun untuk memisahkan senyawa logam besi oksida dengan senyawa pengotor yang terkandung dalam pasir besi. Sebanyak 5 Kg pasir besi dilewatkan kedalam magnetic separator tersebut dengan kecepatan putar drum (head dan tail) sebesar 16,1 Rpm. Proses pemisahan tersebut berlangsung selama kurang lebih 60 detik. Proses pengulangan dilakukan sebanyak empat kali. Dari hasil percobaan, seperti tampak pada Tabel 1, diperoleh bahwa sebanyak 89% atau 4,45 Kg pasir besi tertarik oleh magnet, sebaliknya hanya sekitar 10,8% atau 0,54 Kg dari material pasir besi yang tidak tertarik oleh magnet. Dari hasil analisa XRF, tampak bahwa terjadi peningkatan nilai kandungan Fe dalam mineral pasir besi setelah dilewatkan ke dalam magnetic separator, seperti yang ditunjukkan oleh Tabel 2. Dimana pasir besi dengan kandungan Fe sebesar 29,9% mengalami peningkatan menjadi 47% setelah dilewatkan dalam magnetic separator yang dirancang bangun dalam percobaan ini.

**Tabel 1. Percobaan Uji Perfoma Magnetic Separator pada proses benefisiasi pasir besi**

Sampel	Berat sebelum dimagnet (kg)	Berat Kena Magnet (kg)	Berat tidak Kena Magnet (kg)
S1	5	4,45	0,55
S2	5	4,50	0,50
S3	5	4,35	0,60
S4	5	4,49	0,51
<b>Nilai Rerata</b>		<b>4,45</b>	<b>0,54</b>

**Tabel 2. Hasil Analisa % FE Pasir Besi dengan Magnetic Separator**

Sampel	% Fe	%Fe rerata
Sebelum	29,913	<b>29,913</b>
S1	53,847	<b>47</b>
S2	46,637	
S3	38,749	
S4	48,766	

**KESIMPULAN**

Dry-magnetic separator type belt conveyor dengan kuat medan magnet 500 Gauss telah dirancang bangun dan menunjukkan uji performa yang cukup baik dalam proses pemisahan senyawa logam oksida besi dengan senyawa pengotor dalam pasir besi. Dari hasil uji performa tersebut diperoleh peningkatan kadar Fe dalam pasir besi dari 29,9% menjadi 47%.

#### **REFERENSI**

- [1]. Information on <http://www.softilmu.com/>
- [2]. Muhammad Amin, Suharto, Yayat Iman, M.Yunus, Agus Junaedi. Benefesiasi bijih besi dengan cara fisik menggunakan metode magnetic separator. Proseding seminar fisika dan aplikasinya 2013
- [3]. Gaudin A.M, and Speden,H.R. 1943. Magnetic Seperation of Sulphide Mineral. Technical Publication No. 1549. A.I.M.E. New York Meeting.
- [4]. Fatni Mufit, Fadhillah, Harman Amir, Satria Bijaksana. Kajian tentang Sifat Magnetik Pasir Besi dari Pantai Sunur, Pariaman, Sumatera Barat. Jurnal Geofisika 2006.
- [5]. Luthfiana Dysi Setiawati, Tito Prastyo Rahman, Dwi Wahyu Nugroho, Nofrizal, Radyum Ikono, Suryandaru, Yuswono, Siswanto, Nurul Taufiqu Rochman. Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung 2013.

## **Pengaruh Ukuran Butir terhadap kelarutan Kasiterit**

**Ariyo Suharyanto dan Latifa Hanum Lalasari**

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material  
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia  
[ariyo002@lipi.go.id](mailto:ariyo002@lipi.go.id)

### **Abstrak**

*Indonesia merupakan salah satu negara yang kaya akan sumber daya alam termasuk sumber daya mineral logam. Cadangan mineral logam yang berlimpah menjadi peluang untuk memanfaatkan sumber daya mineral tersebut. Mineral kasiterit merupakan sumber utama timah. Mineral kasiterit mempunyai komposisi kimia SnO<sub>2</sub> yg mempunyai konten Sn sebesar 78.77% dan Oksigen sebesar 21.23%. Pada penelitian ini dilakukan percobaan untuk mengetahui Pengaruh Ukuran Butir terhadap kelarutan Kasiterit dengan menggunakan HCl 10 %. Kasiterit yang digunakan adalah berasal dari Pulau Bangka dimana memiliki kandungan unsur Sn sekitar 57 % serta unsur pengotor lainnya.*

*Dari hasil penelitian ini didapatkan bahwa pengaruh dari ukuran butir terhadap kelarutan kasiterit adalah pada ukuran butir -100 +140 merupakan ukuran butir yang paling efektif untuk digunakan sebagai bahan baku penelitian selanjutnya. Dan juga diketahui bahwa terdapat penurunan massa sisa padatan dari pelarutan menggunakan asam klorida/HCl 10 % bahwa semakin kecil ukuran butir dari kasiterit, semakin kecil juga sisa padatannya.*

*Kata Kunci : Kasiterit, asam klorida*

### **Pendahuluan**

Indonesia merupakan salah satu negara yang kaya akan sumber daya alam termasuk sumber daya mineral logam. Cadangan mineral logam yang berlimpah menjadi peluang untuk memanfaatkan sumber daya mineral tersebut. Dalam upaya untuk mengeksploitasi sumber daya mineral tersebut dibutuhkan metode dan teknologi yang efisien untuk mendapatkan hasil yang optimal. Menurut Survei Geologi Amerika Serikat (USGS) menduduki peringkat ke - 6 sebagai negara yang kaya akan sumber daya tambang.<sup>[1]</sup>

Mineral kasiterit merupakan sumber utama timah. Mineral kasiterit mempunyai komposisi kimia SnO<sub>2</sub> yg mpi konten Sn sebesar 78.77% dan Oksigen sebesar 21.23%. Kasiterit dapat ditemukan berwarna kuning kecoklatan, abu - abu kecoklatan sampai hitam gemelapan. Hablurnya bersistem tetragonal dan sering ditemukan berbentuk prisma yg runcing di kedua ujungnya (dwipiramid). Mempunyai sifat yg sangat padat (SG 6.8-7.1) dan keras (6 -7 Mohs). Mineral kasiterit ini biasanya dijumpai pada lapisan sedimen aluvial bersama-sama dengan mineral berat lainnya dalam bentuk pasir/konsentrat.<sup>[2]</sup>

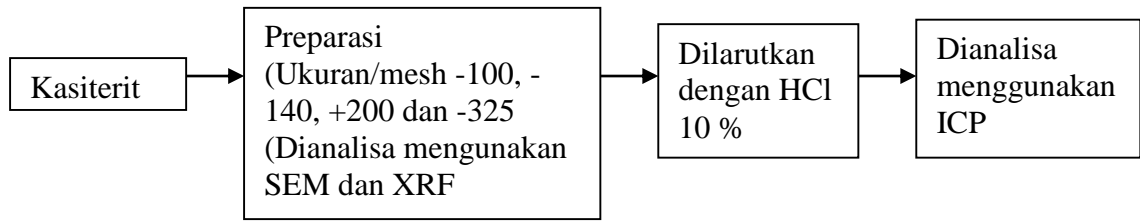
### **Maksud dan Tujuan**

Maksud dan tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh dari ukuran butir/partikel terhadap kelarutan kasiterit, sehingga dapat diketahui ukuran partikel yang optimum yang berguna untuk pengembangan penelitian selanjutnya.

### **Metode Percobaan**

Metode percobaan yang dilakukan adalah seperti pada tahap berikut :

1. Pada percobaan ini digunakan adalah kasiterit dari Pulau Bangka, Indonesia
2. Kemudian kasiterit tersebut di preparasi untuk mendapatkan ukuran partikel tertentu yaitu : -100+140 ; -140 ; +200
3. Kemudian dianalisa menggunakan SEM
4. Setelah mendapatkan ukuran partikel tersebut kemudian sampel dilarutkan dengan menggunakan HCl 10%.
5. Kemudian dianalisa dengan menggunakan XRF dan ICP.



Gambar 1. Diagram alir metoda percobaan.

**Hasil dan Pembahasan**

**Hasil Karakterisasi dengan XRF**

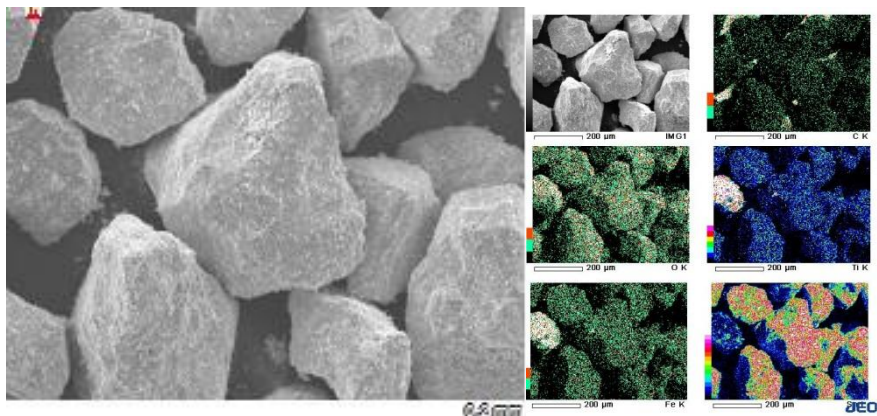
Sebelum dipreparasi kasiterit (*raw material*) yang akan digunakan untuk proses selanjutnya dianalisa terlebih dengan menggunakan *X-ray Fluorescence (XRF)*, untuk mengetahui komposisi unsur unsur yang terkandung dalam kasiterit seperti yang ditunjukkan pada tabel 1.

**Tabel 1.** Hasil analisa XRF mineral kasiterit Bangka.

Elemen	Konsentrasi (hasil XRF)	Satuan (%)	Elemen	Konsentrasi (hasil XRF)	Satuan (%)
Si	1,000	(%)	Ba	0,0364	(%)
P	1,8690	(%)	La	0,6883	(%)
Ca	0,0000	(%)	Ce	1,4790	(%)
Sc	0,0000	(%)	Nd	0,4411	(%)
Ti	0,0000	(%)	Sm	0,3048	(%)
Mn	0,0000	(%)	Yb	0,0552	(%)
Fe	2,4155	(%)	Hf	0,0029	(%)
Y	0,2693	(%)	Ta	0,0380	(%)
Zr	0,0729	(%)	W	0,3757	(%)
Nb	0,0217	(%)	Pb	0,0152	(%)
In	0,0000	(%)	Th	0,3844	(%)
Sn	57,6177	(%)	U	0,0151	(%)

**Hasil Karakterisasi dengan SEM**

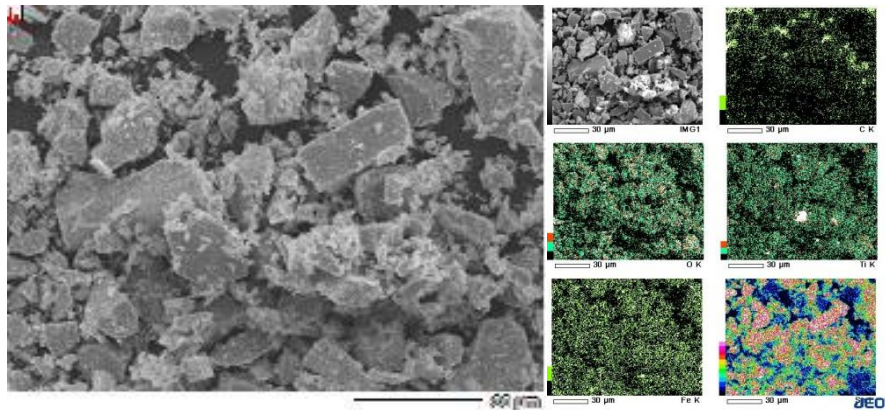
Sebelum dilarutkan kasiterit yang telah di preparasi dengan ukuran/ mesh -100+140, -140, -200 dan -325 dianalisa menggunakan SEM untuk mengetahui kenampakan morfologi dari butiran dan komposisi kimianya secara kualitatif. Berikut adalah hasil dari analisa SEM.



Gambar 2. Morfologi Kasiterit ukuran -100 mesh dengan menggunakan SEM(Perbesan 1000x) dan Mapping EDS.

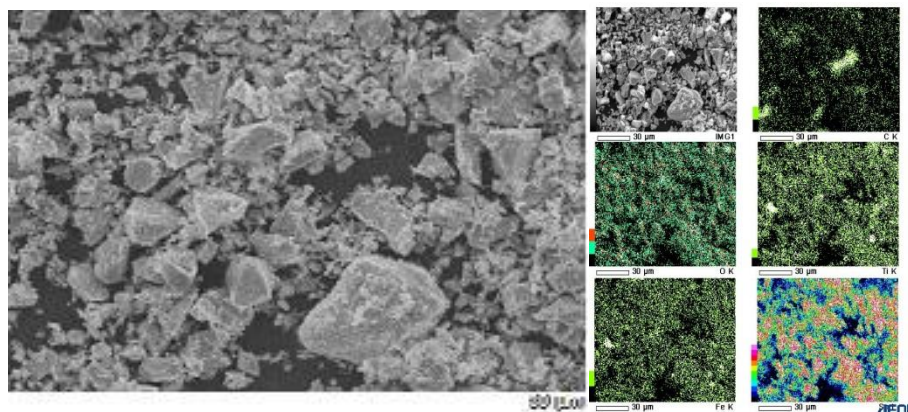
Dari gambar 2. yang merupakan sampel dari kasiterit yang sudah di preparasi dengan ukuran butir -100 + 140 dapat dilihat bahwa morfologi tersebut berbentuk butiran yang relatif heterogen. Dilihat dari hasil SEM – EDS dan mapping menunjukkan bahwa kandungan unsur Sn sangat dominan diikuti dengan unsur pengotor lainnya

Fe dan Ti. Dengan kandungan kuantitatif unsur Sn sekitar 71,02%, Fe 1,68% Ti 0,8 % diikuti dengan unsur lainnya O dan C masing masing 23,14 % dan 3,36 %.



Gambar 3. Morfologi Kasiterit ukuran -140 mesh dengan menggunakan SEM (Perbesaran 1000x), mapping dan SEM EDS.

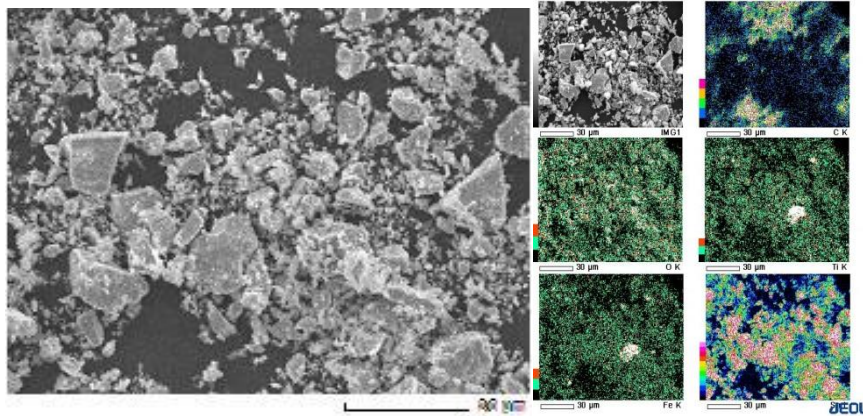
Dari gambar 3. yang merupakan sampel dari kasiterit yang sudah di preparasi dengan ukuran butir - 140 dapat dilihat bahwa morfologi tersebut berbentuk butiran yang tidak teratur, dan memiliki struktur yang berbeda beda. Dilihat dari hasil SEM – EDS dan mapping menunjukkan bahwa kandungan unsur Sn masih dominan, secara kuantitatif sekitar 69 %, disamping unsur lainnya Fe, 1,47 % , Ti 0,49 % , O 23,17 % dan C 5,48%.



Gambar 4. Morfologi Kasiterit ukuran -200 mesh dengan menggunakan SEM (Perbesaran 1000x), mapping dan SEM EDS.

Dari gambar 4. yang merupakan sampel dari kasiterit yang sudah di preparasi dengan ukuran butir - 200 dapat dilihat bahwa morfologi tersebut berbentuk butiran yang tidak seragam cenderung amorf. Sedangkan dilihat dari SEM EDS walaupun masih didominasi oleh Sn akan tetapi kandungan Sn dilihat dari analisa SEM EDS pada ukuran butir ini lebih sedikit dibandingkan dengan ukuran butir ukuran – 100 +140, dengan kandungan unsur secara kuantitatif Sn 69,49 %, Fe 1,96 %, Ti 0,39 %, O 20,92 % dan C 7,27 %.

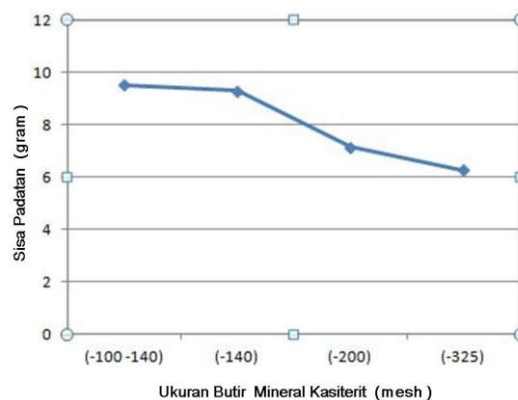




Gambar 5. Morfologi Kasiterit ukuran -325 mesh dengan menggunakan SEM (Perbesaran 1000x), mapping dan SEM EDS.

Sedangkan dari gambar 5. yang merupakan sampel dari kasiterit yang sudah di preparasi dengan ukuran butir - 325 dapat dilihat bahwa morfologi tersebut berbentuk butiran yang tidak teratur pula, didominasi oleh bentuk butiran yang runcing. Dilihat dari hasil analisa SEM EDS pada ukuran butir kali ini masih didominasi oleh Sn akan tetapi kandungan Sn relatif yang paling sedikit dibanding dengan variasi ukuran butir yang lainnya (-100+140, -140, dan -200). Sn 47 %, Fe 1,35 %, Zn 2,15%, Cu 2,33 %, P 0,67 %, O 19,85 %, C 26,97 % dan terdapat unsur tanah jarang Ce 3,86 %.

#### Hasil Kelarutan dan Analisa ICP



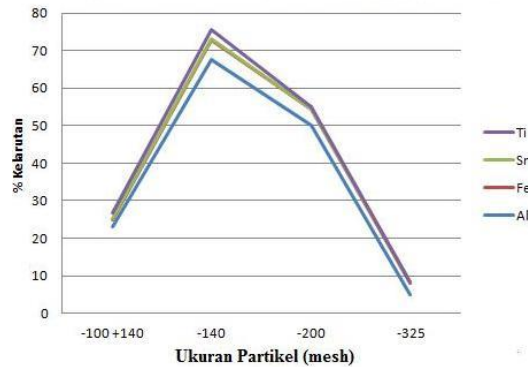
Gambar 6. Grafik ukuran butir terhadap sisa padatan.

Dari grafik diketahui bahwa terdapat penurunan massa sisa padatan dari pelarutan menggunakan HCl 10 % bahwa semakin kecil ukuran butir dari kasiterit, semakin kecil juga sisa padatannya.

Sedangkan hasil filtrat dari variasi ukuran butir tersebut diuji dengan menggunakan ICP-OES untuk mengetahui unsur – unsur yang terkandung di dalam filtrat. Hasil analisa tercantum pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Analisa ICP sampel filtrat kasiterit.

No	Sampel (Ukuran Butir)	(% ) Kelarutan			
		Al	Fe	Sn	Ti
1.	-100 + 140	23,03	2,03	0,10	1,54
2.	-140	67,68	5,21	0,10	2,63
3.	- 200	50,22	4,22	0,08	0,54
4.	- 325	5,05	3,07	0,15	0,01



Gambar 6. Grafik Ukuran Partikel terhadap kelarutan.

### **Kesimpulan**

Dari percobaan tersebut maka dapat disimpulkan :

1. Dari pengamatan dengan menggunakan SEM diketahui bahwa ukuran butir -100 + 140 memiliki bentuk dan ukuran butir yang seragam dan teratur dan secara kuantitatif didominasi oleh unsur unsur Sn sekitar 71,02%, Fe 1,68% Ti 0,8 % diikuti dengan unsur lainnya O dan C masing masing 23,14 % dan 3,36 %
2. Dari grafik diketahui bahwa terdapat penurunan massa sisa padatan dari pelarutan menggunakan HCl 10 % bahwa semakin kecil ukuran butir dari kasiterit, semakin kecil juga sisa padatannya.

### **Daftar Pustaka**

- [1]. <http://minerals.usgs.gov/>
- [2]. Wills, B.A., Napier-Munn, T.J. October 2006, Elsevier Science & Technology Books, ISBN: 0750644508, Mineral Processing Technology, An Introduction to the Practical Aspects of Ore treatment and Mineral Recovery, p. 4.

## Investigasi Struktur Mikro secara 3 Dimensi terhadap Korosi Temperatur Tinggi Material *Tube Boiler*

Andi Rustandi<sup>1,a</sup>, Ariyana Dwiputra Nugraha<sup>1,b</sup>

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok, Indonesia

<sup>a</sup> [rustandi@metal.ui.ac.id](mailto:rustandi@metal.ui.ac.id)

<sup>b</sup> [ariyana.dp@gmail.com](mailto:ariyana.dp@gmail.com)

### Abstrak

*Material tube yang dioperasikan pada temperatur tinggi, cepat atau lambat akan mengalami suatu kerusakan, karena selain temperatur juga dipengaruhi oleh lingkungan korosif, tekanan & tegangan, baik statis maupun dinamis. Tube boiler yang mengalami indikasi kegagalan yaitu tube dengan material SA213 dengan unsur dominan paduan adalah Cr dan Ni. Material dengan spesifikasi tersebut merupakan material stainless steel yang seharusnya tahan terhadap korosi, sehingga dianggap perlu dilakukan pengujian dilaboratorium guna menjawab kecurigaan adanya indikasi kegagalan. Metodologi analisis dan identifikasi yang dilakukan adalah dengan pengamatan struktur mikro secara 3 Dimensi ditunjang dengan pengujian mekanik lainnya yaitu pengamatan visual, pengujian kekerasan, pengujian komposisi kimia menggunakan SEM dan EDAX serta pengujian komposisi kimia material menggunakan spectrum analyzer. Pengamatan menggunakan mikroskop optik menunjukkan bahwa kondisi struktur mikro tube berupa austenite dan hasil pengamatan 3D metallography menunjukkan tube telah mengalami micro crack dengan kedalaman terukur 1200  $\mu\text{m}$ . Setelah dilakukan pengujian metallograpy kemudian dilakukan pengujian hardness dengan satuan hardness vickers (HV) didapatkan hardness minimum sebesar 222 HV dan hardness maksimum sebesar 230 HV. Pengujian komposisi kimia deposit menunjukkan tidak ditemukan adanya kandungan unsur kimia dari air laut pencetus korosi seperti sodium dan chlorine yang masuk ke sistem uap air, sehingga korosi yang terjadi merupakan korosi oksidasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada tube telah terjadi korosi oksidasi yang ditandai dengan adanya microcrack pada batas butir dan telah terbentuk deposit oksida sehingga akan menyebabkan fenomena overheating.*

**Kata Kunci** : 3D metallography, oxidation, microcrack.

### PENDAHULUAN

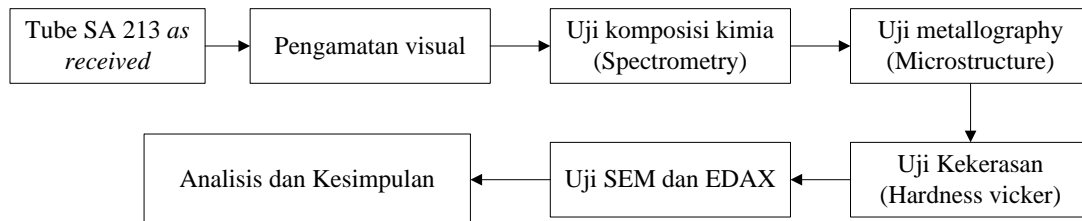
*Tube boiler yang terkena aliran gas panas hasil pembakaran menjadi paling rentan terhadap kegagalan. Kegagalan komponen kritis material yang beroperasi pada temperatur tinggi memiliki ciri khusus yaitu kerusakan awal yang tidak teramati secara visual, tetapi struktur mikronya secara perlahan terdeformasi akibat terpapar termal yang cukup lama [8,11], ketahanan mekanik menurun [11], hingga pada saat tertentu terjadi peningkatan laju perambatan retak, dan pada kasus tertentu pada pipa atau tube terjadi penggelembungan yang berakhir dengan kegagalan. Dalam aplikasinya berbagai modus kegagalan berperan, seperti korosi temperatur tinggi dengan scaling dan fouling-nya, kelebihan tekanan operasi, pemanasan berlebih [8,10,11], mungkin terjadi faktor manusia akibat kesalahan prosedur pengoperasian alat. Tetapi dengan analisis kegagalan dapat diketahui modus yang paling dominan yang mengakibatkan kegagalan.*

Penelitian yang dilakukan oleh J. Ahmada, J. Purbolaksonob, dan L.C. Benga [9], terhadap *tube boiler* yang mengalami kegagalan menunjukkan bahwa kegagalan dapat terjadi karena proses pemanasan dan pendinginan serta adanya pengaruh material asing pada *tube*. Dalam penelitian tersebut memperlihatkan dinding *tube* pecah karena tidak adanya aliran air akibat adanya deposit dalam *tube* sehingga diidentifikasi sebagai akar penyebab utama kegagalan. Pada penelitian ini, *Tube boiler* yang mengalami kegagalan yaitu *tube* dengan material SA213 TP304H. Material dengan spesifikasi tersebut merupakan material *stainless steel* yang tahan terhadap korosi namun kegagalan tetap terjadi sehingga keandalan dari tube menurun secara signifikan karena adanya dugaan

oksidasi. Oleh karena itu analisis kegagalan harus segera dilakukan, sehingga ketika boiler beroperasi kegagalan *tube* lainnya dapat dihindari atau dicegah.

## METODOLOGI

Penelitian ini dilakukan sesuai dengan standar pengujian mengenai analisis kerusakan, baik secara umum maupun secara khusus. Acuan standar yang digunakan adalah standar ASTM, ASME dan API. Proses penelitian untuk analisis kegagalan *tube* pada boiler *power plant* terdiri dari beberapa tahap seperti yang terlihat pada diagram alir seperti pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

### 1. Sampel Tube

*Tube* yang digunakan sebagai sampel penelitian adalah *stainless steel* atau baja tahan karat TP 304H seperti terlihat pada Gambar 2 yang merupakan salah satu jenis material yang termasuk dalam kelompok SA 213 yaitu senyawa logam yang mengandung setidaknya 18% Kromium seperti pada tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Kimia SA 213 TP304H

<i>Element</i>	<i>Composition</i>						
	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni
<b>A 213 TP304H</b>	0.04–0.10	2.00	0.045	0.030	1.00	18.00-20.00	8.00-11.00



Gambar 2. Material *tube* SA 213 pada Boiler

## 2. Alat dan cara pelaksanaan penelitian

### 2.1. Pengamatan visual

Pemeriksaan secara visual dilakukan untuk melakukan pengamatan secara visual terhadap bentuk atau proses *screening material*. Pengamatan dilakukan menggunakan digital camera yang dikolaborasi dengan macro camera untuk menentukan kecenderungan kegagalan.

## 2.2. Uji komposisi kimia dengan spectrometer

Pengujian komposisi kimia tube dilakukan untuk mengecek kesesuaian sampel dengan standar. Pengujian dilakukan menggunakan alat PMI Master Pro dengan persiapan sampel sebelumnya yaitu polishing untuk menghilangkan oksida, kotoran ataupun lemak tangan.

## 2.3. Uji Metallography dan 3D Metallography

Pemeriksaan dilakukan menggunakan mikroskop optik dan 3D mikroskop optik dengan pembesaran 50-200x. persiapan terhadap sampel dilakukan setelah melalui proses grinding, polishing, dan etching by kealing reagent. Hasil pemeriksaan dapat menentukan microstructure, degradasi dan defects material .

## 2.4. Uji Kekerasan

Pengujian kekerasan dilakukan menggunakan alat MIC 20 dengan skala pengukuran *Hardness Vickers* (HV) pada permukaan material. Hasil pemeriksaan selanjutnya akan dilakukan perbandingan dengan ASTM standar untuk menentukan acuan terhadap standar material tersebut.

## 2.5. Uji SEM dan EDAX

Pengujian SEM dan EDAX dilakukan untuk mengamati permukaan material secara mikro, serta diperjelas dengan observasi komposisi kimia deposit yang terbentuk pada permukaan material secara spesifik dengan pembesaran hingga 30.000 x menggunakan alat HITACHI TM3000.

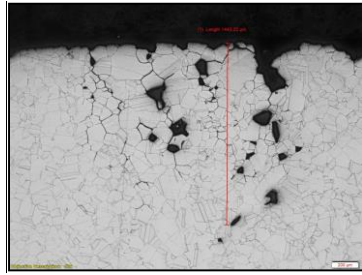
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pemeriksaan visual pada sampel tube tidak menunjukkan adanya kegagalan akibat erosi ataupun *abrasive* material, sehingga pengamatan dilanjutkan dengan uji *metallography* dan *3D metallography*. Berdasarkan hasil uji komposisi kimia *tube* dengan *spectrometer* seperti pada tabel 2 menunjukkan material tersebut sesuai dengan klasifikasi ASTM yaitu SA 213 TP304H dan sesuai pada desain boiler.

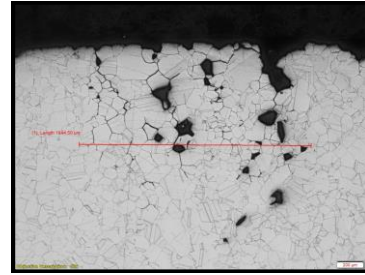
Tabel 2. Hasil pengujian Komposisi material dengan *spectrum analyzer*

Unsur	A213 TP304H (% wt)	Sampel Tube (%wt)
Fe	Bal.	68.9
C	0.04-0.10	0,095
Mn	Max 2.00	1.20
P	Max 0.045	0.150
S	Max 0.030	0.159
Si	Max 1.00	0.503
Cr	18.0-20.0	19.4
Mo	-	0.0722
Ni	8.0-11.0	9.14

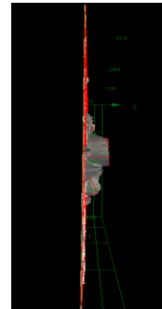
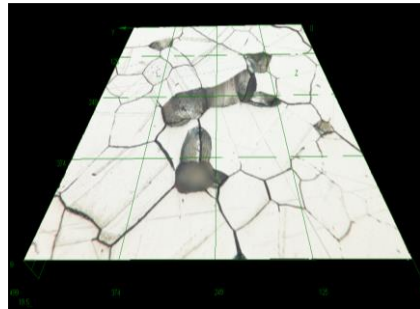
Berdasarkan hasil uji metalografi seperti pada Gambar 3 dan 4, terlihat bahwa struktur mikro sampel memiliki fasa *austenitic*, dengan ditandai adanya *twin boundary* pada material. Korosi atau oksidasi telah menjalar hingga kedalaman  $\pm 1.443,20 \mu\text{m}$  dengan lebar area  $\pm 1.842,72 \mu\text{m}$ .



Gambar 3. Rata-rata kedalaman oksida pada material *tube*, perbesaran 50x

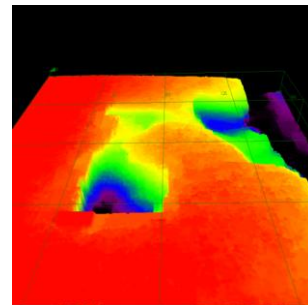
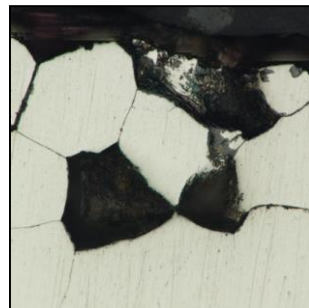


Gambar 4. Rata-rata lebar oksida pada material *tube*, perbesaran 50x

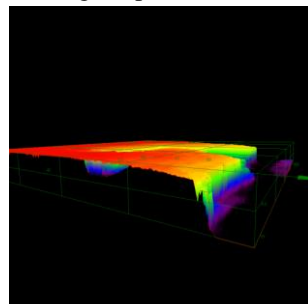
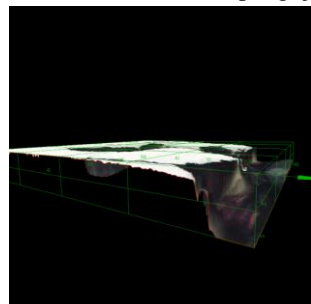


Gambar 5. Hasil pengujian 3D metalografi penampang melintang

Hasil pengujian 3D metalografi pada Gambar 5 menunjukkan bahwa pemetaan kedalaman oksida terukur rata-rata adalah 24,9  $\mu\text{m}$ . Oksida yang fokus diamati adalah oksida seperti pada Gambar 6 yang menunjukkan hasil 3D metalografi oksida memperlihatkan adanya indikasi permukaan yang menjorok kedalam berupa cekungan yang ditandai dengan warna hitam serta berwarna biru.



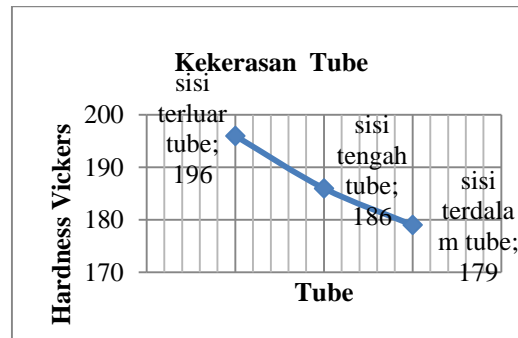
Gambar 6. Hasil pengujian 3D metalografi pada oksida



Gambar 7. Hasil pengujian 3D metalografi pada oksida potongan samping

Pada Gambar 7 oksida yang diamati adalah oksida yang dekat dengan permukaan diameter luar *tube*. Hasil pengamatan menunjukkan adanya perbedaan kontur yang signifikan pada oksida, hal ini menunjukkan adanya cekungan pada material yang diisi oleh oksida. Setelah dilakukan pengujian metallograpy kemudian dilakukan

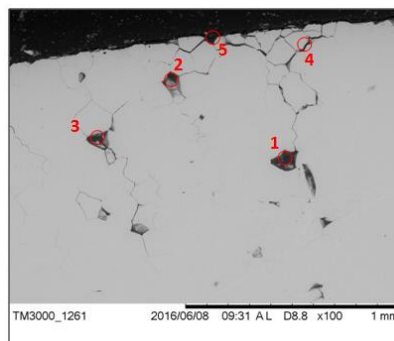
pengujian hardness dengan satuan hardness vickers (HV) sehingga didapatkan *hardness* minimum sebesar 179 HV dan *hardness* maksimum sebesar 196 HV.



Gambar 7. Kurva hasil uji kekerasan

Berdasarkan hasil uji kekerasan menunjukkan bahwa nilai kekerasan tertinggi pada sisi luar *tube*, dan semakin menurun secara signifikan dari arah luar *tube* yang terekspos oksidasi ke arah dalam *tube*. Tingginya nilai kekerasan dapat terjadi karena adanya presipitat dalam bentuk karbida pada daerah-daerah tertentu terutama permukaan diameter luar. Karbida dalam bentuk  $M_{23}C_6$  terutama adanya unsur *chromium* mampu secara signifikan meningkatkan kekuatan material [2].

Pengujian SEM dan EDX dilakukan pada material untuk mengamati permukaan material serta menentukan jenis oksida yang terbentuk. Penentuan posisi pengamatan menggunakan EDX yaitu pada posisi 1-3 dan 5 fokus pengamatan pada oksida yang terbentuk, sementara posisi 4 fokus pada daerah batas butir. Hasil pengujian SEM dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Hasil pengamatan SEM. Posisi 1-5 menunjukkan daerah tempat pengamatan menggunakan EDX

Hasil pengamatan pada posisi 1-5 berdasarkan % wt menunjukkan adanya unsur dominan pada daerah pengamatan yaitu C, O, Cr, Mn, Fe, dan Ni sama halnya dengan % atomik unsur dominan yang terdeteksi yaitu C, O, Fe, Cr, Ni dan Mn. Berdasarkan hasil pengujian tersebut dapat ditentukan jenis oksidasi dan karbida yang terbentuk pada material.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan *tube* telah terjadi korosi oksidasi yang ditandai dengan adanya *microcrack* pada batas butir dan telah terbentuk deposit oksida sehingga akan menyebabkan fenomena *overheating*.

1. Kedalaman oksidasi yang telah terbentuk pada permukaan mengindikasikan bahwa *tube* telah mengalami korosi oksidasi yang cukup parah dan telah terjadi penjarangan *intergranular crack* pada material, sehingga ketebalan *tube* yang tersisa hanya 65 % dari ketebalan total.
2. Unsur dominan pembentuk oksida dan karbida pada material yaitu oksida Fe ( $FeO$ ,  $Fe_2O_3$ , dan  $Fe_3O_4$ ) dan karbida ( $(Fe, Cr, Ni, Mn)_{23}C_6$  atau  $M_{23}C_6$ ) mengindikasikan bahwa *tube* telah mengalami degradasi akibat

pengaruh pemanasan (*overheating*) hingga terbentuk oksida dan karbida di permukaan material dan batas butir.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Purbolaksono, J., A. Khinani, A.Z. Rashid, A.A. Ali, N.F. Nordin. Prediction of Oxide Scale Growth in Superheater and Reheater Tubes. *Corrosion Science* 51 (2009) 1022–1029.
- [2] Ahmad, J., J. Purbolaksono, L.C. Beng. Tube Failures due to Cooling Process Problem and Foreign Materials in Power Plants. *Nuclear Engineering and Design* 240 (2010) 1882–1886
- [3] D.P. Rao Palaparti, E. Isaac Samuel, B. K. Choudhary, M. D. Mathew. Creep Properties of Grade 91 Steel Steam Generator Tube at 923K. 6th International Conference on Creep, Fatigue and Creep-Fatigue Interaction. *Procedia Engineering* 55 ( 2013 ) 70 – 77
- [4] Ahmad, J., J. Purbolaksono. Analysis on a Failed 2.25Cr–1Mo Reheater Bent Tube at Upper Bank Vertical Tubes Region. *Engineering Failure Analysis* 18 (2011) 523–529
- [5] William Liu. The dynamic creep rupture of a secondary superheater tube in a 43 MW coal-fired boiler by the decarburization and multilayer oxide scale buildup on both sides. *Engineering Failure Analysis* 53 (2015) 1-14
- [6] Purbolaksono, J., Y.W. Hong, S.S.M. Nor, H. Othman, B. Ahmad. Evaluation on Reheater Tube Failure. *Engineering Failure Analysis* 16 (2009) 533–537
- [7] Vikrant, K.S.N., G.V. Ramareddy, A.H.V. Pavan, Kulvir Singh. Estimation of Residual Life of Boiler Tubes Using Steamside Oxide Scale Thickness. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 104 (2013) 69-75
- [8] Lee, Nam-Hyuck, Sin Kim, Byung-Hak Choe, Kee-Bong Yoon, Dong-il Kwon. Failure Analysis of a Boiler Tube in USC Coal Power Plant. *Engineering Failure Analysis* 16 (2009) 2031–2035
- [9] Cardoso, Bruno Reis, Franco Wronski Comeli, Roberta Martins de Santana, Heloisa Cunha Furtado, Maurício Barreto Lisboa, Luiz Henrique de Almeida. Microstructural Degradation of Boiler Tubes due to the Presence of Internal Oxide Layer. *Journal of Materials Research and Technology* (2012)
- [10] Purbolaksono, J., A. Khinani, A.Z. Rashid, A.A. Ali, J. Ahmad, N.F. Nordin. A New Method for Estimating Heat Flux in Superheater and Reheater Tubes. *Nuclear Engineering and Design* 239 (2009) 1879–1884
- [11] Salman, B.H., M.Z. Hamzah, J. Purbolaksono, J.I. Inayat-Hussain, H.A. Mohammed, M.W. Muhieldeen. Determination of Correlation Functions of The Oxide Scale Growth and The Temperature Increase. *Engineering Failure Analysis* 18 (2011) 2260–2271
- [12] Hamzah, M.Z., M.L. Ibrahim, Q.H. Chye, B. Ahmad, J.I. Inayat-Hussain, J. Purbolaksono. Evaluation on The Hardness and Microstructures of T91 Reheater Tubes after Post-Weld Heat Treatment. *Engineering Failure Analysis* 26 (2012) 349–354
- [13] Port, Robert D., Harvey M. Hero. *The Nalco Guide to Boiler Failure Analysis*. Nalco Chemical Company. McGraw-Hill Inc. 1991
- [14] Viswanathan, R. *Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Components*. ASM International. 1989
- [15] David n French. *Metallurgical Failures in Fossil Fired Boilers*. John Wiley & Sons. 1993.
- [16] R. G. Petrusenko. *The Development of a High Temperature Supercritical Carbon Dioxide Corrosion Test Rig*. Carleton University (2011).



## Mikrostruktur, Kekerasan dan Ketahanan Aus Aluminium Berpenguat Al<sub>3</sub>Ni

Arif Basuki<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Material,  
Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara,  
Institut Teknologi Bandung, Indonesia

[arifbasuki@material.itb.ac.id](mailto:arifbasuki@material.itb.ac.id)

### Abstrak

Ketahanan aus aluminium dapat ditingkatkan dengan menambahkan partikel penguat berupa senyawa aluminium, silikon atau titanium ke dalam aluminium cair atau serbuk untuk membentuk komposit bermatriks aluminium. Dalam penelitian ini, untuk membentuk senyawa Al<sub>3</sub>Ni dalam matriks aluminium, dilakukan dengan menambahkan nikel murni sebanyak 10, 25 dan 35 % berat ke dalam aluminium cair. Dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) dapat ditentukan senyawa Al<sub>3</sub>Ni terbentuk dalam ketiga paduan aluminium tersebut. Pengamatan mikrostruktur, pengukuran kekerasan dan ketahanan aus dilakukan terhadap sampel baik dalam kondisi coran (*as cast*) maupun kondisi hasil perlakuan panas (*heat treated*). Sebagaimana yang diharapkan, kenaikan kekerasan dan ketahanan aus diperoleh seiring dengan kenaikan fraksi volum Al<sub>3</sub>Ni dalam mikrostruktur paduan Al-Ni tersebut. Perlakuan panas berupa pemanasan pada temperatur 550°C selama 12 jam yang dilakukan terhadap sampel-sampel hasil coran tidak banyak mengubah harga kekerasannya, akan tetapi menghasilkan peningkatan ketahanan ausnya. Fraksi volum fase Al<sub>3</sub>Ni tidak mengalami perubahan akibat perlakuan panas, akan tetapi fase Al<sub>3</sub>Ni mengalami pembulatan serta pengecilan ukuran butir. Selain itu, distribusi fase Al<sub>3</sub>Ni dalam matriks juga lebih seragam. Keausan terjadi dimulai dengan pengikisan pada matriks, berlanjut dengan dekohesi antara partikel Al<sub>3</sub>Ni dari matriks disekitarnya dan berakhir dengan terlepasnya partikel Al<sub>3</sub>Ni dari matriksnya. Dari hasil penelitian ini, dapat dinyatakan bahwa selain morfologi Al<sub>3</sub>Ni dalam matriks serta kohesi atau ikatan antara keduanya merupakan faktor dominan sebagai penentu ketahanan aus paduan Al-Ni.

**Kata kunci:** aluminium, Al<sub>3</sub>Ni, aus, kekerasan, morfologi

### PENDAHULUAN

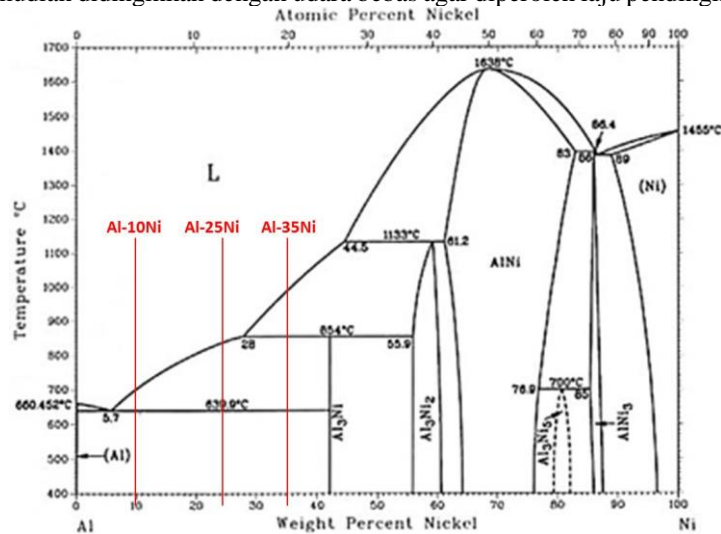
Pada umumnya aluminium diperkuat dengan mekanisme *plastic straining* dan *alloying* berupa *solid solution* dan *precipitation strengthening*, namun demikian penguatan tersebut tidak memberikan peningkatan sifat permukaan (kekerasan dan ketahanan aus) yang sebanding atau linier dengan peningkatan kekuatan<sup>[1]</sup>. Rasio antara kekuatan dan berat jenis yang tinggi menjadikan aluminium cocok digunakan untuk komponen yang bergerak, tetapi penggunaan aluminium akan terkendala bila komponen-komponen tersebut bergesekan, seperti pada *brake disc*, *piston*, *impeller*, dan *pulley*<sup>[2]</sup>. Aluminium seri 7075-T6, T61 yang memiliki kekuatan dan kekerasan paling tinggi pun masih memerlukan perlakuan permukaan bila ketahanan ausnya menjadi persyaratan<sup>[3]</sup>. Logam yang memiliki kekerasan tinggi akan memiliki ketahanan aus yang tinggi pula tidaklah berlaku umum, salah satu contohnya aluminium. Memilih logam untuk digunakan sebagai komponen yang bergesekan hanya berdasarkan kekerasan logam tersebut sangat berisiko dan kurang tepat. Setidaknya, pemahaman bagaimana perilaku mikrostruktur logam tersebut ketika bergesekan perlu dipahami dan dijadikan pertimbangan<sup>[4]</sup>.

Peningkatan ketahanan aus aluminium biasa dilakukan dengan membentuk komposit bermatriks aluminium (*metal matrix composite*, MMC) dengan penguat berupa partikel-partikel antara lain Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiB<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, SiC, TiC, dan B<sub>4</sub>C yang dilakukan melalui proses *stir casting* atau *powder metallurgy*<sup>[5]</sup>. Cara lain yang juga bisa meningkatkan ketahanan aus aluminium adalah dengan menghadirkan partikel-partikel *metallic* seperti Si<sup>[6]</sup> atau partikel-partikel *intermetallic* Al<sub>3</sub>Ti<sup>[7]</sup> atau Al<sub>3</sub>Ni<sup>[8]</sup> sebagai fase kedua (*second phase*) yang ditambahkan dalam bentuk serbuk ataupun hasil transformasi dari fase cairnya.

Penelitian tentang pengaruh Ni terhadap Al relatif telah banyak dilakukan untuk meningkatkan ketahanan aus paduan yang dihasilkan, namun demikian penelitian-penelitian tersebut umumnya memadukan Ni hanya sampai kurang lebih 20% berat<sup>[8]</sup>. Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan paduan aluminium dengan kandungan Ni sampai 35% berat serta memperoleh pemahaman tentang mekanisme keausan terkait dengan mikrostruktur dalam paduan yang dihasilkan.

## METODE

Aluminium berupa *ingot* dicairkan dalam *graphite crucible* dengan *electric resistant furnace*, kemudian potongan-potongan nikel ditambahkan ke dalam cairan aluminium. Pengadukan dilakukan sampai seluruh potongan nikel mencair yang selanjutnya dituangkan ke dalam *permanent mold*. Dalam Gambar 1 ditunjukkan komposisi paduan Al-Ni yang menjadi target dalam penelitian ini. Semuanya merupakan komposisi *hypereutectic* dalam diagram fase Al-Ni dengan kadungan nikel sebesar 10%, 25% dan 35% berat. Selain dalam keadaan coran (*as cast*), sampel yang dibuat juga merupakan hasil perlakuan panas (*heat treatment*) berupa pemanasan pada temperatur 550°C selama 12 jam dan kemudian didinginkan dengan udara bebas agar diperoleh laju pendinginan yang relatif lambat.



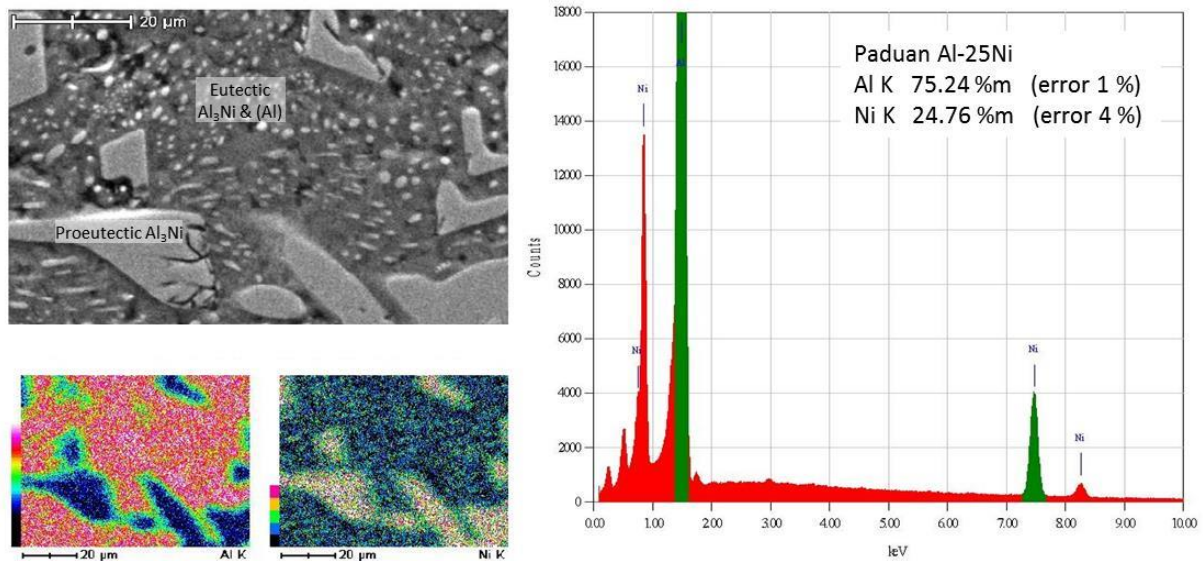
Gambar 1. Posisi paduan Al-10Ni, Al-25Ni dan Al-35Ni yang dibuat dalam diagram fase Al-Ni

Untuk memastikan fase-fase yang terbentuk dalam sampel maka dilakukan pemeriksaan terhadap sampel Al-25Ni *as cast* dengan *scanning electron microscope (SEM)*, *energy dispersive spectroscopy (EDS)* dan *X-ray Diffraction (XRD)*. Terhadap sampel-sampel Al-Ni, 3 sampel dalam kondisi *as cast*, 3 sampel kondisi *heat-treated* dan 1 sampel Al murni dilakukan pemeriksaan mikrostruktur, pengujian kekerasan dan keausan. Pemeriksaan mikrostruktur dilakukan dengan mikroskop optik terhadap spesimen yang telah dipoles dan dietsa. Pengetsaan dilakukan dengan larutan 10 gram NaOH dalam 90 ml air pada temperatur 70°C yang dilanjutkan dengan larutan HNO<sub>3</sub>. Pengujian kekerasan dengan metode *Brinell* dilakukan dengan menggunakan *indentor* bola baja berdiameter 2,5 mm dan beban 100 kg. Ketahanan aus sampel terhadap abrasi diuji dengan metode *pin-on-disc* yang dilakukan dengan menggesekan sampel pada piringan berputar yang terbuat dari baja dengan kekerasan 165 HBS. Beban yang diberikan kepada sampel sebesar 7 kg dan menghasilkan tegangan kontak sebesar 7 MPa. Selisih antara berat spesimen sebelum dan sesudah diuji keausan dinyatakan sebagai ketahanan aus, semakin kecil selisih berat tersebut semakin tinggi ketahanan ausnya.

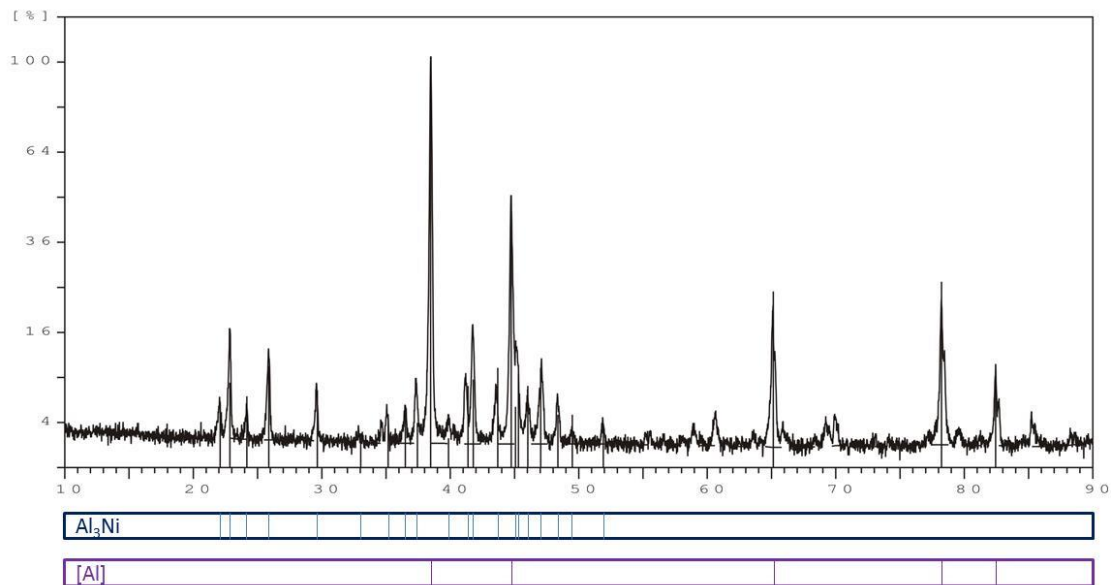
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 dan 3 menunjukkan mikrostruktur, komposisi kimia dan *elemental mapping* yang dihasilkan dari pengamatan dengan *SEM-EDS*. Kandungan Ni sebesar 24,76% massa dan kandungan Al sebesar 75,24% massa yang diperoleh dari spesimen Al-25Ni sesuai dengan yang diharapkan. Selain itu dari senyawa Al<sub>3</sub>Ni dan larutan padat (Al) juga terbentuk dalam spesimen Al-25Ni sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 3. Dari gambar tersebut dengan jelas teramati puncak-puncak difraksi sinar-X yang menunjukkan keberadaan senyawa Al<sub>3</sub>Ni dan larutan padat (Al) dalam spesimen Al-25Ni. Dengan demikian, dapat dinyatakan bahwa metode peleburan dan

pemaduan yang dilakukan secara sederhana dapat menghasilkan paduan Al-25Ni dengan komposisi kimia dan mikrostruktur sebagaimana yang diharapkan.



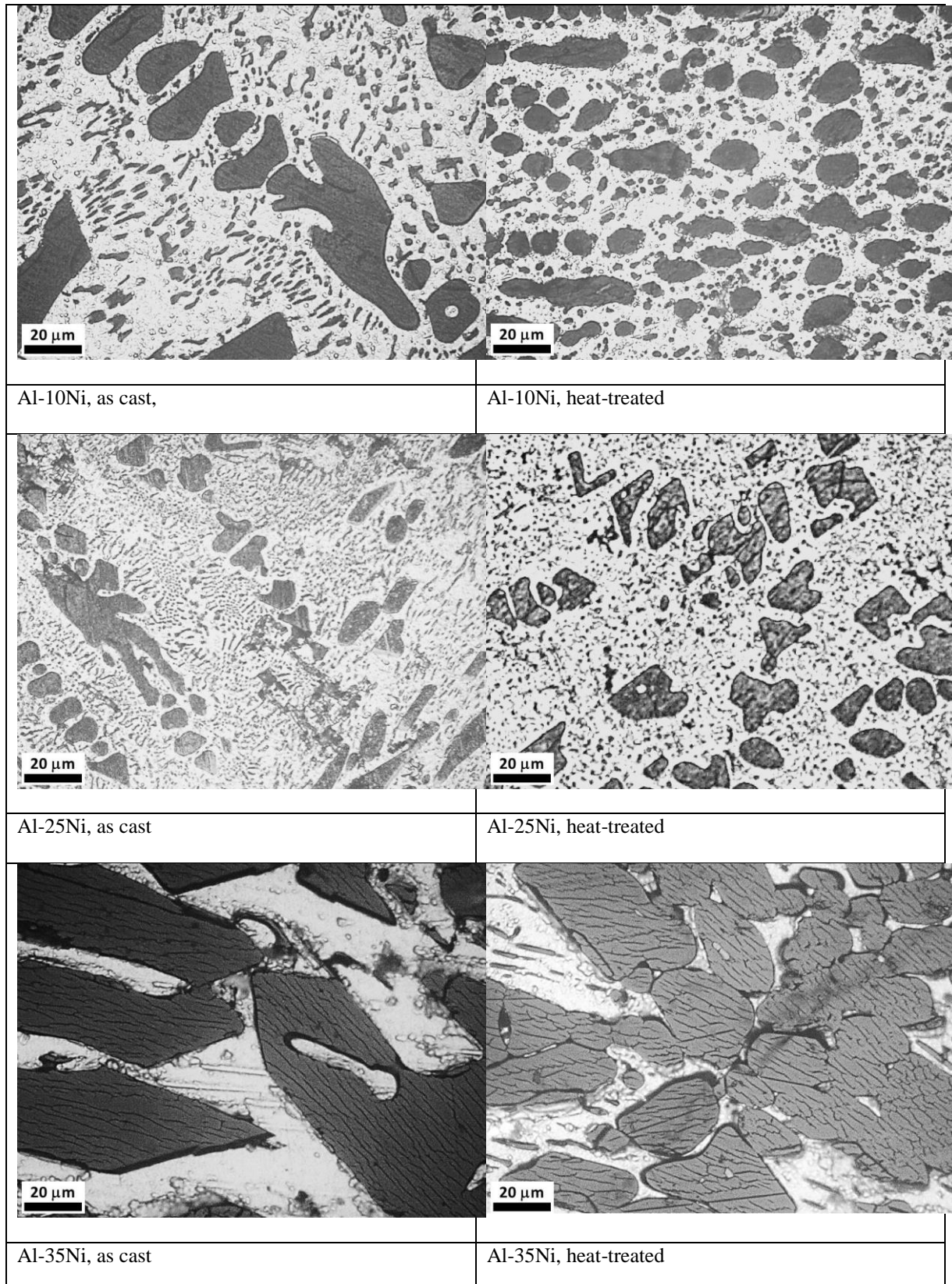
**Gambar 2.** Mikrostruktur hasil SEM, elemental mapping dan EDS spesimen Al-25Ni.



**Gambar 3.** Hasil XRD terhadap spesimen Al-25Ni dengan puncak-puncak Al<sub>3</sub>Ni dan (Al)

Gambar 4 dan Tabel 1 menunjukkan morfologi dan fraksi volum mikrostruktur spesimen paduan Al-10Ni, Al-25Ni dan Al-35Ni pada kondisi *as cast* dan *heat treated*. Pada kedua kondisi tersebut, sebagaimana dapat diamati juga dalam diagram fase Al-Ni, Gambar 1, fraksi volum fase *eutectic* Al<sub>3</sub>Ni-(Al) menurun sedangkan fraksi volum *proeutectic* Al<sub>3</sub>Ni semakin besar seiring dengan kenaikan kandungan nikel. Kekerasan senyawa Al<sub>3</sub>Ni yang relatif tinggi sekitar 714-786 HV<sup>[9]</sup>, akan berakibat pada kenaikan kekerasan paduan Al-Ni sebanding dengan kenaikan fraksi volum senyawa Al<sub>3</sub>Ni. Perlakuan panas yang dilakukan mengakibatkan perubahan morfologi mikrostruktur meskipun tidak terlalu berpengaruh terhadap harga kekerasannya.

Mikrostruktur spesimen Al-Ni *as cast* merupakan *proeutectic* Al<sub>3</sub>Ni berbentuk *dendritic* yang pada saat pembekuan fase tersebut tumbuh sesuai dengan arah pembekuan. Matriks dari mikrostruktur spesimen Al-Ni *as cast* berupa *eutectic* Al<sub>3</sub>Ni-(Al) dengan fase Al<sub>3</sub>Ni berbentuk *lammelar* atau *rod*.



**Gambar 4. Mikrostruktur paduan Al-10Ni, Al-25N dan Al-35Ni berupa *proeutectic* Al<sub>3</sub>Ni dan *eutectic* Al<sub>3</sub>Ni-(Al)**

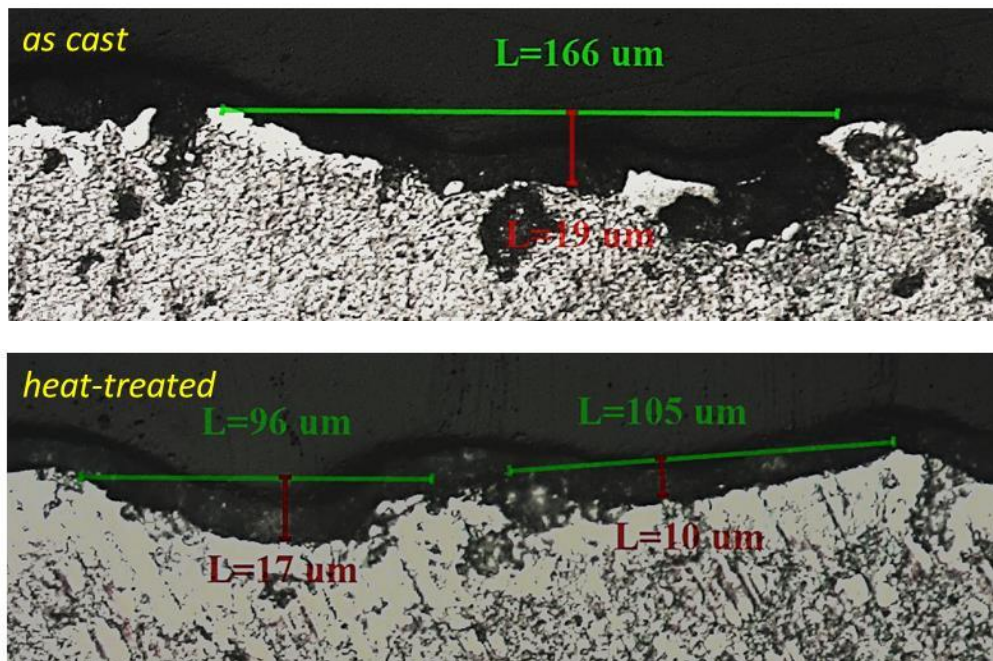
Pemanasan selama 12 jam pada temperatur 550°C yang dialami spesimen Al-Ni *heat treated*, mengakibatkan pembulatan (*globularization*) bentuk *proeutectic* Al<sub>3</sub>Ni maupun *eutectic* Al<sub>3</sub>Ni. Pembulatan fase Al<sub>3</sub>Ni ini sejalan

dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Belov<sup>[10]</sup>. Selain pembulatan bentuk, fase Al<sub>3</sub>Ni juga terdistribusi lebih merata akibat perlakuan panas.

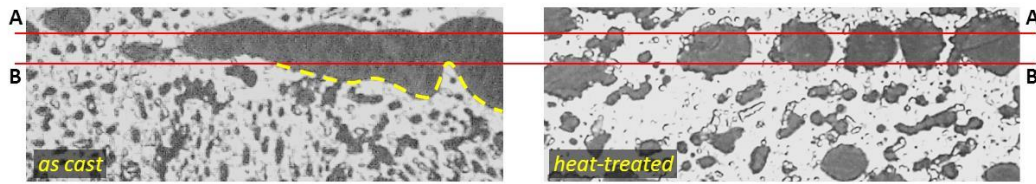
**Tabel 1. Mikrostruktur, kekerasan dan ketahanan aus paduan Al-Ni yang dihasilkan**

Spesimen	Kondisi	Mikrostruktur, fraksi (%)			Sifat mekanik	
		Proeutectic	Eutectic		Kekerasan	Ketahanan aus
		Al <sub>3</sub> Ni	Al <sub>3</sub> Ni	(Al)	[HBS]	Massa terabrasi (mg)
Al murni	-	-	-	-	20	300
Al-10Ni	As cast				125	58
	Heat treated	12	11	77	138	44
Al-25Ni	As cast				225	37
	Heat treated	53	6	41	238	33
Al-35Ni	As cast				302	26
	Heat treated	81	3	16	305	22

Perlakuan panas yang dilakukan relatif hanya berpengaruh pada kekerasan spesimen Al-10Ni tetapi kurang berpengaruh pada kekerasan spesimen Al-25Ni dan Al-35Ni. Namun demikian, dari Tabel 1 dapat dicermati peningkatan ketahanan aus lebih dari 10% dapat diperoleh sebagai hasil perlakuan panas.



**Gambar 5. Penampang lintang permukaan aus spesimen Al-25Ni as cast & heat-treated**



Gambar 6. Penampang lintang permukaan aus spesimen Al-25Ni *as cast* & *heat-treated*

Gambar 5 menunjukkan perbedaan penampang lintang permukaan aus spesimen Al-25 Ni *as cast* dan *heat treated*. Permukaan spesimen Al-25Ni *heat treated* relatif lebih rata dibanding spesimen Al-25Ni *as cast*. Lubang yang dalam terjadi pada permukaan aus spesimen Al-25Ni *as cast*. Ukuran lubang tersebut sesuai dengan ukuran fase *proeutectic* Al<sub>3</sub>Ni. Hal ini berarti fase Al<sub>3</sub>Ni pada spesimen *as cast* terlepas dari permukaan meskipun fase Al<sub>3</sub>Ni tersebut belum habis tergesek, dan ini hanya mungkin terjadi bila ikatan antara fase *proeutectic* Al<sub>3</sub>Ni dengan (Al) tidak kuat.

Berbeda halnya dengan spesimen Al-25Ni *heat treated*, permukaan aus yang rata dihasilkan oleh fase Al<sub>3</sub>Ni yang berbentuk bulat dan terdistribusi merata sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 6. Pada saat permukaan aus mencapai garis A-A fase Al<sub>3</sub>Ni akan berfungsi sebagai penahan yang terikat oleh fase (Al) dengan ikatan yang kuat, sehingga pengikisan permukaan ditahan oleh fase Al<sub>3</sub>Ni yang keras dan terikat oleh fase (Al). Peristiwa yang sama juga terjadi ketika permukaan aus mencapai garis B-B. Akan tetapi jika permukaan aus mencapai garis B-B pada spesimen Al-25Ni *as cast* maka fase Al<sub>3</sub>Ni dengan mudah akan terlepas dari matriks (Al) pada garis patah-patah berwarna kuning dalam Gambar 6 dan mengakibatkan lubang seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.

Dengan demikian, penelitian ini juga mempertegas bahwa penentuan ketahanan aus suatu logam tidak dapat didasarkan hanya pada harga kekerasannya saja akan tetapi bagaimana mikrostruktur logam tersebut merespon beban gesek merupakan faktor yang tidak bisa diabaikan.

## KESIMPULAN

Dari pembuatan sampel, hasil pengujian dan pembahasan yang telah dilakukan dalam penelitian ini dapat disimpulkan sebagai berikut:

- Paduan Al-Ni dengan mikrostruktur berupa *proeutectic* Al<sub>3</sub>Ni dan *eutectic* Al<sub>3</sub>Ni-(Al) dapat diperoleh dengan proses peleburan yang sederhana sehingga mudah untuk diterapkan untuk skala produksi.
- Pada paduan *hypereutectic* Al-Ni, penambahan Ni akan menghasilkan peningkatan kekerasan dan ketahanan aus, seiring dengan kenaikan fraksi volum fase Al<sub>3</sub>Ni.
- Perlakuan panas terhadap *hypereutectic* Al-Ni tidak terlalu berpengaruh terhadap peningkatan kekerasan, akan tetapi sangat berpengaruh pada morfologi mikrostruktur yang berdampak pada peningkatan ketahanan ausnya.

## REFERENSI

- [1] B.S. Shabel, A Simple Procedure for Calculating Rockwell Hardness Conversion Relationships for Metallic Alloys, *Materials Science and Engineering*, 95 (1987) 209-216
- [2] D. Apelian, *Aluminum Cast Alloys: Enabling Tools for Improved Performance*, North American Die Casting Association, Wheeling, Illinois, 2009.
- [3] I. Sudhakar, et. al., Enhancement of wear and ballistic resistance of armour grade AA7075 aluminium alloy using friction stir processing, *Defence Technology*, 11 (2015), 10-17
- [4] Informasi dalam [http://www.cladtechnologies.com/articles/hardness\\_vs\\_wear/hardness.htm](http://www.cladtechnologies.com/articles/hardness_vs_wear/hardness.htm)
- [5] C. Saravanan, et. al., Effect of Particulate Reinforced Aluminium Metal Matrix Composite—A Review, *Mechanics and Mechanical Engineering*, Vol. 19, No. 1 (2015) 23–30
- [6] M.M. Haque, M.A. Maleque, Effect of process variables on structure and properties of aluminium–silicon piston alloy, *Journal of Materials Processing Technology*, 77 (1998) 122-128
- [7] H. Sato, Y. Noda and Y. Watanabe, 3-Dimensional Microstructural Evaluation of Wear-Induced Layer in Al-Al<sub>3</sub>Ti Functionally Graded Materials by Serial Sectioning, *Materials Transactions*, Vol. 54, No. 8 (2013), 1274- 1280

- [8] R. Ramesh, S. Suresh Kumar and S. Gowrishankar, Production and characterization of aluminium metal matrix composite reinforced with Al<sub>3</sub>Ni by stir and squeeze casting, *Applied Mechanics and Materials* Vols. 766-767 (2015), 315-319
- [9] S. Gonzalez, et. al., Tuning the microstructure and mechanical properties of Al-based amorphous/crystalline composites by addition of Pd, *Intermetallics* 18 (2010), 2377-2388
- [10] N.A. Belov, A.N. Alabin, D.G. Eskin Improving the properties of cold-rolled Al-6%Ni sheets by alloying and heat treatment, *Scripta Materialia* 50 (2004) 89–94

## **Karakterisasi Bijih Besi Kabupaten Lamandau, Provinsi Kalimantan Tengah**

**Faizinal Abidin<sup>1, a</sup>, Adji Kawigraha<sup>2</sup>, Abdul Hapid<sup>3</sup>, Wahyu Garinas<sup>4</sup>**

<sup>1,2,3,4</sup>Pusat Teknologi Pengembangan Sumberdaya Mineral (PTPSM), Teknologi Pengembangan Sumberdaya Alam (TPSA), Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), Gedung Gesotech No. 820 Kawasan Puspipetek Serpong, Tangerang Selatan, 15314

<sup>a</sup> [faizmetalits03@gmail.com](mailto:faizmetalits03@gmail.com)

### **Abstrak**

*Paper ini menganalisis karakteristik bijih besi yang berasal dari Kabupaten Lamandau, Provinsi Kalimantan Tengah. Karakterisasi bijih yang dilakukan melalui pengujian komposisi kimia dengan XRF, mineralogi dengan XRD dan distribusi ukuran setelah digerus selama satu jam. Bijih besi yang berasal dari lokasi tambang memiliki Fe total adalah 53,3%, 7,95% Si dan 6,55% Al dengan kandungan mineral dominan terdiri dari magnetit, hematit dan silika. Data yang dihasilkan menunjukkan bahwa pengecilan ukuran dapat digunakan untuk melepaskan oksida besi dengan unsur lainnya. Kandungan Fe mulai berkurang setelah penggerusan hingga -60+100 mesh. Pada saat yang sama kandungan unsur-unsur pengotor cenderung bertambah seiring dengan penurunan ukuran bijih besi.*

**Kata kunci** : bijih besi, *particle size distribution*, dan XRD

### **PENDAHULUAN**

Besi merupakan unsur yang luas dalam penggunaannya. Besi dalam bentuk oksida di alam diperkirakan deposit di alam terdapat 800 milyar ton. Bijih besi hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) secara teoritik mengandung Fe berturut – turut 70% dan 72%. Namun demikian bijih besi kualitas tinggi memiliki kandungan Fe sekitar 65% maksimum dengan kandungan pengotor 2 – 6% silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan 1 – 3% alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) <sup>[1]</sup>.

Pembangunan nasional yang sedang berjalan diberbagai sektor, terus mendorong sektor industri termasuk industri baja nasional tumbuh sesuai dengan dinamika pembangunan itu sendiri. Diperkirakan kebutuhan terhadap bahan baku bijih besi terus meningkat, dan Indonesia memiliki potensi bijih besi mencapai 382 juta ton pada tahun 2010, tetapi bahan baku bijih besi masih diimpor terutama dari Brazil dan Australia <sup>[2]</sup>.

Endapan bijih besi yang dijumpai di Indonesia umumnya dibedakan menjadi tiga jenis yaitu : laterit, bijih primer, dan pasir besi. Potensi sumberdaya terbesar di Indonesia adalah tipe bijih laterit yang diketahui tersebar di Kalimantan Selatan, Kalimantan Tengah, Sulawesi dan Halmahera <sup>[3]</sup>. Besi laterit umumnya memiliki kadar Fe rendah, kadar air tinggi dan memiliki unsur – unsur pengotor (impurities). Karakterisasi bijih laterit yang berbeda dengan bijih besi primer merupakan salah satu tantangan bagi industri besi baja di Indonesia untuk dapat digunakan sebagai bahan baku.

Untuk mengetahui proses yang dapat digunakan, karakterisasi mineralogi bijih besi yang meliputi komposisi kimia dan mineral serta sifat fisik sangat dibutuhkan. Proses benefisi atau proses pemisahan mineral besi dari pengotor menjadi penting dilakukan untuk mengetahui proses dan alat yang dapat digunakan. Karakteristik bijih besi yang dapat digunakan dengan *shaft furnace* dan *rotary kiln* dapat dilihat pada Tabel 1. Bila bijih besi lebih banyak mengandung pengotor yang dipersyaratkan, proses pengolahan dapat terganggu dan alat yang digunakan



dapat berumur lebih pendek. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik bijih besi yang berasal dari Kabupaten Lamandau, Provinsi Kalimantan Tengah dikaitkan dengan proses pengecilan ukuran bijih tersebut.

**Tabel 1. Jenis Pengolahan Bijih Besi** <sup>[4]</sup>

Teknologi Pengolahan	Komposisi Kimia	Produk
Shaft Furnace	Fe Total = 66 – 67% Si = 0,61 – 0,65% Al = 0,42 – 0,53%	Pig Iron
Rotary Kiln	Fe Total = 66,65% Si = 1,87% Max Al = 2,12% Max	Sponge Iron

## METODE PENELITIAN

Sampel bijih besi yang digunakan pada penelitian ini berasal dari daerah Kecamatan Belantikan Raya, Kabupaten Lamandau, Kalimantan Tengah. Bijih besi dapat digolongkan sebagai bijih besi primer. Bijih besi diperkecil ukurannya menggunakan *jaw crusher* dan *roll crusher* sehingga dihasilkan butir bijih besi dengan ukuran  $\pm 1$  cm, bijih besi kemudian dilakukan *sampling* tahap pertama menggunakan *sample splitter* menjadi dua bagian, dan *sampling* kedua dengan menggunakan *rotary sample divider* untuk mendapatkan jumlah sampel yang lebih sedikit. Selanjutnya dengan menggunakan *ball mill* bijih besi dihaluskan selama 1 jam (4200rpm). Bijih besi yang telah dihaluskan, diayak menggunakan *sieve shaker* Merk Retch RoTap AS200 untuk mengetahui distribusi ukuran. Penyaringan dilakukan selama 5 menit. Alat saring (*sieve*) yang digunakan memiliki ukuran 8 mesh, 35 mesh, 60 mesh, 100 mesh, 140 mesh, 200 mesh, 325 mesh. Grafik distribusi ukuran dibuat berdasarkan jumlah berat yang tidak lolos dari saringan. Selanjutnya, setiap sampel besi yang tidak lolos tersebut dihaluskan dengan pulveriser untuk analisa komposisi kimia menggunakan XRF dan uji mineralogi dengan XRD.

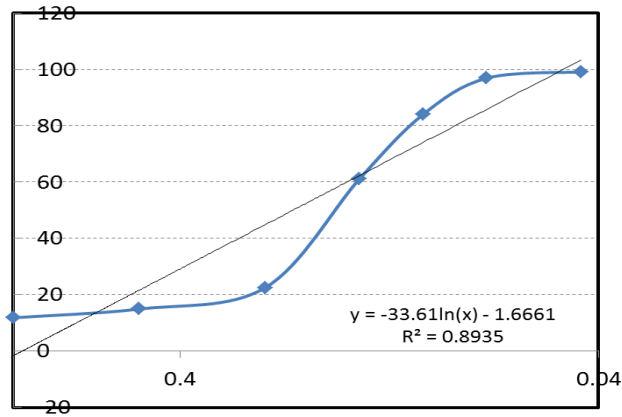
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian komposisi kimia dengan menggunakan XRF terhadap raw material bijih besi untuk menentukan kandungan besi serta unsur pengotor lainnya. Dari hasil karakterisasi diperoleh data – data komposisi kimia pada bijih besi seperti ditunjukkan pada Tabel 2.

**Tabel 2. Uji Komposisi Kimia Bijih Besi Raw**

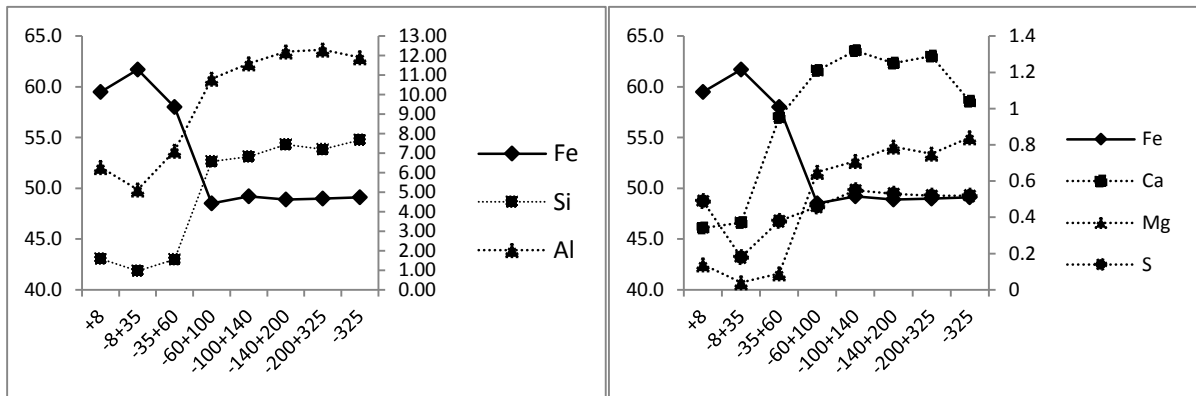
Fe	Si	Al	Ca	Mg	S	K
53,3%	7,95%	6,55%	0,44%	0,54%	0,29%	0,02%

Pada Tabel 2 menunjukkan bahwa kandungan Fe cukup tinggi yaitu 53,3%, namun komposisi kimia dari unsur – unsur lain seperti Si, Al dan S masih tinggi sehingga bijih besi ini belum sepenuhnya dapat digunakan dalam berbagai proses reduksi dengan *Blast Furnace* atau *Rotary Kiln*. Distribusi ukuran bijih besi dari hasil penggerusan dapat dilihat pada Gambar 1. Bijih besi yang telah digerus selama 1 jam (4200rpm), dikarakterisasi dengan XRF.



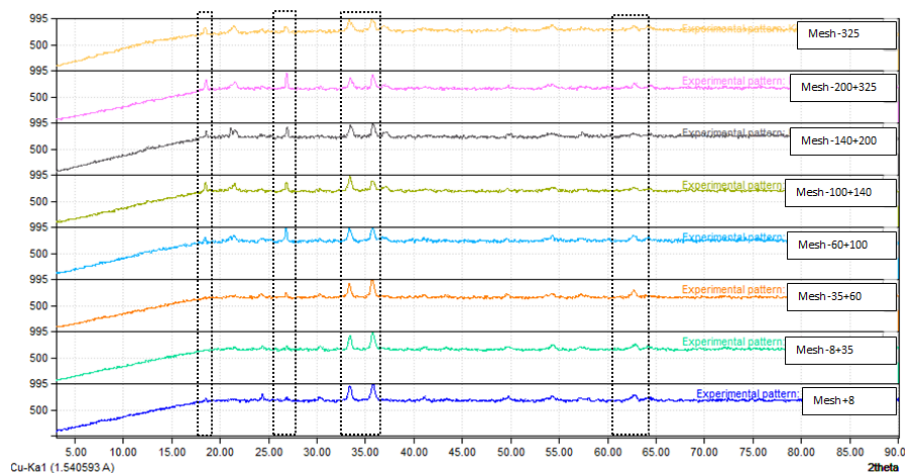
**Gambar 1. Particle Size Distribution Biji Besi Setelah 1 Jam Milling**

Hasil karakterisasi *Particle Size Distribution* ditunjukkan pada Gambar 2 yang merupakan fungsi logaritma dari ukuran mesh dalam milimeter terhadap persentase jumlah material biji besi yang tertahan. Hasil uji menunjukkan bahwa 80% biji besi lolos saringan pada mesh ukuran 0,525milimeter.



**Gambar 2. Hasil Uji Komposisi Kimia Tiap Mesh**

Berdasarkan hasil uji XRF tiap nomor mesh yang ditunjukkan pada Gambar 2 terlihat bahwa pada mesh -60+100 komposisi Fe secara signifikan turun, sedangkan unsur pengotor seperti Si, Al, S dan unsur minor lainnya memiliki kecenderungan naik secara signifikan pada nomor mesh tersebut.



**Gambar 3. Hasil Analisa XRD**

Berdasarkan karakterisasi XRD menunjukkan komposisi mineral pada bijih besi antara lain hematite ( $2\theta = 33$  dan  $35$ ), magnetite ( $2\theta = 63$ ) dan  $\text{SiO}_2$  ( $2\theta = 26$  dan  $18$ ). Perbedaan puncak ditunjukkan pada mesh  $-60+100$ , dimana puncak yang terjadi pada  $2\theta$  18 dan 26 semakin tinggi artinya  $\text{SiO}_2$  semakin banyak. Puncak pada  $2\theta$  35 yang merupakan hematite menunjukkan semakin tinggi mesh maka semakin berkurang ketinggian puncaknya, menunjukkan jumlah mineral hematit makin sedikit.

Dari penelitian ini dapat dibuat pengelompokan pengolahan bijih besi berdasarkan komposisi unsur Al dan Si, sehingga atas dasar tersebut pengelompokan teknologi pengolahan bijih besi dapat dibagi menjadi dua macam yaitu *Shaft Furnace* dan *Rotary Kiln* seperti ditunjukkan pada Tabel 3.

Berdasarkan hasil uji komposisi kimia menggunakan XRF menunjukkan semakin halus butiran mengakibatkan kecenderungan naiknya komposisi unsur pengotor seperti Al, Si, Mg, Ca dan S, hal ini mengindikasikan proses penghalusan memudahkan pelepasan unsur – unsur pengotor tersebut, menunjukkan bahwa unsur Al dan Si pada bijih besi Lamandau dapat dipisahkan melalui proses benefisiasi. Melalui pengecilan ukuran, pemisahan lebih lanjut dapat dilakukan dengan alat pemisah magnetik. Pemisahan magnetik dapat memisahkan oksida besi dengan pengotornya, diharapkan pemisahan magnetik dapat meningkatkan kandungan Fe.

Proses milling selama satu jam (4200 rpm) dihasilkan 80% bijih besi yang lolos saringan pada mesh ukuran 0,525milimeter ( $-8+35$ ), data ini menyatakan bahwa untuk mendapatkan bijih besi dengan ukuran lebih kecil dari 60 mesh dibutuhkan waktu milling yang lebih lama. Berdasarkan persamaan logaritma yang dihasilkan dari grafik karakterisasi *Particle Size Distribution* pada Gambar 1 dapat dituliskan persamaan fungsi logaritma persentase jumlah material bijih besi yang lolos dari saringan :

$$y = 33.615 \ln(x) + 101.67$$

dengan y merupakan jumlah material yang lolos saringan dalam persen (%) dan x merupakan fungsi logaritmik dari ukuran mesh dalam milimeter (mm). Sehingga dalam proses milling 1 jam (4200 rpm) bijih besi Lamandau dihasilkan butiran bijih besi yang lolos mesh 0,25milimeter ( $-35+60$ ) sebesar 55%, dan 38% bijih besi lolos pada mesh 0,149milimeter ( $-60+100$ ).

Dari karakterisasi XRD diketahui bijih besi mengandung mineral hematite, magnetite dan silika dengan fasa dominan adalah hematite. Kandungan besi oksida tinggi ini terindikasi dari tingginya intensitas relatifnya dan kesesuaian sudut hamburan sinar – X dengan data base. Hasil XRD untuk mesh  $-60+100$  terjadi perbedaan puncak yang cukup signifikan pada  $2\theta$  26 dan 18, terutama pada  $2\theta$  26 puncak lebih rendah (turun) pada mesh  $-100+140$  dan mesh  $-140+200$  dan naik lagi pada mesh  $-200+325$ .

## **KESIMPULAN**

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Kandungan unsur yang paling besar pada bijih besi Lamandau adalah Fe sekitar 53,3%. Proses milling dapat digunakan sebagai proses pemisahan Fe dengan unsur pengotor seperti Si, Al, Mg, Ca dan S walaupun tidak signifikan.
2. Karakteristik *Particle Size Distribution* setelah dilakukan milling satu jam memperlihatkan kondisi bijih besi lolos sebanyak 80% pada mesh 0,525 milimeter ( $-8+35$ ), 55% berukuran 0,25milimeter ( $-35+60$  mesh) dan 38% berukuran 0,149milimeter ( $-60+100$  mesh)
3. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa bijih besi mengandung mineral hematit, magnetit dan silika. Mineral yang paling mendominasi sampel bijih adalah hematit.

**DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Nuryadi Saleh, dkk. Aglomerasi Bijih Besi Kalimantan Selatan. Puslitbang Teknologi Mineral Dan Batubara. 2009
- [2] Ratnawulan. Karakterisasi Bijih Besi Alam Sebagai Bahan Baku Magnetit Pada Tinta Kering. Penelitian Unggulan DIKTI. 2013
- [3] Safriadin, Sri Widodo & Rapuan Biatong. Karakterisasi Mineralogi Bijih Besi Laterit Dan Potensinya Sebagai
- [4] Arabinda Sarangi, Bidyapati Sarangi. Sponge Iron Production in Rotary Kiln. .New Delhi. 2011
- [5] B. A. Wills. Mineral Processing Technology : An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment nd Mineral Recovery. Colorado. 1987
- [6] L. von Bogdandy, H.J. Engell. The Reduction of Iron Ores : Scientific Basic and Technology. Dusseldorf. 1971

## **KARAKTERISTIK HASIL PROSES REKRISTALISASI ALAM PADA BATU KAPUR**

**Eko Sulistiyono<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI  
Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan - Indonesia

[eko221068@gmail.com](mailto:eko221068@gmail.com)

### **Abstrak**

*Batu kapur merupakan salah satu mineral yang sangat berperan dalam kehidupan sehari-hari mulai dari bahan bangunan sampai aplikasi medis dan aplikasi maju yang lain. Berdasarkan teori batu kapur terbentuk dari endapan kerang dan karang laut yang mengandung unsur kalsium tinggi. Akibat dari proses geologi tumpukan endapan tersebut terangkat ke permukaan laut kemudian mengalami proses mineralisasi sehingga menjadi batu kapur. Setelah mengalami proses mineralisasi selanjutnya batu kapur mengalami proses kristalisasi menjadi kristal kalsit. Proses kristalisasi tersebut dipengaruhi oleh peristiwa geologi seperti pergeseran lempeng kulit bumi, letusan gunung api dan lain-lain. Adanya proses kristalisasi melahirkan beragam bentuk kristal baru pada batu kapur. Pada penelitian ini dilakukan pengamatan terhadap proses kristalisasi batu kapur di daerah kawasan kars Pegunungan Sewu, Kecamatan Pracimantoro Kabupaten Wonogiri. Tujuan dari proses pengamatan adalah untuk mengetahui pengaruh proses kristalisasi terhadap struktur batu kapur. Proses pengamatan dilakukan mulai dari visualisasi bentuk kristal, analisa X-Ray Diffraction dan analisa X-Ray Fluorescent. Dari hasil pengamatan terlihat bahwa proses kristalisasi pada batu gamping menghasilkan kristal yang mudah meneruskan cahaya, ukuran kristal yang lebih kecil dan densitas kristal yang lebih besar. Proses kristalisasi batu gamping juga menghasilkan kristal kalsit yang lebih bersih karena kadar unsur pengotor magnesium, aluminium, silika, besi, mangan dan barium telah mengalami penurunan.*

**Kata Kunci : Batu Kapur, Kristalisasi, Calcite**

### **Abstract**

*Limestone is one mineral that is important in everyday life ranging from building materials to medical applications and other advanced applications. Based on the theory of limestone sedimentary sea shells and corals that contain elements of high calcium. As a result of geological processes the sludge pile was lifted to the surface then undergoes a process of mineralization thus became limestone. After undergoing a process of further mineralization limestone undergoing a process of crystallization into calcite crystals. The crystallization process is influenced by geological events such as shifting plates of the earth, volcanic eruptions and others. The presence of the crystallization process spawned a variety of new crystal form in the limestone. In this study, carried out observations of the crystallization process in the area of limestone karst region Sewu Mountains, District Pracimantoro Wonogiri. The purpose of the observation is to determine the crystallization process on the structure of limestone. Process visualization observations were made from crystalline form, the analysis of X-Ray Diffraction and X-Ray Fluorescent analysis. From the observation shows that the crystallization of limestone to produce crystals that easily transmit light, the smaller crystal size and density of larger crystals. Limestone crystallization process also produces calcite crystals are cleaner because of the levels of impurity elements magnesium, aluminum, silica, iron, manganese and barium has decreased.*

**Key Words : Limestone, Chrystalization, Calcite**

## **PENDAHULUAN**

Indonesia memiliki beragam jenis batu gamping, hal ini karena adanya kompleksitas dalam pembentukan batu gamping di Indonesia akibat kombinasi dari beragam proses geologi pada saat pembentukan batu gamping tersebut. Batugamping adalah sedimen kimiawi yang umumnya terbentuk di laut dengan kandungan kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) yang dihasilkan oleh organisme- organisme laut. Beberapa batugamping juga bisa terbentuk di danau, air tawar atau pinggir sungai (biasa disebut travertin), karena proses penguapan atas sedimen hasil pelarutan dari batuan-batuan karbonat tersebut berasal dari areal sekitar sungai atau laut yang lebih tinggi. Pembentukan sedimentasi karbonat di Indonesia sangat intensif karena terletak di zona equator bahkan sejak transgresi global pada Kala Miosen Awal <sup>[1]</sup>. Hal ini disebabkan oleh faktor tektonik dan lingkungan. Hal ini menjadi penyebab pembentukan kompleks *reef* di Indonesia yang umumnya menjadi reservoir hidrokarbon sebagaimana yang telah disebutkan. Secara *carbonate depositional facies*, bentuk geometri dari organisme pembentuknya merepresentasikan kedalaman. Untuk *platy coral* sekitar 12 hingga 15 meter, sedangkan *branching coral* sekitar 10 meter, dan *massive head coral* tumbuh di sekitar 0-3 meter. Setelah terkena *overburden*, kemungkinan *reservoir quality* akan menurun drastis. Bila organisme penyusun *coral reef* terkubur hingga kedalaman ribuan *feet*, maka semua *primary porosity* akan hancur sebagaimana yang terjadi di *South Sumatra Basin* yang umumnya didominasi oleh *stromatolite*, koral dan *algae* yang membentuk *reef build up* secara setempat dalam *patch reef*, di NWJB dan NEJB didominasi oleh *coral massive*, sedikit *branching* dan *platy coral* serta *red algae* yang membentuk *fringing reef* dan *pinnacle* secara setempat. Di Pegunungan Selatan Jawa (DIY-Jatim) didominasi oleh *red algae* dan *molluscs* yang membentuk paparan. Di Kutai Basin didominasi oleh *platy coral* dan sedikit *banching coral* yang membentuk *reef build up* secara setempat pada lingkungan *shelf-edge barrier reef*<sup>[1]</sup>.

Dalam proses pembentukan batu kapur ini, akibat adanya pengaruh dari proses geologi tektonik dan aktivitas gunung berapi dapat merubah struktur dari batu gamping. Proses perubahan struktur akibat peristiwa geologi ini dikenal dengan proses rekristalisasi alam. Proses rekristalisasi alam akan dihasilkan perubahan fisik dari batu gamping yaitu dari bentuk padatan berwarna putih atau abu-abu menjadi berwarna beningatau jernih yang dapat dilewatkan cahaya. Dalam proses rekristalisasi ini dapat juga terbentuk batuan yang beragam tergantung dari komposisi pengotor yang terdapat dalam batu gamping. Dari proses rekristalisasi ini akan dihasilkan batu gamping yang indah sehingga membentuk corak yang baik untuk dinikmati dan dapat dihasilkan batuan yang keras namun dapat dengan mudah dipotong. Contoh batu gamping yang mengalami proses rekristalisasi adalah batu marmar yang dapat diolah menjadi bemntuk potongan ubin dan batu onix yang dapat dibentuk menjadi beragam barang kerajinan, ukiran dan patung.

Pada umumnya batu gamping di Indonesia pada umumnya mengalami proses kristalisasi, meskipun yang mengalami proses kristalisasi tersebut tidak seluruh dari deposit batu gamping dalam kawasan tersebut. Proses kristalisasi terjadi jika deposit endapan batu gamping tersebut menerima tekanan yang tinggi akibat adanya patahan atau perlakuan temperature yang tinggi akibat dari proses meletusnya gunung api. Proses kristalisasi terjadi cukup lama dimulai dari adanya endapan karbonat dari akumulasi aktivitas mikro organisme kemudian endapan karbonat terbawa oleh air hujan dan mengendap ditempat lain dalam perut bumi. Akibat aktivitas tektonik atau vulkanik maka endapan karbonat mengalami perombakan menjadi endapan karbonat yang mengkristal<sup>[2]</sup>. Jika dalam proses akumulasi ini endapan kalsium karbonat bertemu dengan unsure magnesium maka akan membentuk formasi baru berupa mineral dolomite<sup>[2]</sup>.

Salah satu kawasan yang kaya akan proses pembentukan kristalisasi batu gamping adalah kawasan *kars* Pegunungan Seribu yang membentang dari kawasan pantai selatan di daerah Istimewa Yogyakarta, beberapa daerah di Jawa Tengah dan Jawa Timur <sup>[3]</sup>. Kawasan karst memiliki kondisi geologi batuan yang mudah larut dan porositas sekunder berkembang dengan baik<sup>[3]</sup>. Porositas sekunder merupakan porositas yang bergantung pada rekahan-rekahan antara batuan dan terdapatnya lorong-lorong akibat proses solusional. Berdasarkan nilai porositas dari batuan, batuan-batuan yang telah mengalami proses karstifikasi maka batuan tersebut memiliki nilai porositas yang lebih besar daripada batuan yang belum mengalami proses karstifikasi. Pada batuan gamping yang telah mengalami karstifikasi dengan baik memiliki nilai porositas batuan yang cukup tinggi yaitu berkisar 50%

sedangkan batuan gamping yang belum mengalami proses kristalisasi memiliki nilai porositas hanya berkisar 10%<sup>[3]</sup>. Kawasan *kars* Pegunungan Seribu merupakan kawasan cagar alam batuan *kars* yang dilindungi sehingga dikawasan tersebut dilarang untuk mengambil atau menambang batu gamping yang ada di kawasan tersebut. Hal ini karena batu gamping yang telah mengalami proses kristalisasi di kawasan tersebut membentuk daerah resapan air yang menyimpan sumber air yang melimpah. Jika kawasan tersebut diganggu maka akan menambah penderitaan masyarakat di kawasan *kars* tersebut karena semakin sulit untuk mendapatkan air. Disamping itu kawasan *kars* Pegunungan Seribu merupakan salah satu heritage dunia dan menyimpan potensi wisata karena keunikannya.

Pada penelitian ini telah dilakukan pengambilan contoh batuan yang mengalami kristalisasi, dalam tahap kristalisasi dan belum kristalisasi di daerah Pracimantoro, Kabupaten Wonogiri. Tujuan dari kegiatan penelitian ini adalah untuk identifikasi struktur Kristal dan kandungan pengotor dalam batu gamping yang telah mengalami proses kristalisasi, dalam proses kristalisasi dan sebelum proses Kristalisasi. Dengan penelitian ini diharapkan kita akan mengetahui proses kristalisasi batu gamping sebagai salah satu fenomena alam batu gamping di salah satu lokasi di Kawasan *Kars* Pegunungan Seribu. Dalam penelitian ini tidak direkomendasikan untuk melakukan usaha penambangan batu gamping untuk komersialisasi karena akan merusak kawasan *Kars* sebagai salah satu kawasan geologi yang dilindungi.

## **METODE**

Pada kegiatan penelitian yang tertuang dalam tulisan ini pada intinya adalah proses identifikasi dari batuan gamping yang mengalami proses kristalisasi. Pada penelitian ini, sebagai obyek dari penelitian adalah contoh batuan yang mengalami kristalisasi, dalam tahap kristalisasi dan belum kristalisasi di daerah Pracimantoro, Kabupaten Wonogiri. Adapun bentuk sampel yang telah diambil dapat dilihat pada gambar sebagai berikut :



**Gambar 1. Sampel Batu Gamping**

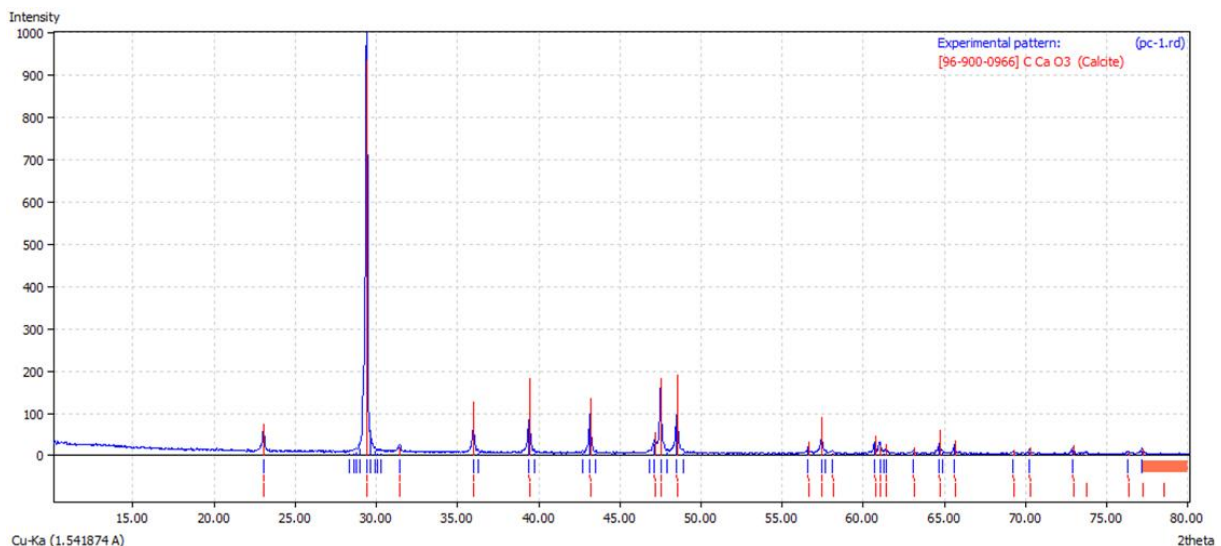
Tahapan kegiatan penelitian yang telah dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Mengambil sampel di satu lokasi yang terdapat batuan gamping yang mengalami proses kristalisasi, dengan mengambil tiga contoh batuan yang telah terkristalisasi, semi kristalisasi dan belum terkristalisasi. Pengambilan diusahakan dalam satu lokasi untuk mendapatkan kesamaan sumber dari satu batuan gamping induk.
2. Masing-masing sampel kemudian dihancurkan dalam disk mill yang telah dibersihkan terlebih dahulu dengan cara memasukkan batuan sampel kemudian digerus dan dibuang pada awal proses penghancuran. Hal ini untuk mencegah kontaminasi dengan mineral lain.
3. Setelah dihancurkan dalam bentuk serbuk sampel disaring menggunakan saringan ukuran 100 mesh, dimana sampel yang lolos saringan digunakan sebagai bahan baku untuk proses karakterisasi.

4. Dilakukan proses karakterisasi menggunakan peralatan *X-Ray Diffraction* untuk menentukan komposisi senyawa yang terdapat dalam batuan gamping dan analisa *X-Ray Fluorescent* untuk melihat secara kuantitatif unsure pengotor yang terdapat dalam batuan gamping tersebut.
5. Dilakukan proses analisis terhadap hasil analisa *X-Ray Diffraction* dengan melihat citra peak pada hasil analisis dengan melihat letak peak pada sudut pandang ( $2\theta$ ) mulai dari 0 – 80 . Dalam analisa ini hasil citra XRD di plot dengan senyawa standart koleksi dari program *Match* sebanyak tiga sampel, kemudian masing-masing citra peak tersebut disusun dalam satu grafik untuk dibandingkan letak gelombang peak. Hasil dari proses perbandingan terhadap tiga sampel diperbesar skala 2 Theta untuk melihat pola masing-masing sampel kemudian dilakukan pembahasan.
6. Dilakukan analisa *X-Ray Fluorescent* untuk mengetahui komposisi pengotor yang ada dalam batu gamping dari ketiga sampel. Pada analisa ini yang dilihat adalah dari sisi unsur pengotor yang ada dalam bentuk unsure seperti Fe, Si, Al, Ti, Mg dan lain-lain sedangkan unsur mayoritas berupa kalsium karbonat tidak diperhatikan.

## PEMBAHASAN

Setelah dilakukan proses analisa *X-Ray Diffraction* diperoleh hasil berupa citra *peak* , kemudian dilakukan pemetaan dengan Program *Match*. Pada sampel PC-1 yaitu kalsium karbonat yang telah dilakukan proses kristalisasi diperoleh hasil seperti pada gambar dibawah :



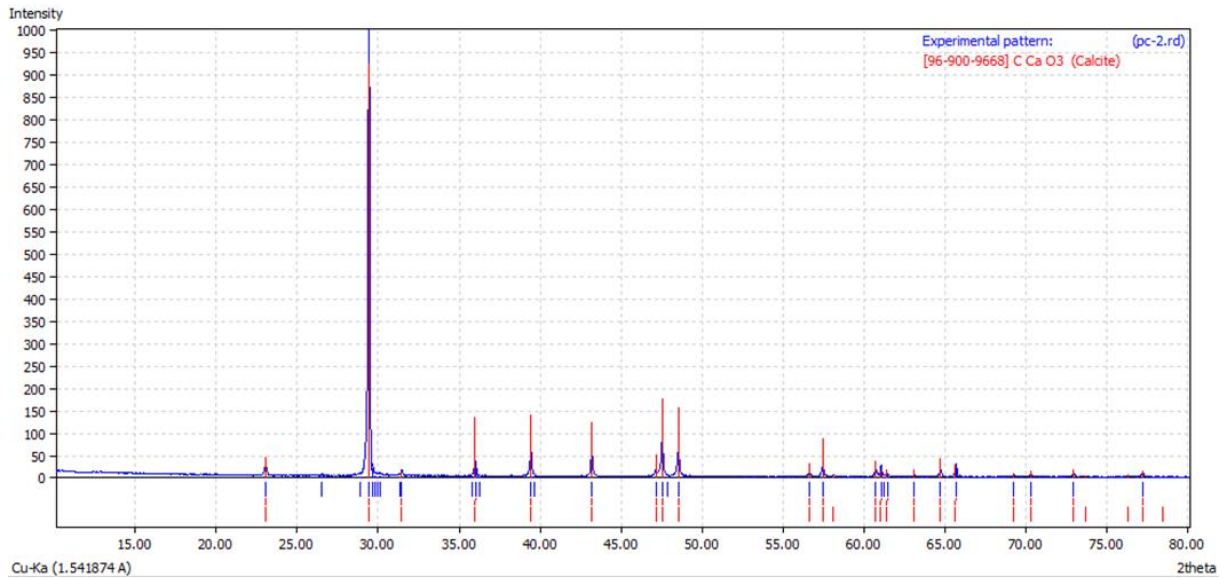
**Gambar 2 . Hasil Pemetaan Program *Match* pada sampel batu gamping terkristalisasi.**

Dari hasil pemetaan dengan Program *Match* diperoleh hasil bahwa seluruh peak yang terbentuk adalah peak kalsium karbonate dalam bentuk *Calcite* dan tidak terdapat peak unsur selain daripada peak *Calcite* . Hal ini dapat dilihat dari plotter dengan padatan standart nomor seri 96-900-966 semua peak dari PC-1 sama identik dengan peak standart <sup>[4]</sup> . Peak standar tersebut berdasarkan data *Match* adalah *Space Group* R-3C , *Chrystal System* R-3C dan ukuran sisi kristal  $a = 4,9880 \text{ \AA}$  serta *density*  $2,713 \text{ g/cm}^3$  <sup>[4]</sup> .

Pada sampel PC-2 , yaitu sampel pada batu gamping semi kristalin menunjukkan pola yang hampir dengan sampel PC-1 yaitu batu gamping Kristalin, tetapi ada sedikit pergeseran pada masing-masing peak. Pada sampel PC-2 hasil plotter berbeda dengan PC-1 dimana pada sampel PC-2 identik dengan padatan standart dengan nomor seri 96-900-9668 <sup>[5]</sup> . Peak standar tersebut berdasarkan data *Match* adalah *Space Group* R-3C , *Chrystal System* R-3C dan ukuran sisi kristal  $a = 4,9910 \text{ \AA}$  serta *density*  $2,708 \text{ g/cm}^3$  <sup>[5]</sup> .

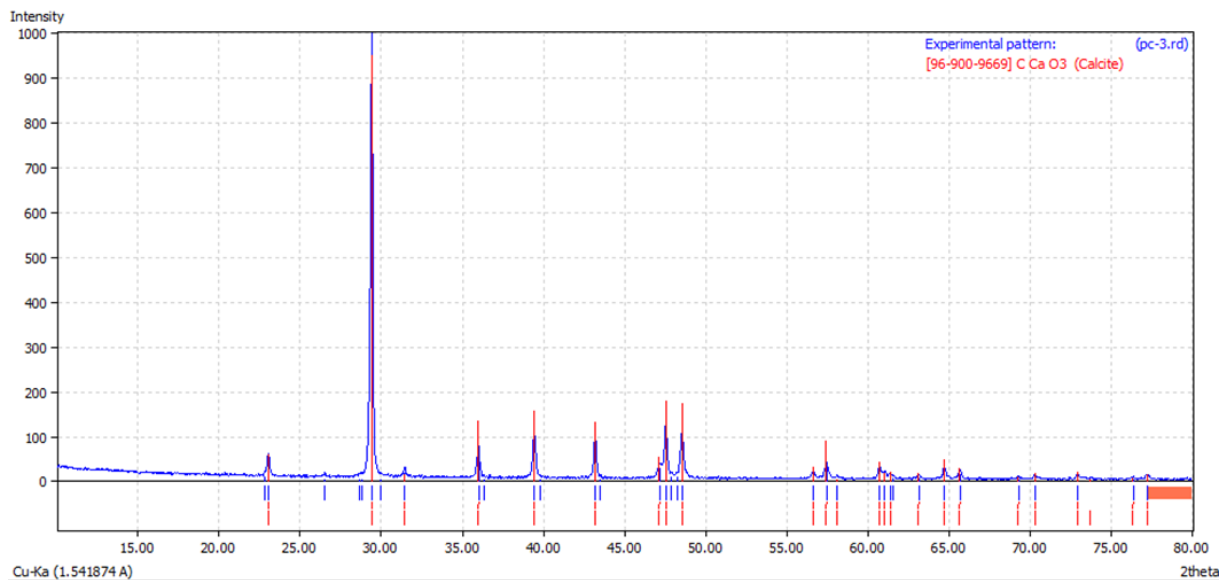
Dengan melihat hasil analisis dengan metoda *Match* terlihat ada sedikit perbedaan antara PC-1 dan PC-2 yaitu ukuran sisi kristal melebar pada PC-2 sehingga PC-2 lebih ringan sedikit dari PC-1. Adapun hasil analisa *Match* dengan standart nomor seri 96-900-9668 dapat dilihat pada gambar 3 dibawah :





Gambar 3 . Hasil Pemetaan Program *Match* pada sampel batu gamping semi terkristalisasi.

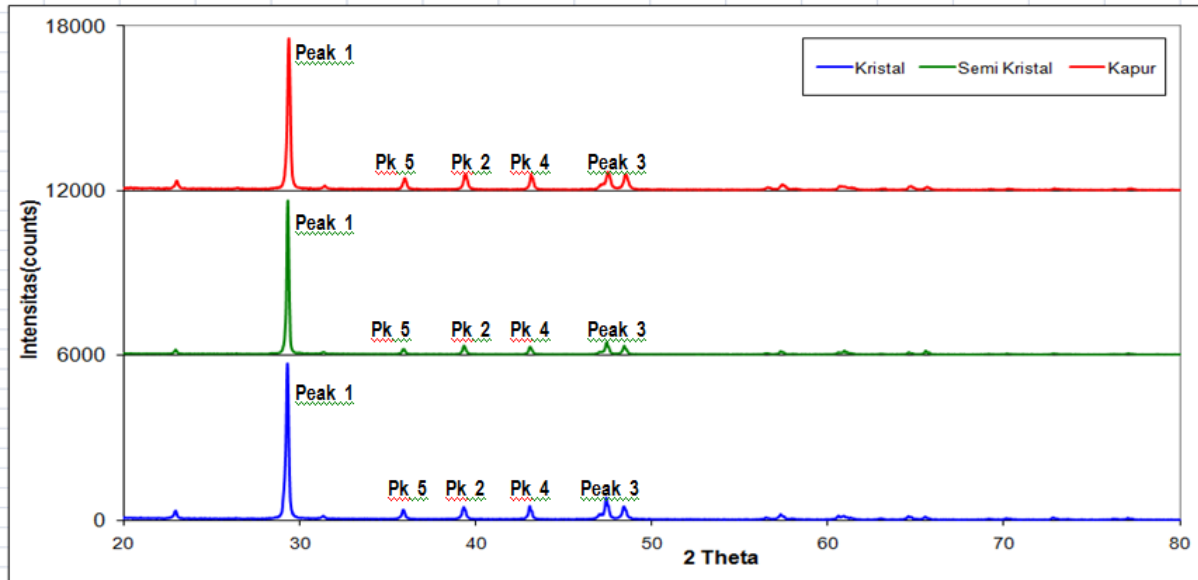
Pada sampel PC-3 , yaitu sampel pada batu gamping belum terkristalisasi menunjukkan pola yang sama dengan sampel PC-2 yaitu batu gamping semi kristalin, tetapi ada sedikit pergeseran pada masing-masing peak dengan pergeseran yang sangat sedikit. Pada sampel PC-3 hasil plotter berbeda dengan PC-2 dimana pada sampel PC-3 identik dengan padatan standart dengan nomor seri 96-900-9669 [5] . Peak standar tersebut berdasarkan data *Match* adalah *Space Group* R-3C , *Chrystal System* R-3C dan ukuran sisi kristal  $a = 4,9920 \text{ \AA}$  serta *density*  $2,705 \text{ g/cm}^3$  [5] .



Gambar 4 . Hasil Pemetaan Program *Match* pada sampel batu gamping belum terkristalisasi.

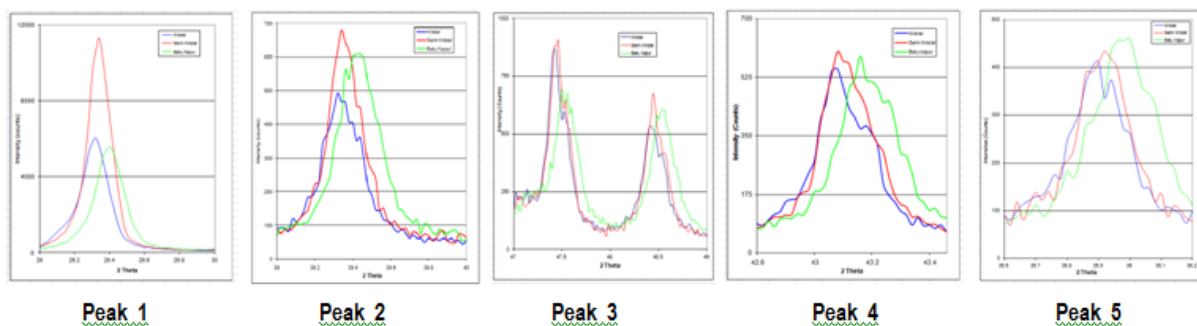
Dari ketiga sampel yang dilakukan dengan analisis *Match* terlihat bahwa sampel kristalin yaitu PC-1 memiliki data yang agak berbeda dibanding sampel semi kristalin yaitu PC-2 dan yang belum terkristalisasi PC-3. Sedangkan PC -2 dan PC-3 memiliki data ukuran sisi kristal dan density yang mendekati sehingga nampak bahwa senyawa batu gamping yang mengalami kristalisasi memiliki struktur Kristal yang berbeda. Hal inilah yang memungkinkan bentuk kristal batu gamping yang telah mengalami kristalisasi berupa padatan bening yang tembus cahaya.

Setelah dilakukan proses analisis dengan metode *Match*, maka dilanjutkan dengan analisis menggunakan grafik yang disusun berdasarkan pada program *Microsoft Excel* untuk melihat ketinggian dan letak peak. Hasil pemetaan dengan menggunakan program *Microsoft Excel* diperoleh perbandingan hasil seperti yang terlihat pada gambar 5 sebagai berikut :



Gambar 5 . Hasil Pemetaan Program *Microsoft Excel* pada sampel batu gamping

Dari gambar 5 diatas terlihat bahwa ketiga sampel baik dalam wujud kristal, semi kristal dan yang belum mengalami kristalisasi terlihat memiliki pola yang sama yaitu memiliki satu peak yang tinggi berada pada 2 theta sekitar  $29^{\circ}$  kemudian ada empat peak yang lain yaitu pada  $35^{\circ}$  ,  $39^{\circ}$  ,  $43^{\circ}$  dan peak kembar sekitar rentang  $47^{\circ}$  sampai  $49^{\circ}$ . Namun setelah dijabarkan secara detail terlihat ada perbedaan ketinggian dan letak peak, hal ini dapat dilihat pada gambar 6 dibawah :



Gambar 6 . Penjabaran Detail Hasil Pemetaan Program *Microsoft Excel* pada sampel batu gamping

Dari hasil penjabaran pada gambar 6 terlihat bahwa pada peak yang tertinggi pada peak yang belum mengalami kristalisasi memiliki letak peak lebih besar derajatnya, kemudian dalam mengalami menuju ke proses kristalisasi terjadi lonjakan ketinggian peak dan peak bergeser derajat yang lebih kecil. Kemudian setelah proses kristalisasi selesai maka ketinggian peak menjadi lebih kecil kembali namun terjadi pergeseran derajat menjadi paling kecil. Demikian untuk peak yang lebih kecil yaitu pada peak 2 sampai 5 mengalami pola pergeseran yang relative sama tetapi dengan ketinggian yang berbeda. Dengan melihat pola peak ketiga sampel terlihat bahwa semakin mengkristal maka derajat 2 theta semakin turun dan peak cenderung naik tinggi kemudian turun kembali. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi ketidakstabilan pada saat proses kristalisasi.

Dari hasil analisa X-Ray Fluorescent terlihat bahwa pada proses kristalisasi batu gamping terlihat proses pemurnian pengotor pada kristal secara alami. Dari hasil analisa terlihat bahwa dengan proses kristalisasi terjadi penurunan pengotor pada unsure magnesium, besi, aluminium, mangan dan barium dengan penurunan unsure pengotor yang cukup besar adalah magnesium dan aluminium. Dengan berkurangnya pemngotor terlihat pada warna batu gamping dari warna keruh kekuningan menjadi bening menunjukkan bahwa pengotor berperan pada pewarnaan batuan. Dengan melihat data tersebut terlihat bahwa untuk mendapatkan batu gamping kualitas tinggi dapat dipilih batu gamping yang mengalami proses kristalisasi.

**Tabel 1. Hasil Analisa X-Ray Florescent Pada Sampel Batu Gamping**

No	Sampel	Hasil Analisa Unsur ( % Berat )					
		Mg	Al	Si	Fe	Mn	Ba
1	Kristalisasi	ND	0,13	ND	0,10	ND	ND
2	Semi Kristalisasi	ND	ND	ND	0,25	0,19	ND
3	Belum Kristalisasi	1,16	0,36	0,45	0,34	0,05	0,03

Keterangan : ND ( tidak terdeteksi alat )

## KESIMPULAN

Dari hasil percobaan karakterisasi dapat disimpulkan bahwa proses kristalisasi berpengaruh terhadap :

1. Ukuran parikel dan density berubah, dimana ukuran kristal menjadi mengecil dan densitas menjadi meningkat dengan proses kristalisasi.
2. Tingkat kemurnian ada kecenderungan meningkat dimana setelah mengalami proses kristalisasi unsur pengotor menjadi berkurang yaitu pada unsur magnesium, besi, aluminium, silika, mangan dan barium.
3. Bentuk padatan juga mengamami perubahan kecewrahan, dimana sebelum proses kristalisasi batu gamping berwarna putih sedikit kekungngnan dengan proses kristalisasi warna menjadi jernih.

## REFERENSI

- [1] Premonowati , Optimalisasi Metode Pendiskripsian Batu Gamping untuk Karakterisasi Reservoir Hidrokarbon dalam Pemodelan Geologi : Jurnal Ilmiah MTG, Vol. 3, No. 2, Jurusan Teknik Geologi FTM UPN “ Veteran “ Yogyakarta , (2010 ).
- [2] Tyas Juhariningrum , Rusmadi: Penentuan Kalsit dan Dolomit Secara Kimia Dalam Batu Gamping Dari Madura : Kumpulan Laporan Hasil Penelitian, ISBN : 978-979-99141-2-5 ( 2004 ).
- [3] Dimas Noer Karunia., Darsono., Darmanto., : Identifikasi Pola Aliran Sungai Bawah Tanah di Mudal, Pracimantoro Dengan Metode Geolistrik : Jurusan Fisika- F.MIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta , Indonesian Journal Aplied Physics , Vol 2 No.2 Halaman 91 (2012)
- [4] Markgraf S. A., Reeder R. J., "High-temperature structure refinements of calcite and magnesite Sample: T = 24 C", American Mineralogist 70, 590-600 (1985)
- [5] Sitepu H., O'Connor B H, Li D., "Comparative evaluation of the March and generalized spherical harmonic preferred orientation models using X-ray diffraction data for molybdtite and calcite powders Note: March model Locality: synthetic", Journal of Applied Crystallography 38, 158-167 (2005)

## **Studi potensi pertambangan garam di Kabupaten Rembang untuk bahan baku magnesium karbonat**

Nadia Chrisayu Natasha<sup>1,a</sup> dan Eko Sulistiyono<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI, Tangerang Selatan, Indonesia

<sup>2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI, Tangerang Selatan, Indonesia

<sup>a</sup>nadia\_natasha90@yahoo.com

### **Abstrak**

*Indonesia sebagai Negara Kepulauan yang 70% dari luasan total wilayah nusantara adalah lautan yang memiliki banyak potensi serta dapat dimanfaatkan, salah satu contohnya adalah garam. Daerah pesisir Kabupaten Rembang merupakan salah satu dari beberapa kawasan pantai yang banyak dijadikan usaha pertambangan garam. Pengamatan terhadap proses pengendapan garam di sepanjang pantai Kabupaten Rembang yang mempunyai sistem tambak tradisional dan sistem pertambangan geomembran (modern) dilakukan dalam penelitian ini. Hal ini dilakukan untuk mengetahui potensi pantai Indonesia khususnya di wilayah Kabupaten Rembang sebagai sumber bahan baku dalam membuat magnesium karbonat. Padatan berupa garam dan limbah air dari kedua sistem pertambangan garam diambil untuk dilakukan analisa. Dari hasil pengamatan, terlihat bahwa dengan pertambangan modern diperoleh garam yang lebih berkualitas dan kadar magnesium yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan pertambangan tradisional. Hal tersebut didukung oleh hasil analisa X-ray Diffraction (XRD) pada garam yang menunjukkan terbentuknya peak natrium klorida (NaCl) yang tajam dan lebih dominan. Sedangkan untuk hasil analisa X-ray Fluorescence (XRF) menunjukkan bahwa garam tersebut mempunyai kadar magnesium 17,65% dan natrium klorida hingga mencapai > 30% yang jika diamati secara visual memiliki warna garam yang lebih cerah. Jika limbah air dari sisa proses penguapan pada pertambangan modern tersebut dikarakterisasi dengan Inductively Coupled Plasma (ICP) maka diperoleh kenaikan kadar magnesium (Mg) yang cukup tinggi yaitu dari 1,497 ppm menjadi 36,41 ppm dengan rasio magnesium dan natrium (Mg/Na) dari 0,145 menjadi 2,241. Dengan melihat kadar magnesium dan natrium yang cukup tinggi, dapat disimpulkan bahwa tambak garam di sepanjang pantai Kabupaten Rembang berpotensi menjadi daerah penghasil garam untuk memenuhi kebutuhan garam nasional dan limbah air pada penambakan modern dapat dimanfaatkan sebagai sumber bahan baku pembuatan magnesium karbonat.*

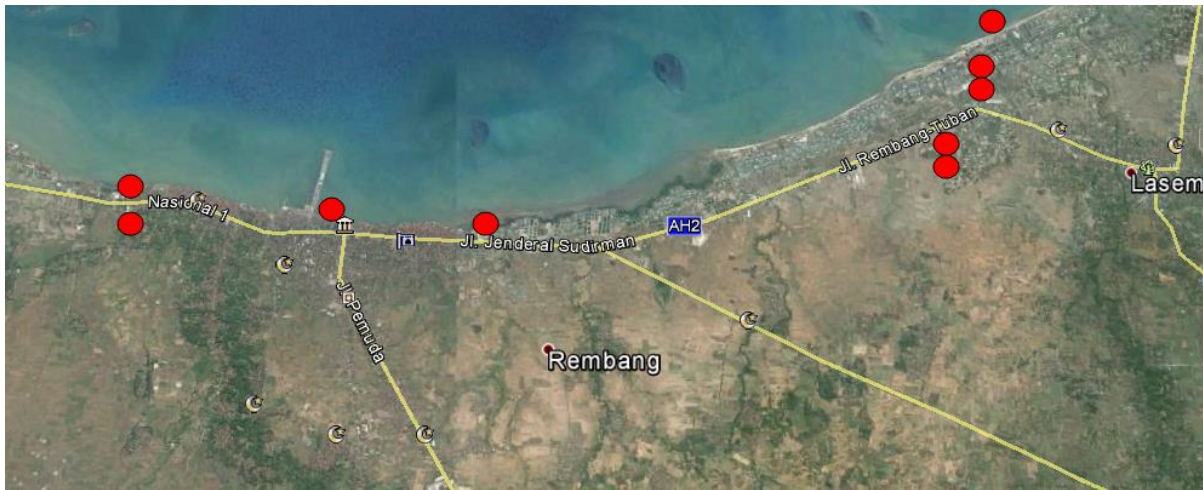
**Kata kunci :** Rembang, Tambak garam, Garam, Magnesium, Natrium.

### **PENDAHULUAN**

Indonesia sebagai Negara Kepulauan yang 70% dari luasan total wilayah nusantara adalah lautan yang memiliki banyak potensi serta dapat dimanfaatkan, salah satu contohnya adalah garam <sup>[1]</sup>. Meskipun demikian tidak semua kawasan pantai dapat dikelola menjadi tambak garam, sehingga agar dapat mengelolanya harus memperhatikan aspek ekologis serta aspek tanah. Beberapa daerah yang cukup berpotensi sebagai penghasil garam diantaranya Pati, Rembang, Pamekasan, Sumenep, Sampang, Indramayu, Cirebon, Nagekeo, NTT dan NTB <sup>[1]</sup>. Daerah pesisir Kabupaten Rembang merupakan kawasan pantai yang banyak dijadikan usaha pertambangan garam. Hal ini karena curah hujan di kawasan pesisir Kabupaten Rembang cukup rendah sehingga dapat dihasilkan garam hampir sepanjang tahun. Menurut Dinas Perindustrian dan Perdagangan Provinsi Jawa Tengah tahun 2010, Kabupaten Rembang mempunyai petani garam yang mampu memproduksi garam dengan rata – rata sebesar 125.183 ton dan rata – rata jumlah nilai produksi mencapai Rp 45.979.183,00 dari tahun 2007 sampai 2009 <sup>[2]</sup>.

Seiring dengan semakin tingginya kebutuhan garam industri dan harga garam industri yang semakin mahal maka dibutuhkan upaya guna meningkatkan potensi dan kualitas produksi garam, salah satunya adalah dengan cara beralih dari tambak tradisional ke tambak modern dengan menggunakan geomembran dari bahan HDPE.





**Gambar 2.** Titik – titik pengambilan sampel

Sampel yang diperoleh berupa limbah air sisa proses penguapan dan padatan berupa garam, selanjutnya dimasukkan dalam tempat sampel untuk dilakukan proses analisa. Setelah sampel diambil maka sampel padatan dikeringkan untuk menghilangkan air yang menempel kemudian dilakukan analisa XRD dan XRF sedangkan limbah air dilakukan analisa ICP.

## HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASAN

### 1. Hasil Analisa Air Laut dan Air Garam

Dari hasil analisa ICP terlihat bahwa air laut memiliki potensi yang cukup besar untuk menghasilkan magnesium karbonat, hal ini dapat dilihat bahwa kadar magnesium yang dimiliki air laut cukup tinggi yaitu sekitar 8-9 % dari seluruh unsur kation dalam air laut. Dari hasil analisa kation terlihat bahwa kadar garam dalam air laut di Pantai Kartini yang berada di pusat kota Rembang dan Pantai Caruban yang jauh dari pusat kota memiliki kadar ion garam yang hampir sama. Rasio magnesium dan natrium di kedua pantai tersebut memiliki rasio yang masih kecil yaitu sekitar 0,14. Rasio magnesium dan natrium pada air laut yang masuk ke perairan tambak terjadi peningkatan, hal ini dapat dilihat pada hasil pengambilan sampel di dekat kincir angin menunjukkan nilai Mg/Na adalah 0,162. Peningkatan rasio Mg/Na memberikan indikasi bahwa tanah yang berada di kawasan tambak memiliki kadar Mg yang cukup tinggi yang disebabkan oleh hasil akumulasi unsur Mg dari proses penggaraman. Hasil analisa ICP selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. Hasil analisa ICP sampel tambak garam dari Kabupaten Rembang**

No	Lokasi	Kadar Unsur ( ppm )					Rasio Mg/Na
		Mg	Ca	K	Li	Na	
1	Air tambak tradisional timur kota Rembang	26,85	1,072	7,604	0,027	51,394	0,522
2	Air tepi Pantai Caruban timur Rembang	1,497	2,777	0,396	0,006	10,291	0,145
3	Sisa air tambak modern Caruban	29,64	0,988	12,877	0,008	44,006	0,674
4	Sisa air tambak tradisional Caruban	11,17	4,801	3,167	0,002	62,675	0,178
5	Sisa air tambak modern timur Rembang	36,41	0,428	19,001	0,008	16,250	2,241
6	Sisa air tambak tradisional timur kota Rembang	28,07	1,198	9,760	0,004	51,997	0,540
7	Sisa air tambak modern barat kota Rembang	35,56	0,568	15,382	0,008	21,617	1,645
8	Air inlet kincir angin barat Rembang	2,447	4,083	0,639	0,001	15,103	0,162
9	Pantai Kartini kota Rembang	1,438	2,656	0,372	0,001	9,752	0,147

Hasil analisa ICP (Tabel 1) terhadap limbah air pada pertambakan yang telah diambil garamnya juga menunjukkan terjadinya proses akumulasi unsur Mg dan Na. Hal ini ditunjukkan dengan adanya peningkatan kadar unsur Mg dan Na pada sisa air tambak baik modern maupun tradisional jika dibandingkan dengan air utamanya. Proses akumulasi unsur Mg yang terjadi pada limbah air di pertambakan jauh lebih besar dari unsur Na, hal ini terjadi karena Na telah mengendap terlebih dahulu dan menjadi garam<sup>[4]</sup>. Dari hasil pengamatan rasio Mg dan Na (Mg/Na), pada limbah air pertambakan garam modern mempunyai nilai Mg/Na yang lebih besar dibandingkan dengan pertambakan tradisional. Nilai Mg/Na pada limbah air tambak garam modern yaitu 0,674 di Caruban, sebelah barat Kota Rembang 1,645 dan di tambak sebelah timur Kota Rembang 2,241. Pada pertambakan tradisional memiliki nilai Mg/Na yang lebih rendah yaitu 0,178 di Caruban, sebelah barat Kota Rembang 0,540 dan di tambak sebelah timur Kota Rembang 0,522. Dengan membandingkan hasil analisa ICP terhadap sisa air pertambakan menunjukkan bahwa pertambakan terpal HDPE modern memiliki prospek yang jauh lebih baik dalam hal akumulasi unsur Mg, sehingga dapat disimpulkan bahwa di masa yang akan datang pengambilan magnesium karbonat dari air laut menunjukkan prospek yang menjanjikan.

## 2. Hasil Analisa Garam

Pengambilan sampel produk garam pertambakan tradisional dan pertambakan modern di ambil dari sentra koperasi pertambakan garam. Bentuk garam dari hasil pertambakan tersebut jika diamati secara visual menunjukkan bahwa garam yang dihasilkan dari usaha pertambakan modern dengan terpal HDPE memberikan kualitas yang lebih baik dibanding pertambakan tradisional. Garam hasil pertambakan tradisional dan modern dapat dilihat pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Perbandingan Penampakan Garam Tradisional Dengan Tambak Terpal HDPE

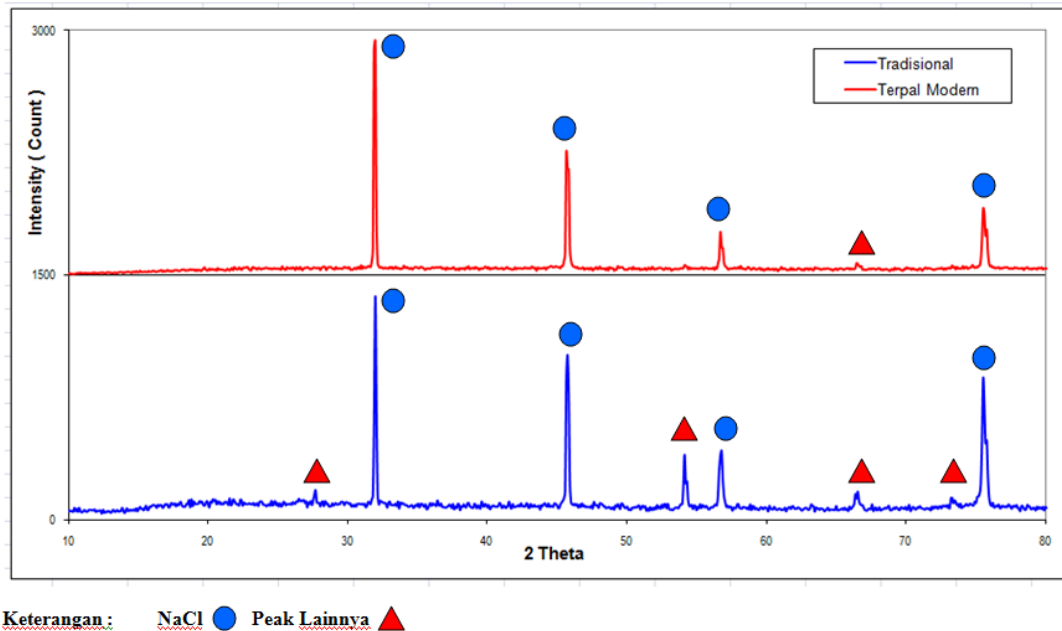
Dari hasil analisa XRF pada Tabel 2 terlihat bahwa garam yang berasal dari tambak modern dengan HDPE menunjukkan tingkat kebersihan yang lebih tinggi daripada tambak tradisional. Hal ini dapat dilihat dari kadar pengotor pada tambak terpal HDPE lebih rendah dari pada tambak tradisional. Pada tambak tradisional pengotor yang tinggi didominasi oleh silika, alumina dan kalsium, hal ini memberikan indikasi ada pencampuran antara kotoran di permukaan alas proses penambakan garam dengan garam yang diperoleh. Jika melihat nilai Mg/Na pada tambak tradisional terlihat bahwa nilai Mg/Na lebih tinggi dari tambak modern HDPE, hal ini menunjukkan bahwa garam hasil tambak modern HDPE memiliki kualitas yang lebih baik dengan mengambil unsur Mg lebih rendah dari Na. Dengan melihat rasio tersebut, terlihat bahwa sisa air dari tambak modern lebih banyak mengandung Mg dari pada tambak tradisional. Sehingga dapat disimpulkan bahwa air buangan dari tambak modern memiliki potensi yang besar untuk diambil magnesium dari pada tambak tradisional.

**Tabel 2. Hasil Analisa XRF Garam Rembang**

Sistem Pertambakan	Kadar ( % Berat )						Rasio Mg/Na
	Cl	NaO	MgO	SO <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	

<b>Tradisional</b>	48,85	27,19	14,27	6,92	3,55	2,55	1,19	0,5248
<b>Modern HDPE</b>	28,45	38,38	17,65	6,39	2,39	1,91	1,32	0,4598

Dengan melihat hasil analisa XRD terlihat bahwa garam produksi tambak modern lebih bersih dari pada tambak tradisional. Hal ini dapat dilihat dari perbandingan hasil analisa XRD pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Hasil analisa XRD

Dari hasil analisa XRD pada sampel garam yang diambil terlihat bahwa kedua sampel garam memberikan peak yang tajam berupa peak NaCl. Dengan melihat tajamnya peak menunjukkan bahwa sampel didominasi oleh kandungan senyawa NaCl baik itu garam yang berasal dari tambak tradisional maupun dari tambak HDPE. Dengan melihat peak selain NaCl terlihat bahwa kemunculan peak pada hasil tambak tradisional lebih banyak dari pada kemunculan peak pada tambak terpal HDPE. Dengan melihat kemunculan peak selain peak NaCl memberikan indikasi bahwa garam dengan tambak tradisional lebih kotor dari pada garam tambak terpal HDPE. Berdasarkan analisa XRF ada kemungkinan peak yang selain NaCl adalah peak yang berasal dari senyawa kompleks silika-alumina yang berasal dari kotoran tanah atau senyawa garam kompleks antara Na,Mg,Ca dengan senyawa sulfat atau klorida.

**KESIMPULAN**

1. Dengan membandingkan hasil analisa ICP terhadap sisa air pertambakan menunjukkan bahwa pertambakan terpal HDPE modern memiliki prospek yang jauh lebih baik dalam hal akumulasi ion Mg, sehingga dapat disimpulkan bahwa ke depan pengambilan magnesium karbonat dari air laut menunjukkan prospek yang lebih cerah.
2. Dengan melihat penampakan garam yang dihasilkan terbukti bahwa garam yang dihasilkan dari tambak tradisional terlihat lebih kotor daripada yang berasal dari tambak terpal HDPE, sehingga nilai jual garam tambak terpal HDPE lebih baik.
3. Dengan melihat rasio tersebut sisa air dari tambak terpal lebih banyak mengandung Mg dari pada tambak tradisional. Sehingga dapat disimpulkan bahwa air buangan dari tambak terpal memiliki potensi yang besar untuk diambil Mg nya dari pada tambak tradisional.
4. Berdasarkan analisa XRF ada kemungkinan peak yang selain NaCl adalah peak yang berasal dari senyawa kompleks silika-alumina yang berasal dari kotoran tanah atau senyawa garam kompleks antara Na,Mg,Ca dengan senyawa sulfat atau klorida.



**DAFTAR PUSTAKA**

- [1] [http://www.bppp-tegal.com/v1/index.php?option=com\\_content&view=article&id=207:memilih-lokasi-tambak-garam-rakyat&catid=44:artikel&Itemid=85](http://www.bppp-tegal.com/v1/index.php?option=com_content&view=article&id=207:memilih-lokasi-tambak-garam-rakyat&catid=44:artikel&Itemid=85) diakses 18 April 2016
- [2] Nailul Huda, 2013, Analisa Industri Garam Lokal di Kabupaten Rembang, Skripsi Fakultas Ekonomi dan Bisnis Universitas Diponegoro Semarang.
- [3] Mahfud Effendy; Muhammad Zainuri; Hafiluddin, Intensifikasi lahan garam rakyat di kabupaten sumenep, Program Studi Ilmu Kelautan Universitas Trunojoyo Madura
- [4] Robert H. Perry and Don green, Perry's Chemical Engineering Handbook," Sixth Edition, McGraw – Hill Book Co, Singapore, ISBN 0-07-Y66482-X. (1984)

## Optimasi Formula Vulkanisat *Pneumatic Rubber Fender* (PRF) Untuk Peningkatan Ketahanan Terhadap Proses Aging

Faizinal Abidin<sup>1, a</sup>, Mahendra Anggaravidya<sup>2</sup>, Ade Sholeh Hidayat<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Pusat Teknologi Pengembangan Sumberdaya Mineral (PTPSM), Teknologi Pengembangan Sumberdaya Alam (TPSA), Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), Gedung Gesotech No. 820 Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, 15314

<sup>2,3</sup>Pusat Teknologi Material (PTM), Teknologi Informasi Energi dan Material (TIEM), Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), Gedung No. 224 Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, 15314

<sup>a</sup> [faizmetalits03@gmail.com](mailto:faizmetalits03@gmail.com)

### Abstrak

*Produk pneumatic rubber fender (PRF) merupakan salah satu produk karet yang masih 100% diimpor dan menggunakan bahan baku karet sintetis. Produk PRF banyak digunakan pada sektor transportasi untuk melindungi dermaga ataupun kapal laut dari benturan. Pencampuran (blending) karet alam dan sintetis dilakukan untuk mendapatkan formula vulkanisat yang optimal untuk produksi PRF. Performa vulkanisat hasil pencampuran dianalisis dengan karakterisasi sifat mekanis, sifat kimia, dan sifat morfologi permukaan dari vulkanisat. Analisis Kuat Tarik (Tensile Strength), Kemampuan Putus (Elongation at Break), Kuat Sobek (Tear Resistance), Kekerasan (Hardness), Fourier Transform Spectroscopy (FTIR), dan Scanning electron microscope (SEM) telah dilakukan pada formula vulkanisat dengan variasi rasio karet alam (NR) dan karet sintesis (CR) berturut-turut 100% NR; 70 % NR : 30 % CR; 30 % NR : 70 % CR; dan 100 % CR. Hasil analisis menunjukkan formula dengan komposisi 70% NR : 30% CR merupakan formula yang optimal untuk produksi PFR.*

**Kata kunci** : karet alam, *pneumatic fender*, dan karakterisasi

### PENDAHULUAN

Sebagai Negara yang kaya akan sumber daya alam, Indonesia menghadapi berbagai permasalahan berkaitan dengan kebutuhan produk/komponen pendukung industri yang masih mengandalkan produk impor. Berbagai produk impor tersebut diantaranya adalah berbagai produk yang berbahan baku karet/elastomer. Padahal Indonesia adalah salah satu negara penghasil karet alam terbesar didunia (Luas area  $\pm 3,3$  juta hektar, 85% Perkebunan Rakyat, Produksi  $\pm 2,9$  juta ton), berdasarkan data dari Biro Pusat Statistik nilai impor produk karet yang dilakukan oleh Indonesia adalah sebagai berikut : tahun 2008 sebesar 1.415,4 juta US \$ dan pada tahun 2009 sebesar 1.125,3 juta US \$.

Tingginya nilai impor tersebut dikarenakan industri karet dalam negeri masih mengandalkan ekspor karet alam dalam bentuk setengah jadi, padahal dengan penerapan dan inovasi teknologi/proses produksi, bahan baku karet alam tersebut dapat diolah menjadi produk/komponen yang memiliki nilai tambah lebih tinggi.

Dari sekian banyak produk/komponen karet impor tersebut, salah satunya adalah *pneumatic rubber fender* (PRF) yang saat ini masih 100% diimpor dari berbagai negara seperti Jepang, Swedia, dan China. Produk tersebut digunakan sebagai bantalan (*fender*) bagi kapal-kapal laut, khususnya kapal perang dalam pengisian bahan bakar di tengah laut, pemindahan material dan personel sehingga tidak terjadi benturan antar kapal pada saat dua kapal laut berdampingan.

Agar dapat menghasilkan suatu material *rubber composite* yang memenuhi standar, telah dilakukan penelitian pencampuran (*blending*) karet alam dan sintetis untuk mendapatkan formula vulkanisat yang optimal untuk produksi PRF. Pemanfaatan secara optimal sumber daya alam (karet alam) sangat mendukung program hilirisasi karet, kemandirian teknologi dan kegiatan ekonomi utama sesuai dengan Master-plan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia 2011-2025.

## METODE PENELITIAN

### Bahan Penelitian

Bahan baku vulkanisat yang digunakan dalam penelitian adalah karet alam SIR 10 (*Natural Rubber*), Karet Sintetik CR-Skyprene B30, Struktol 40 MS, Asam Stearat (FL-1800 RB Grade), MgO 150, TMQ-Flektol TMQ, WaxS-RP 3 Rubber, Santoflex-6PPD, HAF N-330 (*Cabbot, Carbon Black*), Paraffinic Oil, ZnO-Red Seal, ETU 80, DPTT-Acel-TRA, dan Sulfur. Karet Alam SIR 10 yang merupakan bahan baku utama adalah produk karet alam lokal Indonesia yang diproduksi oleh PTPN VIII. Semua bahan baku vulkanisat yang digunakan dalam penelitian dengan spesifikasi *Technical grade*.

### Metode Penelitian

#### Preparasi sampel

Formulasi kompon yang digunakan dalam penelitian ditampilkan pada Tabel 1, dengan perbandingan variasi rasio karet alam dan karet sintetis adalah: 100 % Karet alam ; 70% karet alam : 30 % karet sintetis; 30 % karet alam : 70 % karet sintetis; dan 100 % karet sintetis.

**Tabel 1. Formulasi *Pneumatic Rubber Fender* berdasarkan variasi rasio NR/CR**

No.	Materials	A	B	C	D
1	SIR 10 (NR)	100.0	70.0	30.0	0.0
2	CR-Skyprene B30 (CR)	0.0	30.0	70.0	100.0
3	Struktol 40 MS	2.0	2.0	2.0	2.0
4	As.Stearat	1.5	1.5	1.5	1.5
5	MgO	4.0	4.0	4.0	4.0
6	TMQ-Flektol TMQ	3.0	3.0	3.0	3.0
7	WaxS-RP 3 Rubber	3.0	3.0	3.0	3.0
8	Santoflex - 6PPD	2.0	2.0	2.0	2.0
9	HAF N-330	35.0	35.0	35.0	35.0
10	Paraffinic Oil	3.0	3.0	3.0	3.0
11	ZnO-Red Seal	8.0	8.0	8.0	8.0
12	ETU 80	0.5	0.5	0.5	0.5
13	DPTT-Acel-TRA	1.0	1.0	1.0	1.0
14	Sulfur	1.0	1.0	1.0	1.0

A. 100% NR, B. 70%NR:30%CR, C. 30%NR:70%CR, D.100%CR

### Metode Analisis

Karakteristik kimia vulkanisat dianalisis menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), dan analisis morfologi permukaan material menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM). Karakterisasi sifat mekanik dilakukan dengan analisis kuat tarik (*tensile strength*), kemampuan putus (*elongation at break*), kuat sobek (*tear resistance*), kekerasan (*hardness*), dengan standar pengujian sifat mekanis ditunjukkan pada Tabel 2 berikut :

**Tabel 2. Standar pengujian sifat mekanis vulkanisat**

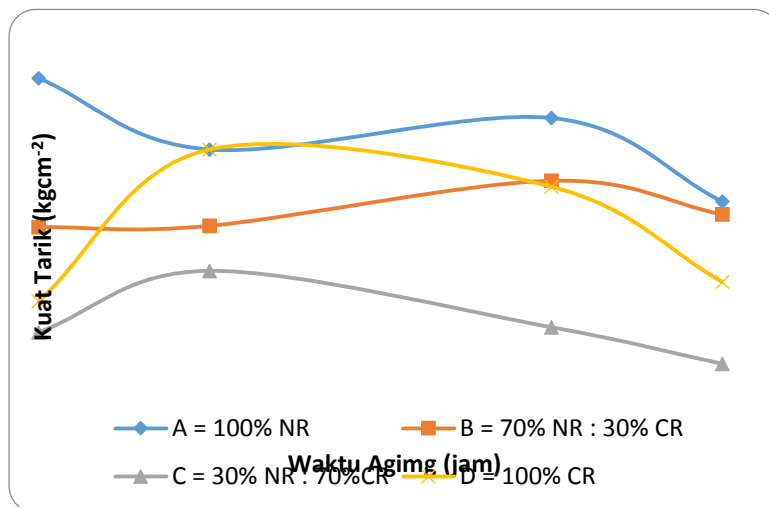
Pengujian	Metode Pengujian	
	ISO	ASTM
<b>A. Sebelum Aging</b>		
➤ Tensile strength	ISO 37	ASTM D 412
➤ Elongation	ISO 37	ASTM D 412
➤ Hardness	ISO 7619	ASTM D-2240
<b>B. Setelah Aging</b>		
Proses Aging	ISO 188	ASTM D-572
➤ Tensile strength	ISO 37	ASTM D 412
➤ Elongation	ISO 37	
➤ Hardness	ISO 7619	ASTM D-2240

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**SIFAT MEKANIS VULKANISAT**

➤ **KUAT TARIK** (*Tensile strength*)

Pada saat awal proses aging ( 0 – 24 jam ) kuat tarik karet pada umumnya mengalami peningkatan sebagai reaksi akibat adanya panas, namun pada pemanasan lebih lanjut akan menurunkan kuat tarik vulkanisat. Hal ini terjadi karena adanya kerusakan rantai utama pada karet tersebut karena terdegradasi seperti ditunjukkan pada Gambar 1.



**Gambar 1. Grafik Kuat Tarik Vulkanisat A ,B,C,D setelah aging 24, 72, 96 jam**

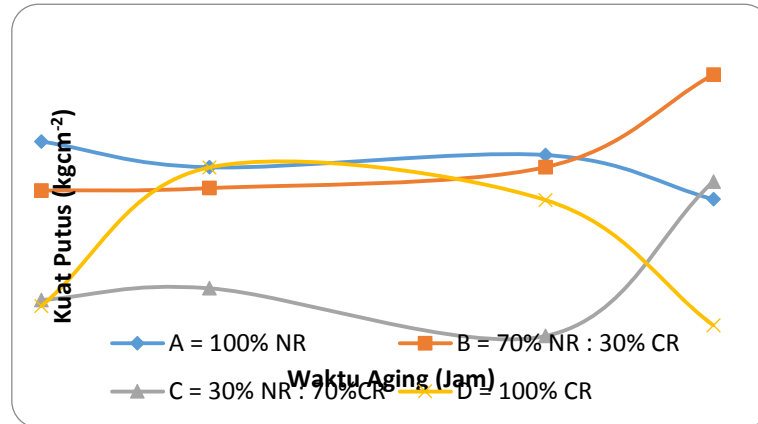
Dari Gambar 1 terlihat pula bahwa karet alam memiliki nilai kuat tarik lebih tinggi dibandingkan karet sintetik. Hal ini terjadi karena karet alam mengandung komponen non-karet seperti protein dan Fosfolifida yang memberikan sifat elastisitas terhadap karet. Namun demikian karet alam memiliki kelemahan relatif tidak tahan terhadap aging dibandingkan dengan karet sintetik.

Untuk memperbaiki sifat karet alam agar tahan terhadap aging maka dilakukan pencampuran dengan karet sintetik. Dari gambar 1 diketahui bahwa sifat kuat tarik terbaik dimiliki oleh vulkanisat B (70% Alam : 30% Sintetik ).

➤ **Kemampuan Putus** (*Elongation at Break*)

Gambar 2 menunjukkan profile grafik kemampuan putus (*Elongation at Break /EAB*) vulkanisat A,B,C,D setelah mengalami agng selama 24, 72, 96 jam. Dari Gambar 2 diketahui bahwa nilai EAB karet alam lebih besar dibandingkan karet sintetik, namun setelah mengalami aging selama 72 jam EAB

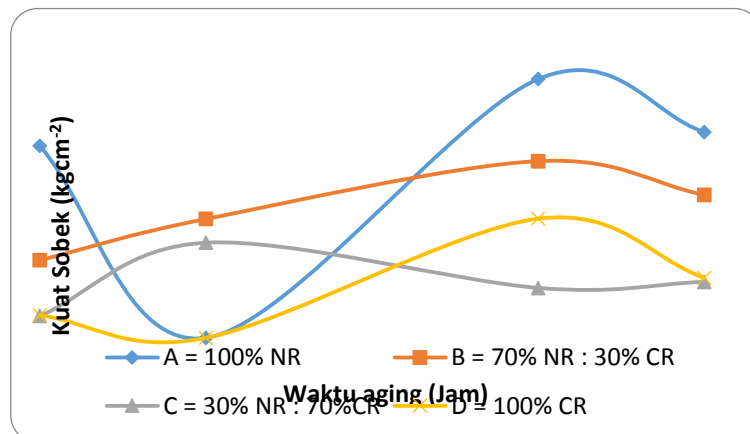
vulkanisat (A dan D) mengalami penurunan. Berbeda dengan vulkanisat A dan B, vulkanisat dengan formulasi blending karet alam dan karet sintetis (vulkanisat B dan C) mengalami peningkatan EAB. Dari karakteristik ini formulasi berperan penting dalam peningkatan nilai EAB vulkanisat untuk mendapatkan kondisi EAB optimal. Hasil analisis diketahui bahwa Formula B (70% NR,30% CR) merupakan formulasi dengan EAB yang paling optimal.



Gambar 2. Kemampuan Putus (*Elongation at Break*) vulkanisat A,B,C,D aging 24, 72, 96 jam

➤ **Kuat Sobek (*Tear Resistance*)**

Dari grafik A pada Gambar 3 menunjukkan bahwa karet alam mengalami penurunan nilai TR yang tajam pada saat mengalami aging sampai 24 jam, dan mengalami kenaikan nilai TR sampai dengan aging 72 jam. Setelah itu mengalami penurunan kembali nilai TR karena kerusakan struktur vulkanisat permanen.

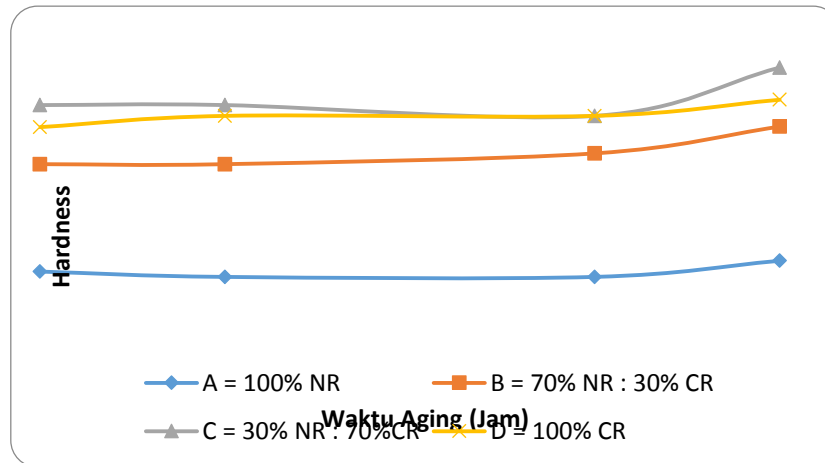


Gambar 3. Kuat Sobek (*Tear Resistance*) vulkanisat A,B,C,D aging 24,72,96 jam

Vulkanisat karet sintetis juga mengalami fenomena yang sama seperti ditunjukkan pada grafik C Gambar 3, sehingga untuk mendapatkan karakteristik TR yang optimal dilakukan blending karet alam dan sintetis. Hasil analisis TR juga menunjukkan bahwa formulasi B (70% NR, 30% CR) memberikan nilai TR yang paling optimal.

➤ **Kekerasan (*Hardness*)**

Nilai hardness karet sintetis lebih besar dibandingkan dengan karet sintetik. Nilai hardness akan meningkat setelah vulkanisat mengalami aging yang disebabkan oleh terjadinya ikatan cross-link pada rantai karet seperti ditunjukkan pada Gambar 4.

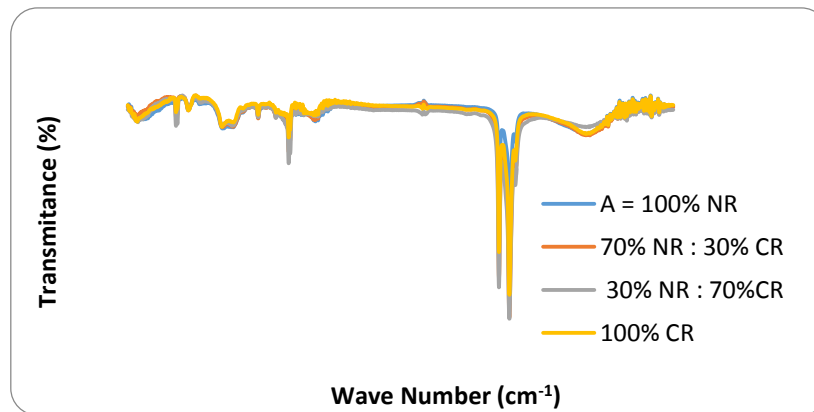


Gambar 4. Kekerasan (Hardness) vulkanisat A,B,C,D setelah aging selama 24, 72, 96 jam

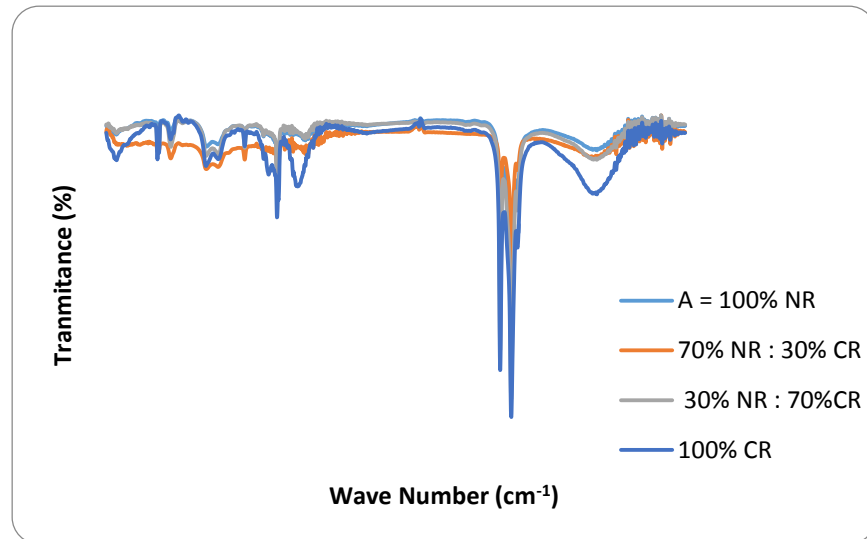
Dari analisa sifat mekanik vulkanisat (Kuat Tarik, Kemampuan Putus, Kuat Sobek, Kekerasan) diketahui formulasi vulkanisat yang optimal adalah 70% NR dan 30% CR. Sebagai data penunjang pemilihan formulasi juga dilakukan juga analisis karakteristik kimia vulkanisat dengan analisa FTIR dan SEM.

➤ **Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)**

Spectrum FTIR vulkanisat dengan variasi formulasi A, B, C, D ditampilkan pada Gambar 5. Profile spectrum FTIR vulkanisat karet pada Gambar 5 sesuai dengan finger print spectrum vulkanisat karet alam dan karet sintetik yang ditampilkan pada Tabel 3.



Gambar 5. Profile Spektrum FTIR vulkanisat A,B,C,D sebelum proses aging



**Gambar 6. Profile Spektrum FTIR vulkanisat A,B,C,D setelah proses aging selama 96 jam**

Setelah proses aging selama 96 jam profile FTIR vulkanisat A,B,C, dan D ditampilkan pada Gambar 6. Proses degradasi struktur utama vulkanisat karet ditandai peningkatan intensitas peak pada area sekitar 3000-3700  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan peak terbentuknya gugus fungsi hidroksil (O-H), dari degradasi ikatan C=C.

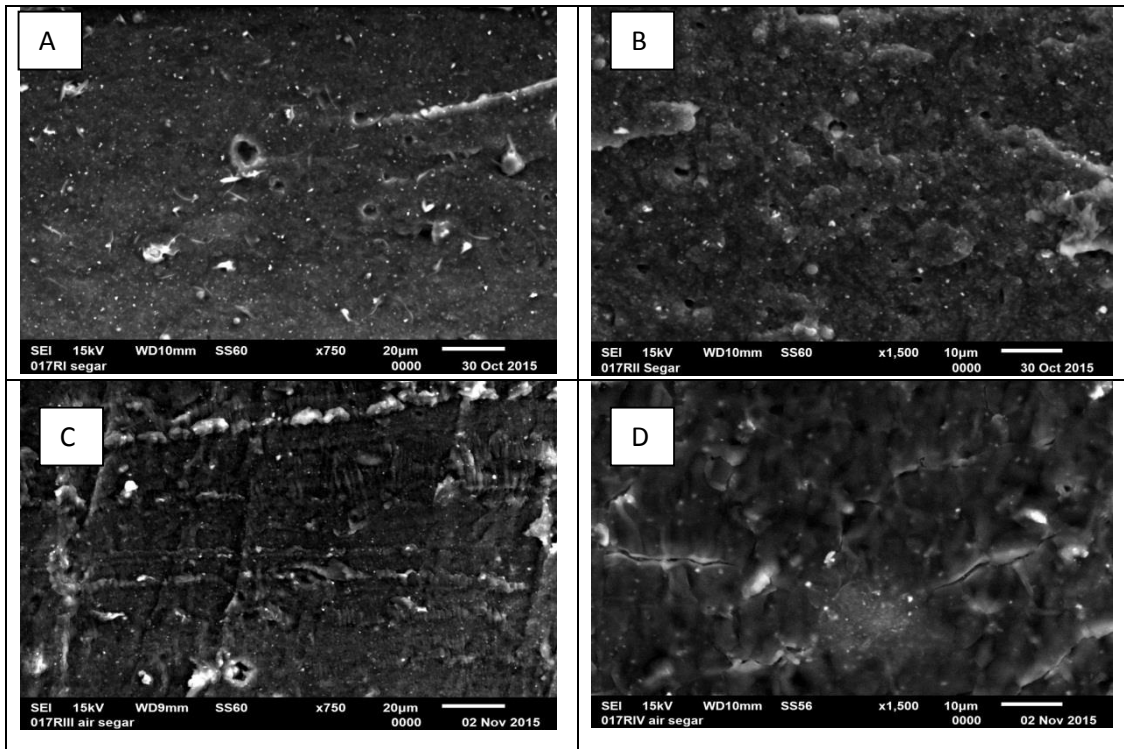
**Tabel 3. Finger Print spectrum FTIR vulkanisat karet alam (NR) & karet sintetik (CR)**

Wave Number ( $\text{cm}^{-1}$ )	Interaksi Kimia	Keterangan
300 - 3700	C-H	NR, CR
2957	$\text{CH}_3$	NR, CR
2917 dan 2849	CH (C- $\text{CH}_3$ dan $-\text{CH}_2-$ )	NR, CR
1597	C=C	NR, CR
824	C=C	NR, CR
800	C-Cl	CR

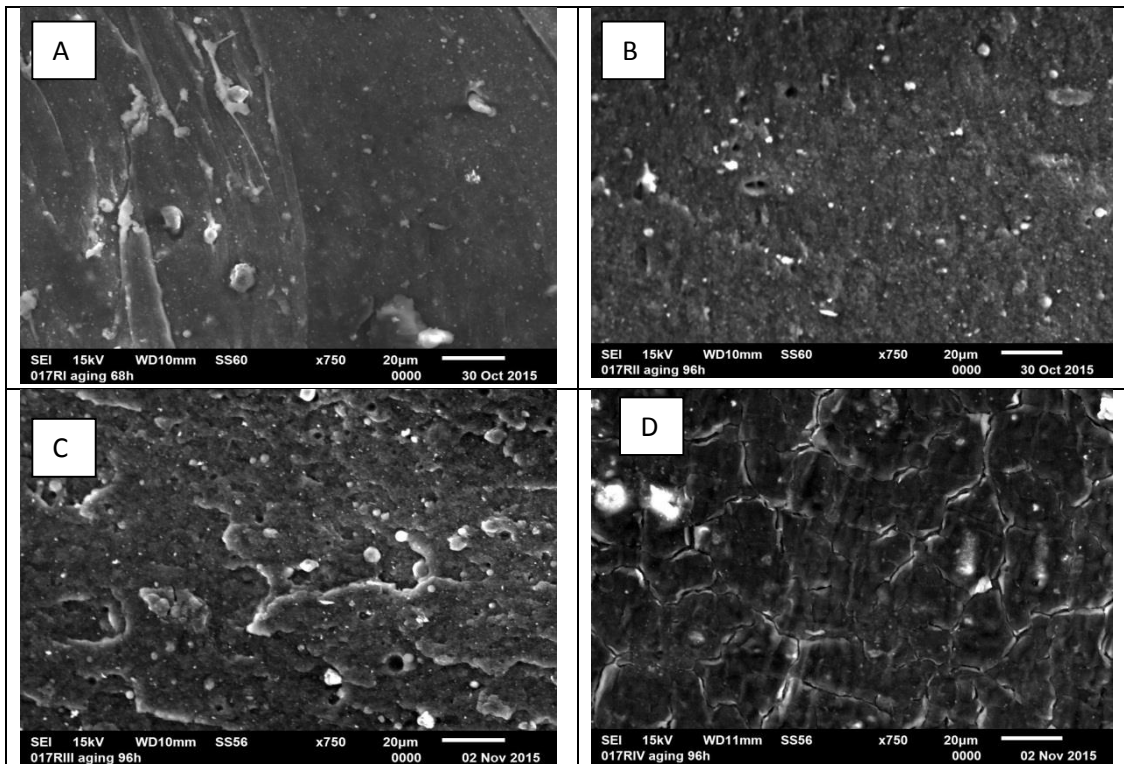
➤ **Scanning Electron Microscope (SEM)**

Vulkanisat karet alam segar memiliki permukaan yang lebih halus dibandingkan vulkanisat yang sudah mengalami aging yang mana terlihat bahwa vulkanisat yang telah mengalami aging akan memiliki permukaan yang kasar dan retak seperti ditunjukkan oleh Gambar 7 dan 8.

Dari Gambar 7 dan 8 juga dapat diketahui vulkanisat dengan komposisi 70% NR : 30% CR (Gambar 7B dan 8B) menunjukkan morfologi permukaan yang paling halus dibandingkan dengan morfologi permukaan dari formulasi yang lainnya.



Gambar 7. Profile SEM vulkanisat A, B, C, D sebelum proses aging (dalam kondisi segar); A. 100% NR, B. 70%NR:30%CR, C. 30%NR:70%CR, D.100%CR



Gambar 8. Profile SEM vulkanisat A, B, C, D setelah proses aging 96 jam; A. 100% NR, B. 70%NR:30%CR, C. 30%NR:70%CR, D.100%CR

Dari hasil analisis sifat mekanik (kuat tarik /*Tensile strength*, kemampuan putus /*Elongation at Break*, kuat sobek /*Tear Resistance*, kekerasan / *Hardness*), analisis gugus fungsional menggunakan FTIR, dan analisis morfologi dengan menggunakan SEM dapat diketahui bahwa blending karet alam dan karet sintetik dapat meningkatkan



kualitas vulkanisat. Blending dengan komposisi formula 70% NR : 30% CR merupakan formulasi yang paling optimal untuk produksi PFR.

#### **KESIMPULAN**

Vulkanisat dengan formula blending antara karet alam dan karet sintetik menunjukkan karakteristik mekanik, kimia, dan morfologi permukaan yang lebih baik dibandingkan dengan vulkanisat dari komponen murninya (100 % NR, dan 100 CR). Rasio formula yang memberikan peningkatan kualitas sifat mekanik, kimia, dan morfologi permukaan yang terbaik adalah pada blending dengan komposisi 70% NR : 30% CR, sehingga formulasi vulkanisat 70% NR : 30% CR merupakan formula yang optimal untuk produksi PFR.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

1. Annual Book of ASTM Standard Rubber, 1988, *Natural and Synthetic General Test Method*; Carbon Black, Vol.09.01
2. B Robert O, 1978*The Vanderbilt Rubber Handbook*; R.T. Vanderbilt Company, Inc
3. Bhowick, Hall and Benary, 1994, *Rubber Product Manufacturing Technology*”, Maxcel Dekker Inc. New York, 1994
4. *Compounders Handbook, 1981, Mosanto Rubber Chemicals Division*; Akron, USA.
5. Franta; 1990, *Elastomer and Rubber Compounding Material*; Manufacture, Properties, Elsevier Sci.
6. ISO 14409-2011: *Ships And Marine Technology — Ship Launching Air Bags*
7. Japan Industrial Standard, *Rubber Hoses for Oil Discharge*, JIS K 6343
8. Kementerian Koordinator Bidang Perekonomian, 2011, *Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia*.
9. Michael and Ash Irene, 1995,*Plastic and Rubber Additives*; Gofer, USA.
10. Rubber Word Magazine, Blue Book, 1991, *Materials, Compounding, Ingredients, Machinery and Services for Rubber*, Akron USA.
11. The Society of Rubber Industries, 1989, *The Basics of Rubber Technology*, Ed. 4<sup>th</sup>, Japan Rubber Association, Tokyo.

## **Variasi Suhu Dalam Pembentukan Puncak - Puncak Difraksi Kalsium Karbonat (CaCO<sub>3</sub>) Pada Kulit Telur Ayam Broiler**

**Nashiratunnisa<sup>1,a</sup>, Musfirah Cahya<sup>2</sup>, Elda Rayhana<sup>3</sup>**

<sup>1,2,3</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi Informasi, Institut Sains dan Teknologi Nasional, Jakarta, Indonesia

[nashiratunnisanana@gmail.com](mailto:nashiratunnisanana@gmail.com)

### **Abstrak**

*Telah dilakukan penelitian tentang variasi suhu dalam pembentukan puncak-puncak difraksi kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) pada kulit telur ayam broiler. Penelitian ini bertujuan mengidentifikasi pembentukan kalsium karbonat dari kulit telur ayam broiler pada pembentukan puncak-puncak difraksi yang meliputi intensitas, sudut theta dan jarak antar bidang (d). Metode yang digunakan adalah variasi suhu pemanasan 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C. Karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan analisis Match 3. Hasil pada suhu 400 °C didapat intensitas (I) = 945,8% sudut theta = 29,61° dan jarak (d) = 3,0289Å. Suhu 500 °C didapat I = 937%, sudut theta = 29,38° dan d = 3,0340Å. Suhu 600 °C didapat I = 986,3% sudut theta = 29,63° dan d = 3,0182Å. Suhu 700 °C didapat I = 988,2% sudut theta = 29,43° dan d = 3,0345Å. Suhu 800 °C didapat I = 944,8% sudut theta = 29,41° dan d = 3,0345Å.*

Kata kunci : Difraksi sinar-X, kalsium karbonat, kulit telur ayam broiler, match.

### **PENDAHULUAN**

Banyaknya limbah kulit telur ayam yang sebagian besar komposisinya adalah CaCO<sub>3</sub> akan dapat menyebabkan polusi dilingkungan. <sup>[1]</sup> Maka perlu dilakukan kembali daur ulang yang sudah sebagian orang lakukan, selain mengurangi jumlah limbah kulit telur juga dapat dirasakan lebih banyak manfaatnya setelah didaur ulang.

Penelitian tentang pemanfaatan kulit telur sebagai katalis biodiesel dari minyak sawit dan metanol sudah dilakukan oleh Mahreni dkk (2011). Penelitian ini telah dilakukan produksi biodiesel dari minyak sawit menggunakan katalis padat kalsium klorida (CaO) yang dibuat dari kulit telur. Hasil analisis XRD pada temperatur kalsinasi 900°C menunjukkan bahwa puncak-puncak runcing yang tersebar membuktikan bahwa komponen CaO mempunyai struktur kristal. <sup>[2]</sup>

Penelitian yang dilakukan A.Nurlaela dkk (2014) tentang pemanfaatan limbah cangkang telur ayam dan bebek sebagai sumber kalsium untuk sintesis mineral tulang. Penelitian ini bertujuan untuk membuat biomaterial substitusi tulang yang menyerupai komposisi tulang sebenarnya yang terdiri dari mineral inorganik (apatit) dan bahan organik sebagai matriks. Metode presipitasi digunakan dalam pembuatan komposit apatit-kitosan dengan menggunakan cangkang telur ayam dan bebek sebagai sumber kalsium. Setelah dikalsinasi pada suhu 1000°C dalam waktu 5 jam didapat pola XRD sampel bahwa adanya puncak-puncak difraksi untuk kristal apatit. <sup>[3]</sup>

Dari beberapa penelitian yang telah dilakukan tentang pembentukan senyawa CaCO<sub>3</sub> dari cangkang telur ayam maupun bebek, maka penulis akan melakukan penelitian yang berjudul Variasi Suhu Dalam Pembentukan Puncak - Puncak Difraksi Kalsium Karbonat (CaCO<sub>3</sub>) Pada Kulit Telur Ayam Broiler dengan tujuan mengidentifikasi pembentukan kalsium karbonat dari kulit telur ayam broiler pada pembentukan puncak-puncak difraksi yang meliputi intensitas, sudut theta dan jarak antar bidang (d).

### **METODE**

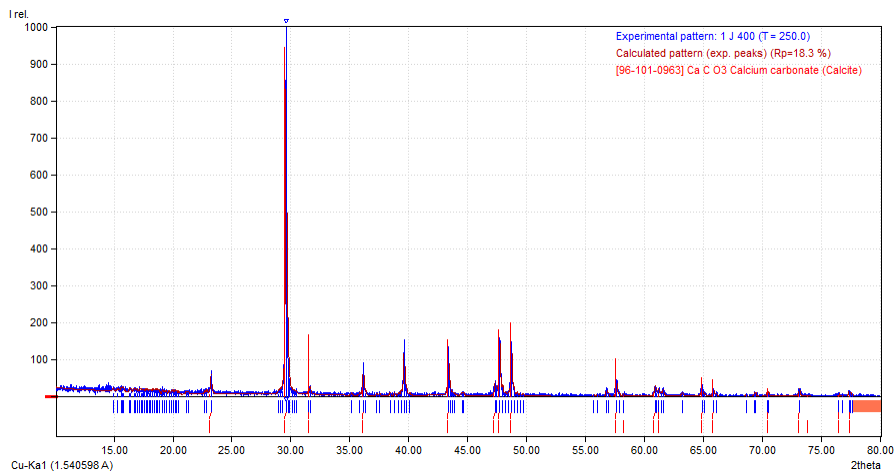
Penelitian ini menggunakan bahan utama adalah kulit telur ayam broiler, kulit ayam terlebih dahulu dibersihkan dengan menggunakan alkohol 70% sampai bersih. Setelah dibersihkan kulit ayam dijemur dibawah sinar matahari selama 4 jam. Kemudian dihaluskan dengan menggunakan mortar hingga menjadi serbuk yang

berukuran kecil. Agar lebih halus serbuk kemudian diblender. Kulit telur yang telah menjadi serbuk halus kemudian dipanaskan menggunakan *High Thermolyne* di Laboratorium Furnace Universitas Indonesia dengan variasi pemanasan pada suhu 400°C, 500 °C, 600 °C, 700 °C dan 800 °C dengan penahanan masing – masing selama 1 jam. Setelah dipanaskan serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD di Laboratorium Geologi dan Kelautan di Bandung. Material anoda yang digunakan adalah Cu dengan panjang gelombang 1,54 Å. Posisi awal 2theta pada 10,0084° dan posisi akhir pada 79,9804° dan generator settingnya yaitu 30mA, 40kV. Selanjutnya hasil karakterisasi di analisis menggunakan software Match 3, tujuan penggunaan software ini adalah untuk mencocokkan hasil karakterisasi dengan database pada software tersebut.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dari penelitian kali ini adalah berupa data karakterisasi XRD dan analisis menggunakan *Match 3*.

### Pemanasan Pada Suhu 400°C



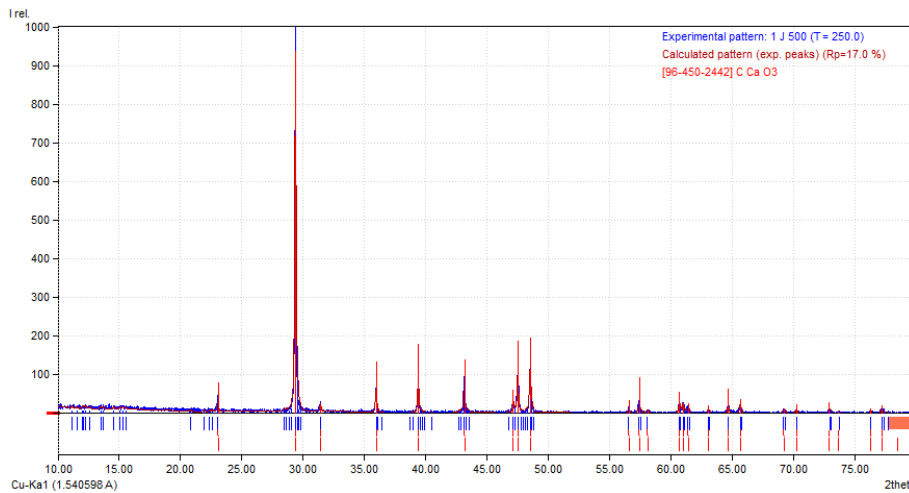
**Gambar 1. Grafik pola cangkang telur pada suhu 400°C selama 1 jam**

**Tabel 1. Hasil karaktekisasi XRD cangkang telur pada suhu 400°C selama 1 jam**

No	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]
1	29,61	3,02
2	47,73	1,90
3	48,73	1,87

Gambar 1 menjelaskan pembentukan puncak difraksi pada suhu 400 °C dengan intensitas paling tinggi yaitu 945,8%, hasil analisis Match pada nomor 96-101-0963 menjelaskan pembentukan fasa kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) pada 2theta 29,61° dan jarak antar bidang (d) yaitu 3,02 Å dengan dibuktikan pada tabel 1. Selain puncak tertinggi pembentukan  $\text{CaCO}_3$  juga terdapat pada dua puncak yang lain yaitu 2theta 48,73° dengan intensitas 201,3% dan (d) 1,87 Å serta puncak ketiga 2theta 47,73° dengan intensitas 182,6% dan (d) 1,90 Å juga dibuktikan pada tabel 1.

**Pemanasan Pada Suhu 500°C**



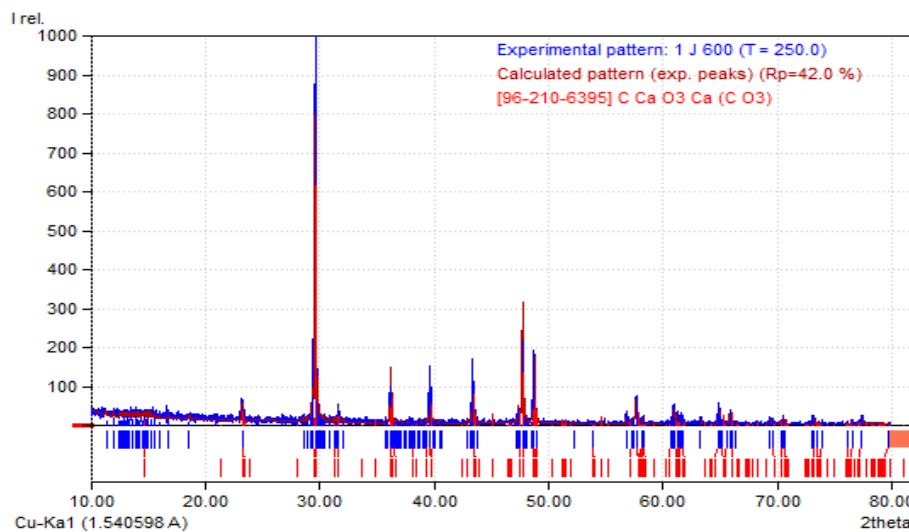
**Gambar 2. Grafik pola cangkang telur pada suhu 500°C selama 1 jam**

**Tabel 2. Hasil karakterisasi XRD cangkang telur pada suhu 500°C selama 1 jam**

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]
1	29,38	3,03
2	47,52	1,91
3	48,52	1,87

Gambar 2 menjelaskan pembentukan puncak difraksi pada suhu 500 °C dengan intensitas paling tinggi yaitu 937%, hasil analisis Match pada nomor 96-450-2442 menjelaskan pembentukan fasa kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) pada 2theta 29,61° dan jarak antar bidang (d) yaitu 3,03 Å dengan dibuktikan pada tabel 2. Selain puncak tertinggi pembentukan CaCO<sub>3</sub> juga terdapat pada dua puncak yang lain yaitu 2theta 47,52° dengan intensitas 186,5% dan (d) 1,91 Å serta puncak ketiga 2theta 48,52° dengan intensitas 194,5% dan (d) 1,87 Å juga dibuktikan pada tabel 2.

**Pemanasan Pada Suhu 600°C**



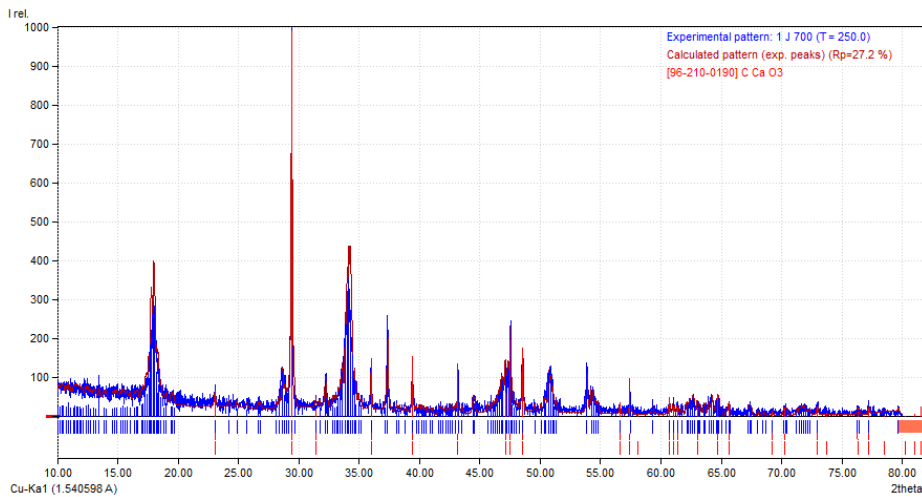
**Gambar 3. Grafik pola cangkang telur pada suhu 600°C selama 1 jam**

**Tabel 3. Hasil karakterisasi XRD cangkang telur pada suhu 600°C selama 1 jam**

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]
1	29,63	3,01
2	47,48	2,07
3	48,92	1,9

Gambar 3 menjelaskan pembentukan puncak difraksi pada suhu 600 °C dengan intensitas paling tinggi yaitu 986,3%, hasil analisis Match pada nomor 96-210-6395 menjelaskan pembentukan fasa kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) pada 2theta 29,63° dan jarak antar bidang (d) yaitu 3,01 Å dengan dibuktikan pada tabel 3. Selain puncak tertinggi pembentukan CaCO<sub>3</sub> juga terdapat pada dua puncak yang lain yaitu 2theta 47,48° dengan intensitas 179,4% dan (d) 2,07 Å serta puncak ketiga 2theta 48,92° dengan intensitas 154,9% dan (d) 1,9 Å juga dibuktikan pada tabel 3.

### Pemanasan Pada Suhu 700°C



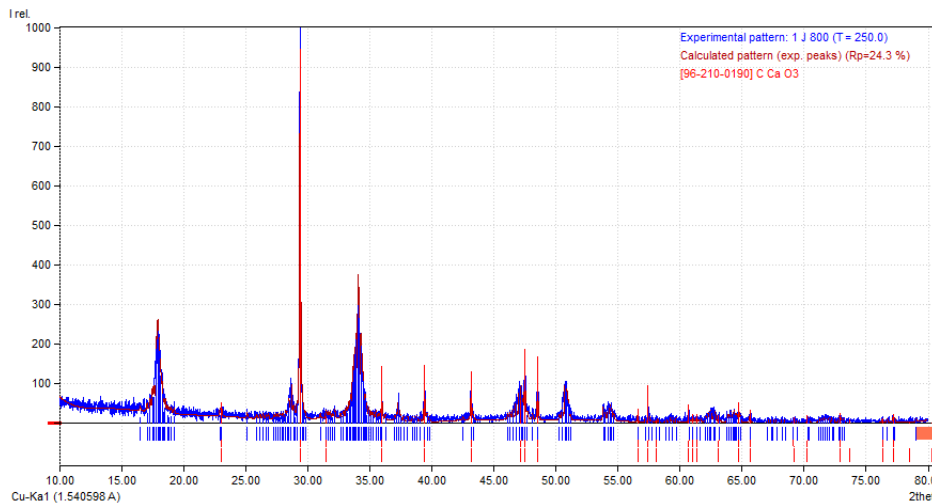
**Gambar 4. Grafik pola cangkang telur pada suhu 700°C selama 1 jam**

**Tabel 4. Hasil karakterisasi XRD cangkang telur pada suhu 700°C selama 1 jam**

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]
1	29,43	3,03
2	47,54	1,91
3	48,54	1,87

Gambar 4 menjelaskan pembentukan puncak difraksi pada suhu 700 °C dengan intensitas paling tinggi yaitu 988,2%, hasil analisis Match pada nomor 96-210-0190 menjelaskan pembentukan fasa kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) pada 2theta 29,43° dan jarak antar bidang (d) yaitu 3,03 Å dengan dibuktikan pada tabel 4. Selain puncak tertinggi pembentukan CaCO<sub>3</sub> juga terdapat pada dua puncak yang lain yaitu 2theta 47,54° dengan intensitas 196% dan (d) 1,91 Å serta puncak ketiga 2theta 48,54° dengan intensitas 177,4% dan (d) 1,87 Å juga dibuktikan pada tabel 4.

**Pemanasan Pada Suhu 800°C**



**Gambar 5. Grafik pola cangkang telur pada suhu 800°C selama 1 jam**

**Tabel 5. Hasil karakterisasi XRD cangkang telur pada suhu 800°C selama 1 jam**

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]
1	29,51	3,02439
2	47,50	1,91
3	48,54	1,87

Gambar 5 menjelaskan pembentukan puncak difraksi pada suhu 800 °C dengan intensitas paling tinggi yaitu 944,8%, hasil analisis Match pada nomor 96-210-0190 menjelaskan pembentukan fasa kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) pada 2theta 29,51° dan jarak antar bidang (d) yaitu 3,02 Å dengan dibuktikan pada tabel 5. Selain puncak tertinggi pembentukan CaCO<sub>3</sub> juga terdapat pada dua puncak yang lain yaitu 2theta 47,50° dengan intensitas 187,4% dan (d) 1,91 Å serta puncak ketiga 2theta 48,54° dengan intensitas 169,6% dan (d) 1,87 Å juga dibuktikan pada tabel 5.

**KESIMPULAN**

Dari penelitian ini didapat hasil dari karakterisasi dan analisis match 3. Pada suhu 400°C didapat intensitas (I) = 945,8% sudut theta = 29,61° dan jarak (d) = 3,0289Å. Suhu 500°C didapat I = 937%, sudut theta = 29,38° dan d = 3,0340Å. Suhu 600°C didapat I = 986,3% sudut theta = 29,63° dan d = 3,0182Å. Suhu 700°C didapat I = 988,2% sudut theta = 29,43° dan d = 3,0345Å. Suhu 800°C didapat I = 944,8% sudut theta = 29,41° dan d = 3,0345Å.

**REFERENSI**

- [1] Wenny,A.R dan Fithri C.N., Fortifikasi Kalsium Cangkang Telur Pada Pembuatan Cookies, Jurnal Pangan dan Agroindustri Vol.3 No 3 p.1050-1061 (2015).
- [2] Mahreni dan Endang S., Pemanfaatan Kulit Telur Sebagai Katalis Biodiesel dari Minyak Sawit dan Metanol, Seminar Rekayasa Kimia dan Proses, ISSN : 1411-4216 (2011).
- [3] A. Nurlaela dkk., Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam dan Bebek Sebagai Sumber Kalsium Untuk Sintesis Mineral Tulang, Jurnal Pendidikan Fisika Indonesia 10 (2014) 81-85.

## Analisa Pengujian *Work Index* serta Karakterisasi Unsur dan Senyawa pada Bijih Besi Lamandau Kalimantan Tengah

Nur Ikhwani<sup>1, a</sup>, Adji Kawigraha<sup>2</sup>, Abdul Hapid<sup>3</sup>, dan Wahyu Garinas<sup>4</sup>

<sup>1,2,3,4</sup> Pusat Teknologi Pengembangan Sumberdaya Mineral (PTPSM), Teknologi Pengembangan Sumberdaya Alam (TPSA), Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), Gedung Gesotech No. 820 Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, 15314

[nur.ikhwani@bppt.go.id](mailto:nur.ikhwani@bppt.go.id)

### Abstrak

Proses kominusi bijih atau material untuk mencapai fraksi ukuran tertentu memerlukan energy yang berbeda untuk setiap jenis bijih, dan bergantung pada jenis dan komposisi mineral di dalamnya. Bond's work index merupakan salah satu komponen untuk menentukan grindability dari suatu bijih. Nilai work index dari bijih menyatakan resistansi dari bijih atau material untuk digerus (milling). Tujuan dari percobaan ini untuk mendapatkan nilai work index dari bijih besi asal Lamandau Kalimantan Tengah, serta hubungan antara kadar Fe dengan fraksi ukuran yang diliberasi. Komposisi kimia bijih yang diuji mengandung 53,3% Fe; 7,95% Si; 6,5% Al; 0,295% S dan 0,04% P. Percobaan dilakukan dengan menggerus sampel bijih besi dengan ukuran umpan awal – 8 mesh dengan volume 700 cc. Selanjutnya umpan dimasukkan kedalam ball mill ukuran 12 x 12 in dengan putaran ball mil dijaga pada kecepatan 70 rpm. Parameter jumlah putaran ball mill dikontrol untuk mendapatkan nilai work index bijih. Hasil uji work index bijih besi Lamandau sebesar 11,027 kWh/ton untuk mengolah bijih besi dari ukuran 2380  $\mu\text{m}$  menjadi 149  $\mu\text{m}$ . Fraksi yang diperoleh dari uji Bond work index kemudian dilakukan pengujian dengan metode XRF untuk mengetahui komposisi unsur per fraksi. Terdapat kecenderungan nilai Fe menurun dengan semakin halusya ukuran butiran bijih dalam sampel, sebaliknya unsur Al dan Si semakin tinggi.

**Kata kunci:** bijih besi, work index, grindability, fraksi ukuran

### PENDAHULUAN

Proses kominusi dalam pengolahan mineral mencakup tahapan *crushing* dan *grinding*. Kedua tahap tersebut merupakan proses yang berdampingan, dimana kebutuhan energi menjadi aspek yang sangat penting karena akan berpengaruh pada penentuan kapasitas produksi, ukuran dan kemampuan motor penggerak, serta biaya operasional selama proses<sup>[1]</sup>. Besarnya energi tersebut berkaitan dengan kemampuan bijih untuk dapat digerus atau dikenal dengan istilah *grindability*. Pada umumnya digunakan Bond *Work Index* untuk menguji *grindability* atau  $W_i$  dari bijih sehingga dapat dievaluasi kebutuhan energi yang diperlukan dan efisiensinya selama proses *grinding*<sup>[2]</sup>.

*Work index* dapat ditentukan dengan dilakukan percobaan *grinding* dengan menggunakan peralatan bond *ball mill* skala laboratorium. Dengan percobaan yang dilakukan didapatkan besaran nilai *work index* yang mengikuti formula<sup>[2]</sup>

$$W_i = \frac{4.45}{P_i^{0.23} \times G_{bp}^{0.82} \times \left(\frac{1}{\sqrt{P}} - \frac{1}{\sqrt{F}}\right)} \quad (1)$$

- $W_i$  = bond *ball mill* index (Kwh/ton),
- $P_i$  = ukuran bukaan ayakan yang digunakan atau ditetapkan dalam pengujian bond index (100  $\mu\text{m}$ )
- $G_{bp}$  = *ball mill grindability* (gram/putaran) yang menyatakan banyaknya berat produk yang lolos ayakan 150 mikron untuk setiap putaran *ball mill*
- $P$  = ukuran partikel produk hasil penggerusan yang lolos 80% ayakan (mikron)
- $F$  = ukuran partikel umpan masuk yang lolos 80% ayakan (mikron)<sup>[2]</sup>.

Semakin besar nilai work index dari material menyatakan semakin besar energi yang diperlukan untuk mineral dapat digerus untuk mencapai ukuran fraksi tertentu. Secara teoritis  $W_i$  sering distandarkan pada ukuran ayakan umpan 3,35 mm<sup>[3]</sup> dan ukuran ayakan produk 150  $\mu\text{m}$ <sup>[4]</sup>. Kategoriasi jenis material dapat didasarkan atas nilai *work index* dari bijih tersebut, semakin keras atau kuat bijih semakin besar nilai *work index*-nya, seperti dinyatakan dalam **Tabel 1**<sup>[5]</sup>. Pemilihan ukuran ayakan pada 100 mesh didasarkan atas percobaan-percobaan yang telah dilakukan sebelumnya yakni dengan fraksi ukuran di bawah 28 mesh (600  $\mu\text{m}$ ), sedangkan yang biasanya digunakan adalah ukuran 65 mesh (212  $\mu\text{m}$ ) atau 100 mesh (149  $\mu\text{m}$ )<sup>[4]</sup>.

**Tabel 1. Karakteristik *Grindability* Material terhadap Besaran *Work Index***<sup>[5]</sup>

Jenis	<i>Soft</i>	<i>Medium</i>	<i>Hard</i>	<i>Very Hard</i>
<b>Bond Work Index (kWh/ton)</b>	7 – 9	9 – 14	14 – 20	> 20

Adapun maksud dan tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan *grindability* dari bijih besi Lamandau dengan menggunakan prosedur uji bond sehingga didapatkan besaran *work index* untuk bijih tersebut, serta karakterisasi kadar unsur dari setiap fraksi ukuran yang diperoleh baik dari fraksi ukuran umpan maupun fraksi ukuran produk.

## METODE

Bahan baku yang digunakan adalah bijih besi Lamandau, Kalimantan Tengah dengan komposisi mineral berupa magnetit, hematit, dan kuarsa. Bijih umpan yang digunakan memiliki fraksi ukuran awal > 5 cm, sehingga untuk selanjutnya dilakukan proses preparasi untuk mencapai ukuran umpan uji *bond index*. Adapun peralatan yang digunakan selama percobaan antara lain: *jaw crusher*, *roll crusher*, *splitter*, *sieve shaker* (penggetar ayakan) merk Retch Rotap AS200, ayakan merk Retch (ukuran ayakan untuk umpan 1000, 500, 250, 177, 149, 105, 74  $\mu\text{m}$  dan ukuran ayakan untuk fraksi produk 149, 105, 74, 63, 44, 37  $\mu\text{m}$ ), *Bond Ball mill* merk Bico, dan XRF merk Rigaku untuk karakterisasi kadar unsur setiap fraksi ukuran.

Penelitian yang dilakukan dengan empat tahap, yakni preparasi bahan baku untuk memperoleh fraksi ukuran umpan, proses penggerusan atau *grinding* hingga diperoleh *circulating load* sebesar 250% dengan parameter jumlah putaran *ball mill*, selanjutnya dilakukan pembagian fraksi ukuran produk hasil penggerusan, dan terakhir dilakukan analisa kadar unsur setiap fraksi (umpan dan produk). Dari empat tahap tersebut kemudian dijabarkan sebagai berikut<sup>[5],[6]</sup>:

1. Sampel bijih besi Lamandau dihancurkan dengan *jaw crusher* dan *roll crusher* hingga 100% lolos ayakan 8 mesh (2,38 mm) dengan total 20 kg
2. Sampel dibagi menjadi 8 bagian dengan *splitter*, masing-masing memiliki berat 2,5 kg.
3. Satu bagian hasil *splitter* diayak untuk mendapatkan distribusi ukuran umpan dalam ukuran ayakan (1000, 500, 250, 177, 149, 105, dan 74  $\mu\text{m}$  atau 18, 35, 60, 80, 100, 140 dan 200 mesh).
4. Sampel bijih besi lainnya dimasukkan dan dipadatkan di dalam tabung volumetrik hingga volume padatan mencapai 700 ml, lalu ditimbang dan disebut sebagai berat sampel mula.
5. Dipersiapkan *ball mill*, kecepatan putaran 70 rpm, dan bola baja dengan jenis dan jumlah 25 bola ukuran 1,5 in; 39 bola ukuran 1,25 in; 60 bola ukuran 1 in; 68 bola ukuran 0,875 in; dan 93 bola ukuran 0,75 in dengan total jumlah sebanyak 285 bola dan berat bola 20,125 gram.
6. Sampel dengan volume 700 ml dan bola baja tersebut dimasukkan ke dalam *ball mill* untuk kemudian digerus atau *grinding* awal sebanyak 100 putaran.
7. Setelah selesai putaran *ball mill*, sampel dikeluarkan dan dipisahkan dari bola baja, untuk kemudian diayak pada ukuran 100 mesh (150  $\mu\text{m}$ ). *Oversize* diumpankan kembali ke dalam *ball mill*, dan ditambahkan sejumlah sampel ke dalam *ball mill* berdasarkan selisih berat antara berat mula dan berat



*oversize*. Proses ini dilakukan hingga mendapatkan nilai *circulating load* sebesar 250% dengan banyaknya putaran disesuaikan.

8. Bila didapatkan *circulating load* sebesar 250% sebanyak tiga langkah percobaan beruntun, spesi *undersize* terakhir dilakukan pengayakan basah dengan ukuran ayakan 140, 200, 230, 325, dan 400 mesh (105, 74, 63, 44, dan 37  $\mu\text{m}$ ) sehingga diperoleh distribusi fraksi ukuran.

9. Hasil dari ayakan tersebut kemudian diuji dengan XRF untuk didapatkan kadar unsur setiap fraksinya. Dari tahapan kegiatan di atas kemudian dapat ditentukan besar nilai work index dari bijih besi Lamandau serta dari fraksi-fraksi ukuran dapat diketahui kecenderungan perubahan kadar unsur untuk setiap fraksinya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

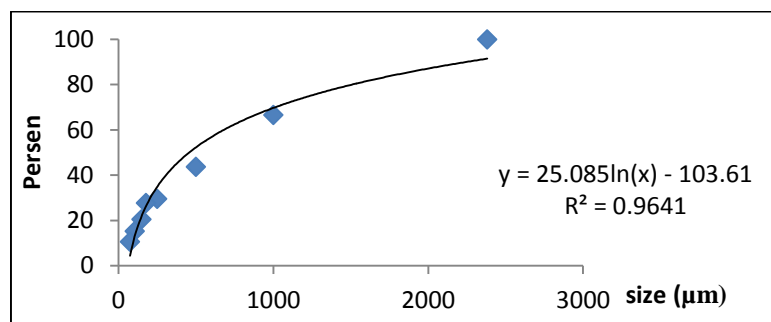
Hasil uji XRF sampel bijih besi asal Lamandau disajikan dalam **Tabel 2**, dimana unsur dominannya terdiri dari Fe, Si, dan Al. Kemudian dari sampel tersebut dipreparasi untuk mendapatkan grafik kumulatif fraksi lolos (**Gambar 1**), dimana kecenderungan 80% lolos sampel berada pada fraksi antara 2380 sampai 1000  $\mu\text{m}$ . Berdasarkan persamaan 2 yang diperoleh dari grafik persen kumulatif lolos maka umpan dengan 80% lolos berada pada ukuran 1509,47  $\mu\text{m}$  dengan menggunakan persamaan 2 dan 3;

$$y = 25,085 \ln x - 103,61 \quad [2]$$

$$x = \exp\left(\frac{y + 103,61}{25,085}\right) \quad [3]$$

**Tabel 2. Hasil Uji Kadar Bijih Besi Lamandau**

Fe (%)	Si (%)	Al (%)	Mg (%)	Ca (%)	S (%)	P (%)
53,3	7,95	6,55	0,537	0,436	0,295	0,04



**Gambar 1. Grafik Persen Kumulatif Lolos Umpan Bijih Besi**

Selanjutnya dengan tabung volumetrik diketahui bahwa untuk volume 700 ml sampel bijih besi umpan, diperlukan sampel sebanyak 2003,5 gram. Telah ditetapkan bahwa  $P_i$  dalam percobaan ini adalah 100 mesh atau 150  $\mu\text{m}$ . Berdasarkan percobaan, diperoleh data bahwa uji *grinding* dihentikan ketika telah mencapai langkah ke enam, **Tabel 3**. Penghentian dilakukan karena faktor *circulating load* telah mendekati 250% untuk tiga percobaan terakhir.

*Undersize* dari percobaan ke enam kemudian diayak dengan metode basah untuk mendapatkan distribusi fraksi produk bijih besi Lamandau. Persen kumulatif lolos fraksi produk berada pada kisaran ukuran partikel 105 hingga 74  $\mu\text{m}$ . Berdasarkan pada persamaan 4 dan 5 dari **Gambar 3** pada grafik persen kumulatif lolos, persen kumulatif lolos 80% untuk produk hasil *grinding* didapat pada ukuran partikel 101,49  $\mu\text{m}$ . Persen kumulatif produk *grinding* tersebut selanjutnya digunakan dalam penentuan *work index* sampel bijih besi Lamandau.

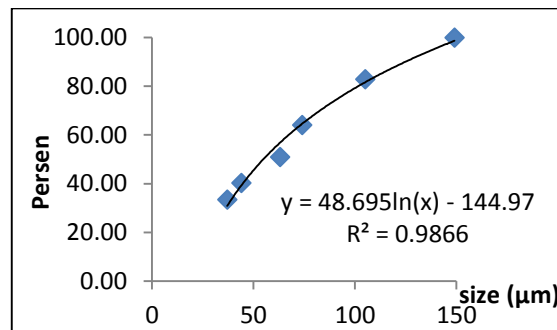
$$y = 48,695 \ln x - 144,97 \quad [4]$$

$$x = \exp\left(\frac{y + 144,97}{x}\right)$$

[5]

**Tabel 3. Hasil Percobaan Bond Work Index**

(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
Langkah percobaan	berat umpan (gram)		putaran ball mill	berat produk (gram)			net undersize / putaran	Circulating Load (%)
	berat umpan baru	undersize		oversize	undersize	net undersize		
1	2003.5	453.39	100	1437	566.5	113.11	1.13	253.66
2	566.5	128.19	392.75	1193	810.5	682.30	1.73	147.19
3	810.5	183.41	223.92	1387	616.5	433.08	1.934	224.98
4	616.5	139.51	223.84	1435	568.5	428.98	1.916	252.42
5	568.5	128.65	231.55	1421.5	582	453.35	1.958	244.24
6	582	131.70	225.10	1420.5	583	451.24	2.004	243.65

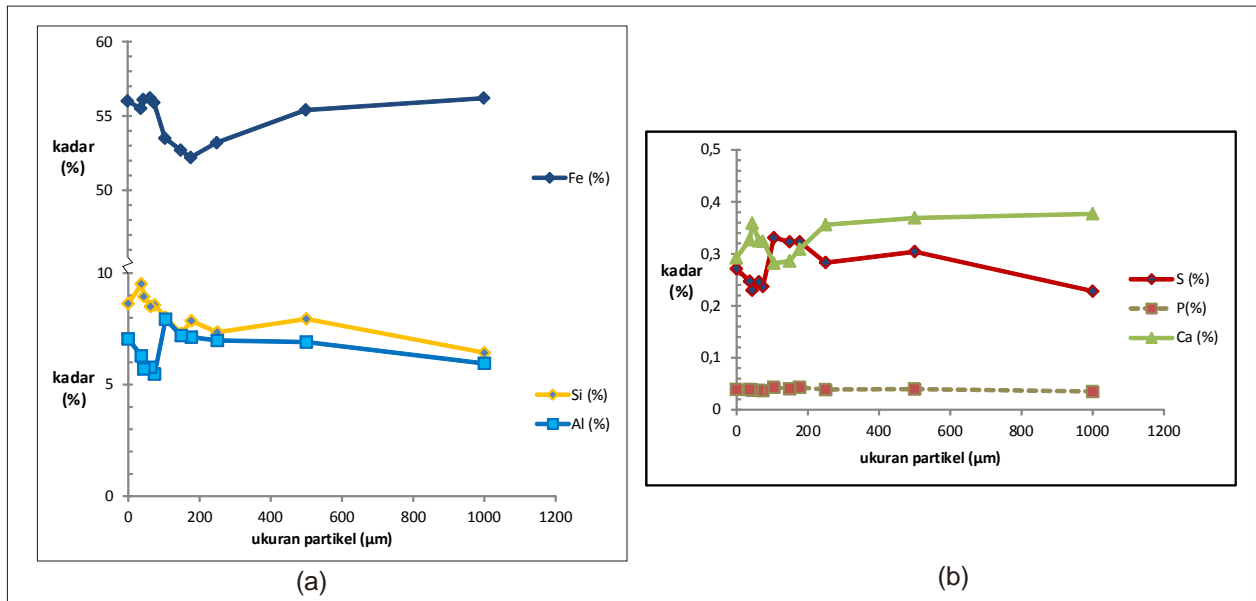


**Gambar 3. Grafik Persen Kumulatif Lolos Produk Penggerusan Bijih Besi**

Dari data di atas dapat dihitung nilai *work index* bijih besi Lamandau dengan menggunakan rumus 1. Nilai ukuran ayakan yang ditetapkan ( $P_1$ ) sebesar 149  $\mu\text{m}$ , berat produk *grinding* untuk setiap putaran ( $G_{bp}$ ) adalah 1,959 gram/putaran yang diperoleh dari rata-rata net undersize/putaran pada 3 langkah percobaan terakhir yang mendekati nilai *circulating load* 250%, nilai 80% kumulatif lolos umpan ( $F$ ) sebesar 1509,47  $\mu\text{m}$ , dan nilai 80% kumulatif lolos produk ( $P$ ) sebesar 101,49  $\mu\text{m}$ . Sehingga *work index* dari bijih besi Lamandau adalah 11,027 kWh/ton untuk mengecilkan umpan dari ukuran 2380  $\mu\text{m}$  menjadi 149  $\mu\text{m}$ .

Jumlah putaran dari setiap langkah percobaan merupakan nilai evaluasi dari hasil *undersize* produk *grinding* yang dibandingkan dengan *undersize* berat umpan agar hasilnya dapat mendekati nilai 1/35 berat total umpan yang digerus. Penentuan jumlah putaran diprediksi dari *net undersize* hasil *grinding* tahap sebelumnya yang merupakan hasil dari *undersize* produk *grinding* dikurangi *undersize* dari umpan.

Setelah dilakukan pemisahan berdasarkan fraksi yang diperoleh dari umpan dan produk penggerusan, kemudian dilanjutkan dengan menguji kadar unsur dari fraksi-fraksi tersebut. Dari **Gambar 4** diperoleh informasi bahwa terdapat kecenderungan kadar Fe menurun bila ukuran partikel semakin halus, dan kadar Fe naik kembali untuk fraksi kurang dari 177  $\mu\text{m}$ , walau selisih kadar tertinggi dan terendahnya tidak jauh berbeda. Sebaliknya untuk Si dan Al terdapat kecenderungan kadarnya semakin naik seiring ukuran partikel yang semakin halus. Namun untuk Al pada ukuran partikel kurang dari 177  $\mu\text{m}$  kadar akan kembali turun.



Gambar 4. Grafik Pengaruh Ukuran Partikel Terhadap Kadar Unsur Penyusun Bijih Besi Lamandau  
(a) unsur Fe, Al, dan Si serta (b) unsur S, P, dan Ca

#### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil percobaan bond *work index* diketahui bahwa *work index* dari bijih besi Lamandau sebesar 11,027 kWh/ton untuk mengolah bijih besi dari ukuran 2380  $\mu\text{m}$  menjadi 149  $\mu\text{m}$ . Dan dari hasil tersebut, bijih besi termasuk kedalam material dengan *grindability* medium. Kemudian dari karakterisasi unsur-unsur untuk setiap fraksi, diketahui bahwa terdapat kecenderungan untuk Fe mengalami penurunan dengan semakin halus ukuran butiran. Namun kadar Fe kembali naik pada fraksi lebih halus dari 177  $\mu\text{m}$ , diikuti dengan semakin halus partikel maka kadar Si dan Al akan cenderung naik.

Disarankan pada proses pengujian *work index*, ukuran ayakan yang ditetapkan ( $P_i$ ) dapat dipertimbangkan berdasarkan liberasi unsur yang ditentukan dari uji kadar unsur dalam setiap fraksi bijih besi. Sehingga besarnya nilai dapat mendekati dengan kondisi aktual pabrik pengolahan mineral bijih besi.

#### REFERENSI

- [1] Wills, B.A., Mineral Processing Technology, Smedn. 1992, Pergamon Press.
- [2] Bond, F.C., 1961. Crushing and Grinding Calculations. Trans AIME 193.
- [3] Man, Y.T., 2002. Technical Note Why is The Bond Ball Mill Grindability Test Done, Done the Way it is Done?. The European Journal of Mineral Processing and Environmental Protection. Vol 2 (2000) 34-39.
- [4] Tuzun. M.A. 2001. Technical Note Wet Bond Ball Mill Test. Mineral Engineering. Vol. 14, No. 3, pp. 369-373.
- [5] Napier-Munn. T.J., et all. 1999. Mineral Comminution Circuits Their Operation and Optimisation. JKMR 2.
- [6] <https://www.911metallurgist.com/blog/bond-work-index-test-procedure-and-method>

**PENGARUH BAKTERI *STREPTOCOCCUS MUTAN*,  
*STAPHYLOCOCCUS AUREUS*, DAN *CANDIDA ALBICAN* TERHADAP  
*MICROBIOLOGY INDUCED CORROSION* DAN *BIOCOMPATIBILITY*  
*HEAT TREATED STAINLESS STEEL 17-4 PH***

**Sugeng Supriadi<sup>1</sup>, Bambang Suharno<sup>2</sup>, Tjokro Prasetyadi<sup>3</sup>, Adam Septiyono Arlan<sup>2</sup>,  
Estaura Rahmandari<sup>2</sup>, Danang Widiyanto Mohammad<sup>2</sup>, Gerra Maulana<sup>2, a</sup>, dan Rizki  
Hidayatullah<sup>2, b</sup>**

<sup>1</sup>Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok.

<sup>2</sup>Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok

<sup>3</sup>Kedokteran Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Indonesia, Jakarta Pusat.

<sup>a</sup>[gerra.maulana@ui.ac.id](mailto:gerra.maulana@ui.ac.id), <sup>b</sup>[rizki.hidayatullah@ui.ac.id](mailto:rizki.hidayatullah@ui.ac.id)

**Abstrak**

*Maloklusi adalah ketidaksesuaian letak gigi dari lengkung rahang. Berdasarkan hasil survey WHO pada tahun 2006, maloklusi pada remaja di Indonesia tahun 2006 mencapai 89%. Maloklusi dapat dikurangi dengan perawatan menggunakan braket. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh heat treatment dan bakteri *Streptococcus mutan*, *Staphylococcus aureus* dan *Candida albican* terhadap ketahanan korosi dan sifat mekanik dari stainless steel 17-4 PH pada lingkungan rongga mulut. Penelitian dilakukan dengan tiga metode uji, yang pertama adalah metode heat treatment (annealing, quench, dan temper) dengan menggunakan oven furnace, metode kedua yaitu uji celup korosi dengan periode pencelupan 17 hari, dan metode ketiga adalah pengujian ion release. Hasil heat treatment (HT) menunjukkan, nilai kekerasan material stainless steel 17-4 PH meningkat sebesar 1 HRC dan laju korosi material menurun dari 0.003 mm/year menjadi 0.00004 mm/year pada lingkungan rongga mulut. Hasil uji korosi menunjukkan bahwa bakteri *Streptococcus mutan*, *Staphylococcus aureus* dan jamur *Candida albicans* meningkatkan laju korosi dari material setelah HT sebesar 0,0087 mm/year, 0,017 mm/year dan 0,00048 mm/year. Hasil ion release menunjukkan ion nikel yang terlarut sebesar 0.3 mg/L dan ion chromium sebesar 0.1 mg/L yang berada dibawah batas aman. Sehingga berdasarkan data laju korosi dan ion release, maka material stainless steel 17-4 PH dapat digunakan sebagai material braket ortodontik.*

**Kata kunci:** Braket Ortodontik, Baja Tahan Karat 17-4 PH, Perlakuan Panas, Laju Korosi, Pelepasan Ion.

**PENDAHULUAN**

Dewasa ini semakin banyak masyarakat Indonesia yang mengalami maloklusi. Maloklusi merupakan ketidaksesuaian letak gigi yang tidak pada posisi sejajar. Berdasarkan hasil survey WHO tahun 2003 maloklusi pada remaja di Indonesia mencapai 66,76% dan tahun 2006 mencapai 89%<sup>[1]</sup>. Maloklusi ini dapat dikurangi dengan penggunaan braket ortodontik. Dalam surat keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1415/MENKES/SK/X/2005 menyatakan bahwa sumber daya alat kesehatan gigi hampir semuanya masih diimpor oleh swasta sehingga perlu adanya standardisasi<sup>[2]</sup>.

Braket ortodontik berfungsi untuk menggerakkan gigi dengan cara menerima tekanan dari kawat gigi dan meneruskan tekanan ke gigi<sup>[3]</sup>. Material yang biasa digunakan untuk braket adalah *Stainless Steel* (SS) dimana memiliki kandungan kromium minimal 10.5%<sup>[3]</sup>. Akan tetapi baja tahan karat memiliki kelemahan terhadap korosi sumuran (*pitting*) dan MIC (*Microbiology induced corrosion*). Pada mulut manusia terdapat ion-ion agresif seperti

klorida yang merusak lapisan pasif dari baja tahan karat dan menyebabkan *pitting* serta adanya bakteri pada mulut dapat menyebabkan terjadinya MIC<sup>[3]</sup>.

Baja tahan karat AISI 17-4 PH dengan tipe martensitik *precipitation hardening* dipilih sebagai material braket ortodontik. Baja tahan karat tipe ini dapat ditingkatkan sifat mekaniknya dengan cara perlakuan panas. Atas dasar tersebut akan diteliti ketahanan korosi dari SS 17-4 PH sebelum dan sesudah *heat treatment* terhadap ketahanan korosi, pengaruh bakteri di mulut seperti *Streptococcus mutan*, *Staphylococcus aureus* dan jamur *candida albicans* terhadap laju korosi dan morfologi bentuk korosi yang dihasilkan bakteri dan jamur tersebut.

Braket ortodontik merupakan salah satu pengembangan dari biomaterial. Biomaterial harus memiliki biokompatibilitas yang baik agar terjadi reaksi penolakan dari tubuh. Biokompatibilitas merupakan kondisi dari material yang tidak mengalami interaksi berbahaya antara sistem tubuh dengan material dan sebaliknya. Material SS 17-4 PH yang digunakan harus memiliki biokompatibilitas yang baik terhadap tubuh. Kromium pada SS membentuk lapisan kromium oksida ( $Cr_2O_3$ ) yang sifatnya pasif sehingga akan melindungi dari korosi saat kadarnya minimum 10wt% Cr<sup>[4]</sup>. Ketahanan korosi ini bergantung pada kestabilan dari lapisan oksida  $Cr_2O_3$ . Pada lingkungan tertentu kestabilan ini dioptimalkan oleh paduan seperti Ni, Mo, dan Cu<sup>[3]</sup>. Selain unsur kromium, unsur nikel menjadi hal yang krusial untuk aplikasi biomaterial terutama braket. Nikel dapat menimbulkan adanya alergi apabila kadarnya terlalu tinggi.

Pengujian biokompatibilitas dilakukan dengan dua metode yaitu *in vitro* dan *in vivo*. *In vitro* merupakan pengujian biokompatibilitas diluar tubuh makhluk hidup, umumnya dilakukan pada enzim, sel, atau sistem biologis yang diisolasi. Uji *in vitro* dilakukan untuk mengetahui sitoksitas dan pertumbuhan sel, serta mengukur efek mutagenesis material terhadap sel<sup>[4]</sup>. Sedangkan pengujian *in vivo* dilakukan di dalam tubuh makhluk hidup secara langsung. Pengujian *in vivo* memerlukan waktu yang relatif panjang. Apabila material tidak menimbulkan reaksi negatif pada tubuh ketika berkontak maka dapat dikategorikan sebagai material yang biokompatibel<sup>[4]</sup>.

## METODE

Penelitian dilakukan menggunakan material SS 17-4 PH dengan komposisi yang ada pada Tabel 1. Sampel kemudian dilakukan *heat treatment* berupa *solution annealing* di suhu 1080°C selama 1.5 jam kemudian didinginkan cepat menggunakan media oli sehingga menghasilkan struktur martensitik. Kemudian dilakukan *aging* di suhu 590°C selama 4 jam dan setelah dikeluarkan dari *furnace* diampas untuk menghilangkan oksida. Pengujian akan dilakukan dalam larutan saliva yang diambil dari mulut pasien kedalam *falcon tube* dan dilakukan pengenceran 5 ml saliva dengan aquabides 50 ml dan difiltrasi sehingga bersih dari bakteri.

**Tabel 1. Komposisi kimia Stainless steel 17-4 PH<sup>[5]</sup>**

C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)
0,07 max	1,00 max	0,538	0,040 max	0,030 max
Cr (%)	Mo (%)	Ni (%)	Cu (%)	Nb + Ta (%)
15,00 – 17,50	1,00 max	3,00-5,00	3,00-5,00	0,15-0,45

Bakteri yang digunakan pada pengujian yaitu *Streptococcus mutan* dan *Staphylococcus aureus* serta jamur *Candida albican* sudah dilengkapi dengan medium yang sesuai dalam bentuk agar dalam tabung reaksi. Kemudian dipindahkan ke medium cair agar dapat dikultur. Bakteri anaerobik harus dimasukkan ke dalam toples dan disempatkan gas yang berisi nitrogen 80%, hidrogen 10%, dan CO<sub>2</sub> 10%. Semuanya harus disimpan dalam inkubator dengan suhu 37°C. Sampel yang telah di-*heat treatment* disterilkan dengan direndam dalam alkohol selama 90 menit sebelum pengujian. Untuk sampel pengujian morfologi permukaan, sampel dilapisi dengan larutan saliva pada *falcon tube* dan dimasukkan ke inkubator selama 90 menit. Kemudian saliva dibuang dan masukkan Pbs murni lalu dibuang kembali agar sampel bersih.

Pengujian yang akan dilakukan pada sampel diantaranya pengujian kekerasan menggunakan metode *Rockwell C*, pengujian komposisi kimia, pengujian laju korosi, pengujian morfologi permukaan, pengukuran pH agar dapat ditentukan kisaran pH-nya, dan pengujian *ion release*. Pada pengujian laju korosi, sampel dicelupkan

pada larutan saliva dengan variasi, yaitu: tanpa bakteri sebelum di-heat treatment, tanpa bakteri setelah di-heat treatment, dan dengan bakteri. Sampel dengan uji bakteri divariasikan dengan campuran 2 bakteri/jamur yang berbeda serta dengan ketiga jenisnya. Perbandingan antara saliva dan kultur bakteri/jamur adalah 5:1. Pada pengujian morfologi permukaan, sampel yang telah dilapisi saliva dimasukkan bakteri ke dalam well plate selama 3 hari dan diuji dengan mikroskop optik dan SEM. Pada pengujian ion release, saliva hasil rendaman sampel bersama bakteri selama 20 hari diuji dengan alat Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

**Tabel 2. Nilai kekerasan sampel 17-4 PH sebelum di HT dan setelah di HT**

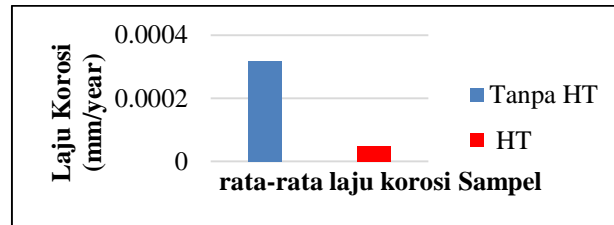
Nilai Kekerasan			
	Sebelum Heat Treatment	Setelah Heat Treatment	
		A	B
	36	35	36
	34	36	36
	34	36	35
	36	36	35
	36	35	36
<b>Rata rata</b>	<b>35</b>	<b>36</b>	<b>36</b>

Kekerasan sampel mengalami peningkatan setelah heat treatment. Hal ini dikarenakan akibat pembentukan karbida  $Cr_xC_y$ . Sebagian unsur C akan berinterstisi pada matriks atom-atom Fe dan sebagian akan membentuk karbida  $Cr_xC_y$  sehingga terjadi distorsi kisi dan menghalangi pergerakan dislokasi<sup>[6]</sup>. Kenaikan kekerasan menunjukkan proses heat treatment yang dilakukan berhasil sebesar 2,8%. Tetapi kenaikan kekerasan tersebut tidak efektif karena telah melewati peak ageing dari sampel 17-4 PH<sup>[7]</sup>.

**Tabel 3. Uji komposisi kimia dengan Optical Emission Spectrometer (OES) dan EDAX**

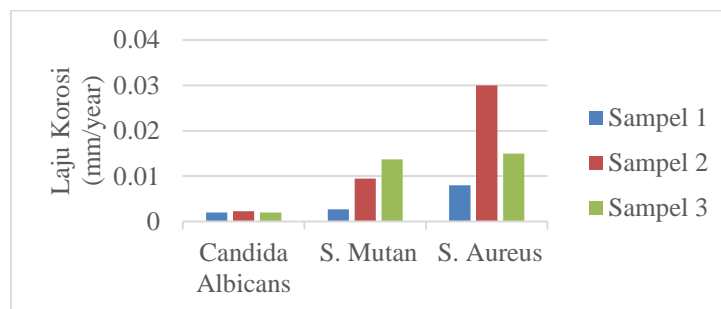
Element	EDAX (wt%)	OES (wt%)	STANDAR(wt%)
<b>C</b>	4,62	0,017	0,07 max
<b>Si</b>	1,53	0,538	1,00
<b>Cr</b>	15,46	15,5	15-17,50
<b>Fe</b>	70,83	bal.	bal.
<b>Ni</b>	4,42	4,52	3,00-5,00
<b>Cu</b>	3,14	3,22	3,00-5,00
<b>Mo</b>	-	0,284	-

Hasil pengujian EDAX pada komposisi unsur C terjadi penumpangan data. Pengujian EDAX dilakukan dengan memancarkan *electron beam* dan mendeteksi unsur karbon pada *carbon tip* yang membuat sampel menjadi konduktif dan menjadi perekat sampel sehingga terjadi penyimpangan. Oleh karena itu pengujian komposisi dengan EDAX untuk unsur C sulit dideteksi secara signifikan. Sehingga digunakan hasil OES untuk unsur C dan diketahui bahwa sampel 17-4 PH tergolong material baja *low carbon*.



**Grafik 1. Laju Korosi sampel non-HT dan HT tanpa bakteri** <sup>[8]</sup>

Dari hasil pengujian laju korosi, kemampuan tahan korosi dari SS 17-4 PH meningkat sebesar 86% akibat HT. HT pada stainless steel akan meningkatkan kestabilan lapisan oksida  $Cr_2O_3$  sehingga terjadi penurunan kecepatan korosi<sup>[9]</sup>.



**Grafik 2. Perbandingan laju korosi sampel HT, dengan *C. Albican*, *Streptococcus Mutans* dan *Staphylococcus Aureus***

Sampel 17-4 Ph dengan bakteri *S. Aureus* setelah di HT mengalami peningkatan korosi sampel menjadi 0.017 mm/year akibat kemampuan dari bakteri tersebut melakukan metabolisme dan menghasilkan senyawa oksidator yang dapat mempercepat laju korosi contohnya asam oksalat ( $H_3O_2$ )<sup>[10]</sup>. Asam tersebut diperoleh dari hasil perubahan karbohidrat yang ada didalam lingkungan oleh mikroorganisme. Mikroorganisme seperti bakteri dan jamur mampu menghasilkan lapisan biofilm yang dapat melekat pada permukaan material *bracket* dengan baik akibat memanfaatkan polisakarida yang diproduksi<sup>[10]</sup>.

**Tabel 4. ion release dari sampel 17-4 PH heat treated**

$Cr^{3+}$	$Ni^{2+}$	$Fe^{2+}$
<b>0.192 mg/L</b>	0.3209 mg/L	0.0058 mg/L

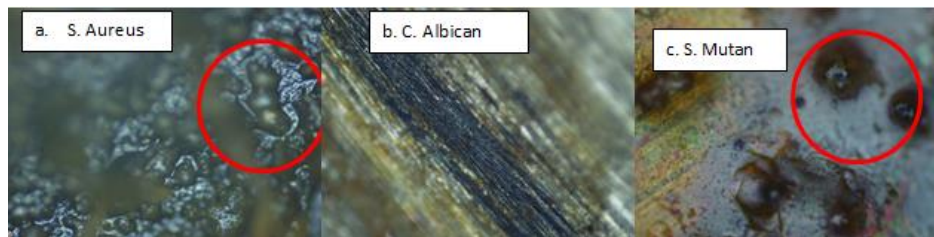
*Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) dilakukan untuk mengetahui jumlah ion dari unsur-unsur yang terlarut pada perendaman sampel di saliva dan bakteri, serta jamur. Jumlah ion terlarut Ni di dalam saliva lebih banyak dibandingkan jumlah ion terlarut Cr. Hal ini disebabkan karena unsur Ni tidak mengikat secara kuat dengan senyawa yang ada didalam *stainless steel* 17-4 PH sehingga terjadi pelepasan ion Ni dari permukaan material<sup>[11]</sup>. Pelepasan ion Cr terjadi karena dalam deret volta posisi unsur Cr lebih kiri dari posisi unsur Ni dan Fe sehingga unsur Cr lebih reaktif dan mudah melepas elektron.

**Tabel 5. Toleransi ion Fe, Cr, dan Ni berdasarkan nilai uptake level per hari<sup>[12]</sup>**

Kategori	Unsur		
	Besi (mg/L/day)	Chromium ( $\mu\text{g/L/day}$ )	Nikel ( $\mu\text{g/L/day}$ )
<b>Pria &amp; Wanita</b>			
<b>9-18 tahun</b>	50	0,1-1,0	8
<b>18-50 tahun</b>	60	25	12
<b>&gt;50 tahun</b>	50	0,1-1,0	8

Nilai ion Fe, Cr, dan Ni yang terlarut masih dalam kategori aman untuk tubuh manusia karena masih berada dibatas nilai *Uptake level* (UL) harian. *Uptake level* adalah maksimum total asupan harian nutrisi yang diperkirakan tidak akan menimbulkan kecenderungan merugikan pada kesehatan manusia dan merupakan toleransi fisiologis pada tubuh manusia<sup>[12]</sup>.

Hasil uji biofilm dengan mikroskop optik dilakukan dengan tidak menambahkan reagen pada permukaan sampel. Hasil pengamatan pada foto mikro pada perbesaran 100x pada gambar 2 memperlihatkan pembentukan *pit* pada permukaan sampel 17-4 PH.



**Gambar 2. Morfologi dari sampel 17-4 PH dengan *Staphylococcus aureus*(a), *Candida albican* (b) dan *Streptococcus mutans* (c) dengan pembesaran 100x**

Dari data imageJ dapat diketahui bahwa terjadi perbedaan luas pit yang dihasilkan oleh kedua mikroorganisme. Bakteri *Staphylococcus aureus* memiliki porous yang lebih besar dengan rata-rata luasannya sebesar  $8,6\mu\text{m}^2$  sedangkan jamur *candida albicans* sebesar  $8.01\mu\text{m}^2$ . Hal ini menunjukkan bahwa *Staphylococcus aureus* lebih bersifat korosif dibandingkan dengan *candida albicans*. Adanya perbedaan warna pada permukaan sampel menunjukkan adanya perbedaan lapisan biofilm yang terbentuk. Lapisan biofilm yang terbentuk umumnya memiliki ketebalan  $0.1-10\mu\text{m}$  dengan komposisi yaitu *glycoprotein*, ion ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dll.) dan air<sup>[13]</sup>. Pertumbuhan *biofilm* pada permukaan *bracket* menyebabkan terjadinya pelepasan substansi asam dari metabolisme karbohidrat yang mengubah pH dan oksigen dari lingkungan pada sekitar *bracket*.

**Tabel 6. Hasil perhitungan total persen luas pit melalui software imageJ**

Mikroorganisme	Gambar	Average Size
<i>StaphylococcusAureus</i>		$8,6\mu\text{m}^2$
<i>Candida Albicans</i>		$8.01\mu\text{m}^2$



Penurunan pH dapat menginisiasi korosi lokal pada *orthodontic bracke*. Saliva manusia merupakan cairan yang diproduksi dari kelenjar *parotid*, *submaxilar* dan *submandibular* yang memiliki pH 6 sampai 7. Berdasarkan hasil pengujian pH didapatkan data bahwa pH larutan berada pada range 5 sampai 7. Penurunan pH disebabkan oleh peningkatan konsentrasi asam laktat yang dilepaskan dari proses metabolisme mikroba di lapisan *biofilm*<sup>[13]</sup>.

Pada hasil pengamatan SEM dengan metode *secondary electron* untuk melihat morfologi permukaan sampel akibat *pitting corrosion* ditunjukkan oleh gambar 3 dengan perbesaran 2500x, 5000x, 10000x dan 25000x. Pembentukan *pit* tersebut diinisiasi dari berkumpulnya ion *chloride* pada lapisan *biofilm* yang akhirnya dapat menurunkan pH disekitar permukaan *bracket* akibat pembentukan *biofilm*<sup>[14]</sup>. Mekanisme korosi yang terjadi termasuk dalam jenis korosi *pitting*. Pada daerah *pit* akan bersifat anodi yang dengan inisiasi ion  $Cl^-$  yang bereaksi dengan air dan membentuk asam klorida sehingga mempercepat korosi pada daerah tersebut.



**Gambar 3. Morfologi sampel 17-4 PH hasil SEM dengan pembesaran 2500x (a), 5000 x (b), 10.000x (c), dan 20.000x (d)**

## KESIMPULAN

1. Laju korosi dari sampel 17-4 PH mengalami penurunan dari 0.0003 mm/year menjadi 0.00004 mm/year akibat proses *heat treatment* di suhu 1080°C.
2. Bakteri didalam mulut khususnya *Streptococcus mutan*, *Staphylococcus aureus* dan jamur *Candida albicans* dapat mempercepat laju korosi dari *stainless steel* 17-4 PH dari 0,0087 mm/year, 0,017 mm/year dan 0,00048 mm/yea
3. Pelepasan ion Cr, Ni, dan Fe sebesar 0.192 mg/L, 0.3209 mg/L, dan 0.0058 mg/L berada dibawah nilai *Uptake Level* yaitu sebesar 300 mg/L, 100 mg/L, dan 800 mg/L untuk masing-masing ion Cr, Ni, dan Fe sehingga material 17-4 PH memenuhi *biocompatibility* dari *bracket* yang dianjurkan.
4. Morfologi korosi pada permukaan sampel 17-4 PH setelah pencelupan 20 hari adalah korosi sumuran dengan luas permukaan *pit* yang terbentuk sebesar 11.40  $\mu m^2$  dan 8.01  $\mu m^2$  untuk *streptococcus sobrinus* dan *candida albican*.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] R. Kristianingsih, R. Joelijanto, D. Praharani, F. K. Gigi, and U. J. Unej, "Analisis Pelepasan Ion Ni dan Cr Kawat Ortodontik Stainless Steel yang Diredam dalam Minuman Berkarbonasi ( Analysis of Ion Release Nickel and Chromium of Orthodontics Stainless Steel Wire Immersed by Carbonated Drink )," 2014.
- [2] B. Irawan, B. Suharno, S. Supriadi, and G. Kiswanto, *DESAIN DAN KOMPOSISI BRAKET ORTODONTIK STAINLESS STEEL DENGAN METODE PEMBUATAN INVESTMENT CASTING*. Universitas Indonesia, 2013, pp. 1–55.
- [3] I. Aryani, "UNIVERSITAS INDONESIA PERBANDINGAN TINGKAT KETAHANAN KOROSI LEPASAN ION Cr DAN Ni UNIVERSITAS INDONESIA LEPASAN ION Cr DAN Ni," 2012.
- [4] W. D. Callister and J. Wiley, *Materials Science and Engineering An Introduction*, 7th ed. New York: John Wiley & Sons, 2007.
- [5] H. R. A. Bidhendi and M. Pouranvari, "CORROSION STUDY OF METALLIC BIOMATERIALS IN SIMULATED BODY FLUID," 2011.
- [6] C. N. Hsiao, C. S. Chiou, and J. R. Yang, "Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel," vol. 74, pp. 134–142, 2002.

- [7] Mohammad, Danang Widiyanto. "Pengaruh Bakteri Streptococcus Mutans dan Streptococcus Pyogenes terhadap Microbiology Induced Corrosion dan Biocompatibility Heat Treated Stainless Steel 17-4 ". Universitas Indonesia 2015.
- [8] Rahmandari, Estaura. "Pengaruh Bakteri Staphylococcus Aureus dan Streptococcus Sanguinis terhadap Microbiology Induced Corrosion dan Biocompatibility Heat Treated Stainless Steel 17-4 Ph. Universitas Indonesia 2015.
- [9] R. Pignatello, *BIOMATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING Edited by Rosario Pignatello*. Croatia: InTech, 2011.
- [10] S. Pandit, K. Chang, and J. Jeon, "Anaerobe Effects of Withania somnifera on the growth and virulence properties of Streptococcus mutans and Streptococcus sobrinus at sub-MIC levels," *Anaerobe*, vol. 19, pp. 1–8, 2013.
- [11] T. Eliades and A. E. Athanasiou, "In Vivo Aging of Orthodontic Alloys : Implications for Corrosion Potential , Nickel Release , and Biocompatibility."
- [12] E. Food and S. Authority, *TOLERABLE UPPER INTAKE LEVELS Scientific Committee on Food*, no. February. 2006.
- [13] J. C. M. Souza, "Biotribocorrosion behavior of titanium in simulated oral environments," Universidade do Minho, 2010.
- [14] I. Mutlu and E. Oktay, "Influence of Fluoride Content of Artificial Saliva on Metal Release from 17-4 PH Stainless Steel Foam for Dental Implant Applications," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 29, no. 6, pp. 582–588, Jun. 2013.

## STUDI OKSIDASI LOGAM INDUK DAN LAS BAJA SA213 T91 DENGAN DEPOSIT $\text{Na}_2\text{SO}_4$ PADA TEMPERATUR 750 DAN 850°C

Husaini Ardy<sup>1</sup>, Maya Nurlaila Putri<sup>2</sup>

Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Indonesia.

[mayanurlailap@gmail.com](mailto:mayanurlailap@gmail.com)

### Abstrak

Penelitian ini meakukan kajian terhadap fenomena korosi temperatur tinggi pada pipa boiler SA213-T91 (logam induk dan las) dengan deposit  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  pada temperatur 750 dan 850°C selama 2, 4, 6 dan 8 hari. Pengukuran laju oksidasi dilakukan dengan menghitung perubahan berat spesimen. Pengaruh waktu pemanasan terhadap sifat mekanik material diamati dengan uji keras *microvickers*. Komposisi fasa yang terbentuk dan struktur mikro lapisan oksida setelah pengujian diperiksa menggunakan mikroskop optik, XRD, dan SEM/EDS. Laju oksidasi pada temperatur 850°C lebih cepat dibanding pada 750°C dengan kecenderungan laju pada logam las lebih tinggi dibanding dengan logam induk. Tebal lapisan oksida dan jumlah karbida yang terbentuk semakin meningkat seiring bertambahnya waktu dan temperatur pemanasan. Senyawa yang terbentuk pada temperatur 750°C adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dan  $\text{FeS}$  sedangkan pada temperatur 850°C adalah  $\text{FeO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  dan  $\text{FeSO}_4$ .

**Kata kunci** :Korosi temperatur tinggi, SA213-T91, oksidasi, lapisan oksida.

### 1. PENDAHULUAN

Pipa *boiler* bekerja pada temperatur dan tekanan yang tinggi sehingga menyebabkan komponen *boiler* rentan terhadap serangan korosi temperatur tinggi. Temperatur tinggi tersebut menyebabkan laju korosi semakin meningkat<sup>[5]</sup>. Komponen pipa *superheater* merupakan bagian pipa *boiler* yang paling rentan terhadap serangan korosi. Material SA213-T91 (baja paduan rendah dengan kandungan 9% Cr dan 1%Mo) merupakan salah satu material yang digunakan untuk komponen *superheater boiler tube* dengan rentang temperatur kerja 550-650 °C. Tujuan penelitian ini adalah untuk menganalisis sifat ketahanan oksidasi antara logam las dan induk baja SA213-T91 di temperatur 750 dan 850°C dengan deposit  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan pendinginan dalam tungku. Lapisan oksida yang terbentuk akan di analisis dengan menggunakan mikroskop optik, XRD, SEM/EDS, uji keras *microvickers*, serta penghitungan kinetika perubahan berat spesimen.

### 2.METODE

Spesimen SA213-T91 yang digunakan merupakan komponen *boiler tube* yang telah disambung dengan proses pengelasan. Komposisi kimia spesimen diuji dengan alat *Optical Emission Spectroscope* (OES) dan dibandingkan dengan literatur ASTM A-213. Spesimen dibagi menjadi 2 kelompok yaitu logam induk dan las yang dipotong dengan dimensi (25x10x1) mm. Perhitungan berat awal dilakukan sebanyak 3x untuk dibandingkan dengan berat setelah pengujian oksidasi. Pelapisan permukaan spesimen dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dilakukan dengan menggunakan cetakan dengan perbandingan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  : Air adalah 2 : 3.

Spesimen digantungkan dalam sebuah chamber menggunakan kawat *stainless steel* sehingga pemanasan pada setiap sisi spesimen menjadi homogen. Spesimen dipanaskan pada tungku dengan temperatur 750°C dan 850°C selama 2,4,6, dan 8 hari diikuti pendinginan dalam tungku. Setelah proses pemanasan, spesimen ditimbang beratnya sebanyak 3x untuk penghitungan laju oksidasi. Ketebalan lapisan oksida yang terbentuk diamati dengan mikroskop optik. Senyawa pada lapisan oksida yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM/EDS. Uji keras dilakukan untuk mengetahui pengaruh proses oksidasi terhadap sifat mekanik (kekerasan). Penamaan setiap spesimen dilakukan untuk membedakan perlakuan yang diberikan yang dapat dilihat dalam Tabel 1.

**Tabel 1. Penamaan Spesimen Uji**

Logam Induk		Waktu (hari)			
		2	4	6	8
Temperatur (°C)	750	BM7502	BM7504	BM7506	BM7508
	850	BM8502	BM8504	BM8506	BM8508
Logam Las		Waktu (hari)			
		2	4	6	8
Temperatur (°C)	750	WM7502	WM7504	WM7506	WM7508
	850	WM8502	WM8504	WM8506	WM8508

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 3.1 Analisis Komposisi Kimia

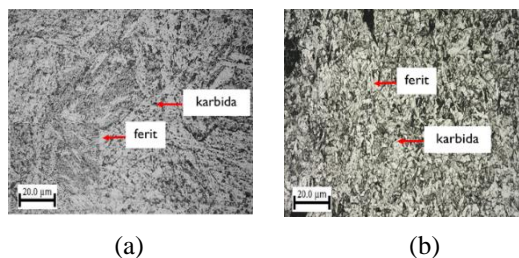
Berdasarkan hasil karakterisasi OES yang ditunjukkan oleh **Tabel.2**, dapat diketahui bahwa spesimen yang digunakan memenuhi spesifikasi material SA213 T91<sup>[1]</sup>. Unsur paduan yang dominan dan paling mempengaruhi material ini adalah Kromium (Cr) dan Molybdenum (Mo), yang memenuhi standar dengan presentase 8.89% dan 0.906%. Terdapat unsur C, Nb, dan N yang nilainya berbeda dengan standar, namun perbedaan ini tidak terlalu berpengaruh karena hanya terpaut angka kecil dan tidak signifikan terhadap performa material.

**Tabel 2. Komposisi Kimia Spesimen SA213-T91**

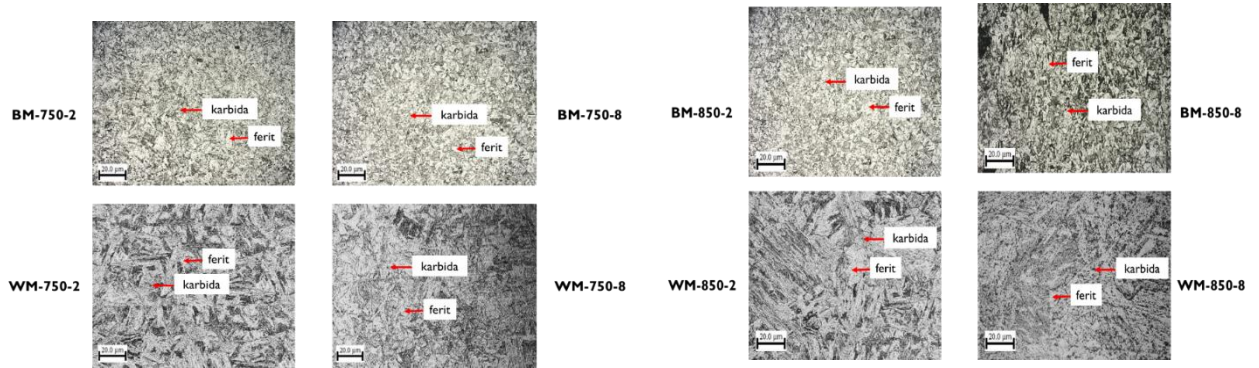
UNSUR	OES (% berat)	ASTM A213 (% berat)
C	0.127	0.08 – 0.12
Mn	0.464	0.30 – 0.60
P	0.008	0.020 max
S	0.003	0.010 max
Si	0.38	0.20 – 0.50
Cr	8.89	8.00 – 9.50
Mo	0.906	0.85 - 1.05
V	0.191	0.18 – 0.25
Nb	0.054	0.06 – 0.1
N	-	0.03 – 0.07
Ni	0.05	0.40 max
Al	-	0.04 max

#### 3.2 Metalografi

Proses metalografi yang dilakukan dibagi menjadi 2 yaitu metalografi sebelum dan setelah pengujian sehingga dapat dibandingkan satu sama lain.

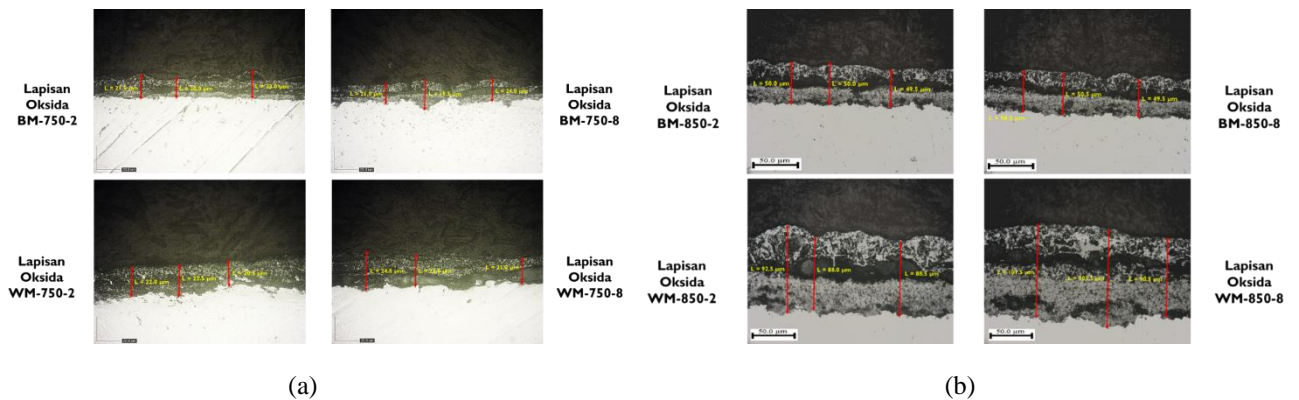


**Gambar 1. Struktur Mikro Sebelum Pengujian Oksidasi, (a) Logam Las; (b) Logam Induk**



**Gambar 2. Struktur Mikro Setelah Pengujian Oksidasi**

Logam induk memiliki struktur mikro yang menyerupai struktur mikro awal sebelum pengujian, tidak terlihat juga perubahan ukuran butir yang signifikan. Struktur mikro logam las setelah pengujian juga menyerupai struktur mikro awal namun karakteristik fasa martensit yang dicirikan dengan struktur tajam dan runcing seperti jarum berwarna hitam semakin meningkat seiring bertambahnya temperatur dan waktu ekspos. Fasa ferit bisa terbentuk pada logam las karena pada spesimen yang digunakan telah mengalami pemanasan pada temperatur 750°C yang akan mengubah martensit menjadi ferit sebagai matriks dan karbida. Karbida krom pada logam las jauh lebih banyak dibandingkan pada logam induk [3].



**Gambar 3. Lapisan Oksida Logam Induk dan Las; (a) 750 °C; (b) 850 °C**

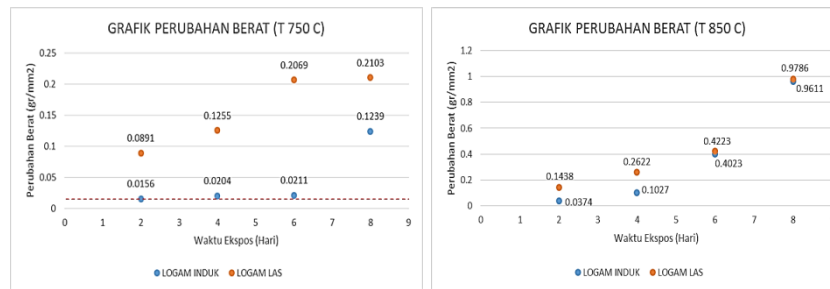
Lapisan oksida pada temperatur oksidasi 850°C lebih tebal dibandingkan temperatur 750°C (Tabel 3). Lapisan oksida yang terbentuk akan semakin tebal seiring dengan bertambahnya temperatur dan waktu ekspos. Hal ini dapat di lihat dalam perbedaan ketebalan lapisan oksida pada waktu 2 dan 8 hari oksidasi serta pada temperatur oksidasi 750°C dan 850°C. Selain itu, dapat dilihat juga bahwa logam las cenderung memiliki lapisan oksida yang lebih tebal dibandingkan dengan logam induk. Ketebalan lapisan oksida bisa mengindikasikan ketahanan material terhadap serangan oksidasi[5].

**Tabel 3. Rata-Rata Ketebalan Lapisan Oksida**

SPEKIMEN	BM7502	BM7508	WM7502	BM7508	BM8502	BM8508	WM8502	WM8508
<b>RATA-RATA (μm)</b>	21.50	21.67	22.00	22.83	49.83	50.33	89.67	98.50

### 3.3 Kinetika Oksidasi

Penghitungan perubahan berat pada specimen bertujuan untuk menentukan kinetika oksidasi pada specimen. Kinetika perubahan berat pada setiap specimen diamati dengan membagi nilai perubahan berat yang terjadi dengan luas permukaan specimen.



**Gambar 4. Grafik Perubahan Berat**

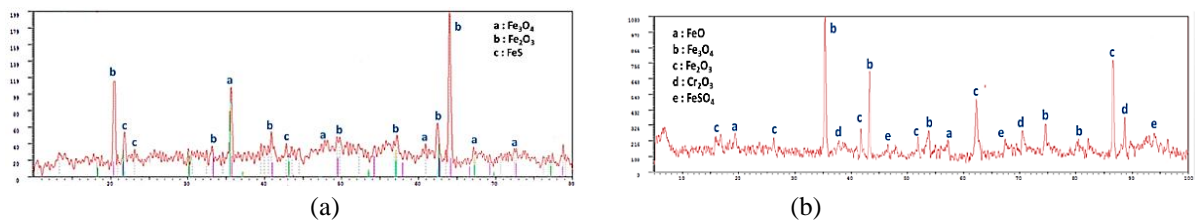
Nilai perubahan berat pada logam las lebih besar dibandingkan dengan logam induk. Hal ini menunjukkan bahwa logam las mengalami korosi yang lebih parah dibandingkan logam induk. Dengan melihat struktur mikro sebelum pengujian, karbida krom pada logam las jauh lebih banyak dibandingkan logam induk akibat adanya proses sensitisasi pada daerah logam las. Proses sensitisasi adalah berikatannya Cr dengan C pada temperatur 400-815°C karena pada temperatur tersebut karbida tidak dapat larut. Berikatannya Cr dengan C akan berakibat berkurangnya jumlah Cr yang bebas, sehingga ketika terjadi proses oksidasi Cr, lapisan pasif Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk akan semakin sedikit. Hal ini menyebabkan logam las akan lebih tidak mampu untuk menahan reaksi dengan oksigen dari lingkungan [5].

Pada temperatur 750°C, logam induk dengan pemanasan 2-6 hari mengalami reaksi oksidasi pada tahap inisiasi karena pertambahan berat per satuan luasnya memiliki nilai yang hampir sama. Pada tahap propagasi, karakteristik nilai perubahan berat per satuan luas akan naik secara signifikan seperti yang terjadi pada waktu ekspos oksidasi dari hari ke 6-8. Sedangkan pada temperatur 850°C seluruh spesimen mengalami penambahan berat yang naik signifikan. Hal ini terjadi karena logam induk dan las sudah berada dalam tahap propagasi ketika diekspos selama 2 hari.

Nilai konstanta laju reaksi dari **Gambar.4** ditentukan untuk mengetahui laju reaksi oksidasi pada kedua temperatur. Nilai konstanta parabolik yang didapatkan untuk oksidasi logam induk dan las pada temperatur 750°C dengan waktu pemanasan 4 hingga 8 hari secara berturut-turut adalah  $4.0 \times 10^{-8}$  dan  $3.0 \times 10^{-7} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$ , sedangkan untuk oksidasi pada temperatur 850°C adalah  $2.0 \times 10^{-6}$  dan  $2.0 \times 10^{-5} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$ . Perbandingan nilai konstanta laju reaksi ini menunjukkan seberapa cepat laju reaksi oksidasinya, sehingga dapat disimpulkan bahwa laju reaksi pada temperatur 850°C lebih cepat dibanding pada temperatur 750°C dengan kecenderungan laju reaksi pada logam las lebih tinggi dibanding dengan logam induk [4].

### 3.4 Analisis Hasil XRD

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD didapatkan bahwa lapisan oksida di kedua temperatur mengandung senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Selain itu untuk kedua temperatur juga terbentuk senyawa sulfida namun terdapat perbedaan jenis senyawa sulfidanya.



**Gambar 5. Hasil Karakterisasi XRD (a) 750°C; (b) 850°C**

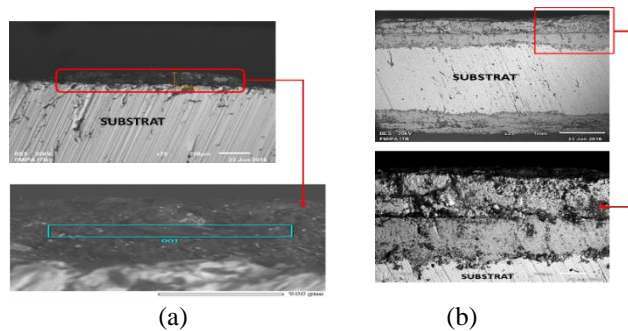
Pada temperatur 750°C terbentuk FeS sedangkan pada temperatur 850°C terbentuk FeSO<sub>4</sub>. Senyawa FeSO<sub>4</sub> yang terbentuk merupakan hasil reaksi antara Fe<sup>2+</sup> yang berasal dari substrat dengan SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> yang merupakan hasil dekomposisi lapisan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Selain itu pada pengujian oksidasi di temperatur 850°C terbentuk senyawa Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang tidak terdeteksi keberadaannya pada temperatur oksidasi 750°C. Hal ini dapat terjadi kemungkinan karena temperatur oksidasi yang diberikan belum cukup tinggi untuk proses difusi Cr membentuk lapisan oksida

Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang sempurna. Keberadaan unsur Cr yang membentuk senyawa Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada temperatur oksidasi 850°C terjadi karena ion Cr yang berasal dari substrat berdifusi keluar dan bereaksi dengan ion oksigen [5].

### 3.5 Analisis Hasil SEM/EDS

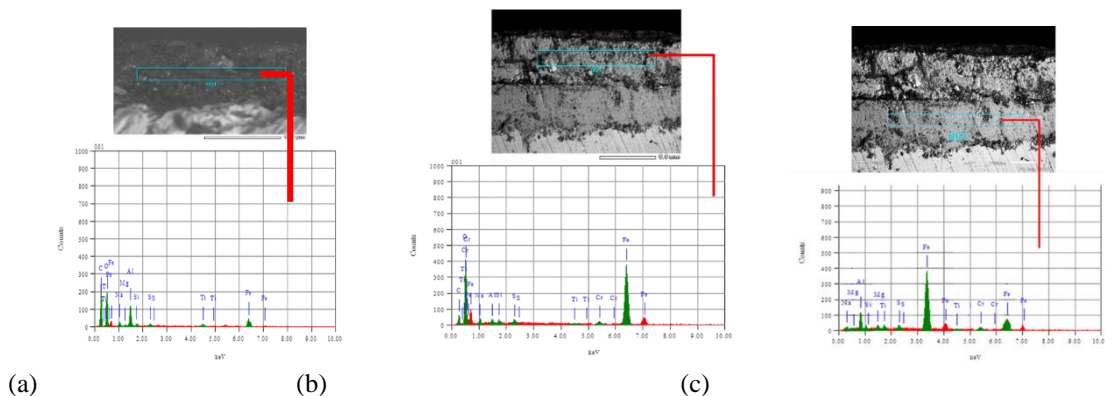
Pada temperatur oksidasi 750°C, tidak terlihat adanya lapisan oksida Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk sempurna. Hal ini bisa terjadi akibat temperatur oksidasi yang diberikan belum cukup tinggi untuk proses difusi Cr membentuk lapisan oksida yang sempurna, sehingga lapisan yang terbentuk memiliki banyak pori dan menyebabkan lapisan mengalami *spalling* (pengelupasan lapisan oksida dari substrat). *Spalling* terjadi akibat gaya adhesi antara logam dan lapisan oksida yang rendah karena waktu dan temperatur oksidasinya rendah, sehingga lapisan oksida yang terbentuk belum stabil.

Pada temperatur oksidasi 850°C, lapisan oksida yang terbentuk terbagi menjadi 2 lapis, yakni bagian atas permukaan dan bagian bawah yang berbatasan langsung dengan substrat. Berdasarkan **Gambar 7(b)**, dapat diamati bahwa lapisan oksida bagian atas sudah terbentuk sempurna jika dibandingkan dengan lapisan oksida bagian bawah karena jumlah pori pada bagian bawah lebih sedikit dibanding lapisan bagian atas, sehingga oksidasi pada lapisan bagian atas dapat dikatakan sudah parah.



**Gambar 6. Hasil Karakterisasi SEM (a) WM7508 ; (b) WM8508**

Banyak substrat yang belum teroksidasi sempurna pada lapisan bagian bawah akibat difusi Cr yang belum selesai sehingga lapisan yang terbentuk belum sempurna. Selain itu, dapat diketahui berdasarkan **Gambar 7(c)** bahwa kandungan logam Fe pada lapisan bagian bawah cenderung lebih banyak dibanding pada bagian atas sehingga menunjukkan bahwa unsur logam pada lapisan bagian bawah belum teroksidasi secara sempurna.

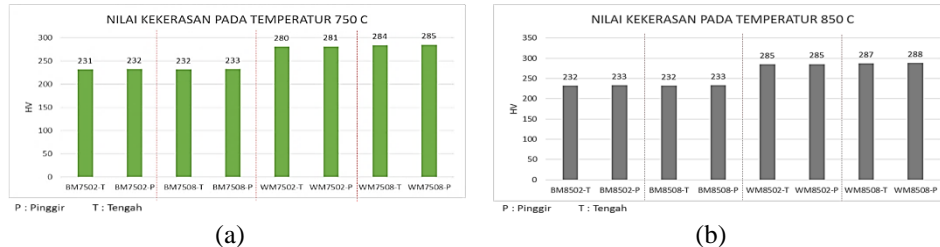


**Gambar 7. Hasil Karakterisasi EDS, (a) WM7508; (b) WM8508-atas; (c) WM8508-bawah**

Berdasarkan gambar hasil karakterisasi EDS diatas, pada temperatur oksidasi 750°C diketahui terdapat unsur O, S, dan Fe dimana ketiga unsur tersebut terdeteksi dari karakterisasi XRD membentuk senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan FeS, sedangkan pada temperatur oksidasi 850°C unsur O, S, Cr, dan Fe yang terdeteksi membentuk senyawa FeO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan FeSO<sub>4</sub>.

### 3.6 Analisis Hasil Uji Keras Microvickers

Pengujian kekerasan *microvickers* dilakukan sebelum dan sesudah oksidasi pada logam induk dan las baja SA213-T91. Nilai kekerasan logam induk sebelum pengujian adalah 231HV, sesuai dengan standar ASTM SA213 yaitu kekerasan maksimum yang harus dimiliki material SA213-T91 adalah 265 HV<sup>[1]</sup>. Sedangkan kekerasan untuk logam las sebelum pengujian adalah 276HV, sesuai juga dengan standar kekerasan maksimum material SA213-T91 jika di las yakni 290HV<sup>[3]</sup>.



**Gambar 8. Grafik Data Kekerasan Setelah Oksidasi (a) 750°C; (b) 850°C**

Hasil uji keras setelah oksidasi pada temperatur 750 dan 850°C memperlihatkan nilai kekerasan logam induk dan logam las meningkat seiring bertambahnya waktu ekspos, namun peningkatan kekerasan ini tidak naik secara signifikan. Hal ini dapat dijelaskan dengan melihat struktur mikro setelah pengujian bahwa pada logam las terdapat fasa martensit dan kandungan presipitat karbida yang jauh lebih banyak dibandingkan dengan logam induk sehingga mempengaruhi nilai kekerasannya menjadi lebih tinggi.

## 4. KESIMPULAN

Logam las lebih mudah teroksidasi dibandingkan logam induk, hal ini ditunjukkan dengan laju oksidasi pada temperatur 750°C sebesar  $4.0 \times 10^{-8} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$  (WM7504-8) dan  $3.0 \times 10^{-7} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$  (BM7504-8), sedangkan laju oksidasi pada temperatur 850°C sebesar  $2.0 \times 10^{-6} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$  (BM8504-8) dan  $2.0 \times 10^{-5} \text{ g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$  (WM8504-8). Semakin tinggi temperatur dan waktu pemanasan oksidasi maka lapisan oksida yang terbentuk akan semakin tebal. Nilai rata-rata ketebalan lapisan oksida yang didapat sebesar 21,5µm (BM7502); 22,00µm (WM7502); 50,33µm (BM8508); dan 98,50µm (WM8508). Kekerasan logam induk dan las tidak meningkat signifikan seiring bertambahnya temperatur dan waktu ekspos.

## REFERENSI

- [1] ASTM, "Standard Specification for Seamless Ferritic Alloy-Steel Pipe for High-Temperature Service", A213/A213M-01a, 2001.
- [2] Q. Shi, J. Liu, W. Wang, W. Yan, Y. Shan, K. Yang, "High Temperature Oxidation Behavior of SIMP Steel", *Oxidation of Metals*, 83, 6, 2015: 521-532.
- [3] R. Mittal, L. Goyal, B. S. Sidhu, "Study of Corrosion behavior of SA213 T91 Boiler Steel in the Environment of Air and Molten Salt of Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-60% V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> at 900°C", *IJRMET*, 3, 2, 2013.
- [4] N. Birks, G.H. Meier, F.S. Pettit, "Hot Corrosion", *High Temperature Oxidation of Metals*, Cambridge University Press, New York, 2006.
- [5] U. K. Chatterjee, S. K. Bose, S. K. Roy, "Alloy Oxidation", *Environmental Degradation of Metals: Corrosion Technology Series/14*, CRC Press, USA, 2001.



## Studi Awal Pengaruh Frekuensi Arus pada Proses Pelapisan Cu-Fe diatas Substrat SUS 430 dengan Metoda Pulsed Current Electrodeposition

Indah Uswatun Hasanah<sup>1,a</sup>, Asep Ridwan Setiawan<sup>2</sup>, Aditianto Ramelan<sup>3</sup>, Ahmad Nurrudin<sup>4</sup>

<sup>1,2,3</sup> Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Indonesia

<sup>4</sup> program Studi Teknik Fisika, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>[indah.uswatun.h@gmail.com](mailto:indah.uswatun.h@gmail.com)

### Abstrak

Baja tahan karat adalah salah satu kandidat material yang digunakan sebagai komponen interconnect pada SOFC karena memiliki kekuatan, ketangguhan dan mampu bentuk yang baik. Disamping itu, baja tahan karat memiliki konduktivitas listrik dan ketahanan oksidasi yang sangat baik. Pada kondisi kerja SOFC, lapisan oksida  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  yang terbentuk di permukaan baja, sering kali mengalami penguapan akibat berinteraksi dengan uap air yang berasal dari gas  $\text{H}_2$  yang digunakan sebagai bahan bakar SOFC. Untuk mengatasi masalah tersebut, permukaan baja tahan karat biasanya perlu dilapisi dengan lapisan yang memiliki sifat protektif, dan memiliki konduktivitas listrik yang tinggi. Lapisan oksida spinel  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  adalah salah satu kandidat untuk mengatasi masalah ini karena memiliki konduktivitas listrik yang cukup tinggi ( $\sigma = 9.1 \text{ S cm}^{-1}$ ) dan memiliki nilai CTE ( $\alpha = 11.2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) yang mirip dengan baja tahan karat. Pada penelitian ini, lapisan  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  akan dibuat di atas substrat baja tahan karat SUS 430 menggunakan metoda pulsed current electrodeposition (PCD). Pengujian polarisasi katodik dilakukan untuk menentukan kisaran arus yang optimal untuk terjadinya pelapisan paduan Cu-Fe. Pengaruh frekuensi arus (1, 10 dan 100 Hz) selama proses pelapisan listrik terhadap kualitas lapisan Cu-Fe yang dihasilkan dipelajari. Lapisan Cu-Fe yang dihasilkan selanjutnya di karakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) dan mikroskop elektron (SEM). Hasil pengukuran polarisasi katodik menunjukkan bahwa rapat arus optimum untuk terjadinya deposisi Cu-Fe dari larutan adalah sebesar  $30 \text{ mA/cm}^2$ . Pola difraksi yang dihasilkan dari pengukuran XRD menunjukkan bahwa kenaikan frekuensi arus selama pelapisan listrik akan menghasilkan lapisan Cu-Fe dengan struktur kristal yang lebih seragam. Selain itu kenaikan frekuensi arus akan meningkatkan efisiensi arus katodik dan masa lapisan. Hasil pengamatan SEM pada permukaan lapisan Cu-Fe menunjukkan bahwa kenaikan frekuensi arus selama pelapisan menghasilkan morfologi butir yang bulat dengan ukuran yang semakin besar. Pengujian oksidasi pada lapisan Cu-Fe terbukti menghasilkan lapisan spinel  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  di permukaan baja tahan karat SUS 430.

Kata kunci: arus,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , frekuensi, oksidasi, pelapisan, spinel

### PENDAHULUAN

Baja tahan karat adalah salah satu kandidat material yang digunakan sebagai komponen interconnect pada SOFC karena memiliki kekuatan, ketangguhan dan mampu bentuk yang baik. Disamping itu, baja tahan karat memiliki konduktivitas listrik dan ketahanan oksidasi yang sangat baik. Pada kondisi kerja SOFC, lapisan oksida  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  yang terbentuk di permukaan baja tahan karat sering kali mengalami penguapan akibat berinteraksi dengan uap air yang berasal dari gas  $\text{H}_2$  yang digunakan sebagai bahan bakar SOFC. Lapisan ini akan membentuk ( $\text{CrO}_3$  and  $\text{CrO}_2(\text{OH})_2$ ) yang bersifat volatile dan akan menurunkan efisiensi SOFC [1].

Upaya yang dapat dilakukan untuk mengatasi masalah di atas antara lain dengan modifikasi permukaan. Jenis modifikasi permukaan yang pernah dilakukan antara lain membentuk lapisan; *reactive element oxide* (REO) [4], perovskite [5,7] dan oksida spinel [8,9]. Lapisan oksida spinel  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  adalah salah satu kandidat untuk mengatasi masalah ini karena memiliki konduktivitas listrik yang cukup tinggi ( $\sigma = 9.1 \text{ S cm}^{-1}$ ) dan memiliki nilai CTE ( $\alpha = 11.2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) yang mirip dengan baja tahan karat [2,3,6].

Pembentukan lapisan spinel di atas substrat SUS 430 dapat dilakukan dengan metode pelapisan listrik. Terdapat dua metode pelapisan listrik yaitu; *direct current* (DC), dan *pulsed current electrodeposition* (PCD). Optimasi proses pelapisan dapat dilakukan menggunakan metode PCD dengan mengatur beberapa parameter seperti; frekuensi, *current density*, dan *duty cycles* [9]

Pada penelitian ini, lapisan  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  akan dibuat di atas substrat baja tahan karat SUS 430 menggunakan metoda *direct current* (DC) dan *pulsed current electrodeposition* (PCD). Pengujian polarisasi katodik dilakukan untuk menentukan kisaran arus yang optimal untuk terjadinya pelapisan paduan Cu-Fe menggunakan larutan  $\text{CuSO}_4$  dan  $\text{FeSO}_4$ . Pengaruh frekuensi arus (1, 10 dan 100 Hz) selama proses pelapisan listrik terhadap kualitas lapisan Cu-Fe yang dihasilkan dipelajari. Lapisan Cu-Fe yang dihasilkan selanjutnya dilakukan pengujian oksidasi untuk mengetahui jenis oksida spinel yang terbentuk. Selanjutnya karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk setelah pelapisan dan setelah pengujian oksidasi. Sedangkan pengamatan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan lapisan yang dihasilkan.

**METODE**

Digunakan pelat *baja tahan karat* SUS 430 dengan dimensi 10 x 10 x 1 mm sebagai substrat. Kemudian dilakukan preparasi sampel; *grinding* menggunakan *abrasive paper* 100-2000 *grit*, *polishing*, perendaman menggunakan NaOH selama 5 menit dan *acid pickling* menggunakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  10% selama 5 menit. Selanjutnya digunakan  $\text{FeSO}_4$  dan  $\text{CuSO}_4$  dengan konsentrasi masing-masing 0,9 M, dan 0,45 M sebagai larutan elektrolit. Penambahan 0,9 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sebagai buffer dilakukan untuk menjaga larutan pada kondisi pH 2.

Polarisasi dilakukan untuk menentukan kisaran rapat arus yang optimal untuk proses pelapisan pelapisan listrik pada substrat baja tahan karat SUS 430. Elektroda yang digunakan adalah SCE (*saturated calomel electrode*) sebagai *reference electrode* dan platina sebagai *counter electrode*.



**Gambar 1. Skema rangkain alat (a) polarisasi (b) pelapisan**

Pengujian oksidasi dengan kondisi terbuka dilakukan di temperatur 800°C selama 2, 4, dan 6 hari. Permukaan substrat hasil pelapisan dikarakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan. Kemudian analisis XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk pada spesimen hasil pelapisan dan spesimen hasil pengujian oksidasi.

**Tabel 1. Parameter Pelapisan Listrik**

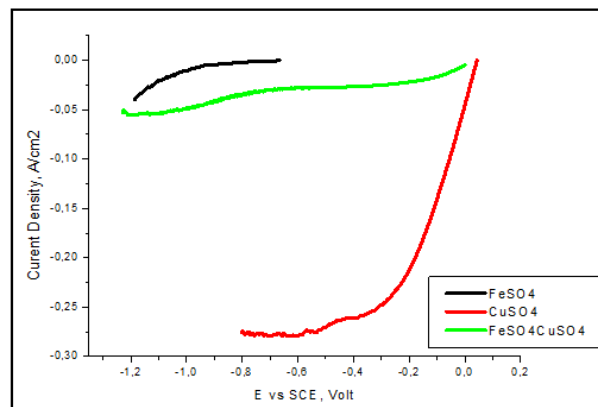
Parameter Pelapisan Listrik DC dan PCD	
Rapat arus ( $\text{mA}/\text{cm}^2$ )	30
Temperatur ( $^{\circ}\text{C}$ )	25
Frekuensi <i>pulse</i> (Hz)	1, 10, 100
Amplitudo (mV)	400
<i>Duty Cycle</i> (%)	75%

Larutan Elektrolit	50 ml CuSO <sub>4</sub> 0.45 M, 50 ml FeSO <sub>4</sub> 0.9 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.9 M
pH	1.8

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Penentuan Rapat Arus**

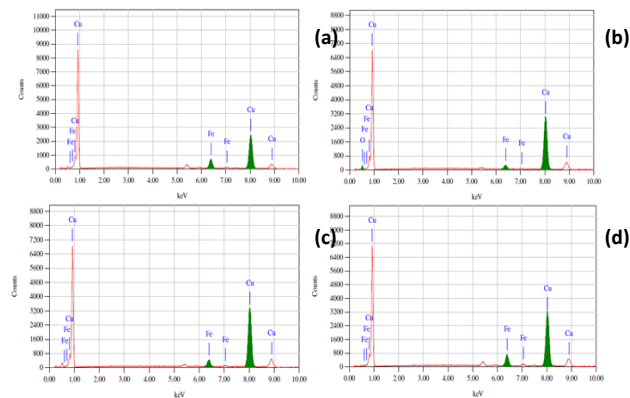
Gambar 4 menunjukkan bahwa rapat arus yang optimal untuk pelapisan Cu-Fe dengan metode pelapisan listrik di permukaan substrat baja tahan karat SUS 430 adalah ~0,03 A/cm<sup>2</sup>. Dari Gambar 4 dapat diketahui bahwa logam Cu memiliki nilai potensial yang lebih positif dibandingkan logam Fe. Hal ini mengakibatkan logam Cu lebih mudah tereduksi dibandingkan logam Fe.



**Gambar 2.** Kurva polarisasi katodik SUS 430 pada larutan FeSO<sub>4</sub>, CuSO<sub>4</sub>, dan FeSO<sub>4</sub>+CuSO<sub>4</sub>

**Pengaruh Frekuensi Pulsed Current Electrodeposition Pada Lapisan Cu-Fe**

Dari Gambar 3 dapat diketahui bahwa metode PCD menghasilkan konsentrasi Cu yang lebih banyak dibandingkan dengan metode DC. Hal ini terjadi karena penggunaan frekuensi pada PCD menimbulkan perubahan arus secara periodik sehingga kesempatan Cu untuk terdeposit di substrat semakin lebih besar.



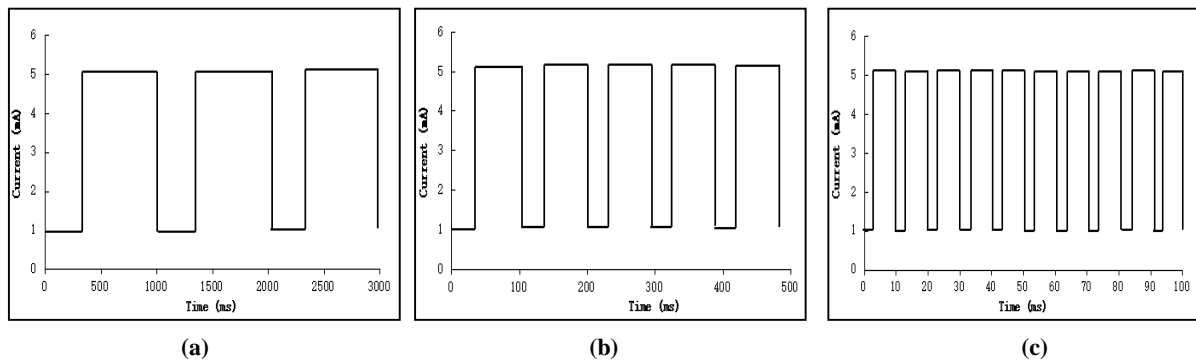
**Gambar 3.** Analisis EDS (a) DC (b) PE 1 (C) PE 10 (d) PE 100

Pada Tabel 2 terlihat bahwa kenaikan frekuensi PCD mengakibatkan konsentrasi Cu menurun. Hal ini dikarenakan kenaikan frekuensi PCD akan menghasilkan waktu *t-on* yang semakin kecil (Gambar 4). Waktu *t-on* adalah periode dimana terjadinya deposit Cu, sehingga semakin kecil waktu *t-on* akan menyebabkan kesempatan Cu terdeposit menjadi lebih sedikit.

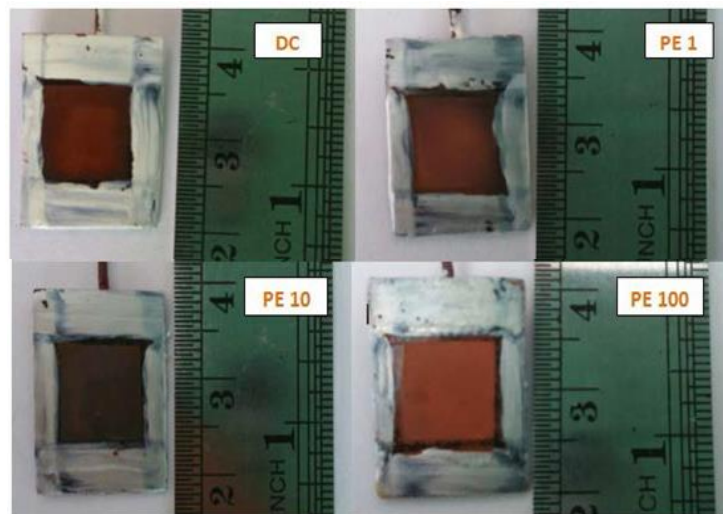
**Tabel 2. Komposisi Cu dan Fe**

	% Massa		Mol		Fraksi Mol	
	Cu	Fe	nCu	nFe	xCu	xFe
DC	88,96	11,04	1,41	0,20	0,88	0,12
PCD 1	96,9	3,10	1,47	0,05	0,97	0,03
PCD 10	95,32	4,68	1,51	0,08	0,95	0,05
PCD 100	91,62	8,38	1,42	0,15	0,91	0,09

Berdasarkan pengamatan visual, dari Gambar 5 dapat diketahui bahwa terbentuk lapisan dengan warna merah bata di atas substrat. Warna merah bata merupakan karakteristik dari Cu. Telah dijelaskan pada Gambar 2 bahwa CuSO<sub>4</sub> lebih mudah tereduksi dibandingkan FeSO<sub>4</sub>, hal ini yang menyebabkan konsentrasi Cu dilapisan lebih besar dibandingkan konsentrasi Fe.



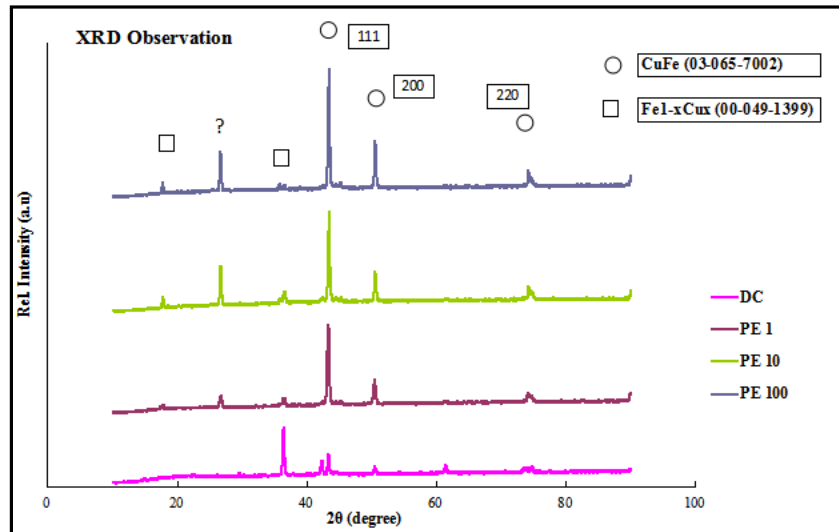
**Gambar 4. Profil arus pelapisan dengan metode PCD frekuensi; (a) 1 Hz (b) 10 Hz (c) 100 Hz**



**Gambar 5. Permukaan visual lapisan (a) DC (b) PE 1 (c) PE 10 (d) PE 100**

#### **Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) Pada Lapisan Cu-Fe**

Gambar 6 menunjukkan karakterisasi XRD untuk sampel hasil proses pelapisan dengan metode DC dan PCD. Dari Gambar 6 dapat dibuktikan bahwa lapisan Cu-Fe telah terbentuk. Puncak dengan nilai 2 $\theta$ ; 43, 50, 75 diinterpretasikan sebagai Cu-Fe (PDF no:03-065-7002).



**Gambar 6. Karakterisasi XRD Lapisan Cu-Fe**

Tabel 3 adalah ukuran *crystalite* lapisan Cu-Fe dari pelapisan menggunakan metode DC dan PCD yang dihitung menggunakan persamaan *scherrer*. Kenaikan frekuensi PCD akan meningkatkan ukuran *crystalite* untuk setiap bidang kisi kristal. Ini menunjukkan bahwa kenaikan frekuensi akan menghasilkan lapisan Cu-Fe yang semakin kristalin. Dengan kata lain kenaikan frekuensi PCD akan menghasilkan lapisan yang lebih *dense* dan *compact*.

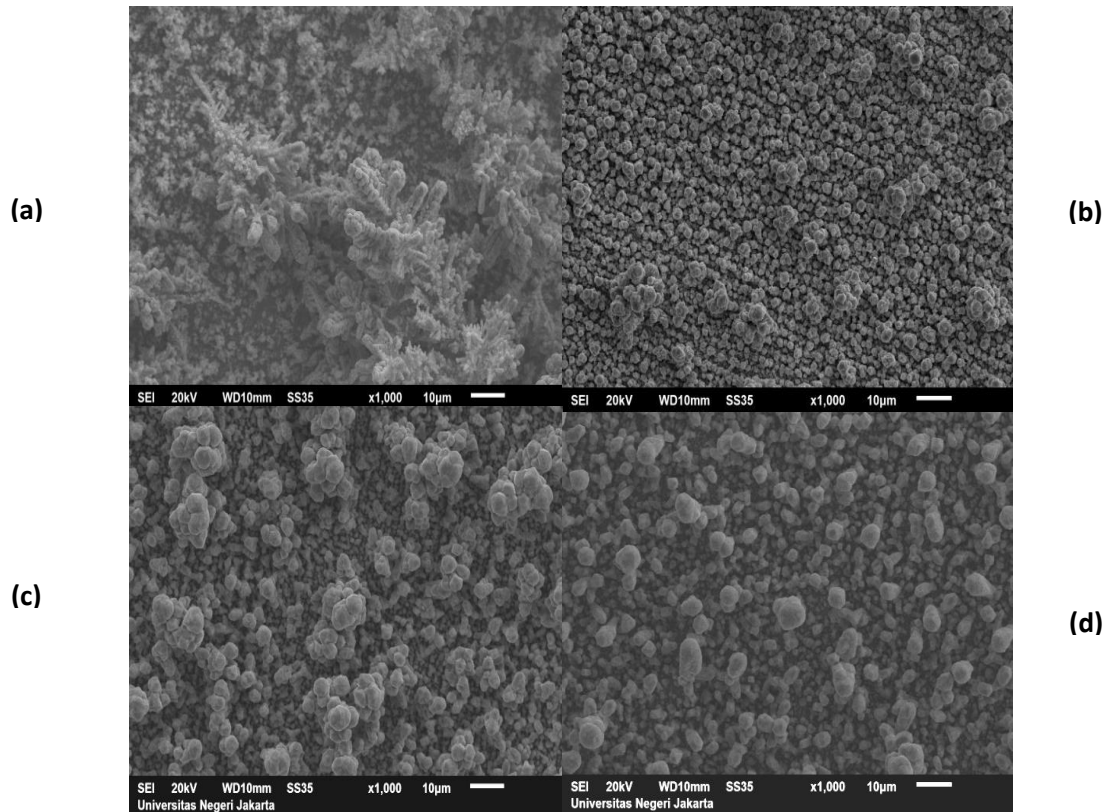
**Tabel 3. Ukuran crystalite**

Sampel	Ukuran Crystalite (nm)		
	111	200	220
DC	15	9	3
PCD 1	24	17	12
PCD 10	31	20	3
PCD 100	33	27	8

**Hasil Pengamatan Scanning Electron Microscope (SEM) Pada Lapisan Cu-Fe**

Gambar 7(a) menunjukkan bahwa pelapisan dengan metode DC menghasilkan morfologi permukaan dendritik. Hal ini dikarenakan deposisi oleh metode DC terjadi secara kontinyu dan menghasilkan pertumbuhan inti secara konvensional. Pertumbuhan konvensional ini akan membentuk simetri yang berbeda dengan simetri intinya.

Gambar 7 (b) (c) dan (d) menunjukkan bahwa pelapisan dengan metode PCD menghasilkan morfologi permukaan *spherical*. Hal ini terjadi akibat fenomena *repeated nucleation*. *Repeated nucleation* adalah pengintian berulang dengan pertumbuhan yang memiliki simetri serupa dengan simetri inti. *Repeated nucleation* terjadi akibat adanya frekuensi PCD. Kehadiran frekuensi PCD menyebabkan sifat deposisi menjadi diskontinyu. Kenaikan frekuensi akan menghasilkan laju nukleasi yang meningkat (eq. 2 )<sup>[10]</sup>,



**Gambar 7. Karakterisasi SEM (a) DC (b) PE 1 (c) PE 10 (d) PE 100**

$$J = K \exp\left(\frac{-M\pi\sigma_1}{\rho n F R T \eta}\right) \quad (\text{eq.2})^{[10]}$$

dimana; J adalah laju nukleasi, K adalah energi nukleasi,  $\sigma_1$  adalah energi bebas di permukaan substrat, M adalah massa relatif atom,  $\rho$  adalah masa jenis deposit, n adalah elektron yang terlibat, F adalah konstanta Farraday, R adalah konstanta gas, T adalah periode satu siklus.

**Pengaruh Frekuensi Pulsed Current Electrodeposition Terhadap Efisiensi Arus Katodik dan Massa Deposit per Satuan Luas**

Tabel 4 menunjukkan efisiensi arus katodik meningkat seiring dengan kenaikan frekuensi PCD. Demikian juga ditunjukkan oleh Tabel 5 dimana terjadi kenaikan massa deposit per satuan luas akibat kenaikan frekuensi PCD. Telah disebutkan sebelumnya bahwa kenaikan frekuensi akan menyebabkan waktu *t-on* berkurang. Dari

Eq. 3<sup>[11]</sup>, Eq.4<sup>[11]</sup> (dimana;  $\delta_p$  adalah ketebalan lapisan, *t<sub>on</sub>* adalah waktu on pada *pulsed current electrodeposition*,  $\gamma$  adalah *duty cycle*, *i<sub>pl</sub>* adalah *limiting pulse current density*, n adalah banyaknya transfer elektron, F adalah konstanta Faraday D adalah koefisien difusi, C<sub>n</sub> adalah konsentrasi kation) dan eq. 5<sup>[12]</sup> (dimana; *H<sub>c</sub>* adalah *pulse electrodeposition overvoltage*, R adalah konstanta gas, T adalah temperatur, n adalah transfer electron, F adalah konstanta faraday, *i<sub>p</sub>* adalah rapat arus puncak) dapat diketahui bahwa *t-on* yang berkurang akan meningkatkan *limiting pulsed curent density* yang akan mengurangi *pulsed electrodeposition overvoltage*. Jika *pulsed electrodeposition overvoltage* semakin kecil akan menghasilkan reaksi reduksi hidrogen yang semakin kecil, hal ini dikarenakan reaksi reduksi hidrogen terjadi di potensial yang tinggi. Oleh karena itu reduksi kation yang diinginkan menjadi lebih optimal karena tidak ada gangguan gas hidrogen yang terbentuk di substrat.

$$\delta_p = \left[ \frac{4}{\pi} t_{on} (1 - \gamma) \right]^{0.5} \quad (\text{eq. 3})^{[17]}$$

$$i_{pl} = n F D \frac{C_n}{\delta_p} \quad (\text{eq. 4})^{[17]}$$

$$\eta_c = \left( \frac{RT}{nF} \right) \ln \left[ 1 - \frac{i_p}{i_p} \right] \quad (\text{eq. 5})^{[18]}$$

**Tabel 4. Efisiensi arus katodik**

Sample	Efisiensi Arus Katodik (%)
DC	64,1
PCD 1	75,74
PCD 10	84,48
PCD100	93,22

**Tabel 5. Massa Deposit per Satuan Luas**

Sampel	Massa Deposit per Satuan Luas 10 <sup>-3</sup> (gr/cm <sup>2</sup> )
DC	2,7
PCD 1	3,4
PCD 10	3,7
PCD 100	4,1

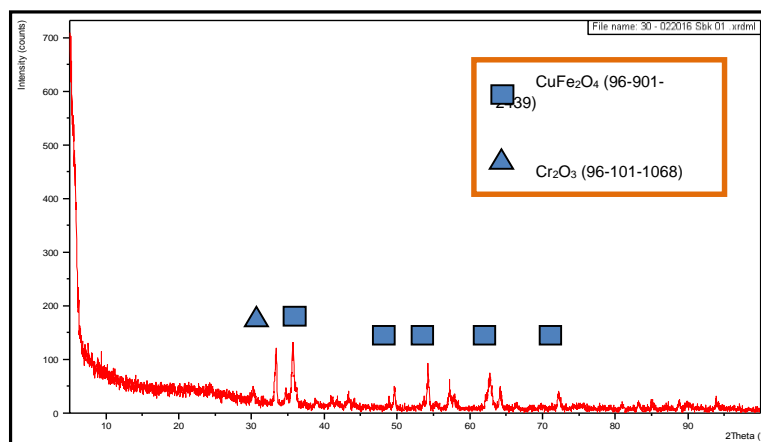
**Pengujian Oksidasi**

Tabel 6 menunjukkan telah terjadi kenaikan pertambahan massa seiring kenaikan waktu oksidasi. Dari Gambar 8 dapat diketahui bahwa proses oksidasi menghasilkan oksida spinel dengan stoikiometri CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

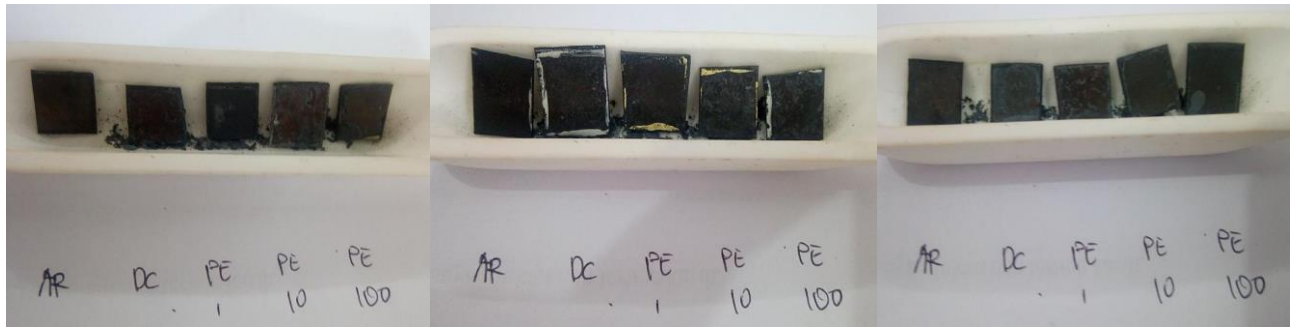
**Tabel 6. Pertambahan massa lapisan setelah proses oksidasi**

Sampel	Pertambahan Massa (gr)		
	2 Hari	4 Hari	6 Hari
Total	0,077	0,1162	0,1504

Lapisan pasif Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di substrat SUS 430 bisa terbentuk di berbagai pH dan temperatur, selain itu juga mudah terbentuk saat proses pelapisan akibat kandungan oksigen terlarut yang terdapat pada larutan elektrolit. Oksigen terlarut merupakan oksidator bagi Cr yang akan teroksidasi membentuk lapisan Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di substrat. Keberadaan lapisan Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menjadi penghalang bagi Cu-Fe untuk terdepositasi di substrat. Hal ini dikarenakan Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> merupakan senyawa oksida stabil dengan ikatan ionik yang sulit terurai menjadi ion-ionnya. Dapat terlihat dari hasil oksidasi yang ditunjukkan oleh Gambar 9 bahwa lapisan Cu-Fe tidak menempel dengan baik di atas substrat.



**Gambar 8. Karakterisasi XRD hasil oksidasi selama 6 hari**



**Gambar 9. Hasil Oksidasi (a) 2 Hari (b) 4 Hari (c) 6 Hari**

## KESIMPULAN

Lapisan Cu-Fe berhasil dibuat di atas substrat SUS 430. Kenaikan frekuensi PCD menghasilkan kenaikan massa deposit per satuan luas, kenaikan efisiensi arus katodik dan dihasilkan lapisan Cu-Fe yang semakin kristalin. Metode DC menghasilkan morfologi dendritik sedangkan metode PCD menghasilkan morfologi *spherical*. Pengujian oksidasi pada lapisan Cu-Fe dihasilkan oksida spinel  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$

## REFERENSI

- [1] D.R. Ou, M. Cheng, X.-L. Wang, J. Power Sources 236 (2013) 200-206.
- [2] B. Hua, J. Pu, W. Gong, J. Zhang, F. Lu, L. Jian, J. Power Sources 185 (2008) 419-422.
- [3] B. Hua, W. Zhang, J. Wu, J. Pu, B. Chi, L. Jian, J. Power Sources 195 (2010) 7375-7379.
- [4] A. Balland, P. Gannon, M. Deibert, S. Chevalier, G. Caboche, S. Fontana, Surf. Coat. Technol. 203 (2009) 3291e3296.
- [5] N. Orlovskaya, A. Coratolo, C. Johnson, R. Gemmen, J. Am. Ceram. Soc. 87(2004) 1981-1987.
- [6] W. Qu, J. Li, D.G. Ivey, J. Power Sources 138 (2004) 162e173. Fig. 11. Area specific resistance of the uncoated and  $\text{CuCo}_2\text{O}_4$ -coated AISI 430 as a function of temperature after cyclically oxidation test in air at 800 C for 500 h. 86 P. Paknahad et al. / Journal of Power Sources 266 (2014) 79-87
- [7] C. Monterrubio-Badillo, H. Ageorges, T. Chartier, J.F. Coudert, P. Fauchais, Surf.Coat. Technol. 200 (2006) 3743-3756.
- [8] X.S. Xin, S.R. Wang, Q.S. Zhu, Y.J. Xu, T.L. Wen, Electrochem. Commun. 12(2010) 40-43.
- [9] X. Xin, S. Wang, J. Qian, C. Lin, Z. Zhan, T. Wen, Int. J. Hydrogen Energy 37(2012) 471-476.
- [10] Y. Yang, Y.F. Cheng, Surf. Coat. Technol. 205 (2011) 3198.
- [11] Datta, M., Landolt, D., 1985. Experimental investigation of mass transport in pulse plating. Surf. Technol. 25, 97-110.
- [12] Sherik, A., Erb, U., Page, J., 1996. Microstructural evolution in pulse plated nickel electrodeposits. Surf. Coat. Technol. 88, 70-78.



## Studi Awal Potensi Limbah Organik Kulit Buah Kelengkeng Sebagai Inhibitor Korosi Alami pada Baja karbon di Media Larutan Asam Klorida

Gadang Priyotomo<sup>1, a</sup>, Lutviasari Nuraini<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Metalurgi & Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Tangerang Selatan, Indonesia

<sup>a</sup>[gadangp@gmail.com](mailto:gadangp@gmail.com)

### Abstrak

*Pengembangan bahan dasar inhibitor korosi organik dari alam terus dilakukan oleh para peneliti sebagai potensi pengganti inhibitor komersial di Indonesia. Khususnya, limbah kulit buah kelengkeng (KBK), potensi sebagai inhibitor korosi alami dilakukan melalui pengujian elektrokimia antara lain Tafel dan Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS), dimana dilakukan pada logam baja karbon di media asam klorida (HCl). Penambahan konsentrasi ekstrak KBK menurunkan laju korosi secara signifikan, dimana peningkatan nilai efisiensi inhibisi tertinggi 93% dan nilai tahanan polarisasi/tahanan transfer muatan ( $R_p$ ) baja karbon 200 ohm terjadi pada konsentrasi KBK sebesar 500 ppm. Identifikasi inhibitor ekstrak KBK sebagai tipe inhibitor campuran dilakukan dengan melihat penurunan nilai rapat arus anodik dan katodik yang terjadi seiring dengan penambahan konsentrasi inhibitor dan pergeseran nilai potensial korosi dibawah  $\pm 85$  mV. Berdasarkan hasil studi awal, peningkatan nilai  $R_p$  dan penurunan kapasitansi lapisan ganda ( $C_f$ ) mengindikasikan pembentukan lapisan pasif akibat proses adsorpsi molekul hasil penambahan ekstrak KBK.*

**Kata kunci:** Baja Karbon, Inhibitor, Korosi, Tafel, Electrochemical Impedance Spectroscopy

### PENDAHULUAN

Salah satu metode meminimalkan potensi degradasi logam akibat proses korosi adalah penambahan zat inhibitor. Inhibitor adalah senyawa diimbuhkan dalam dosis kecil ke dalam lingkungan yang berfungsi meminimalkan laju korosi material[1]. Dalam dunia industri, inhibitor komersial menggunakan senyawa inorganik atau organik sintesis yang berdampak buruk pada lingkungan. Para peneliti mulai mengeksplorasi bahan-bahan alami dari tumbuhan sebagai bahan potensi inhibitor korosi logam. Lebih jauh lagi, Pemerintah Indonesia telah mencanangkan program pengelolaan sampah, dimana ada nilai tambah sampah organik bisa dimanfaatkan disegala bidang. Khususnya sampah atau limbah rumah tangga berupa kulit buah kelengkeng yang dibuang begitu saja. Potensi bahan alami dari kulit buah kelengkeng telah diteliti sebagai anti oksidan dan antimikroba [2]. Di sisi lain, penelitian lain mengungkapkan bahwa kulit buah kelengkeng mengandung senyawa fenol [3]. Sebagai tambahan, tanaman yang mengandung senyawa fenol memberikan efek menghambat laju korosi baja karbon rendah khususnya pada tanaman gambir[4]. Di Indonesia, potensi penggunaan kulit buah kelengkeng belum dieksplorasi oleh para peneliti untuk dikembangkan sebagai bahan inhibitor alami dan ramah lingkungan yang berfungsi meminimalkan kegagalan korosi di aplikasi berstruktur logam.

Lebih jauh lagi, secara umum, inhibitor korosi dapat diklasifikasikan sebagai inhibitor anodic dimana bekerja menghambat proses oksidasi logam; inhibitor katodik dimana bekerja menghambat proses reduksi logam; dan inhibitor campuran dimana dapat menghambat sekaligus reaksi oksidasi dan reduksi logam [5]. Sebagai tambahan, beberapa penelitian inhibitor korosi alami berbahan dasar ekstrak

tumbuhan merupakan jenis inhibitor campuran dimana proses adsorpsi molekul inhibitor korosi alami terjadi di permukaan logam[6,7,8]. Di Indonesia, penelitian sebelumnya tentang potensi bahan kulit buah kelengkeng sebagai inhibitor korosi alami belum dilakukan secara detail dan komprehensif. Oleh karena itu, tujuan dari penelitian ini adalah (1) untuk mengetahui pengaruh nilai laju korosi baja karbon dengan penambahan ekstrak KBK di dalam larutan asam klorida (HCl); (2) untuk menginvestigasi keefektifan penambahan ekstrak KBK sebagai bahan inhibitor alami; (3) untuk mengindikasikan pembentukan lapisan protektif bahan ekstrak KBK di permukaan material dan (4) untuk mengetahui jenis inhibitor ekstrak KBK.

## **METODE**

### *Persiapan material ekstrak, spesimen uji, larutan uji dan uji kadar polifenol*

Limbah kulit buah kelengkeng (KBK) dibersihkan dengan air bersih dan dikeringkan di udara terbuka. Kulit buah yang telah kering, dihaluskan hingga menjadi serbuk. Proses selanjutnya adalah perendaman serbuk KBK dalam pelarut etanol 96% selama 3 hari. Selanjutnya proses penyaringan ekstrak dan penguapan pelarut dilakukan hingga mendapatkan ekstrak KBK. Lebih lanjut lagi, pembuatan spesimen yang digunakan untuk pengujian korosi dilakukan dengan memotong material. Dimensi spesimen uji adalah 1 cm x 1 cm, dimana di sambung dengan kabel dan dilakukan proses *mounting*. Lebih jauh lagi, spesimen uji yang telah *dimounting* dilakukan proses amplas dengan mesin poles metalografi hingga grit 1200. Kemudian, spesimen yang telah dipreparasi dibersihkan dengan aquades serta dipastikan langsung diuji. Dalam pengujian korosi, larutan uji menggunakan media asam klorida (HCl) dengan konsentrasi 0,1 M. Penambahan ekstrak KBK dilakukan dengan menvariasikan rentang konsentrasi antara 10 ppm hingga 700 ppm. Pengujian kandungan senyawa polifenol dalam larutan ekstrak KBK menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis

### *Pengujian elektrokimia*

Dalam penelitian ini, pengujian elektrokimia menggunakan metode Tafel dan EIS. Potentiostat. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan peralatan uji potentiostat (GAMRY PCI4G750-50090), dihubungkan dengan computer dengan software DC105 (Tafel) dan EIS300 (EIS) sesuai standar ASTM G-87 yang terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Sel polarisasi dengan menggunakan 3 elektroda

Nilai potensial dimonitor dengan menggunakan elektroda referensi *saturated calomel electrode* (SCE) sehingga semua nilai uji potensial di dalam tulisan ini mengacu pada SCE. Kabel platina dipasang sebagai counter electrode, dimana elektroda kerja berupa spesimen uji baja karbon dipasang di dalam sel gelas uji. Pengujian Tafel dilakukan dengan media larutan uji 250 mL yang berisi variasi konsentrasi inhibitor KBK dalam 0,1 M HCl. Sebelum pengujian ini, spesimen direndam selama 15 menit hingga mencapai potensial sirkuit terbuka stabil. Dalam pengujian ini, kurva polarisasi Tafel ditentukan dengan mempolarisasikan potensial dengan kondisi rentang

±250 mV relatif terhadap potensial bebas korosi ( E vs SCE) dan *scan rate* 1 mV/s. Pengujian ompendansi ( EIS) dilakukan dengan membangkitkan *peak-peak* dengan frekuensi ac rentang 1 Hz hingga 300 mHz. Analisa data-data pengujian menggunakan program *Echem Analyst 6.25*. Setiap pengujian dilakukan pengulangan minimal 3 kali. Semua pengujian dilakukan dalam kondisi tanpa aliran dan suhu ruang. Efisiensi inhibitor (EI) sebagai penilaian efektivitas inhibitor diperhitungkan dengan persamaan sebagai berikut :

$$EI(\%) = ((X_o - X_i) / X_o) \times 100\%$$

Dimana  $X_o$  adalah laju korosi tanpa inhibitor, sedangkan  $X_i$  adalah laju korosi dengan inhibitor.

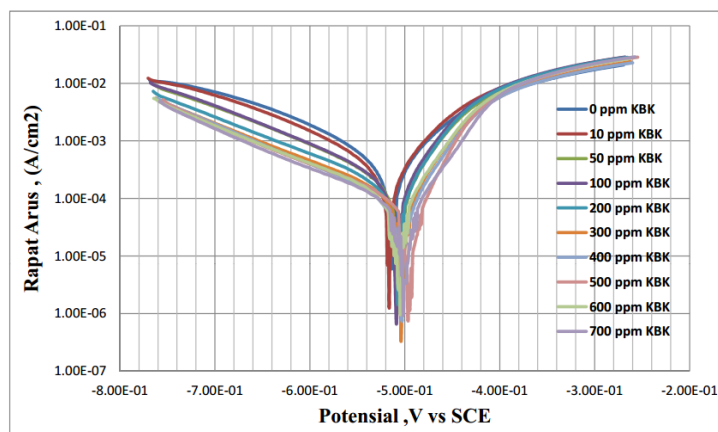
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Uji kandungan senyawa polifenol*

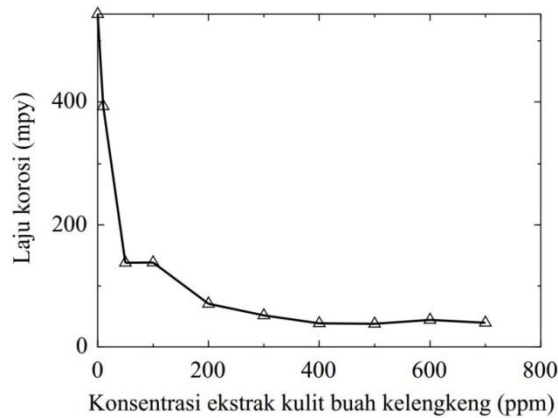
Hasil pengujian kandungan kulit buah kelengkeng (KBK) dengan metode spektrophotometri dilakukan sebesar 74,3 mg dalam setiap satu gram ekstrak KBK (7,43%). Di sisi lain, kadar polifenol tanaman gambir, tanaman brotowali dan tanaman bakau masing-masing sebesar 8,135%, 6,705% dan 9,230%, dimana ekstrak masing-masing bahan mempunyai potensi inhibisi terhadap proses korosi pada baja karbon dalam larutan asam klorida[2].

### *Kurva polarisasi Inhibitor*

Gambar 2 memperlihatkan sebuah kurva polarisasi baja karbon dalam media 0,1 M HCl dengan kehadiran variasi konsentrasi ekstrak kulit buah kelengkeng (KBK). Data-data yang didapatkan dari ekstrapolasi kurva tersebut adalah potensial korosi ( $E_{corr}$ ), rapat arus korosi ( $I_{corr}$ ) dan laju korosi. Rapat arus anodik dan rapat arus katodik menurun seiring dengan peningkatan konsentrasi ekstrak KBK, dimana perubahan nilai  $E_{corr}$  dibawah 85 mV. Lebih jauh lagi, perubahan nilai  $E_{corr}$  dibawah 85 mV juga terjadi dibeberapa inhibitor korosi alami yang sama dengan penelitian inhibitor KBK[9,10,11,12]. Oleh karena itu, Inhibitor korosi ekstrak KBK dikategorikan sebagai inhibitor campuran.

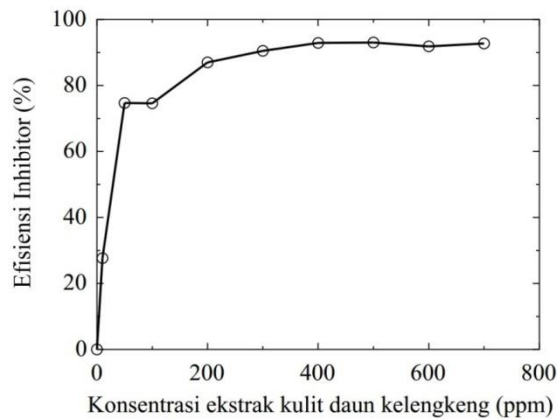


Gambar 2. Kurva polarisasi baja karbon dalam media 0,1 M HCl dengan kehadiran variasi konsentrasi ekstrak kulit buah kelengkeng



Gambar 3. Kurva laju korosi baja karbon sebagai fungsi dari variasi konsentrasi ekstrak kulit buah kelengkeng dalam larutan 0,1 M HCl.

Gambar 3 memperlihatkan kurva laju korosi baja karbon sebagai fungsi dari variasi konsentrasi ekstrak kulit buah kelengkeng (KBK) dalam larutan 0,1 M HCl. Penurunan laju korosi jelas terlihat seiring dengan peningkatan konsentrasi ekstrak KBK. Penurunan drastis laju korosi terjadi hingga pada konsentrasi KBK 200 ppm kemudian menjadi landai hingga 700 ppm. Laju korosi terendah terjadi pada konsentrasi KBK 500 ppm kemudian mengalami kenaikan hingga 700 ppm.



Gambar 4. Kurva efisiensi inhibitor korosi baja karbon sebagai fungsi dari variasi konsentrasi ekstrak kulit buah kelengkeng dalam larutan 0,1 M HCl.

Gambar 4 memperlihatkan kurva efisiensi inhibitor korosi baja karbon sebagai fungsi dari variasi konsentrasi ekstrak kulit buah kelengkeng dalam larutan 0,1 M HCl. Lebih jauh lagi, keefektifan suatu inhibitor korosi dalam menghambat laju reaksi proses korosi dinilai dengan prosentase efisiensi inhibisi yang terlihat pada persamaan 1.

$$EI(\%) = \frac{Cr_0 - Cr_{inh}}{Cr_0} \times 100 \quad (1)$$

Dimana  $Cr_0$  adalah laju korosi tanpa penambahan inhibitor dan  $Cr_{inh}$  adalah laju korosi dengan penambahan inhibitor. Hasil perhitungan prosentasi efisiensi inhibisi (EI) memperlihatkan nilai tertinggi EI adalah 93% pada konsentrasi ekstrak KBK 500 ppm.

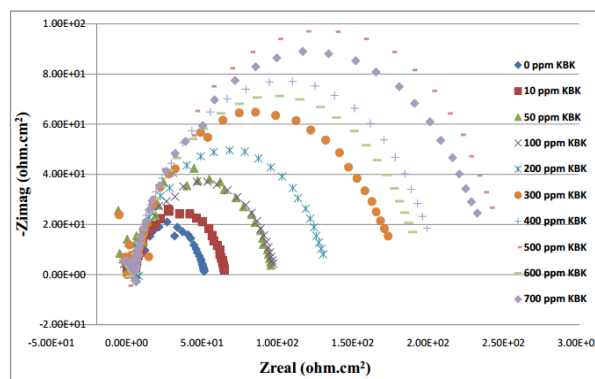
Tabel 1. Parameter korosi pada Baja karbon dalam larutan 0,1 M HCl dengan penambahan konsentrasi ekstrak KBK yang didapat dari pengujian elektrokimia

Konsentrasi KBK(ppm)	$E_{corr}(mV)$	$i_{corr}(A/cm^2)$	Laju korosi (mpy)	Efisiensi Inhibisi (%)	Surface coverage ( $\theta$ )
0	-513.4	1.19E-03	543.9	0	0
10	-516.4	8.61E-04	393.4	27.67052767	0.276302521
50	-506.9	3.01E-04	137.6	74.70123184	0.74697479
100	-508.8	3.02E-04	138.1	74.60930318	0.746134454
200	-507.2	1.55E-04	70.69	87.00312557	0.87
300	-504.1	1.13E-04	51.66	90.5019305	0.904957983
400	-502	8.47E-05	38.65	92.89391432	0.928865546
500	-496.6	8.30E-05	37.92	93.02813017	0.930268908
600	-504.6	9.69E-05	44.27	91.86063615	0.918588235
700	-501.1	8.64E-05	39.47	92.74315131	0.927420168

Pada Tabel 1 memperlihatkan bahwa peningkatan konsentrasi ekstrak KBK meningkatkan efisiensi inhibisi baja karbon, dimana indikasi keberadaan lebih molekul teradsorpsi di permukaan baja pada konsentrasi tinggi menyebabkan pembentukan lapisan protektif [13]. Lebih jauh lagi, peningkatan efisiensi inhibisi dengan peningkatan konsentrasi ekstrak KBK dapat diindikasikan peningkatan sejumlah komponen dari ekstrak teradsorpsi di seluruh permukaan baja menutupi daerah aktif, dimana serangan korosi tersebut terjadi. Disisi lain, terminologi *surface coverage* (SC) dari molekul adsorpsi juga dipertimbangkan sebagai parameter korosi, selain nilai EI[13]. Sebagai tambahan, Peningkatan nilai SC adsorpsi pada inhibitor [9] dan penurunan nilai laju korosi terjadi seiring peningkatan konsentrasi ekstrak[10].

#### Kurva Impedansi

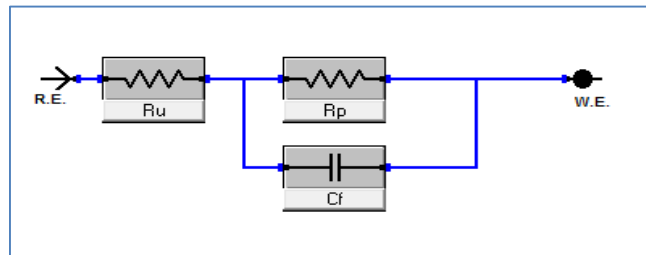
Perilaku elektrokimia baja karbon dalam larutan HCl tanpa dan dengan ekstrak KBK dilakukan dengan *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS) pada temperatur ruang, dimana sebelum pengujian EIS dilakukan perendaman spesimen selama 15 menit. Kurva *nyquist* pada baja karbon dihasilkan tanpa dan dengan variasi konsentrasi penambahan ekstrak KBK yang terlihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Kurva Nyquist tanpa dan dengan penambahan konsentrasi ekstrak kulit buah kelengkeng dalam larutan HCl

Pada Gambar 5, larutan 0,1 M HCl tanpa dan dengan inhibitor, kurva impedansi menunjukkan satu *capacitive loop* yang mengindikasikan bahwa korosi baja secara keseluruhan dikontrol oleh proses transfer muatan[17]. Lebih jauh lagi, diameter *capacitive loop* dengan penambahan inhibitor lebih besar daripada tanpa penambahan inhibitor, dan membesar seiring dengan peningkatan konsentrasi ekstrak KBK. Ini berarti bahwa nilai impedansi suatu substrak yang terinhibisi meningkat dengan peningkatan

konsentrasi ekstrak KBK dan menunjukkan kemampuan inhibisi yang baik.



Gambar 5. Rangkaian setara listrik digunakan untuk permodelan antarmuka baja karbon dalam larutan 0,1 M HCl tanpa dan dengan penambahan konsentrasi ekstrak KBK

Hasil pengujian EIS yang berisi kurva *capacitive loop* disimulasikan dengan rangkaian setara listrik terlihat pada Gambar 7 yang merupakan sirkuit sederhana *randles*, sama dengan penelitian M.J.Kassim dan rekan[2]. Keberadaan permodelan tersebut bertujuan untuk memverifikasi atau mengesampingkan model mekanistik dan menghitung nilai numerik yang berhubungan dengan sifat kimia dan atau fisik sistem elektrokimia [9]. Model sirkuit yang terlihat pada Gambar 4 digunakan untuk menganalisa data-data impedansi yang terlihat pada Tabel 2. Lebih jauh lagi, model tersebut terdiri dari tahanan larutan ( $R_u$ ), tahanan transfer muatan pada reaksi korosi antarmuka ( $R_p$ ) dan kapasitansi lapisan ganda.

Tabel 2. Data-data hasil EIS

Konsentrasi inhibitor KBK(ppm)	$R_u$ (ohm)	$R_p$ (ohm)	$C_f$ (Farad)
0	4.424	42.77	5.65E-05
500	4.318	69.21	4.84E-05
1100	3.774	97.64	4.29E-05
3000	3.449	139.6	3.68E-05
4000	3.999	167.9	4.02E-05
5600	3.003	166	3.04E-05
6000	4.138	175.5	4.13E-05
7000	3.217	153.5	4.02E-05
9000	9.968	163.3	3.92E-05

Pada Tabel 2 memperlihatkan bahwa nilai  $R_p$  meningkat dan nilai  $C_f$  menurun dengan meningkatnya konsentrasi inhibitor. Ini disebabkan penggantian secara bertahap molekul-molekul air oleh adsorpsi molekul-molekul inhibitor di permukaan logam, menurunkan reaksi pelarutan berlanjut[17]. Nilai  $R_p$  yang tinggi umumnya dihubungkan dengan sistem korosi yang rendah. Lebih jauh lagi, penurunan nilai  $C_f$  disebabkan karena penurunan konstanta dielektrik lokal dan/atau dari peningkatan ketebalan lapisan ganda listrik diusulkan fungsi molekul inhibitor melalui adsorpsi pada antar muka logam/larutan[18]

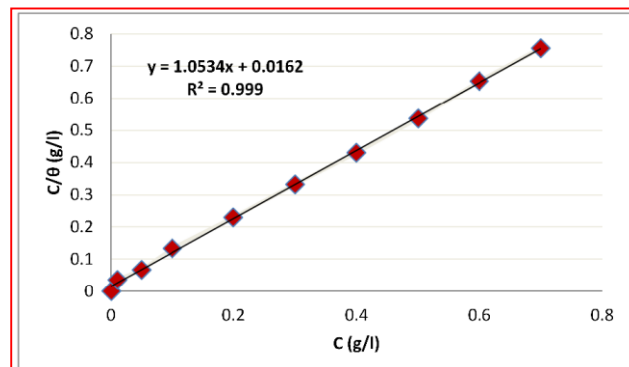
#### *Mekanisme inhibisi ekstrak kulit buah kelengkeng*

Berdasarkan hasil uji elektrokimia antara lain polarisasi tafel dan *electrochemical impedance spectroscopy*, dimana ekstrak kulit buah kelengkeng menghambat proses korosi pada baja karbon dalam larutan 0,1 M asam klorida dikarenakan proses adsorpsi. Lebih jauh lagi proses tersebut dimungkinkan terjadi dari larutan asam yang akan mengubah permukaan baja karbon menjadi kondisi pasif dari kondisi pelarutan aktif melalui pembentukan lapisan protektif.

Disisi lain, media asam klorida, senyawa organik mengikuti kaidah Langmuir adsorption isotherm dengan persamaan :

$$\frac{C_{inh}}{\theta} = \frac{1}{K_{ads}} + C_{inh} \quad (2)$$

Dimana,  $C_{inh}$  adalah konsentrasi inhibitor,  $K_{ads}$  merupakan konstanta kesetimbangan dari proses adsorpsi dan desorpsi, dan  $\theta$  adalah *surface coverage*. Pada Gambar 6 memperlihatkan Kurva langmuir adsorption isotherm ekstrak KBK di permukaan baja dalam larutan HCl, dimana nilai regresi linear antara  $C/\theta$  and  $C$  dan garis lurus antara  $C/\theta$  and  $C$ . Berdasarkan Gambar 6, nilai  $R^2$  hampir sama dengan 1 dan nilai kemiringan (slope) juga hamper mendekati 1 yang mengindikasikan bahwa permukaan baja mengikuti aturan *Langmuir adsorption isotherm*. Lebih jauh lagi, dalam penelitian ini, nilai  $K_{ads}$  ekstrak KBK berkisar 61,7 lebih besar dibandingkan nilai  $K_{ads}$  ekstrak jahe dan kunyit dalam larutan asam klorida[15]. Oleh karena itu, nilai  $K_{ads}$  yang tinggi mengindikasikan lebih efisien proses adsorption dan lebih baik nilai efisiensi inhibisi [16].



Gambar 6. Kurva langmuir adsorption isotherm ekstrak KBK di permukaan baja dalam larutan HCl

Setelah nilai konstanta kesetimbangan adsorpsi diperoleh, nilai energi bebas adsorpsi  $\Delta G^{\circ}_{ads}$  diperhitungkan untuk melihat derajat spontanitas suatu reaksi didapat melalui persamaan :

$$\Delta G^{\circ}_{ads} = -RT \ln(55.5K_{ads}) \quad (3)$$

Umumnya, nilai  $\Delta G^{\circ}_{ads}$  hingga -20 kJ/mol mengindikasikan interaksi elektrostatik antara molekul-molekul inhibitor yang bermuatan dan permukaan logam yang bermuatan (physisorption)[14]. Nilai  $\Delta G^{\circ}_{ads}$  lebih negatif –dari -40 kJ/mol mengindikasikan pembagian muatan atau transfer muatan dari molekul-molekul inhibitor ke permukaan logam (chemisorpsi)[14]. Lebih jauh lagi, perhitungan nilai  $\Delta G^{\circ}_{ads}$  ekstrak KBK sebesar - 20,2 kJ/mol, dimana nilai tersebut diantara daerah adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Ini mengindikasikan bahwa proses adsorpsi inhibitor ekstrak KBK terjadi di kedua adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia.

## KESIMPULAN

Ringkasan hasil penelitian awal mengenai inhibitor korosi ekstrak kulit buah kelengkeng dalam larutan 0,1 M HCl antara lain

1. Keberadaan ekstrak kulit buah kelengkeng(KBK) menghambat proses korosi pada baja karbon di

- dalam larutan HCl.
2. Peningkatan konsentrasi ekstrak KBK menurunkan laju korosi dan menaikkan nilai efisiensi inhibisi
  3. Nilai efisiensi inhibisi tertinggi sebesar 93%, dimana nilai tahanan transfer muatan baja karbon sebesar 200 ohm terjadi pada konsentrasi KBK sebesar 500 ppm.
  4. Ekstrak KBK bertindak sebagai inhibitor campuran yang mereduksi laju reaksi anodik dan katodik.
  5. Peningkatan konsentrasi ekstrak KBK meningkatkan tahanan transfer muatan dan menurunkan nilai kapasitansi lapisan ganda
  6. Mekanisme inhibisi ekstrak KBK di permukaan baja karbon adalah proses adsorpsi molekul inhibitor sesuai dengan aturan *Langmuir adsorption isotherm*.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. K.L. Vasanth, Vapor Phase Corrosion Inhibitors, Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection, Vol 13A, ASM Handbook, ASM International, 2003, p 871–877
- [2]. A. Suhendi, Muhtadi, L Adhiyati H, T. Azizah, S. Haryoto, Aktivitas Sitotoksik dari Ekstrak Kulit Buah Durian (*Durio zibethinus* Murr.), dan Kelengkeng (*Dimocarpus longan* Mark.) terhadap sel vero dan Hela, Prosiding Simposium Nasional RAPI XIII, FT UMS, 2014.
- [3]. Jaitrong, S., Nithiya R. & John A. M., 2006, Analysis of the Phenolic Compound in Longan (*Euphoria Longan* Lour. Steud) Peel, Proc. Fla. State, Hort. Soc, 119, 371- 375
- [4]. M.J. Kassim, T. K. Wei, Plants Polyphenols: An Alternative Source for Green Corrosion Inhibitor, The Proceedings of 2nd Annual International Conference Syiah Kuala University 2012.
- [5]. P.A. Schweitzer, Fundamentals of Corrosion: Mechanisms, Causes, and Preventative Methods, CRC Press, 2009, p 309-327
- [6]. S. Leelavathi, R. Rajalakshmi, 2013, *Dodonaea viscosa* (L.) Leaves extract as acid Corrosion inhibitor for mild Steel – A Green approach, J. Mater. Environ. Sci. 4(5), 625-638
- [7]. S. S. Shivakumar and K. N. Mohana, 2012, *Centella asiatica* extracts as green corrosion inhibitor for mild steel in 0.5 M sulphuric acid medium, Adv. Appl. Sci. Res., 3(5), 3097-3106
- [8]. Pandian, B. Raja; Mathur G. Sethuraman, 2009, *Solanum Tuberosum* as an Inhibitor of Mild Steel Corrosion in Acid Media, Iran. J. Chem. Chem. Eng, 28(1), 77-84
- [9]. M. Manssouri, Y. El Ouadi, M. Znini, J. Costa, A. Bouyanzer, J-M. Desjobert, L. Majidi, 2015, Adsorption properties and inhibition of mild steel corrosion in HCl solution by the essential oil from fruit of Moroccan *Ammodaucus leucotrichus*, Mater. Environ. Sci. 6 (3), 631-646
- [10]. H. Bendaif, A. Melhaoui, M. El Azzouzi, B. Legssyer, T. Hamat, A. Elyoussfi, A. Aouniti, Y. El Ouadi, M. Aziz, 2016, Eco-Friendly *Panacratium Foetidum* Pom Extracts as Corrosion inhibitors for Mild Steel in 1M HCl Media, J. Mater. Environ. Sci. 7 (4), 1276-1287
- [11]. A. Mathina1, R. Rajalakshmi, 2016, Corrosion Inhibition of Mild Steel in Acid Medium using *Canna Indica* as green Corrosion Inhibitor, Rasayan J. chem, 9(1), 56-66
- [12]. D. K. Verma, F. Khan, 2016, Electrochemical Study of Corrosion Inhibition of Mild Steel in Hydrochloric Acid Solution by the Extract of *Cuscuta Reflexa*, Chemistry and Materials Research, 8(4), 1-7
- [13]. V.S. Rao, L.K. Singhal, 2009, Corrosion Behavior and Passive Film Chemistry of 216 L Stainless Steel in Sulphuric Acid, J. Mater. Sci., 44(9), 2327–2333
- [14]. M. Yadav, S. Kumar, I. Bahadur, D. Ramjugernath, 2014, Electrochemical and Quantum Chemical Studies on Synthesized Phenylazopyrimidone Dyes as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in a 15% HCl Solution, Int. J. Electrochem. Sci., 9, 3928 – 3950
- [15]. A.M. Al-Fakih, M. Aziz, H.M. Sirat, 2015, Turmeric and ginger as green inhibitors of mild steel corrosion in acidic medium, J. Mater. Environ. Sci. 6 (5), 1480-1487.
- [16]. M. Yadav, S. Kumar, I. Bahadur, D. Ramjugernath, 2014, Electrochemical and Quantum Chemical Studies on Synthesized Phenylazopyrimidone Dyes as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in a 15% HCl Solution, Int. J. Electrochem. Sci., 9, 3928 – 3950.
- [17]. A.S. Fouda, A. El-Bendary, M. Diab, A. Bakr, 2014, Inhibition of corrosion of carbon steel in 0.5 m HCl solutions by some pyridopyrimidine derivatives, Fouda & al. / Mor. J. Chem. 2 N°4, 302-319
- [18]. E. A. Noor, A. H. Al-Moubaraki, 2008, Thermodynamic study of metal corrosion and inhibitor adsorption processes in mild steel/1-methyl-4[4-(X)-styryl] pyridinium iodides/hydrochloric acid systems, Mater. Chem. Phys. 110, 145.



## Studi Pengaruh CO<sub>2</sub> dan Asam Asetat (HAc) pada Korosi Baja API 5L X65 dalam Lingkungan NaCl

Bambang Widyanto<sup>1, a</sup>, Irma Pratiwi<sup>2</sup>, dan Arie Wibowo<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, ITB, Bandung, Indonesia

[bambwid98@gmail.com](mailto:bambwid98@gmail.com)

### Abstrak

Korosi akibat CO<sub>2</sub> merupakan masalah yang umum terjadi pada sistem penyaluran minyak bumi dan gas dari sumur pengeboran. CO<sub>2</sub> yang terlarut dalam bentuk H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> menjadi zat korosif yang dapat menyebabkan peningkatan laju reaksi korosi dan menyebabkan kegagalan pada sistem pipeline. Tidak hanya gas CO<sub>2</sub> saja yang terkandung dalam minyak mentah, pada beberapa kasus ditemukan kandungan asam organik yang juga dikenal dapat memperparah proses korosi. Asam organik yang terkandung dalam minyak mentah tersebut antara lain asam format, asam asetat, dan asam propionat. Dari ketiga asam organik tersebut, asam asetat memiliki kandungan yang paling banyak sehingga banyak penelitian yang menggunakan asam asetat sebagai representasi asam organik. Pada penelitian ini, dilakukan kajian mengenai pengaruh CO<sub>2</sub> dan asam asetat terhadap korosi pada baja API 5L X65 pada lingkungan NaCl. Pengujian dilakukan dengan metode imersi dan metode polarisasi. Untuk metode imersi, dipilih waktu imersi 120 jam dan 480 jam. Larutan pengkorosi yang digunakan ada 4 yaitu larutan NaCl 12000 ppm, NaCl 12000 ppm + asam asetat 3360 ppm, NaCl 12000 ppm + CO<sub>2</sub> 1 bar, dan NaCl 12000 ppm + asam asetat 3360 ppm + CO<sub>2</sub> 1 bar. Karakterisasi yang dilakukan berupa pengamatan visual, perubahan berat hasil imersi, laju korosi imersi dan polarisasi, dan pengamatan SEM dan EDS. Hasil pengujian imersi dan polarisasi tafel menunjukkan adanya peningkatan laju korosi akibat penambahan CO<sub>2</sub> maupun HAc. Hasil pengamatan SEM menunjukkan adanya lapisan oksida yang terbentuk pada spesimen hasil imersi di dalam larutan NaCl 12000 ppm + CO<sub>2</sub> sedangkan hasil pengamatan SEM pada larutan NaCl 12000 ppm + CO<sub>2</sub> 1 bar + HAc 3360 ppm menunjukkan tidak adanya lapisan oksida dan permukaan yang tergerus akibat kehadiran HAc.

**Kata kunci:** API 5L X65, korosi, CO<sub>2</sub>, asam asetat.

### PENDAHULUAN

Korosi adalah masalah yang sangat umum terjadi dalam industri minyak dan gas. Pada saat minyak mentah diambil dari dalam bumi, di dalamnya terkandung zat-zat lain seperti CO<sub>2</sub> terlarut, air, dan asam organik [1]. Dalam bentuk gas, CO<sub>2</sub> tidak bersifat korosif, namun ketika terlarut dalam minyak mentah, CO<sub>2</sub> akan bereaksi dengan air dan membentuk asam karbonat (H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) [2-7]. Asam karbonat inilah yang bersifat korosif dan dapat mengalami reaksi dengan material pipa. Telah banyak literatur yang membahas korosi akibat CO<sub>2</sub> pada baja karbon. Yong Hua dkk [8] mengamati adanya kenaikan laju korosi pada korosi baja X65 dalam larutan jenuh CO<sub>2</sub>, namun kemudian seiring waktu laju korosinya menurun akibat terbentuknya lapisan pasif FeCO<sub>3</sub>. Nestic [9] mengatakan bahwa peningkatan laju korosi baja dalam lingkungan CO<sub>2</sub> disebabkan karena peningkatan reaksi katodik oleh H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Pada beberapa sumur pengeboran minyak juga ditemukan kandungan asam organik seperti asam format (HCOOH), asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH), dan asam propionat (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>COOH). Zhang dan Cheng [10] melaporkan adanya peningkatan reaksi katodik akibat adanya kehadiran asam asetat pada korosi baja X65 di lingkungan CO<sub>2</sub>.

Baja API 5L X65 adalah baja karbon rendah dengan kandungan karbon sekitar 0.16%. Baja karbon banyak digunakan dalam sistem perpipaan karena faktor kekuatan dan relatif lebih murah jika dibandingkan dengan baja tahan karat ataupun paduan nikel yang relatif lebih tahan korosi. Beberapa literatur melaporkan terbentuknya lapisan protektif hasil reaksi korosi baja dalam lingkungan jenuh CO<sub>2</sub> yang dapat menurunkan laju korosi lebih lanjut. Fenomena korosi baja API 5L X65 dalam lingkungan yang mengandung CO<sub>2</sub> dan asam asetat ini masih perlu didalami. Oleh karena itu pada penelitian ini dilakukan pengamatan mengenai efek CO<sub>2</sub> dan asam asetat pada korosi baja API 5L X65 dalam lingkungan NaCl. Penambahan NaCl bertujuan agar meniru kondisi

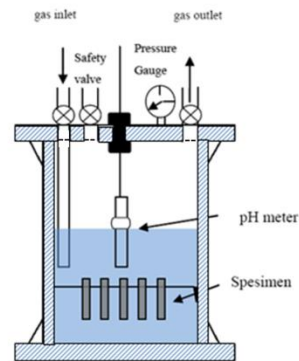
lapangan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh CO<sub>2</sub> dan asam asetat pada korosi baja API 5L X65 dalam lingkungan NaCl.

## METODE

Metode pengujian yang dilakukan pada penelitian ini adalah metode imersi dan metode polarisasi. Sedangkan karakterisasi yang digunakan adalah perubahan massa, SEM dan EDS.

### Imersi

Persiapan spesimen uji imersi pada penelitian ini berdasarkan ASTM G1-03 tentang persiapan spesimen uji korosi. Alat yang digunakan dalam uji imersi pada percobaan ini adalah sebuah sel korosi yang terbuat dari PVC dengan penutup terbuat dari akrilik dengan volum total 5,5 L.



Gambar 1. Skema Sel Korosi [20]

Pengujian imersi pada penelitian ini dilakukan pada temperatur kamar dengan waktu imersi 120 dan 480 jam. Pada masing-masing percobaan digunakan dua spesimen untuk mengetahui variasi setiap perlakuan. Larutan yang digunakan dalam percobaan adalah NaCl 12000 ppm, NaCl 12000 ppm + HAc 3360 ppm, NaCl 12000 ppm + CO<sub>2</sub> 1 bar, dan NaCl 12000 ppm + HAc 3360 ppm + CO<sub>2</sub> 1 bar.

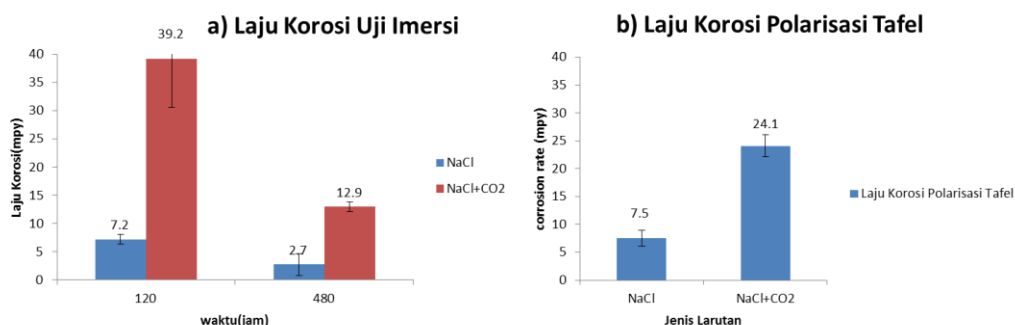
Pada percobaan dengan larutan yang mengandung CO<sub>2</sub>, dilakukan proses *purging* terlebih dahulu selama 2 jam.

### Polarisasi

Persiapan spesimen uji polarisasi pada penelitian ini berdasarkan ASTM G1-03 tentang persiapan spesimen uji korosi. Sel polarisasi yang digunakan adalah sel polarisasi yang terbuat dari akrilik dengan elektroda kerja berupa spesimen baja API 5L X65, *counter electrode* berupa grafit, dan *reference electrode* berupa *saturated calomel*. Larutan yang digunakan masih sama dengan larutan yang digunakan pada uji imersi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

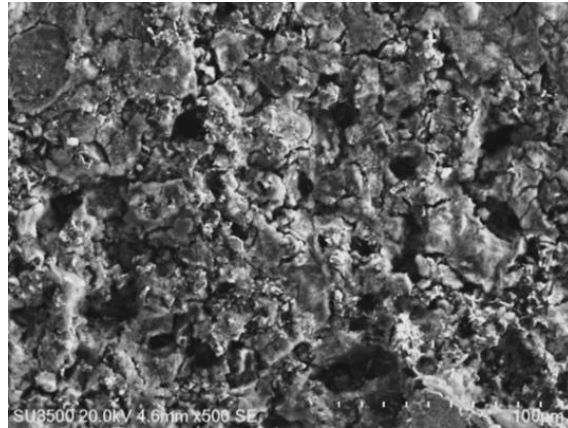
### Pengaruh CO<sub>2</sub>



Gambar 2. a) Laju korosi Uji Imersi b) Laju korosi Polarisasi Tafel

Dari Gambar 2. diatas terlihat bahwa pada uji imersi, penambahan CO<sub>2</sub> akan meningkatkan laju korosi 5,4 kali terhadap larutan NaCl. Sedangkan dari uji polarisasi terlihat bahwa penambahan CO<sub>2</sub> meningkatkan laju korosi 3,2 kali terhadap larutan NaCl. Kehadiran CO<sub>2</sub> memacu peningkatan laju reaksi katodik melalui reduksi langsung H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, reduksi H<sup>+</sup> hasil reaksi disosiasi asam karbonat, dan reduksi langsung ion bikarbonat.

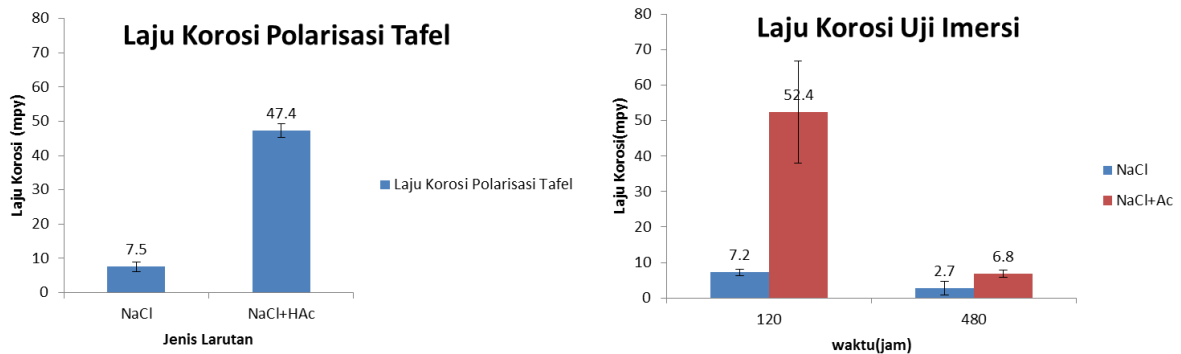
Dari spesimen yang diimersi dalam larutan NaCl + CO<sub>2</sub> 480 jam dilakukan SEM dan EDS.



**Gambar 3. Hasil SEM Permukaan Spesimen Imersi Larutan NaCl 12000 ppm + CO<sub>2</sub> 1 bar Temperatur Kamar 480 Jam**

Dari hasil SEM pada Gambar 3. terlihat lapisan produk korosi yang terbentuk adalah lapisan yang *porous*. Hal ini disebabkan laju presipitasi mempengaruhi lapisan produk korosi yang terbentuk. Semakin tinggi temperatur, semakin tinggi pula laju presipitasi yang memungkinkan terbentuknya lapisan produk korosi yang *dense*. Pada percobaan ini digunakan temperatur ruang sehingga laju presipitasinya tidak cukup tinggi dan dihasilkan lapisan produk korosi yang tidak *dense*.

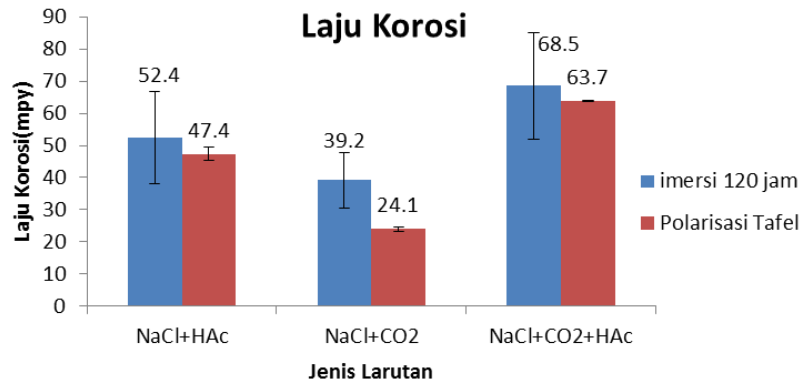
#### Pengaruh Asam Asetat



**Gambar 4. Laju Korosi Polarisasi Tafel dan Uji Imersi**

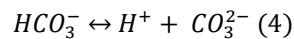
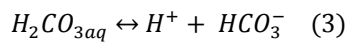
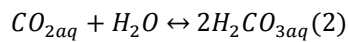
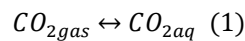
Dari Gambar 4. terlihat bahwa pada uji imersi, penambahan asam asetat akan meningkatkan laju korosi 7,3 kali terhadap larutan NaCl. Sedangkan dari uji polarisasi terlihat bahwa penambahan asam asetat meningkatkan laju korosi 6,3 kali terhadap larutan NaCl. Kehadiran asam asetat memacu peningkatan laju reaksi katodik melalui reduksi langsung HAc maupun reduksi H<sup>+</sup> hasil reaksi disosiasi asam asetat. Peningkatan laju korosi akibat penambahan asam asetat menunjukkan hasil yang lebih tinggi dibandingkan dengan penambahan CO<sub>2</sub>. Hal ini disebabkan karena karena derajat disosiasi (K<sub>a</sub>) asam asetat lebih tinggi dibandingkan dengan derajat disosiasi CO<sub>2</sub>. Hal ini akan menyebabkan lebih banyak H<sup>+</sup> yang terdisosiasi dalam larutan yang mengandung asam asetat.

**Kombinasi CO<sub>2</sub> dan Asam Asetat**



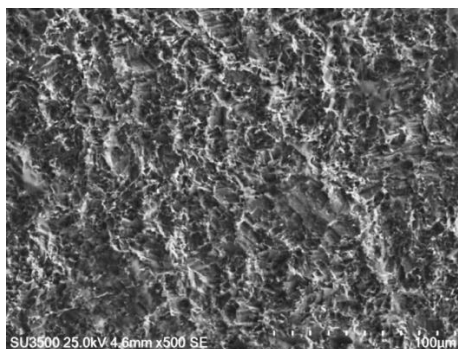
**Gambar 5. Laju korosi imersi 120 jam dan Polarisisasi Tafel**

Dari Gambar 5. jika dibandingkan dengan Gambar 2. dan Gambar 4. terlihat bahwa penambahan CO<sub>2</sub> maupun asam asetat dalam larutan yang sebelumnya telah terdapat asam sebelumnya tetap menunjukkan adanya peningkatan laju korosi. Namun peningkatan laju korosi yang terjadi pada kasus ini lebih rendah dibandingkan dengan peningkatan laju korosi akibat penambahan CO<sub>2</sub> maupun asam asetat dalam larutan yang sebelumnya hanya terdapat NaCl saja. Hal ini sesuai dengan asas Le Chatelier tentang pergeseran kesetimbangan reaksi kimia.



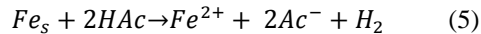
Berdasarkan asas Le Chatelier ketika jumlah H<sup>+</sup> semakin banyak, maka reaksi akan mengarah ke kiri dan pada akhirnya jumlah CO<sub>2gas</sub> akan bertambah banyak. Ini menandakan adanya penurunan kelarutan CO<sub>2</sub> dalam larutan sehingga efek CO<sub>2</sub> dalam larutan pada laju korosi akan menurun. Hal ini juga berlaku pada H<sup>+</sup> dari HAc.

Pada spesimen yang diimersi dalam larutan NaCl + CO<sub>2</sub> + HAc dilakukan karakterisasi SEM dan didapatkan morfologi permukaan seperti gambar di bawah:



**Gambar 6. Hasil SEM Permukaan Spesimen Imersi Larutan NaCl 12000 ppm + CO<sub>2</sub> 1 bar + HAc 3360 ppm Temperatur Kamar 480 Jam**

Dari Gambar 6. terlihat bahwa produk korosi yang terbentuk menjadi tergerus dengan penambahan asam asetat. Hal ini disebabkan adanya reaksi antara Fe dan asam asetat sebagai berikut:



Ion  $Fe^{2+}$  dan  $Ac^-$  akan membentuk senyawa  $FeAc_2$  yang kelarutannya dalam larutan tinggi sehingga efeknya seperti terus menggerus produk korosi.

## KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa adanya  $CO_2$  pada larutan menyebabkan kenaikan laju korosi imersi 120 jam yaitu 5,4 kali pada  $NaCl + CO_2$  dan 1,3 kali pada  $NaCl + CO_2 + HAc$ . Dari hasil SEM, adanya  $CO_2$  menyebabkan terbentuknya produk korosi yang *porous* pada permukaan spesimen yang diimersi selama 480 jam dalam temperatur ruang. Penambahan HAc menyebabkan kenaikan laju korosi imersi 7,3 kali pada  $NaCl + HAc$  dan 1,7 kali pada  $NaCl + CO_2 + HAc$ . Adanya kombinasi  $CO_2$  dan HAc menghasilkan laju korosi yang paling tinggi dari polarisasi tafel maupun uji imersi dan menghasilkan morfologi permukaan produk korosi yang tergerus dilihat dari hasil SEM. Hasil data uji imersi dan polarisasi tafel menunjukkan kecenderungan yang serupa yaitu terjadi kenaikan laju korosi akibat penambahan  $CO_2$ , asam asetat, ataupun keduanya. Efek HAc lebih dominan dibandingkan dengan  $CO_2$  ditunjukkan dengan kenaikan laju korosi yang lebih besar akibat HAc.

## REFERENSI

- [1] Zhang, G.A, Y.F. Cheng, *Localized Corrosion of Carbon Steel in A  $CO_2$ -Saturated Oilfield Formation Water*, University of Calgary, 2011.
- [2] Nathalie Ochoa dkk,  *$CO_2$  Corrosion Resistance of Carbon Steel in Relation with Microstructure Changes*, Venezuela, 2015.
- [3] Yucheng Zhang dkk, *Discussion of the  $CO_2$  Corrosion Mechanism Between Low Partial Pressure and Supercritical Condition*, China, 2012.
- [4] Q.Y. Liu dkk, *Effect of Chloride Content on  $CO_2$  Corrosion of Carbon Steel in Simulated Oil and Gas Well Environment*, China, 2014.
- [5] Dugstad, Arne, *Fundamental Aspect of  $CO_2$  Metal Loss Corrosion*, Norway, 2006.
- [6] Lekan T. Popoola dkk, *Corrosion Problem During Oil and Gas Production and Its Mitigation*, International Journal Of Industrial Chemistry, 2013.
- [7] ASM Vol 3, *Corrosion in Petroleum Production Operation*.
- [8] Yong Hua dkk, *Comparison of Corrosion Behaviour for X65 Carbon Steel in Supercritical  $CO_2$ -Saturated Water and Water-Saturated /Unsaturated Supercritical  $CO_2$* , UK, 2015.
- [9] Nestic, S, *Carbon Dioxide Corrosion of Mild Steel*, Ohio.
- [10] G.A. Zhang dan Y.F. Cheng, *On the Fundamental of Electrochemical Corrosion of X65 Steel in  $CO_2$  Containing Formation Water in Presence of Acetic Acid in Petroleum Production*, China, 2009.
- [11] M. Gao dkk, *The Growth Mechanism of  $CO_2$  Corrosion Product Film*, China, 2011.
- [12] Fontana, Mars G, *Corrosion Engineering*, McGraw-Hill, 1987.
- [13] Callister. William D, *Materials Science and Engineering an Introduction 7<sup>th</sup> Ed*, John Willey&Sons, 2007.
- [14] P. Atkins, *Physical Chemistry 8<sup>th</sup> Ed*, New York, 2006.
- [15] Ahmad, Zaki, *Principle of Corrosion Engineering*, UK, 2006.
- [16] Widyanto, Bambang. *Slide Kuliah Elektrokimia dan Korosi*, Institut Teknologi Bandung, 2015.
- [17] Uhlig, Herbert H, *Corrosion Engineering 4<sup>th</sup> Ed*, John Willey&Sons, 2008.
- [18] "Chemistry Tools", <http://www.webqc.org/molecular-weight-of-CO2.html> ( diakses pada 8 agustus 2016)
- [19] ASTM G 3, *Standard Practice for Convention Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing*, ASTM International, 1999.
- [20] Ambriliansyah, Fiqry, *Pembuatan Alat Uji Korosi  $CO_2$  dan Studi Pengaruh Asam Asetat pada Korosi  $CO_2$  dari Baja Karbon*, Tugas Sarjana, Institut Teknologi Bandung, 2015.
- [21] Amri, Jamel, *On Growth and Stifling of Localized Corrosion Attacks in  $CO_2$  and Acetic Acid Environment: Application to the TOP-of-Line Corrosion of Wet Gas Pipeline Operated in Stratified Flow Regime*, Norway, 2009.

- [22] Fosbol, Philip Loldrup, *Carbon Dioxide Corrosion: Modelling and Experimental Work Applied to Natural Gas Pipeline*, Ph.D. Thesis, Technical University of Denmark, 2008.
- [23] ASTM G31, *Standard Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals*, ASTM International, 2004.
- [24] Vanessa F. dkk, *Effect of Organic Acid in CO<sub>2</sub> Corrosion*, Ohio University, 2007.
- [25] M. Gao dkk, *The Growth Mechanism of CO<sub>2</sub> Corrosion Product Film*, China, 2011.
- [26] Zhijun Jia dkk, *Effect of Acetic Acid on CO<sub>2</sub> Corrosion of 3Cr Low-Alloy Steel*, China, 2012.
- [27] Zhang G.A dan Y.F, Cheng, *Corrosion of X65 Steel in CO<sub>2</sub>-Saturated Oilfield Formation Water in Absence and Presence of Acetic Acid*, University Of Calgary, 2009.
- [28] Nazari dkk, *The Effect of Acetic Acid on the CO<sub>2</sub> Corrosion Grade X70 Steel*, Iran, 2010.
- [29] Nafday, Omkar A, *Film Formation and CO<sub>2</sub> Corrosion in the Presence of Acetic Acid*, Thesis For Master Science, Ohio University, 2004.
- [30] Mc Cafferty, E, *Introduction to Corrosion Science*, USA, 2010.
- [31] Fauzani, Sarah, *Pengaruh Ekstrak Biji Semangka Terhadap Laju Korosi Pipa Baja API 5L X65 dalam Lingkungan NaCl 3% Jenuh CO<sub>2</sub> yang Mengandung Asam Asetat dan Metil Etilen Glikol (MEG)*, Tugas Magister, Institut Teknologi Bandung, 2016.
- [32] Setiamarga, Budi Hartono, *Slide Kuliah Rancangan Percobaan: Factorial Design*, Institut Teknologi Bandung, 2015.
- [33] ASTM G 1, *Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens*, ASTM International, 1999.
- [34] ASTM G 102, *Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements*, ASTM International, 1999.

## **Pengaruh Penambahan Unsur Mg Pada Paduan Al-10Si Terhadap Ketahanan Korosi Erosi**

Abdul Hay<sup>a</sup>, Muhammad Syahid, dan Milka Rante

Departemen Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin, Makassar, Indonesia

<sup>a</sup>abdulhay\_mukh@yahoo.co.id

### **Abstrak**

*Paduan Al-10Si banyak digunakan didunia industry karena memiliki keunggulan yaitu sifat mekanik yang baik, ringan dan mampu cor yang baik. Untuk aplikasi di daerah maritime, masalah korosi menjadi pertimbangan utama. Oleh karena itu upaya meningkatkan ketahanan korosi paduan Al-Si penting untuk dilakukan. Penelitian ini difokuskan untuk mengetahui pengaruh penambahan magnesium yang divariasikan terhadap ketahanan korosi erosi paduan Al-10Si. Spesimen di cor dengan menggunakan cetakan logam dari ingot Al-10Si ditambahkan unsur Mg dengan variasi 1,3,5 %Mg. Pengujian korosi dilakukan dengan Pengujian dilakukan dengan slurry pot tester dengan larutan NaCl dengan kecepatan 5,7m/s selama 8 jam kemudian laju korosi dihitung dengan metode weight loss. Pemeriksaan permukaan hasil korosi dilakukan dengan Foto Makro dan Mikroskop Optik. Hasil Penelitian menunjukkan penambahan unsur Mg meningkatkan kekerasan dan ketahanan korosi. Laju korosi untuk paduan dengan 1%Mg diperoleh 1043,513 mpy sedangkan pada paduan dengan 5% Mg diperoleh 894,44 mpy. Penambahan Unsur Mg pada Al-10Si memperbaiki ketahanan korosi dengan meningkatnya kekerasan dan perbaikan lapisan pasif. Hasil pemeriksaan permukaan menunjukkan pada paduan Al-10Si-5Mg tidak terjadi korosi erosi karena kekerasan yang lebih baik dari paduan lainnya.*

### **PENDAHULUAN**

Paduan Al-10Si banyak digunakan didunia industry karena memiliki keunggulan yaitu sifat mekanik yang baik, ringan dan mampu cor yang baik [1]. Untuk aplikasi di daerah maritime, masalah korosi menjadi pertimbangan utamakarena akan sangat mempengaruhi umur pemakaian dan nilai ekonomis dari alat yang digunakan [2]. Oleh karena itu upaya meningkatkan ketahanan korosi paduan Al-Si penting untuk dilakukan. Salah satu cara untuk meningkatkan ketahanan korosi paduan Al-Si yaitu menambahkan unsur Mg. Penambahan unsur Mg dapat meningkatkan kekerasan paduan karena terbentuknya fasa AlSiMg dan Mg<sub>2</sub>Si yang memiliki sifat yang keras [1]. Penambahan unsure Mg juga memperbaiki ketahanan korosi paduan Al-Si dengan lapisan passive yang lebih baik[3].

Untuk aplikasi komponen dengan menggunakan fluida mengalir seperti pada pompa, pipa dan valve, aspek korosi erosi harus menjadi perhatian. Proses korosi mekanismenya berbeda dengan mekanisme korosi erosi. Korosi erosi adalah peristiwa degradasi material (logam) yang mengalami percepatan atau peningkatan laju kerusakan atau serangan yang disebabkan oleh pergerakan relative antara fluida korosif dan permukaan logam. Peristiwa ini melibatkan proses mekanis yaitu erosi dan proses elektrokimia atau korosi [4]. Pada umumnya pergerakan ini pada kecepatan yang menimbulkan pengaruh gesekan mekanis atau abrasive. Logam terlepas dari permukaan dalam bentuk ion atau membentuk produk korosi yang padat yang secara mekanis terbawa dari permukaan logam. Serangan makin parah bila fluida yang mengalir mengandung partikel padatan [5,6]. Kerusakan akibat korosi erosi dicirikan dengan adanya alur, kelokan, gelombang, lubang yang melingkar dan permukaan yang tidak rata dan biasanya menunjukkan pola yang searah. Pada banyak kasus kerusakan yang disebabkan oleh erosi korosi terjadi dalam waktu yang relative singkat [4].

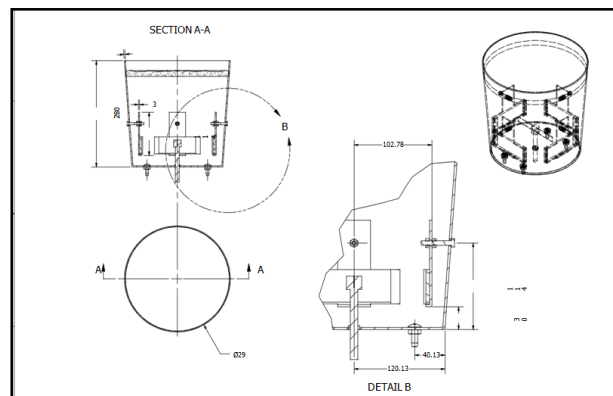
Pada proses korosi erosi,terdapat beberapa aspek yang berpengaruh diantaranya kecepatan aliran, jenis fluida, partikel dan aspek material [7]. Kecepatan aliran yang rendah mengakibatkan proses korosi tanpa pengaruh proses erosi karena tidak menimbulkan turbulensi. Kecepatan aliran yang tinggi menyebabkan waktu kontak fluida rendah sehingga tidak terjadi proses korosi. Pada kecepatan tertentu yaitu 5-7 m/s terjadi sinergi antara korosi dan erosi dan memberikan kerusakan yang lebih cepat yang disebut dengan kecepatan kritis [4]. Pada penelitian ini bertujuan untuk melihat pengaruh penambahan unsur Mg pada paduan Al-10Si terhadap ketahanan korosi erosi pada media akuades dengan larutan NaCl 3,5% dengan kecepatan aliran yang kritis.

## **METODE PENELITIAN**

Pada penelitian ini specimen yang digunakan adalah hasil pengecoran paduan aluminium dengan menggunakan cetakan logam seperti pada Gambar 1.(a). Ingot Al-10Si dilebur pada temperature 700 °C kemudian ditambahkan dengan ingot Mg dengan konsentrasi 1, 3, 5 (wt%). Cetakan logam dipanaskan sampai temperature 400 °C sebelum paduan aluminium dituang. Hasil pengecoran dipotong gatingnya seperti pada Gambar 1.(b). Selanjutnya specimen diampelas sampai grade 2000 dan dimensi 10x5x0,5 cm. Pengujian kekerasan dilakukan sebelum pengujian korosi menggunakan metode Brinnel. Pengujian korosi erosi dilakukan dengan metode slurry pot tester seperti pada Gambar 2. Media yang digunakan adalah akuades ditambahkan larutan NaCl 3.5%. Kecepatan aliran 800 rpm atau setara dengan 5,7 m/s. Lama pengujian 8 jam. Setelah proses pengujian dilakukan, dilanjutkan dengan pickling untuk menghilangkan produk korosi menggunakan larutan 25% HNO<sub>3</sub>. Laju korosi dihitung dari kehilangan berat dan dengan asumsi korosi seragam. Permukaan specimen uji korosi diperiksa dengan foto makro dan mikro.



Gambar 1(a). Cetakan logam untuk pengecoran specimen. (b). Spesimen Hasil Pengecoran



Gambar 2. Skema Alat Uji Korosi metode Slurry Pot Tester

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

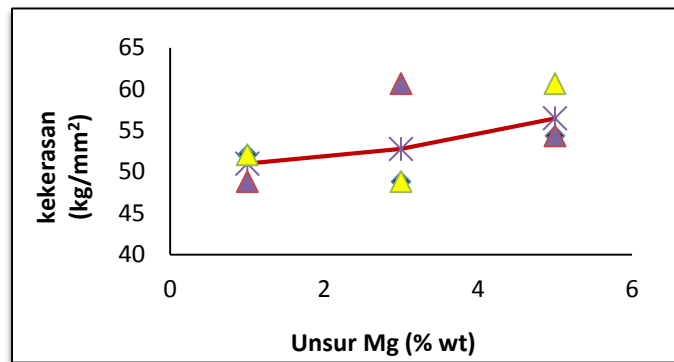
### **A. Pengaruh Penambahan unsur Mg terhadap kekerasan dan Ketahanan Korosi**

Penambahan konsentrasi Mg pada paduan Al-10 Si terhadap kekerasan dapat dilihat pada gambar 3. Semakin tinggi jumlah Mg yang ditambahkan pada Al-10Si meningkatkan nilai kekerasan secara signifikan. Paduan dengan 1(wt%) Mg menghasilkan nilai kekerasan rata-rata 50,98 kg/mm<sup>2</sup>, sedangkan paduan dengan 3(wt%) magnesium dengan nilai kekerasan rata-rata 52,77 kg/mm<sup>2</sup>. Pada paduan 5(wt%) magnesium menghasilkan kekerasan rata-rata yang paling tinggi dengan nilai 56,45 kg/mm<sup>2</sup>. Peningkatan kekerasan disebabkan adanya konsentrasi Mg yang tinggi pada matriks  $\alpha$  Al, terbentuknya fasa AlMgSi dan Mg<sub>2</sub>Si yang memiliki sifat yang keras [1].

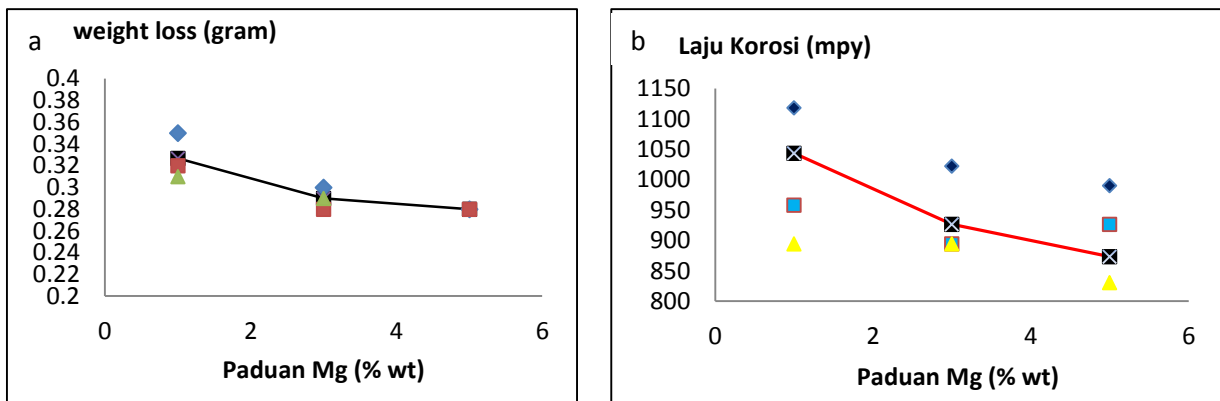
Pada Gambar 4 dapat dilihat pengaruh penambahan Mg terhadap kehilangan berat specimen. Semakin besar konsentrasi Mg pada paduan maka kehilangan berat setelah pengujian menjadi lebih kecil. Jumlah berat yang hilang pada paduan dengan 1 (wt. %) Mg adalah sebanyak 0,33 gram, pada paduan dengan 3 (wt. %) Mg mengakibatkan kehilangan berat sebanyak 0,29 gram, jumlah weight loss ini semakin kecil dengan penambahan



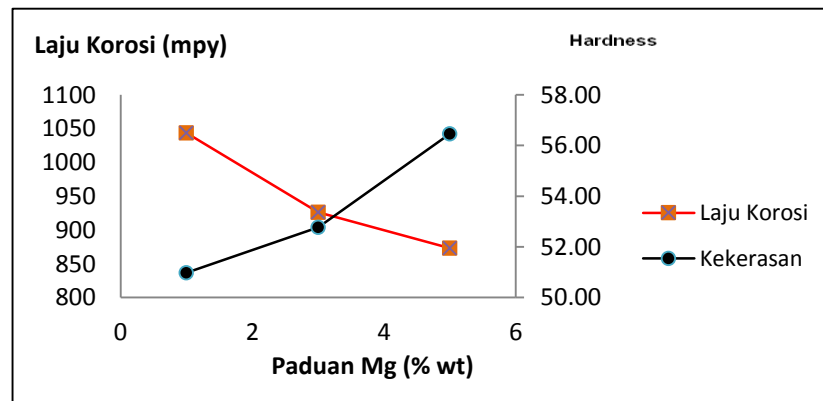
paduan Mg sebanyak 5(wt. %) yaitu 0,28 gram. Hal ini berbanding lurus dengan laju korosi yang terjadi. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan unsur Mg pada paduan Al-10Si memperbaiki ketahanan korosi. Perbaikan ketahanan korosi disebabkan oleh perbaikan kekuatan lapisan passive pada permukaan aluminium dengan adanya unsur Mg yang tersebar merata pada permukaan logam [3]



Gambar 3. Pengaruh Penambahan unsur Mg terhadap Kekerasan



Grafik 4.2: Weight loss (Berat yang hilang) vs Paduan Mg b.) Laju korosi vs Paduan Mg



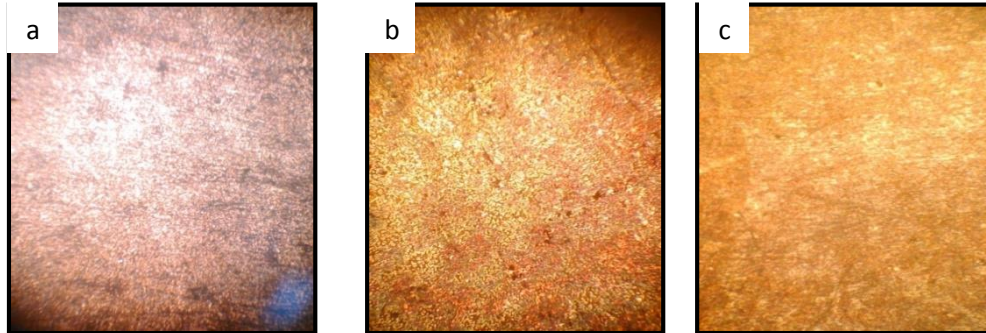
Gambar 5. Perbandingan laju korosi dan kekerasan paduan Al-10Si dengan penambahan Mg 1,3,5 (wt. %)

Pada Gambar 5 terlihat bahwa laju korosi yang terjadi berbanding terbalik dengan kekerasan paduan. Semakin tinggi kekerasan paduan yang diperoleh, laju korosi erosi semakin rendah. Hal ini disebabkan material keras mampu menahan proses erosi sehingga tidak memperparah proses korosi. pada proses korosi erosi, jika timbul permukaan kasar yang diakibatkan oleh erosi maka terjadi turbulensi aliran yang lebih tinggi dan kerusakan material menjadi semakin cepat [8].

## **B. Pemeriksaan permukaan hasil uji Korosi**

Permukaan spesimen uji korosi erosi pada paduan dengan kandungan Mg 1,3,5 (wt. %) dapat dilihat pada Gambar 6.

Paduan dengan kandungan 1 (wt. %) Mg menunjukkan adanya alur, lubang yang mencirikan adanya korosi erosi meskipun tidak banyak dan tidak parah karena lama pengujian hanya 8 jam. Pada Paduan dengan kandungan 3 (wt. %) Mg tidak terlihat adanya lubang, namun menunjukkan adanya alur dan permukaan kasar yang mencirikan adanya korosi erosi. Paduan 5 (wt. %) Mg menunjukkan permukaan yang lebih halus dan tidak mengindikasikan terjadinya korosi erosi.



Gambar 6. Perbandingan permukaan spesimen hasil uji korosi erosi paduan Al-10Si (a) 1 (wt. %) Mg (b) 3 (wt. %) Mg (c) 5 (wt. %) Mg, pembesaran 50x

Perbedaan kerusakan yang terjadi mengindikasikan bahwa Kekerasan paduan yang diakibatkan oleh penambahan Mg sangat berpengaruh terhadap perbaikan ketahanan korosi erosi paduan Al-10Si. Peningkatan kekerasan menghalangi terjadinya pengikisan permukaan oleh aliran, sehingga tidak membantu terjadinya proses korosi erosi. Material yang lebih lunak seperti pada 1(wt. %) Mg mudah untuk tererosi oleh aliran dan menimbulkan permukaan yang kasar, permukaan yang kasar menyebabkan turbulensi dan timbulnya alur dan lubang-lubang yang lebih dalam. Peristiwa ini akan lebih dipercepat oleh proses korosi sehingga terjadi sinergi korosi erosi [4].

## **KESIMPULAN**

1. Penambahan unsure Mg pada Paduan Al-10 Si meningkatkan kekerasan dengan adanya fasa AlMgSi dan Mg<sub>2</sub>Si
2. Penambahan Unsur Mg pada Al-10Si memperbaiki ketahanan korosi dengan meningkatnya kekerasan dan perbaikan lapisan pasif
3. Hasil pemeriksaan permukaan menunjukkan pada paduan Al-10Si-5Mg tidak terjadi korosi erosi karena kekerasan yang lebih baik dari paduan lainnya

## **REFERENSI**

- [1] M Syahid, BT Sofyan, SG Basuki, B Adam, 2013, Characterization of Al-7Si-Mg-Cu Turbine Impeller Produced by Investment Casting, *Advanced Materials Research* vol. 789, pp. 324-329
- [2] Wood Robert J.K.. (2006) : *Erosion–corrosion interactions and their effect on marine and offshore materials*, Surface Engineering and Tribology Group, School of Engineering Sciences, University of Southampton, Highfield, Southampton SO17 1BJ, UK.
- [3] Rochim Suratman, 2001, Karakteristik Korosi Aluminium dan Baja Tahan Karat, *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*, Vol 2 no.1, pp. 27-38
- [4] Malka Ramakrishna, Srdjan Nešić, Daniel A. Gulino. (2006) : *Erosion–corrosion and synergistic effects in disturbed liquid-particle flow*, Institute for Corrosion and Multiphase Technology, 342 West State Street, Ohio University, Athens, OH 45701, USA.
- [5] Oka Y.I., Olmogi H., Hosokawa T., Matsumura M.. (2007) : *The impact angle dependence of erosion damage caused by solid particle impact*, Departement of Chemical Engineering. Faculty of Engineering, Hiroshima University 1-4-1 Kagamiyama Hiyashi, Hiroshima 739, Japan
- [6] Lynn Randall S., Wong Kien K. and Clark Hector MCI.. (1991) : *On the particle size effect in slurry erosion*, Mechanical Engineering Department, University of Kansas, Lawrence, KS 66045-2234 (U.U.)
- [7] Huang, Cunkui (2007) : *A comprehensive phenomenological model for erosion of materials in jet flow*, Department of Chemical and Materials Engineering, University of Alberta, Edmonton, Alberta, Canada.
- [8] Rajahram S.S., Harvey T.J., Wood R.J.K.. (2008) : *Evaluation of a semi-empirical model in predicting erosion–corrosion*, University of Southampton, Highfield, Southampton SO17 1BJ, Hampshire, UK.

## Pengaruh Tekanan *Blasting* Terhadap Kekuatan Adhesi *Epoxy Coating* Pada Baja Karbon di Lingkungan Laut

A. Purniawan<sup>1, a</sup>, H. Ardyananta<sup>2</sup>, dan A. Rahman<sup>3</sup>

<sup>1,2</sup>Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri (FTI),  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya, Indonesia

<sup>3</sup> PT. Krakatau Nippon Steel, Cilegon, Banten, Indonesia

[agung\\_pur@mat-eng.its.ac.id](mailto:agung_pur@mat-eng.its.ac.id)

### Abstrak

Kekuatan adhesi yang baik adalah salah satu kunci keberhasilan dalam proses coating. Penelitian ini dilakukan untuk menganalisa kekuatan adhesi *organic coating* berbahan epoksi pada substrat yang diberikan variasi tekanan *blasting* 5 – 7 bar yang diuji menggunakan media korosif *salt spray* (NaCl 3.5%). Substrat yang digunakan adalah baja karbon ASTM A516 Grade 70 yang sering digunakan pada *pressure vessel* dalam dunia industri. *Conventional air spray* adalah metode yang digunakan untuk mendeposisikan material coating pada substrat. Hasil pengujian menunjukkan adanya peningkatan kekasaran akibat peningkatan tekanan udara pada perlakuan permukaan. Nilai kekasaran tertinggi pada tekanan 7 bar sebesar 104.03 mikron, Ketahanan korosi mengalami penurunan seiring dengan peningkatan kekasaran permukaan. Kekuatan adhesi dibandingkan sebelum dan setelah diuji dengan metode *x-scratch* pada *salt spray*. Kekuatan adhesi dari coating menurun setelah pengujian *salt spray*. Pengujian morfologi menggunakan SEM menunjukkan adanya poros pada daerah interface antara permukaan substrat dengan lapisan cat. Poros yang terbentuk mengalami peningkatan seiring dengan peningkatan waktu pengujian *salt spray* dan juga peningkatan tekanan udara pada saat *blasting*. Kekuatan adhesi tertinggi dimiliki spesimen pada tekanan 5 bar tanpa pengujian *salt spray* dengan nilai 10.09 Mpa.

**Kata kunci:** *blasting*, kekuatan adhesi, morfologi, *salt spray*

### PENDAHULUAN

Logam merupakan bahan dasar yang sangat vital dalam menunjang kemajuan industry dan perkembangan peradaban manusia. Korosi merupakan salah satu masalah utama yang paling sering terjadi yang menyebabkan turunnya performa dari material atau bahkan kegagalan. Dampak kerusakan logam dapat berupa bocornya pipa-pipa minyak, korosi pada pelat kapal dan kerugian besar lain yang dapat ditimbulkan baik berupa kerugian biaya perawatan maupun kerugian keselamatan manusia [1]. *Organic Coating* merupakan salah satu metode yang digunakan untuk memproteksi logam dengan cara menghalangi logam kontak langsung dengan lingkungan. Tiga komponen utama pembentuk *organic coating* yaitu *binder*, *pigment*, dan *solvent*. Selain dapat melindungi logam dari lingkungannya, pelapisan ini dapat memberikan nilai tambah berupa nilai dekoratif.

Keberhasilan dari *organic coating* dalam melindungi substrat logam tidak hanya ditentukan oleh jenis *coating* yang digunakan, tetapi juga oleh faktor-faktor seperti kondisi lingkungan dimana substrat logam ditempatkan, dan juga preparasi permukaan pada substrat logam. Dari beberapa faktor tersebut, preparasi permukaan merupakan faktor yang sangat penting dalam menentukan keberhasilan dari kerja *organic Coating*. [2]. Ada suatu teori yang menyebutkan bahwa lebih baik menggunakan material coating dengan kualitas kurang baik pada permukaan logam yang sudah dipreparasi dengan baik, dibandingkan menggunakan *paint* dengan kualitas baik pada permukaan yang tidak dipreparasi dengan baik. Berdasarkan hal itu, dalam penelitian ini pengaruh dari tekanan *blasting* pada saat preparasi sampel terhadap kekasaran permukaan dan kekuatan adhesi pada baja karbon di lingkungan laut yaitu dimedia NaCl 3,5%.

## METODE PENELITIAN

### *Preparasi Substrat dan Sampel*

Pada penelitian ini substrat yang digunakan adalah baja karbon ASTM A516 Grade 70 dengan ketebalan 1 cm yang dipotong menjadi dimensi 5x5 cm sebanyak 36 buah. Selanjutnya spesimen dibersihkan menggunakan *blasting* dengan menembakkan partikel halus (*Aluminium Oxide* dengan *mesh size* 24) berkecepatan tinggi ke permukaan dengan variasi tekanan udara 5, 6, dan 7 bar. Material coating yang digunakan pada penelitian ini adalah epoksi primer jenis epoxy polyamide dengan komponen A sebagai resin dan komponen B sebagai *curing agent*. Rasio pencampuran kedua komponen berturut-turut adalah 4:1. Dan pelarut yang digunakan adalah jenis *solvent naphtha (petroleum)*. Proses pencampuran dilakukan pada temperatur kamar dengan menambahkan pelarut dalam persentase 100 ml yang diaduk menggunakan alat *stirrer*. Proses pengaplikasian cat pada permukaan substrat dilakukan menggunakan konvensional *air spray*. Pengecatan dilakukan pada temperatur kamar. Setelah itu, spesimen yang telah dicat dikeringkan (*curing*) pada temperatur kamar selama 5 hari.

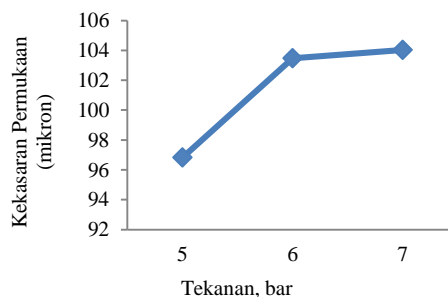
### *Metode Pengujian*

Pengujian daya lekat dilakukan dengan menggunakan *pull-off test* yang sesuai dengan standar ASTM D-4541 untuk mengetahui besar daya lekat cat epoxy masing – masing variabel pada permukaan substrat. Pengujian *salt spray* digunakan dengan metode X - scratch untuk mengetahui ketahanan terhadap korosi yang dilihat dari pelebaran kerusakan akibat lingkungan yang korosif selama 10, 20, dan 30 hari menggunakan standar ASTM B-117 dan selanjutnya dievaluasi menggunakan standar ASTM D-1654. Larutan NaCl 3.5% digunakan sebagai cairan elektrolit. Pengujian dengan larutan elektrolit digunakan pada pengujian *salt spray*. Morfologi pemotongan melintang yaitu sisi *interface* antara permukaan substrat dengan lapisan coating dianalisa menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (model: FEI Inspect S50).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Pengujian Kekasaran Permukaan*

Setelah *blasting* selanjutnya dilakukan pengujian kekasaran terdapat variasi tekanan dari *blasting* tersebut. Gambar 1 menunjukkan perubahan kekasaran permukaan terhadap peningkatan tekanan.

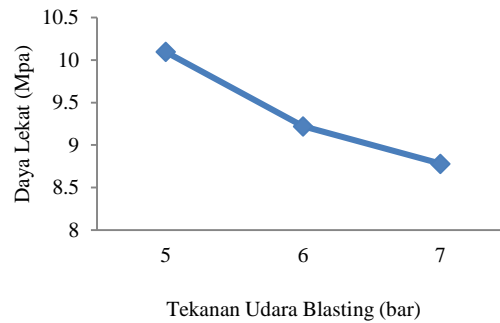


**Gambar 9.** Grafik Nilai Kekasaran Permukaan Berdasarkan Tekanan Sandblasting

Berdasarkan Gambar 1. meningkatnya tekanan saat proses *blasting* menyebabkan peningkatan kekasaran permukaan. Hal ini disebabkan karena dengan tekanan yang semakin tinggi energi yang dimiliki partikel *grit blasting (Aluminium Oxide)* juga semakin tinggi, sehingga ketika partikel ditembakkan terjadi tumbukkan dengan permukaan substrat dan terjadi deformasi yang semakin besar. Terjadi fenomena pada tekanan *blasting* 6 bar terhadap tekanan 7 bar, dimana peningkatan kekasaran permukaan yang dihasilkan tidak meningkat secara signifikan. Hal ini disebabkan pada tekanan 6 bar material abrasif tidak dapat lagi menggerus permukaan substrat yang menandakan bahwa kekasaran maksimal terjadi pada tekanan tersebut [3].

### *Pengujian Daya Lekat*

Pengujian daya lekat untuk mengetahui daya adhesif antara permukaan substrat dengan coating. Aplikasi pelapisan dengan menggunakan epoksi primer dilakukan dengan ketebalan lapisan cat sekitar 50 mikron yang diukur menggunakan alat DFT (*Dry Film Thickness*). Untuk mendapatkan nilai dari daya lekat yang baik, dilakukan preparasi dengan pembersihan lapisan *coating* dari *dust* dan kontaminan, selanjutnya dilakukan penempelan *pin dolly* satu hari sebelum dilakukan pengujian daya lekat dengan standar ASTM D-4541.

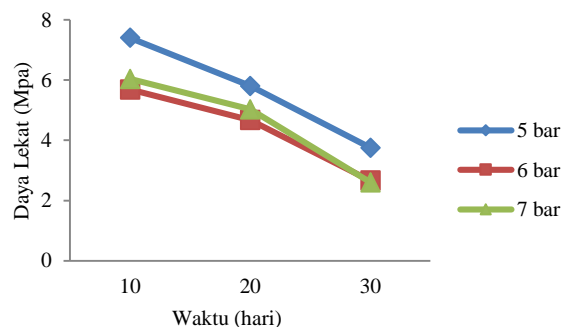


Gambar 2. Grafik Nilai Daya Lekat Cat Pada Permukaan Material

Pada Gambar 2 terjadi penurunan nilai daya lekat cat akibat perlakuan permukaan yang berbeda. Hal ini disebabkan karena semakin kasar permukaan akibat tekanan *blasting* cenderung akan terjadi *incomplete penetration*, dimana partikel cair tidak dapat masuk sepenuhnya kedalam lembah-lembah yang terbentuk di permukaan akibat terlalu dalam. Hal tersebut menyebabkan terbentuknya rongga kecil antara lapisan cat dengan permukaan substrat yang menyebabkan tidak terjadinya mekanisme *mechanical interlocking* sehingga nilai daya lekat semakin menurun[4].

#### Pengaruh Pengujian Salt spray Terhadap Kekuatan Lekat

*Salt spray* bertujuan untuk mensimulasikan keadaan lingkungan korosif di lingkungan laut yang akan mempengaruhi keadaan sampel uji. Pengujian *salt spray* dilakukan selama 10 hari, 20 hari, dan 30 hari dengan kadar garam 3.5%. Dari hasil uji *salt spray* dapat dilihat pengaruhnya terhadap daya lekat pada cat untuk memproteksi sampel uji dari lingkungan korosif. Gambar 3 menunjukkan nilai kekuatan lekat dari setiap preparasi permukaan yang berbeda pada tekanan *blasting* 5, 6, dan 7 bar dalam lingkungan korosif NaCl 3.5%.

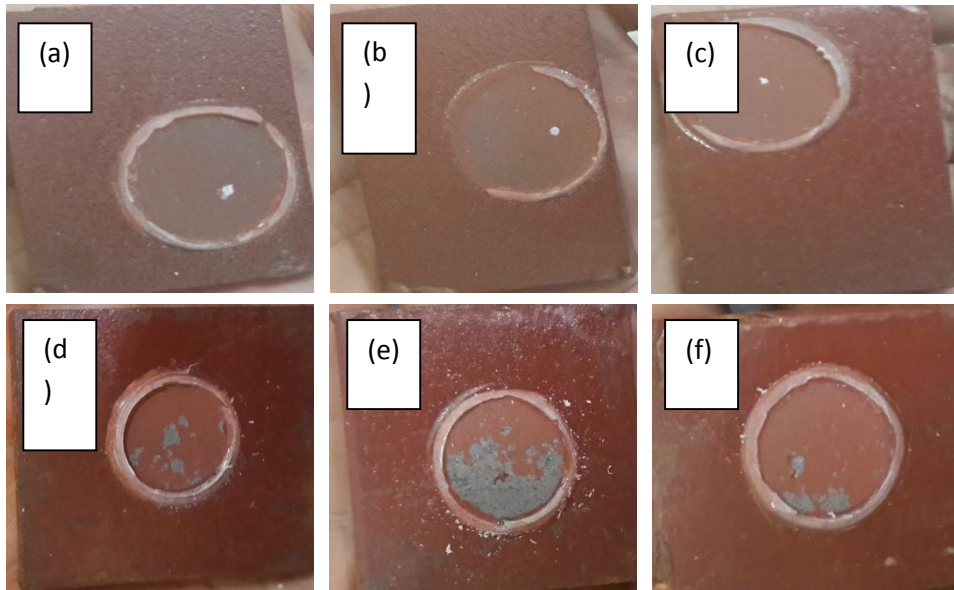


Gambar 3. Grafik Pengaruh Tekanan Terhadap Nilai Daya Lekat dalam Salt spray 3.5% NaCl

Terjadi penurunan daya lekat cat akibat uji *salt spray*. Kehilangan dan/atau berkurangnya nilai daya lekat lapisan cat terhadap *interface* permukaan substrat yang ditunjukkan pada Gambar 3. Hal ini disebabkan adanya kontaminan dan/atau korosi yang terjadi pada daerah *interface* tersebut [6]. Hal ini bisa juga disebabkan karena adanya *incomplete penetration* cat sehingga lapisan cat tidak dapat memproteksi permukaan substrat dari lingkungan air laut secara sempurna. Akibat adanya rongga kecil antara lapisan cat dengan permukaan substrat memungkinkan sejumlah air masuk kedalam rongga kecil tersebut dan menyebabkan proses korosi. Hal tersebut dapat dipercepat dengan adanya kontaminan pada daerah *interface*.

#### Pengamatan Makro

Kualitas *coating* sangat dipengaruhi oleh kondisi ikatan adhesi serta kondisi ikatan kohesi. Hasil pengujian kekuatan daya lekat tidak mewakili karakteristik kekuatan ikatan adhesi dan kohesi yang terjadi sehingga perlu pengamatan visual. Pengamatan visual dilakukan untuk mengamati presentasi terbentuknya *adhesive failure* (bagian lapisan cat terkelupas seluruhnya dari permukaan substrat) dan *cohesive failure* (pengelupasan antar lapisan *coating*) [4][5]. Hasil pengamatan ikatan yang terbentuk pada tekanan 5, 6, dan 7 bar ditunjukkan pada Gambar 4.

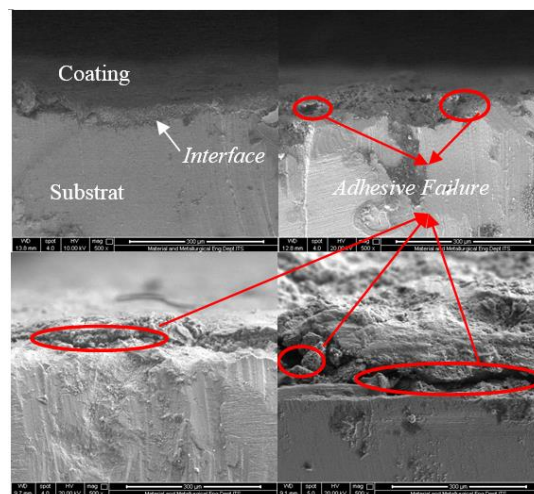


**Gambar 4.** Foto Makro Hasil Pengujian Pull-Off Test sebelum salt spray pada tekanan (a) 5 bar (b) 6 bar (c) 7 bar dan setelah salt spray selama 10 hari (d) 5 bar, (e) 6 bar, dan (f) 7 bar

Berdasarkan Gambar 4, hasil pengujian pull-off test tanpa adanya pengaruh pengujian korosif didapatkan ikatan yang terbentuk adalah ikatan kohesi antara lapisan cat, ikatan adhesi tidak terbentuk karena permukaan substrat tidak terlihat secara jelas. Ikatan kohesi ditunjukkan dengan warna cat (merah marun) yang sedikit memudar. Pada Gambar 4 (a) – (c) terdapat daerah yang memiliki warna merah marun yg sedikit lebih pudar, hal tersebut diakibatkan lapisan cat yang terkelupas akibat pengujian *pull-off test* banyak dan hampir mengelupas seluruhnya. Presentase *cohesive failure* yang terbentuk menunjukkan hasil yang sama pada tekanan 5, 6, dan 7 bar yaitu 100%. Hasil berbeda ditunjukkan pada hasil pengujian pull-off test setelah *salt spray* 3.5% NaCl selama 10 hari dengan variasi tekanan 5 – 7 bar seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 (d) – (f). Dari gambar tersebut menunjukkan hasil peningkatan presentase *adhesive failure*.

#### Pengamatan Morfologi

*Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk meneliti morfologi permukaan suatu material. SEM ini dilakukan untuk membandingkan morfologi *interface* antara permukaan substrat dengan lapisan cat. Pengujian dilakukan pada sampel uji dengan tekanan 5 bar sebelum dan sesudah pengujian *salt spray* selama 10, 20, dan 30 hari.



**Gambar 5.** Hasil pengamatan SEM perbesaran 500x dengan tekanan 5 bar (a) tanpa Pengujian *Salt spray* dan pengujian *salt spray* Selama (b) 10 hari, (c) 20 hari, dan (d) 30 hari

Berdasarkan Gambar 5 terlihat perbedaan hasil uji pada daerah *interface*. Dimana *interface* antara substrat dengan lapisan coating tanpa pengujian korosif terlihat tidak terbentuk rongga kecil / poros yang mengakibatkan adanya *adhesive failure*. Sedangkan pada pengujian korosif menggunakan *salt spray* pada daerah *interface* terjadi penambahan jumlah dan besar poros yang terjadi. Jumlah dan besarnya rongga / poros yang terbentuk secara berurut-urut semakin meningkat seiring dengan peningkatan lama waktu pengujian korosif. Hal tersebut yang menyebabkan terjadinya *adhesive failure*. Terlihat pada gambar mekanisme *mechanical interlocking* semakin halus pada daerah antara permukaan substrat dengan lapisan coating[7]. Hal ini disebabkan karena persentase kegagalan adhesi semakin besar seiring dengan lama waktu pengujian *salt spray* dan memungkinkan air masuk kedalam daerah *interface* menyebabkan adanya rongga di *interface* tersebut .

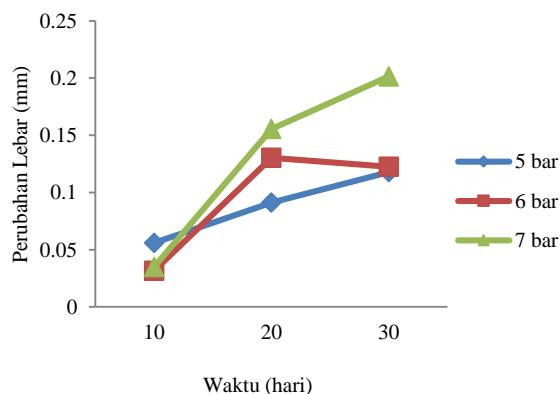
**E. Pengaruh Pengujian *Salt spray* Terhadap Pelebaran Goresan**

Berdasarkan hasil pengujian *salt spray*, didapatkan pertambahan lebar goresan lapisan *coating*. Pengambilan data lebar goresan dilakukan pada lima titik (a, b, c, d, dan e) menggunakan *measuring microscope* sebelum dan setelah proses *salt spray*. Penentuan nilai rating berdasarkan ASTM D-1654, dimana nilai rating tertinggi (10) menandakan tidak terjadi perubahan lebar goresan akibat pengujian pada lingkungan korosif dan nilai rating semakin rendah dikarenakan perubahan lebar goresan yang semakin besar

**Tabel 2.** Hasil Pelebaran Goresan pada Pengujian *Salt spray* beserta Rating

Tekanan <i>Blasting</i> (bar)	Waktu <i>Salt spray</i> (hari)	Rata-rata Perubahan Lebar (mm)	Rating
5	10	0.0559	9
	20	0.0911	9
	30	0.1177	9
6	10	0.0316	9
	20	0.1303	9
	30	0.1225	9
7	10	0.0374	9
	20	0.1555	9
	30	0.2014	9

Dari Tabel 3. memperlihatkan bahwa pelebaran goresan minimum terjadi pada tekanan 6 bar dengan waktu pengujian *salt spray* selama 20 hari yaitu 0.0316 mm dan pelebaran goresan maksimum terjadi pada tekanan 7 bar dengan waktu pengujian *salt spray* selama 30 hari yaitu 0.2014 mm. Berdasarkan Tabel 3. perubahan lebar goresan setelah pengujian *salt spray* mempunyai nilai rating 9. Nilai rating tersebut menunjukkan tingkatan korosi yang terjadi, karena pelebaran goresan tidak lebih dari 0.5mm maka spesimen uji setelah mengalami pengujian *salt spray* mempunyai ketahanan korosi yang bagus. Terjadi peningkatan perubahan lebar dari persiapan permukaan 5 bar ke 7 bar yang ditunjukkan pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Grafik Perubahan Lebar Goresan Setelah Pengujian *Salt spray* 3.5% NaCl

**KESIMPULAN**

Setelah dilakukan analisa hasil pengujian, maka dapat diambil suatu kesimpulan sebagai berikut:

1. Semakin besar tekanan pada proses *blasting* semakin kasar permukaan yang diperoleh namun menurunkan kekuatan lekat coating sebesar 8.68% untuk tekanan 6 bar dan 13.04% untuk tekanan 7 bar dibandingkan dengan perlakuan permukaan pada tekanan 5 bar.
2. Peningkatan tekanan *blasting* menurunkan ketahanan korosi pada baja dengan meningkatnya lebar goresan pada pengujian *salt spray* selama 10, 20, dan 30 hari yaitu peningkatan lebar goresan sebesar 7.46% untuk tekanan 6 bar dan 47.96% untuk tekanan 7 bar dibandingkan dengan perlakuan permukaan pada tekanan 5 bar.
3. Peningkatan tekanan *blasting* membentuk porositas pada lapisan interface setelah pengujian *salt spray* yang menyebabkan berkurangnya mekanisme *mechanical interlocking* antara permukaan substrat dengan lapisan coating.

## REFERENSI

- [1] Sam, A. *Analisa Kecepatan Korosi Pipa Galvanis pada Tanah Dengan Tingkat Kehalusan yang Berbeda*. Palu, Indonesia: Universitas Tadulako.(2012).
- [2] Streitberger, G. a. *BASF Handbook on Basic of Coating Technology 2nd revised edition*. Germany: Vincentz Network.(2007).
- [3] Bondan T, S., Yus Prasetyo, S. A., & Sofyan, E. Pelapisan Permukaan dalam Nosel Roket RKX100 dengan CR2C3-NiCr HVOF : Optimasi Kekuatan Lekat Melalui Variasi Kekasaran Permukaan. *Peneliti Pusat Teknologi Wahana Dirgantara, LAPAN* , (2004)1-7.
- [4] Weldon, D. *Failure Analysis of Paint and Coating*. John Wiley & Sons.(2001).
- [5] Freund, L. *Thin Film Material Stres, Defect Formation, and Surface Evolution*. Cambridge Universty Press: Sussex.(2003).
- [6] Bondan T, S. Pengaruh Temperatur Aplikasi Terhadap Karakteristik Die Coating 0.12 dan 0.14 mm pada Cetakan Piston Aluminium. *Jurnal Industri ITS* , 8, (2009) 22-29.
- [7] Bondan T, S. Karakteristik Silicone Die Coating dengan Variasi Ketebalan: Studi pada Cetakan Piston Aluminium. *Jurnal Teknik Mesin ITS* , 9, (2009) 169-176.



## STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN PENAMBAHAN $\text{Ca(OH)}_2$ PADA PROSES *PHOSPHATING* TERHADAP DAYA REKAT *ORGANIC COATING* PADA BAJA GALVANIS

Aldy Kurnia Azhari<sup>1,a</sup>, Yanyan Dwiyantri<sup>1</sup>, dan Wahyudin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

<sup>2</sup>Asosiasi Coating Indonesia, Bandung, Indonesia

[aldykurniaazhari@gmail.com](mailto:aldykurniaazhari@gmail.com)

### Abstrak

Baja galvanis memiliki kekurangan dalam hal proteksi korosi pada lingkungan yang agresif, hal ini dikarenakan baja galvanis hanya baik digunakan pada lingkungan yang memiliki rentang pH 6-12. Diluar pH tersebut maka laju korosi pada baja galvanis akan sangat cepat, sehingga akan lebih baik jika dilakukan coating dengan cat di atas permukaan baja galvanis. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur celup dan penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  terhadap tebal lapisan serta daya rekat cat pada galvanis hasil proses *phosphating*. Mengetahui temperatur celup dan penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  optimum pada proses *phosphating* dan mengetahui korosifitas baja galvanis yang telah dilakukan pengecatan. Dalam penelitian ini baja galvanis melalui proses *phosphating* dengan larutan zinc phosphate pada temperatur proses 60°C, 70°C, 80°C dan penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  sebanyak 1gr/l, 2gr/l, 3gr/l dengan lama waktu celup 20 menit. Pengujian XRD dan SEM EDX digunakan untuk mengetahui fasa serta morfologi lapisan yang terbentuk. Pengujian pull off digunakan untuk mengetahui nilai daya rekat antara lapisan phosphate dengan cat serta untuk mengetahui laju korosi dilakukan uji imersi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  dapat mengubah bentuk butir lapisan dan meningkatkan nilai daya rekat baja galvanis dengan cat. Perubahan bentuk butir dapat di buktikan dengan hasil uji SEM EDX. Lapisan phosphate yang terbentuk terdiri dari dua fasa yaitu coating hopeite dan coating schorzite dengan struktur kristal orthorhombic. Proses *phosphating* dengan temperatur 70°C dan penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  sebanyak 2gr/l menghasilkan nilai daya rekat paling optimum yaitu sebesar 4,167 MPa. Berdasarkan standar SNI 1452:2011 baja galvanis yang telah dilakukan aplikasi pengecatan memiliki korosifitas yang baik, dimana tidak terdapat goresan melebihi 3 mm pada daerah X-cut.

**Kata kunci:** galvanizing, *phosphating*, zinc phosphate,  $\text{Ca(OH)}_2$ , coating hopeite, coating scholzite.

### PENDAHULUAN

Proteksi korosi yang umum dilakukan untuk baja konstruksi adalah *galvanizing*. *Galvanizing* adalah proses pelapisan baja menggunakan pelapis logam yang memiliki titik lebur lebih rendah dari pada titik lebur baja. Baja galvanis memiliki kekurangan dalam hal proteksi korosi pada lingkungan yang agresif, hal ini dikarenakan baja galvanis akan berfungsi optimal jika digunakan pada lingkungan yang memiliki rentang pH 6-12<sup>[4]</sup>. Diluar pH tersebut maka laju korosi pada baja galvanis akan sangat cepat, sehingga akan lebih baik jika dilakukan *coating* dengan cat di atas permukaan baja galvanis. Aplikasi *coating* di atas permukaan baja galvanis hasil *hot dip galvanizing* tidak dapat dilakukan karena permukaan baja galvanis yang licin menyebabkan rendahnya daya rekat material *coating* pada baja galvanis. Oleh sebab itu perlu dilakukan perlakuan pada permukaan baja galvanis sebelum dilakukan aplikasi *coating*<sup>[5]</sup>. *Conversion coating* merupakan suatu teknik untuk mengubah permukaan logam dengan cara mencelupkan logam ke dalam larutan non-elektrolit. *Conversion coating* juga merupakan teknik persiapan permukaan logam untuk dilakukan pengecatan, hal ini dikarenakan *conversion coating* dapat meningkatkan daya rekat cat. *Conversion coating* terbagi atas *phosphating*, *chromating*, dan *oxalating*<sup>[7]</sup>. *Phosphating* merupakan suatu proses pelapisan logam secara kimiawi. Pembentukan lapisan *posphate* pada permukaan material dapat menggunakan larutan *zinc phosphate*, *iron phosphate* ataupun mangan *phosphate*. Proses *phosphating* dapat menghasilkan daya rekat yang optimal dan dapat meningkatkan perlindungan korosi

serta menghasilkan struktur lapisan yang homogen sehingga tidak ada kegagalan *coating* pada permukaan<sup>[8]</sup>. Penambahan kation seperti Ca, Mn dan Ni ke dalam  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  merupakan alternatif untuk meningkatkan ketahanan lapisan *phosphate* dari lingkungan yang agresif<sup>[2]</sup>. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur celup dan penambahan  $Ca(OH)_2$  terhadap tebal lapisan yang terbentuk, mengetahui pengaruh temperatur celup dan penambahan  $Ca(OH)_2$  terhadap daya rekat cat pada galvanis hasil proses *phosphating*, mengetahui temperatur celup dan penambahan  $Ca(OH)_2$  optimum pada proses *phosphating* dan mengetahui korosifitas baja galvanis yang telah dilakukan pengecatan.

## **METODE PENELITIAN**

Penelitian ini meliputi proses *zinc phosphating*, dimana sampel berupa pelat baja galvanis dengan ukuran 70 x 50 x 10 mm. Proses persiapan permukaan dilakukan dengan metode *solvent cleaning* menggunakan *methyl ethyl keton* (MEK). Proses *phosphating* dengan larutan *zinc phosphate* pada temperatur proses 60°C, 70°C, 80°C dan penambahan  $Ca(OH)_2$  sebanyak 1gr/l, 2gr/l, 3gr/l dengan lama waktu celup 20 menit. Selanjutnya dilakukan *rinsing* dan *drying*. Sampel hasil proses *phosphating* dilakukan pengecatan dengan metode konvensional *air spray* menggunakan cat epoxy. Tebal lapisan yang digunakan adalah dengan *wet film thickness* (wft) sebesar 100 – 150 mikron.

Pengamatan SEM EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan hasil proses *phosphating*, dan selanjutnya dilakukan XRD untuk mengetahui fasa penyusun lapisan *phosphate*. Uji daya rekat dilakukan menggunakan metode *pull off*. Standar yang digunakan untuk uji *pull off* adalah ASTM D 4541. Peralatan uji yang digunakan adalah *elcometer Model 106 Adhesion Test Scale*. Peralatan ini terdiri dari *dolly* dengan diameter 1 inch, *loading fixture*, dan adhesif.. Uji korosi dilakukan dengan metode imersi berdasarkan standar ASTM B 117. Pengujian korosi dilakukan menggunakan larutan NaCl 5% selama 96 jam. Sampel hasil pengecatan terlebih dahulu dilakukan *X-cut*, kemudian direndam ke dalam larutan NaCl 5%. Pengamatan uji korosifitas berdasarkan standar SNI 1452:2011.

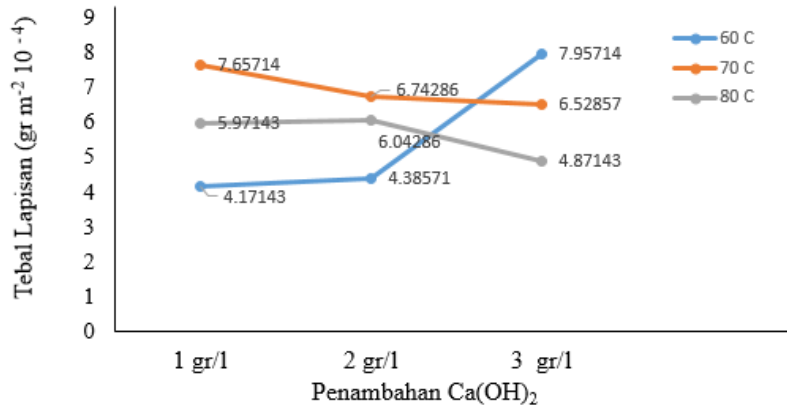
## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Proses *phosphating* pada penelitian ini menggunakan metode perendaman (imersi). Ketebalan lapisan hasil proses *phosphating* dengan metode imersi dipengaruhi oleh waktu pencelupan, komposisi larutan, dan temperatur larutan. Pada penelitian ini waktu yang digunakan untuk tiap percobaan adalah 20 menit, dengan variasi temperatur dan penambahan  $Ca(OH)_2$ . Variasi temperatur yang digunakan adalah 60°C, 70°C, dan 80°C. Untuk komposisi larutan *phosphating* yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. Komposisi Larutan Zinc Phosphating**

<b>Komposisi</b>	<b>Larutan 1</b>	<b>Larutan 2</b>	<b>Larutan 3</b>
$Zn_3(PO_4)_2$	11 gram/L	11 gram/L	11 gram/L
$H_3PO_4$	0,35 M	0,35 M	0,35 M
$Ca(OH)_2$	1 gram/L	2 gram/L	3 gram/L

Larutan *zinc phosphate* dan variabel yang digunakan mempengaruhi tebal lapisan fosfat yang terbentuk. Tebal lapisan fosfat yang terbentuk ditentukan dengan metode gravimetri. Tebal lapisan hasil proses *phosphating* dapat dilihat pada gambar 2.



**Gambar 1. Pengaruh Temperatur dan Penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> Terhadap Tebal Lapisan Fosfat**

Gambar 2 menunjukkan bahwa ketebalan lapisan fosfat yang terbentuk bernilai fluktuatif. Penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> sebanyak 1gr/l terjadi kenaikan tebal lapisan pada temperatur 60<sup>0</sup> C ke 70<sup>0</sup> C namun pada temperatur 70<sup>0</sup> C ke 80<sup>0</sup> C terjadi penurunan tebal lapisan. Penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> sebanyak 2gr/l terjadi kenaikan tebal lapisan pada temperatur 60<sup>0</sup> C ke 70<sup>0</sup> C dan 60<sup>0</sup> C ke 80<sup>0</sup> C namun pada temperatur 70<sup>0</sup> C ke 80<sup>0</sup> C terjadi penurunan tebal lapisan. Penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> sebanyak 3gr/l menyebabkan menurunnya tebal lapisan fosfat yang terbentuk seiring dengan meningkatnya temperatur. Secara kinetika semakin tinggi temperatur maka tebal lapisan yang terbentuk semakin tinggi juga, namun hasil yang diperoleh menjelaskan bahwa komposisi larutan fosfat akan mempengaruhi tebal lapisan yang terbentuk.

Pengujian *pull off* dilakukan untuk mengetahui nilai daya rekat cat pada baja galvanis hasil *phosphating*. Pengujian *pull off* ini dilakukan dengan cara menarik cat dengan bantuan *dolly* yang telah direkatkan kepada lapisan atas cat. Standar yang digunakan untuk uji adhesi adalah ASTM D 4541, dimana pengujiannya dinamakan *Pull-Off Test*. Peralatan uji yang digunakan adalah *elcometer Model 106 Adhesion Test Scale*. Peralatan ini terdiri dari *dolly* dengan diameter 1 inch, *loading fixture*, dan adhesif. Data pengujian *pull off* dari setiap proses didapat nilai daya rekat, seperti pada table 2.

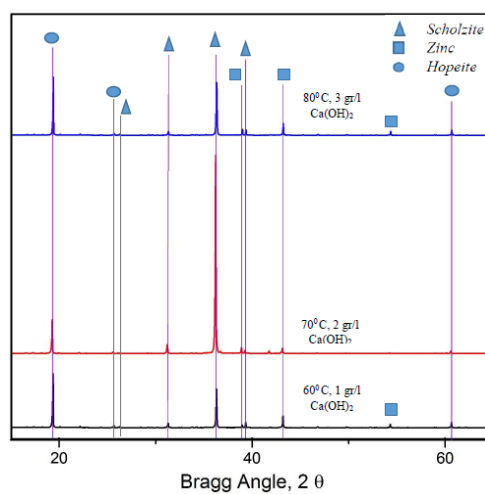
**Tabel 2. Hasil Uji Pull off**

Penambahan Ca(OH) <sub>2</sub>	Daya Rekat (MPa)		
	Temperatur 60 <sup>0</sup> C	Temperatur 70 <sup>0</sup> C	Temperatur 80 <sup>0</sup> C
-	2,667	2,667	2,667
1 gram/L	3,167	3,667	3,333
2 gram/L	3	4,167	3
3 gram/L	3,667	2,667	2,5

Dari Tabel 2 diketahui bahwa proses *phosphating* dengan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> memiliki daya rekat yang lebih baik dibandingkan proses *phosphating* tanpa penambahan Ca(OH)<sub>2</sub>. Daya rekat paling optimum didapatkan pada proses *phosphating* dengan temperatur 70<sup>0</sup> C dan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> sebanyak 2 gr/l yaitu sebesar 4,167 MPa sedangkan nilai daya rekat terendah terdapat pada temperatur 80<sup>0</sup> C dan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> sebanyak 3 gr/l yaitu sebesar 2,5 MPa. Nilai uji *pull off* cat yang langsung di aplikasikan pada baja galvanis yaitu

sebesar 1 MPa dan 1 MPa tersebut menjadi *acceptance criteria*. Secara keseluruhan, kualitas daya rekat cat pada semua sampel uji masuk dalam *acceptance criteria*, karena berada pada nilai di atas 1 MPa dan dapat diketahui bahwa dengan modifikasi penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  pada proses *phosphating* dapat meningkatkan daya rekat cat dengan baja galvanis

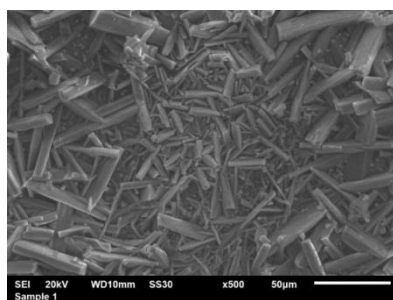
Pengujian XRD dilakukan pada 3 sampel yang berbeda, ketiga sampel tersebut mewakili dari tiap-tiap nilai *pull off* yang dihasilkan. Ketiga sampel tersebut adalah sampel hasil proses *phosphating* pada temperatur  $60^\circ\text{C}$  dengan penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  1 gram/l yang mewakili nilai *pull off* sebesar 3 MPa, sampel hasil proses *phosphating* pada temperatur  $70^\circ\text{C}$  dengan penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  2 gram/l yang mewakili nilai *pull off* sebesar 4 MPa, dan sampel hasil proses *phosphating* pada temperatur  $80^\circ\text{C}$  dengan penambahan  $\text{Ca(OH)}_2$  3 gr/l yang mewakili nilai *pull off* sebesar 2 MPa. Ketiga sampel dianalisis dengan XRD untuk mengetahui fasa lapisan yang terbentuk pada permukaan hasil proses *phosphating*.



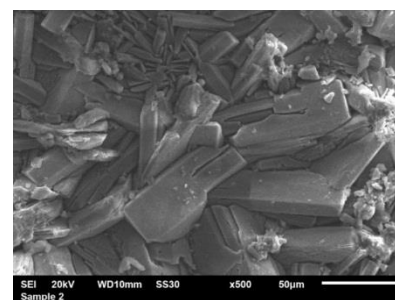
Gambar 2. Hasil XRD Lapisan Fosfat pada Temperatur  $60^\circ\text{C}$ ,  $70^\circ\text{C}$  dan  $80^\circ\text{C}$

Hasil XRD pada Gambar 2 menunjukkan terdapat dua fasa utama penyusun lapisan fosfat, yaitu *coating hopeite* ( $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dan *coating schortzite* ( $\text{Zn}_2\text{Ca}(\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Setelah dilakukan analisis menggunakan data ICSD didapat nomor referensi 98-000-4270 untuk *scholzite* dengan formula kimia  $\text{H}_4\text{Ca}_1\text{O}_{10}\text{P}_2\text{Zn}_2$  dengan sistem kristal *orthorhombic*, dan nomor referensi 98-002-7707 untuk *hopeite* dengan formula kimia  $\text{H}_8\text{O}_{12}\text{P}_2\text{Zn}_3$  dengan sistem kristal *orthorhombic*.

Mekanisme ikatan lapisan cat yang terjadi pada permukaan baja galvanis adalah melalui ikatan mekanis. Sehingga perlu diketahui morfologi permukaan hasil *phosphating* untuk mengetahui mekanisme ikatan mekanis yang terjadi.



(a)

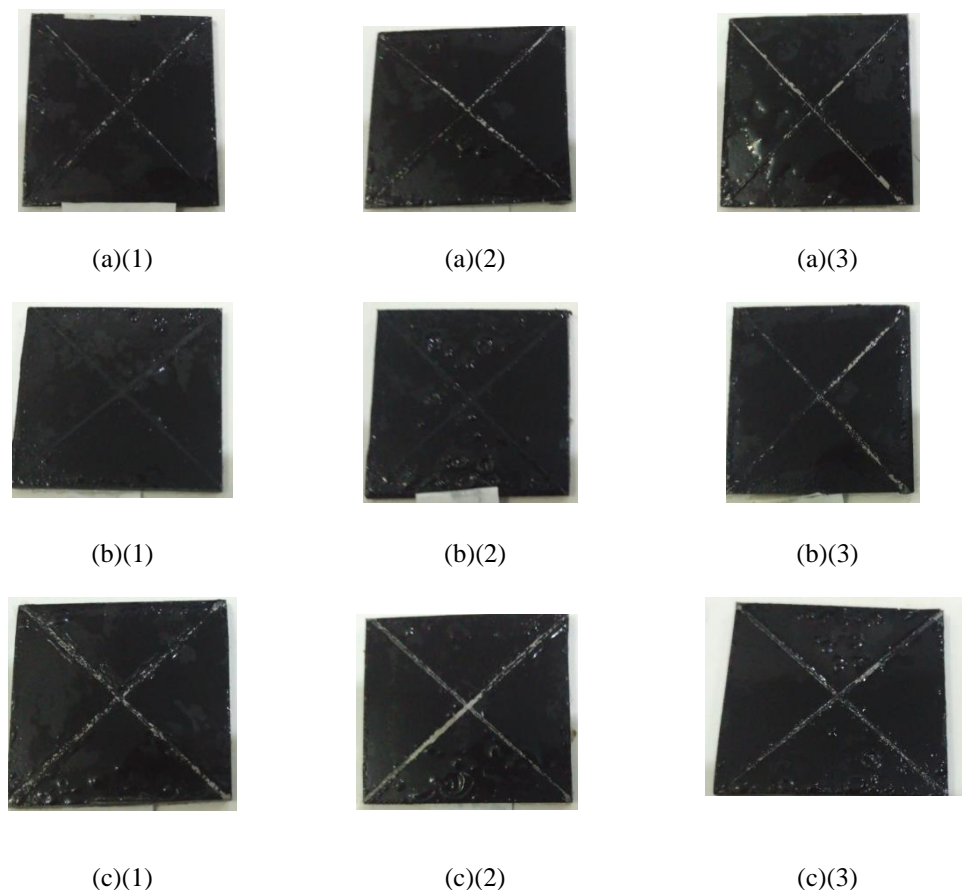


(b)

**Gambar 3. (a) Morfologi Hasil SEM Proses *Phosphating* Pada Temperatur 70<sup>0</sup> C dengan Penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> 2 gr/l (b)Morfologi Hasil SEM Proses *Phosphating* Pada Temperatur 80<sup>0</sup> C dengan Penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> 3 gr/l**

Dari gambar 3, menunjukkan proses *phosphating* pada temperatur 70<sup>0</sup> C dan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> 2 gram/l menghasilkan fasa *scholzite* yang tersebar secara merata, sedangkan proses *phosphating* dengan temperatur 80<sup>0</sup> C dan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> 3 gram/l fasa yang terbentuk didominasi oleh *hopeite*. Dari hasil uji *pull off* didapat hasil bahwa, kerekatan cat pada setiap sampel memiliki nilai yang berbeda-beda. Persebaran dan jumlah *coating hopeite* dan *coating schortzite* yang terbentuk mempengaruhi ikatan lapisan cat pada baja galvanis.

Uji korosifitas dilakukan untuk mengetahui kekuatan cat pada baja galvanis dari lingkungan. Uji korosi dilakukan berdasarkan standar ASTM B117 dan dengan metode imersi (perendaman) menggunakan larutan NaCl 5 %. Pengujian imesri dilakukan selama 96 jam. Uji korosifitas berdasarkan standar SNI 1452:2011, sampel dilakukan *X-cut* dan pengamatan dilakukan dengan mengamati adanya gelembung pada sejarak 3 mm dari goresan pada bagian luar kedua sisinya. Hasil uji tidak diperbolehkan terdapat karat melebihi 3 mm dari goresan pada kedua sisinya. Hasil pengujian ini menunjukkan kesesuaian dengan standar yang tercantum dalam SNI 1452:2011. Hasil analisa visual dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4. Hasil Uji Korosi Sampel dengan Proses *Phosphating* (a) temperatur 60<sup>0</sup> C, (b) temperatur 70<sup>0</sup> C, (c) temperatur 80<sup>0</sup> C dan (1) 1gr/l Ca(OH)<sub>2</sub>, (2) 2gr/l Ca(OH)<sub>2</sub>, (3) 3gr/l Ca(OH)<sub>2</sub>**

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan :

1. Pada temperatur 60°C tebal lapisan fosfat yang terbentuk akan meningkat seiring dengan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub>. Sedangkan pada temperatur 70° dan 80°C tebal lapisan fosfat yang terbentuk menurun seiring dengan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub>.
2. Proses *phosphating* yang dilakukan pada baja galvanis dengan temperatur 60°C, 70°C, 80°C dan dengan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> 1gr/l, 2gr/l dan 3gr/l pada tiap-tiap tiap temperatur celup dapat membentuk lapisan phosphate dengan komposisi lapisan berupa *scholzite* dan *hopeite*.
3. Nilai daya rekat paling optimum didapatkan pada proses *phosphating* dengan temperatur 70°C dan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> 2gr/l yaitu sebesar 4,167 MPa sedangkan daya rekat paling rendah sebesar 2,667 MPa didapatkan pada proses *phosphating* dengan temperatur 80°C dan penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> 3gr/l. Nilai daya rekat semakin baik apabila persebaran *scholzite* merata pada permukaan lapisan. Nilai daya rekat paling besar yaitu 4,167 MPa memiliki morfologi permukaan dengan bentuk butir yang kasar, g dan kecil-kecil.
4. Hasil analisa uji korosifitas baja galvanis yang telah dilakukan aplikasi pengecatan sesuai dengan standar SNI 1452:2011. Hasil uji menunjukkan tidak ada goresan atau kerusakan cat pada sisi luar *X-Cut* yang melebihi 3 mm.

## REFERENSI

- [1] M.G. Fontana, *Corrosion Engineering*, Edition 3<sup>rd</sup> (McGraw-Hill Book 3 Company, Singapore, 1987).
- [2] Narayanan, T.S.N Sankara. 2005. "*Surface Pretreatment By Phosphate Conversion Coating*" – A review. India
- [3] Kementerian Perindustrian Indonesia, 2014. Konsumsi Baja Indonesia
- [4] Slunder C. J. and W.K. Boyd "*Zinc and its Corrosion resistance*", Int. Lead Zinc Research NY 2nd Edn. 1983.
- [5] American Galvanizer Association. 2000. *Zinc Coating*.
- [6] Thomson G., "Paint over Galvanizing" Galvanizers Association of Australia, Melbourne 2001.
- [7] Ichiro Suzuki, *Corrosion Resistant Coatings Technology* (Marcel Dekker, Inc., New York, 1989) p. 167.
- [8] D.B. Freeman, *Phosphating and Metal Pretreatment - A Guide to Modern Processes and Practice* (Industrial Press Inc., New York, 1986).
- [9] Shreir, L.L. *corrosion Volume 1 etal/Enviromental Reaction* 3<sup>rd</sup> edition. Butterworth Heinemann
- [10] American Galvanizers Association. 2004. *Hot-Dip Galvanizing for Corrosion Prevention: A Guide to Specifying and Inspecting Hot-Dip Galvanized*
- [11] L.Wang. 2012. *Structure and Corrosion Resistance of a Composite  $\gamma$ -Amino Propyl Triethoxy Silane and  $\gamma$ -Glycidoxy Propyl Trimethoxy Silane Conversion Coating on Galvanized Steel*. Central Iron and Steel Research Institute
- [12] Thomas J. Langill, *Painting Over Hot Dip Galvanized Steel*, American Galvanizers Association
- [13] Waldie, J.M. 1974. *Surface coating Vol 2- Paints and Their Applications*. The educational Books. Australia.
- [14] Prof. Dr. O. Rentz. 2002. *Best Available Techniques (BAT) for the Paint - and Adhesive Application in Germany*
- [15] Donofrio. John. 2010. *Pretreatment Zinc Phosphating*. Chemetall Products Inc., New Providence, N.J

## Pengaruh Doping Asam Klorida terhadap Kristalinitas, Jumlah dan Mobilitas Pembawa Muatan dalam Polianilin

Arie Wibowo<sup>1,a</sup>, Bunbun Bundjali<sup>2</sup>, Bambang Sunendar P.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, ITB, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, ITB, Bandung, Indonesia

<sup>3</sup>Program Studi Teknik Fisika, Fakultas Teknologi Industri, ITB, Bandung, Indonesia

[ariewibowo@material.itb.ac.id](mailto:ariewibowo@material.itb.ac.id)

### Abstrak

*Plastic Solar Cells (PSCs) merupakan salah satu metoda alternatif yang menjanjikan untuk memanen energi matahari karena biayanya yang rendah. Akan tetapi pemakaian divais PSCs dipasaran masih terkendala dengan umur pakainya yang pendek karena ketidak stabilan material aktifnya diudara. Dalam hal ini, Polianilin (PANI) berpotensi untuk menjadi material aktif alternatif dalam aplikasi PSCs karena PANI merupakan salah satu polimer konduktif yang memiliki kestabilan tertinggi terhadap oksigen dan kelembaban. Tujuan penelitian ini adalah untuk mempelajari potensi PANI sebagai material aktif dalam PSCs, terutama dalam hal konsentrasi dan mobilitas pembawa muatan serta kristalinitas PANI. Konsentrasi dan mobilitas pembawa muatan PANI diperkirakan secara tidak langsung dengan menggunakan metoda Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) dan kristalinitasnya ditentukan dengan menggunakan metoda X-Ray Diffraction (XRD). Dari hasil EIS, diketahui bahwa PANI yang telah didoping dengan HCl (Emeraldine Salt; ES) memiliki konsentrasi dan mobilitas pembawa muatan ( $n = 7,88 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  dan  $\mu = 1,87 \times 10^3 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ ) yang lebih tinggi dari PANI yang tidak didoping (Emeraldine Base; EB) ( $n = 8,07 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$  dan  $\mu = 17,04 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ ). Hasil XRD menunjukkan bahwa ES memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dari EB. Berdasarkan hasil tersebut, ES memiliki potensi yang lebih baik sebagai material aktif dalam aplikasi PSCs.*

**Kata kunci:** *plastic solar cells*, polianilin, polimer konduktif, mobilitas pembawa muatan, kristalinitas

### PENDAHULUAN

Kekhawatiran akan mulai menipisnya cadangan minyak dan terjadinya pemanasan global telah mendorong penelitian yang sangat besar dalam pengembangan sel surya sebagai salah satu sumber energi alternatif yang ramah lingkungan. Selain riset dibidang sel surya berbasis silikon, saat ini banyak peneliti yang mencurahkan perhatiannya dibidang *Plastic Solar Cells* (PSCs) karena biaya produksi yang rendah, dapat diproses dari larutan untuk area *coating* yang luas, kecepatan proses yang sangat tinggi, fleksibel dan sangat ringan.<sup>1</sup>

Akan tetapi riset di bidang PSCs masih menemui kendala terutama pada efisiensi yang rendah dan umur pakai yang pendek. Pendeknya umur pakai PSCs disebabkan karena poly(p-phenylene vinylene) (PPV), polimer konduktif yang sangat sering digunakan sebagai material aktif didalam PSCs, merupakan polimer konduktif yang memiliki kestabilan yang rendah di udara. Hal ini terutama dikarenakan oleh terjadinya fotodegradasi yang dipicu oleh adanya oksigen dan kelembaban.<sup>2</sup> Diantara beberapa jenis polimer konduktif yang ada, Polianilin (PANI) memiliki kestabilan tertinggi terhadap oksigen dan kelembaban sehingga berpotensi untuk mengatasi masalah ketidakstabilan polimer konduktif dalam PSCs.<sup>3</sup> Selain itu, PANI dapat disintesis dari bahan yang murah dengan proses sintesis yang mudah. Akan tetapi hingga saat ini penelitian yang menggunakan PANI sebagai bahan aktif dalam PSCs masih belum banyak. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui potensi PANI sebagai material aktif dalam PSCs.

Untuk mendapatkan kinerja sel surya yang optimal, salah satu karakteristik yang harus dipenuhi oleh material aktif dalam PSCs adalah memiliki mobilitas pembawa muatan yang cukup tinggi.<sup>4</sup> Dalam penelitian ini, mobilitas pembawa muatan PANI ditentukan secara tidak langsung dengan menggunakan metoda

*Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS). Pengaruh keberadaan HCl sebagai doping terhadap jumlah dan mobilitas pembawa muatan serta kristalinitas PANi akan dipelajari dengan tujuan untuk mengetahui mana yang memiliki potensi lebih besar sebagai material aktif dalam PSCs.

## METODA

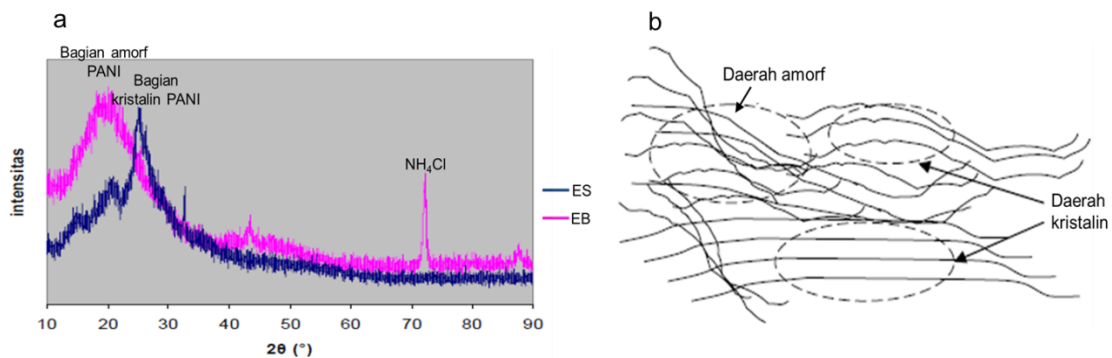
Semua bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini (anilin, amonium peroksi disulfat (APS), HCl, aseton,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ) berderajat pro analisis (p.a). Untuk mendapatkan PANI melalui metoda oksidasi secara kimia, sebanyak 1,82 mL anilin (20 mmol) dilarutkan kedalam 50 mL larutan HCl 1M dan dibiarkan selama 1 jam. Pada saat yang bersamaan, sebanyak 5,71 g APS (25 mmol) dilarutkan kedalam 50 mL air dan dibiarkan selama 1 jam. Setelah itu kedua larutan dicampurkan dan diaduk sebentar, kemudian dibiarkan selama 1 hari untuk terjadinya polimerisasi. PANI yang mengendap dikumpulkan dengan menggunakan filter. Lalu dilakukan pencucian dengan HCl 0,2 M sebanyak tiga kali yang dilanjutkan dengan pencucian dengan menggunakan aseton sebanyak tiga kali. Serbuk PANI hidroklorida (ES) dikeringkan didalam oven pada temperatur  $60^\circ\text{C}$ . Sedangkan untuk mendapatkan serbuk PANI tanpa doping atau emeraldine base (EB), serbuk ES kering ditambahkan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan diaduk hingga padatan berubah menjadi biru. Kemudian disaring dan dikeringkan pada temperatur  $60^\circ\text{C}$ .<sup>5</sup>

Untuk mengetahui konduktifitas, konsentrasi pembawa muatan dan mobilitas hole dari PANI yang dihasilkan, dilakukan pengujian dengan menggunakan metoda *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) (Potensiostat/Galvanostat PGZ 301 Voltalab 40 (*software*: volta master 4). Sampel sebanyak  $100 \pm 10$  mg digerus halus lalu ditekan dengan tekanan 700 kN selama 5 menit sehingga didapat pelet berwarna hijau gelap untuk emeraldine salt (ES) dan coklat gelap untuk emeraldine base (EB). Diameter pellet 1,3 cm, luas permukaan  $1,33 \text{ cm}^2$  dan ketebalan  $0,70 \pm 0,03$  mm. Sedangkan untuk mengetahui kristalinitas dari polimer yang dihasilkan, dilakukan pengujian dengan menggunakan metoda serbuk *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan menggunakan Philips Analytical X-Ray B.V (radiasi  $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ).

## HASIL PEMBAHASAN

### Penentuan Krsitalinitas dengan Metoda XRD

Sifat transfer muatan dalam polimer konduktif sangat dipengaruhi oleh kristalinitas sampel, prosedur doping dan *aging*.<sup>6</sup> Metoda XRD dapat digunakan untuk menentukan kristalinitas sampel polimer. Pola XRD dari sampel EB dan ES serta ilustrasi mengenai adanya daerah amorf dan kristalin dalam suatu polimer dapat dilihat secara berurutan pada Gambar 1.a dan 1.b. Dari hasil XRD dapat terlihat perbedaan yang jelas antara sampel EB dan ES. Sampel EB yang dihasilkan bersifat amorf dengan puncak yang melebar pada  $2\theta = 20^\circ$ . Sedangkan pada sampel ES yang dihasilkan lebih bersifat kristalin dengan dua puncak lemah pada daerah *background* ( $2\theta = 15^\circ$  dan  $20^\circ$ ) dan satu puncak tajam pada  $2\theta = 25^\circ$ . Berdasarkan literatur, ketiga puncak tersebut menunjukkan karakteristik ES yang mengindikasikan adanya daerah kristalin yang terdispersi ke dalam medium amorf.<sup>7,8</sup> Adanya daerah amorf pada polimer konduktif dapat mengakibatkan terjadinya lokalisasi pembawa muatan.<sup>6</sup> Selain itu terdapat perbedaan pada nilai *d-spacing* yang menunjukkan jarak antar cincin fenil dalam susunan antar rantai dari kedua sampel. Semakin dekat jarak antar cincin fenil maka pembawa muatan akan lebih terdelokalisasi. Pada sampel ES, nilai *d-spacing* dari puncak  $25^\circ$  adalah  $\sim 3,5 \text{ \AA}$ . Sedangkan pada sampel EB, nilai *d-spacing* dari puncak  $20^\circ$  adalah  $\sim 4,3 \text{ \AA}$ .<sup>7</sup> Karena itu konduktifitas ES diharapkan akan lebih tinggi daripada ES.

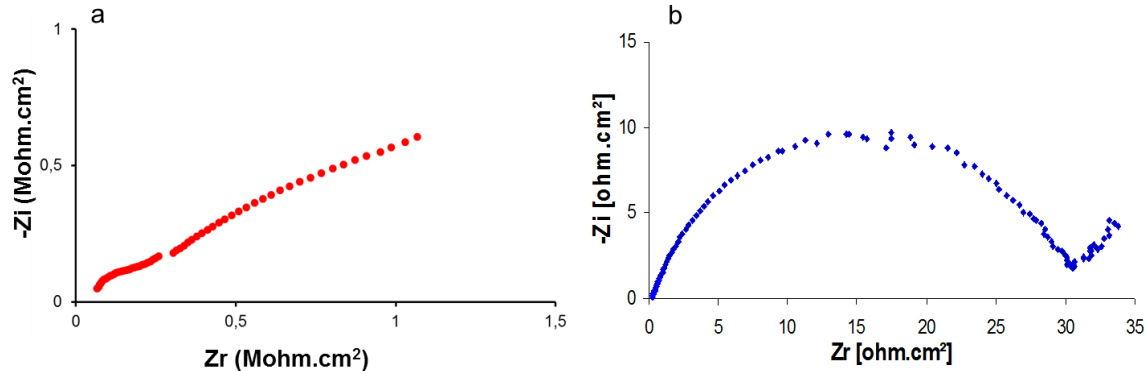


Gambar 1. a) Pola XRD dari PANI sebelum didoping dengan HCl (EB) dan yang telah didoping dengan HCl (ES), b) ilustrasi keberadaan daerah kristalin dan amorf didalam suatu polimer.

### Penentuan Jumlah dan Mobilitas Pembawa Muatan dengan Metoda EIS



Pada penelitian ini digunakan metoda *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) untuk pengukuran konduktifitas, jumlah dan mobilitas pembawa muatan karena metode ini dapat menghindari terjadinya penumpukan pembawa muatan pada salah satu elektroda sehingga lebih akurat.<sup>9,10</sup> Spektra EIS untuk EB dan ES dapat dilihat pada Gambar 2.a dan 2.b berikut ini:



**Gambar 2. Spektra EIS dari sampel: a) EB dan b) ES**

Dari data EIS, dapat diketahui konduktifitas sampel dengan menggunakan Eq. 1:<sup>9,10</sup>

$$\sigma = \frac{l}{R.A} \quad (1)$$

dengan  $\sigma$  = Konduktifitas (S/cm)  
 $R$  = Resistansi ( $\Omega$ )  
 $l$  = Jarak antar elektroda / ketebalan sampel (cm)  
 $A$  = Luas permukaan kontak elektroda ( $\text{cm}^2$ )

Selanjutnya jumlah dan mobilitas pembawa muatan dapat ditentukan secara berurutan dengan menggunakan Eq. 2 dan Eq. 3 berikut ini:<sup>10</sup>

$$n = \left( \frac{\sigma}{\sqrt{X-1} \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_s' \cdot \omega_x} \right)^4 \frac{\epsilon_0 \cdot \epsilon_s' \cdot kT}{e^2 \cdot d^2} \quad (2)$$

$$\sigma = n \cdot e \cdot \mu \quad (3)$$

dengan  $n$  = konsentrasi pembawa muatan ( $\text{cm}^{-3}$ )  
 $\mu$  = mobilitas pembawa muatan ( $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ )  
 $\sigma$  = Konduktifitas (S/cm)

$$X = \frac{\epsilon' \omega(x)}{\epsilon_s'}$$

$\epsilon_0$  = Permittifitas vakum ( $8,85 \times 10^{-14}$  F/cm)

$\epsilon_s$  = Polarisasi material

$\omega_x$  = Frekuensi ( $\omega = 2\pi f$ ) (Hz)

$k$  = Konstanta boltzmann ( $1,38 \times 10^{-23}$  J/K)

$T$  = Temperatur pengukuran (298 K)

$e$  =  $1.602 \times 10^{-19}$  C

$d$  = Jarak antar elektroda / ketebalan sampel (cm)

Hasil pengolahan data EIS dari sampel EB dan ES disarikan dalam Tabel 1. Seperti yang dapat dilihat pada Tabel 1, diketahui bahwa sampel ES memiliki konduktifitas, jumlah dan mobilitas pembawa muatan ( $\sigma = 2,24 \times 10^{-3}$  S/cm,  $n = 7,88 \times 10^{13}$   $\text{cm}^{-3}$  dan  $\mu = 1,87 \times 10^3$   $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ ) yang lebih tinggi daripada sampel EB ( $\sigma = 4,12 \times 10^{-9}$  S/cm,  $n = 8,07 \times 10^9$   $\text{cm}^{-3}$  dan  $\mu = 17,04$   $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ ). Hal ini karena jika suatu polimer konduktif

didoping, maka akan terbentuk polaron yang dapat bergerak didalam rantai polimer sehingga akan meningkatkan konduktifitas, jumlah dan mobilitas pembawa muatan dari sampel polimer.<sup>11</sup> Diharapkan dengan semakin meningkatnya mobilitas pembawa muatan dalam suatu material, maka akan meningkatkan *short circuit current* (ISC) dari divais PSC yang dihasilkan. Meskipun begitu, konduktifitas, jumlah dan mobilitas pembawa muatan sampel ES yang dibuat masih lebih rendah dari PANI yang didoping dengan HCl dari literatur ( $\sigma = 84,75$  S/cm,  $n = 1,53 \times 10^{16}$  cm<sup>-3</sup> dan  $\mu = 3,46 \times 10^4$  cm<sup>2</sup>V<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>).<sup>13</sup> Hal ini mungkin disebabkan karena masih banyaknya daerah amorf dari sampel ES yang dapat mengakibatkan terjadinya lokalisasi pembawa muatan, dan pada akhirnya akan menurunkan konduktifitas, jumlah dan mobilitas pembawa muatan dalam suatu polimer.<sup>6</sup>

**Tabel 1. Hasil pengolahan data EIS dari sampel EB dan ES**

Parameter	EB	ES
$R_1$	73,82 k $\Omega$ .cm <sup>2</sup>	74,97 m $\Omega$ .cm <sup>2</sup>
$R_2$	16,92 M $\Omega$ .cm <sup>2</sup>	31,15 $\Omega$ .cm <sup>2</sup>
$C_s$	26,32 pF/cm <sup>2</sup>	143,00 $\mu$ F/cm <sup>2</sup>
$\sigma_{\text{material}}$	$4,12 \times 10^{-9}$ S/cm	$2,24 \times 10^{-3}$ S/cm
$N$	$8,07 \times 10^9$ hole/cm <sup>3</sup>	$7,88 \times 10^{13}$ hole/cm <sup>3</sup>
$\mu_h$	$17,04$ cm <sup>2</sup> V <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup>	$1,87 \times 10^3$ cm <sup>2</sup> V <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup>

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ES memiliki potensi yang lebih baik daripada EB untuk digunakan sebagai material aktif di dalam PSCs karena memiliki kristalinitas, konduktifitas, jumlah dan mobilitas pembawa muatan yang lebih tinggi daripada EB.

## DAFTAR PUSTAKA

1. B. Simmermann, M. Glatthaar, M. Niggemann, M. Riede, A. Hinsch, Electroabsorption studies of organic bulk-heterojunction solar cells, *Thin Solid Film*, 493, 2005, 170 – 174.
2. G. Dennler, C. Lungenschmied, H. Neugebauer, N.S. Sariciftci, M. Latreche, G. Czeremuszkin, M.R. Wertheimer; A new encapsulation solution for flexible organic solar cells, *Thin Solid Film*; 2005.
3. N. Chandrakanthi, M.A Careem, Thermal stability of polyaniline, *Polymer Bulletin*, 44, 2001, 101 – 108.
4. S. Sensfuss, M. Al-Ibrahim; "Optoelectronic Properties of conjugated Polymer/Fullerene binary pairs with variety of LUMO level differences" in *Organic Photovoltaic*, 2004, 529 – 557.
5. J. Stejskal, R.G, Gilbert; Polyaniline, preparation of conducting polymer *Pure Appl. Chem, IUPAC*, 74, 2002, 857 – 867.
6. R.S. Kohlman, A.J. Epstein; "Insulator-Metal Transition and Inhomogenous Metallic State in Conducting Polymers" in *Handbook of Conducting Polymers*; 1998.
7. K. Lee, S. Cho, S. H. Park, A. J. Heeger, C. W. Lee, S. H. Lee, Metallic transport in polyaniline, *Nature*, 441, 2006, 65-68.
8. M. Al-Ibrahim, H.K. Roth, U. Zhokhavets, G. Gobsch, S. Senfuss; Flexible large area polymer solar cells based on poly(3-hexylthiophene)/fullerene, *Solar Energy Material & Solar Cells*; 85, 2005, 13 – 20.
9. M. Abdullah, W. Lenggoro, K. Okuyama, Polymer electrolyte nanocomposite, dalam *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology*, Nalwa, H.S., editor, American Scientific Publishers, 2004, 1-31.
10. E. Barsoukov, J. R. Macdonald; "*Impedance Spectroscopy, Theory, Experiment and Applications*"; 2005, pp 1-26. 205-264, and 302-325
11. J. R. MacDonald, W. B. Johnson, Fundamental of impedance spectroscopy, dalam buku *Impedance Spectroscopy: Theory, Experiment and Applications*, E. Barsoukov, dan J. R. MacDonald, editor, John Wiley & Sons, 2005, 1-26. 205-264, 302-325
12. P. Andersson, *Electrochromic Polymer Device: Active-Matrix Displays and Switchable Polarizers*, Dissertation, Linkopings Universitet Institute of Technology, Sweden, 2006.

13. P. Ghosh, A. Sarkar, M. Ghosh, A. K. Meikap, S. K. Chattopadhyay, S. K. Chatterjee, A study on hall voltage and electrical resistivity of doped conducting polyaniline, *Czechoslovak Journal of Physics*, 2003, 53, 1219-1227.

## **PENGARUH SiC PADA BAJA KARBON RENDAH HASIL PELEBURAN SCALLING BAJA DAN BESI LATERIT KADAR RENDAH**

***Dedi Irawan, Saefudin***

*Pusat Penelitian Metalurgi Dan Material – LIPI, Tangerang Selatan.*

*Saef1959@gmail.go.id*

### ***Abstrak***

*Pada percobaan penelitian ini telah dilakukan pengaruh SiC pada baja karbon rendah hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah. Dimana komposisi hasil penambahan SiC sangat berpengaruh pada hasil C dan Si yang bertambah sehingga akan berpengaruh pada kekerasan dan struktur mikronya. Proses peleburannya dilakukan dengan menggunakan arc furnace skala lab. Setelah proses peleburan, produk kemudian dilakukan uji komposisi, uji kekerasan dan pemeriksaan metalografi terhadap sampel percobaan. Hasil yang paling baik adalah baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC yaitu sampel II dengan kekerasan yang diperoleh diperoleh 494 HB berfasa martensit karena mengalami pengejutan dengan media air sedangkan sampel I kekerasan yang diperoleh 463 HB fasa yang diperoleh yaitu perlit dan ledeburit tanpa dikejut dengan media air.*

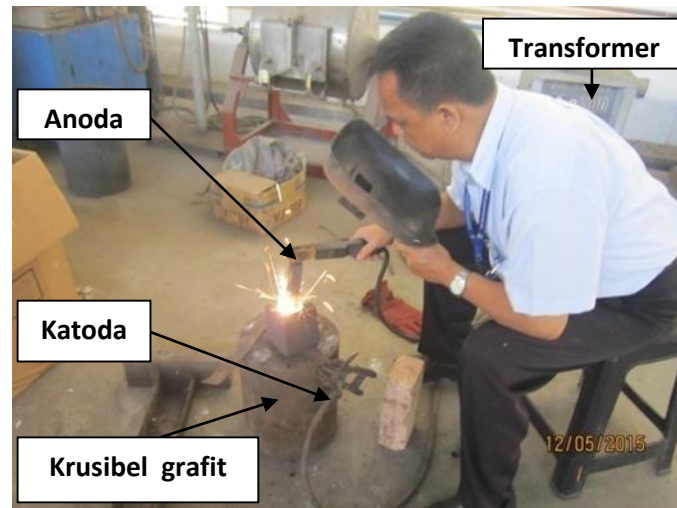
**Kata kunci :** *Scalling baja, Besi laterit kadar rendah, SiC, Arc furnace, Pengejutan, Martensit, Perlit dan ledeburit*

### **Pendahuluan**

Pada percobaan penelitian ini, telah dilakukan proses peleburan antara scalling baja dengan besi laterit kadar rendah. Penambahan besi laterit kadar rendah divariasikan persen beratnya. Peleburannya menggunakan *Arc Furnace* skala lab. Hasil peleburan berupa baja karbon rendah. Hasil peleburan ini kemudian dipadu dengan unsur SiC. Tujuan penambahan dari unsur SiC adalah agar meningkatkan kadar C dan Si pada baja karbon rendah. Efek dari penambahan unsur C dan Si dari material SiC tersebut untuk meningkatkan sifat kekerasan dan struktur mikro hasil peleburan. Dengan penambahan unsur C, posisi pada fasa diagram kesetimbangan Fe-Fe<sub>3</sub>C akan bergeser kekanan. Sedangkan fasa perlit akan bertambah dan fasa ferit akan berkurang. Hal ini mengakibatkan fasa akan berubah maka sifat materialnya pun akan berubah pula terutama sifat kekerasannya dikarenakan penambahan fasa perlit. Dimana sifat dari fasa perlit sendiri keras. Pada penambahan SiC juga melalui proses peleburan menggunakan arc furnace skala lab, hasil dari peleburan adalah baja karbon rendah yang selanjutnya dipadu dengan SiC. Kemudian dilakukan pengujian untuk melihat pengaruh, kekerasan dan struktur mikro yang terbentuk.

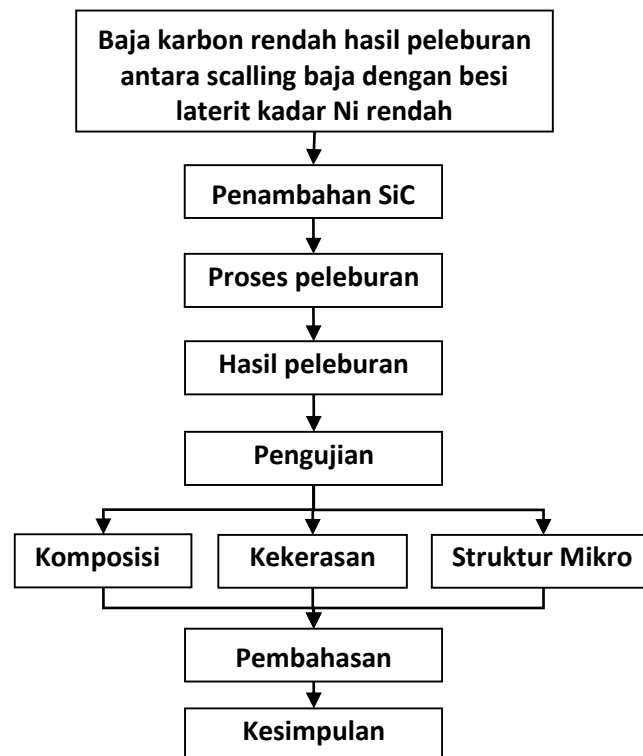
### **Langkah Percobaan**

Baja karbon rendah dari hasil proses peleburan antara scalling baja dengan besi laterit kadar rendah, dimana sudah diketahui beratnya, komposisi kimia, struktur mikro dan kekerasa,. dari sejumlah sampel percobaan ( 5 sampel ),kemudian dihitung material balancenya yaitu penambahan persen beratnya SiC terhadap berat produk yang sudah ada. kemudian dilebur dalam arc furnace terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Arc furnace yang dimodifikasi.

Prosedur percobaan dapat dilihat, seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Diagram alir percobaan penelitian.

Penambahan paduan SiC pada baja karbon rendah dari hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah, dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. SiC yang ditambahkan pada baja karbon rendah hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah**

Sampel No	Breat coran (gram)	Penambahan SiC (gram)
I	66.32	11.0
II	68.69	11.3
III	50.62	8.13
IV	41.84	7.00
V	46.42	7.08

**Data hasil percobaan**

Material hasil peleburan antara scalling baja dengan besi laterit kadar Ni rendah.

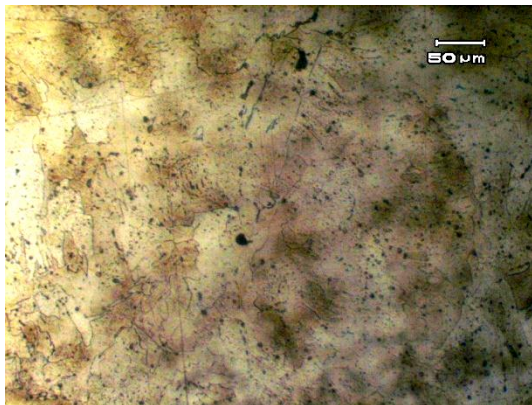
**Tabel 2. Hasil uji pemeriksaan komposisi kimia logam hasil peleburan dari semua sampel hasil peleburan scalling baja dan besi laterit rendah.**

NO	Unsur	Komposisi Campuran sampel (%)					
		I	II	III	IV	V	Scaling Baja
1	C	0.0091	0.0002	0.0006	0.1272	0.0322	0.1107
2	Si	0.0006	0.0012	0.1177	0.0789	0.0024	0.0181
3	S	0.0988	0.0198	0.0870	0.1146	0.0999	0.0471
4	P	0.0025	0.0024	<0.0001	0.0119	0.0009	0.0011
5	Mn	0.0484	0.0354	0.0794	0.1371	0.0598	0.1304
6	Ni	0.3065	0.7833	0.9488	0.5464	1.2060	0.1995
7	Cr	0.0755	0.0170	0.1273	0.5443	0.0910	0.1144
8	Mo	0.0205	0.0239	0.0210	0.0148	0.0227	0.0203
9	V	0.0015	0.0017	0.0026	0.0039	0.0030	0.0013
10	Cu	0.0789	0.1084	0.0834	0.0457	0.1172	0.0435
11	W	0.0031	0.0023	0.0006	0.0038	0.0041	0.0127
12	Ti	0.0014	0.0015	0.0037	0.0026	0.0019	0.0031
13	Fe	99.304	98.951	98.231	98.272	98.286	99.244

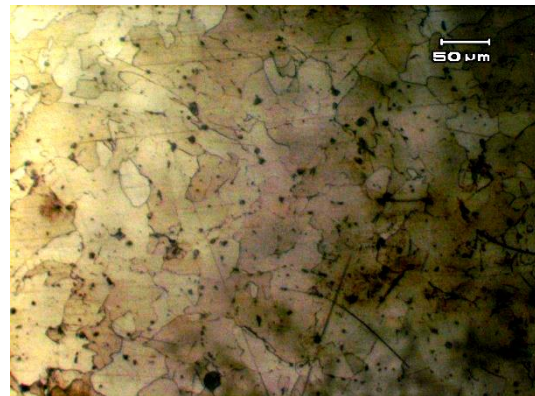
**Tabel 3. Hasil Uji kekerasan (HB) dari sampel hasil peleburan.**

Sampel	Hasil kekerasan (HB) hasil Peleburan	
	Tanpa Penambahan SiC	Dengan Penambahan SiC
I	140	464
II	193.3	494
III	169	335
IV	377.7	428
V	184.6	350

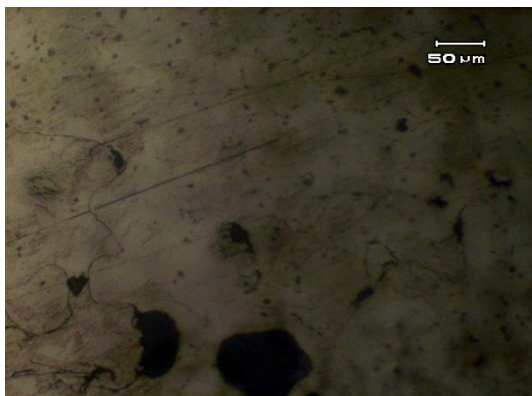
Hasil pemeriksaan komposisi kimia pada baja karbon rendah dari hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah yang dipadu dengan SiC, dapat dilihat pada Tabel 4.



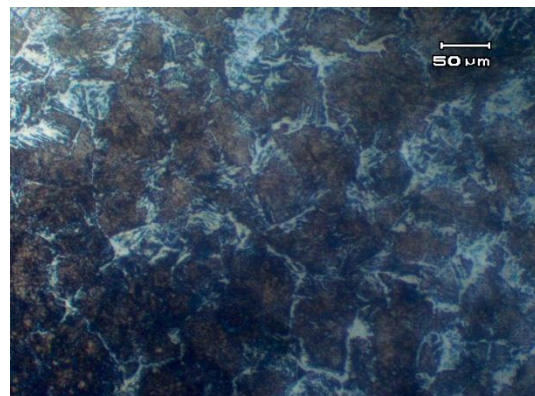
(a)



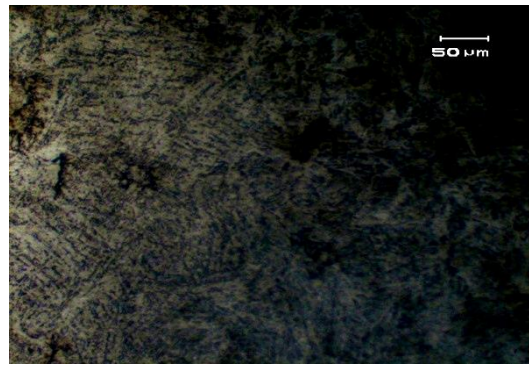
(b)



(c)



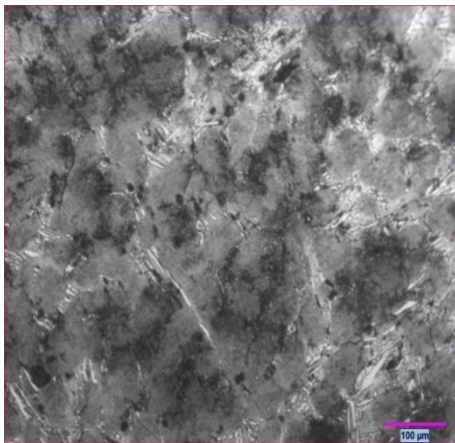
(d)



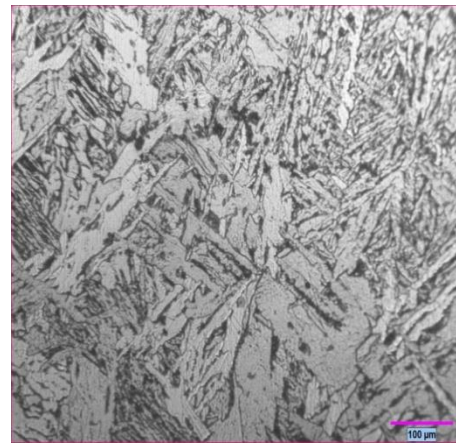
(e)

**Gambar 3. Struktur Mikro menunjukkan fasa ferit dan perlit hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah (a) Sampel I (b) sampel II (c) Sampel III (d) Sampel IV dan (e) Sampel V**

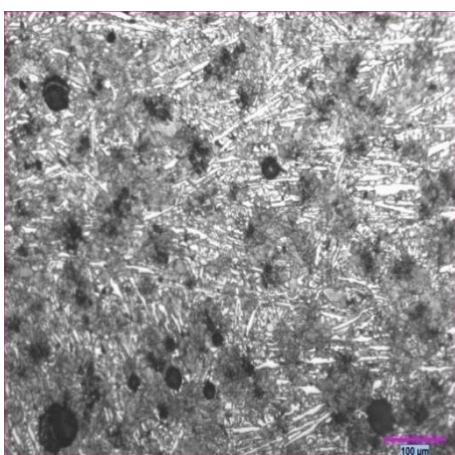
Hasil pemeriksaan struktur mikro dengan menggunakan etsa nital dapat dilihat pada Gambar 4.



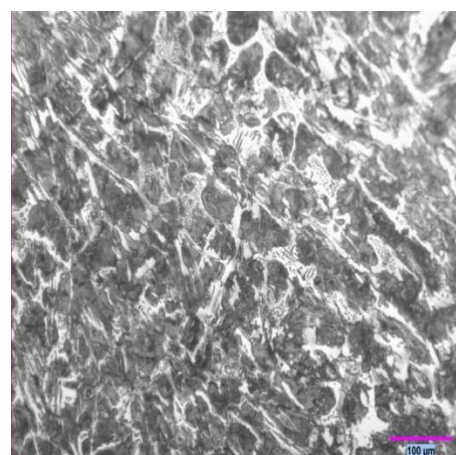
(a)



(b)

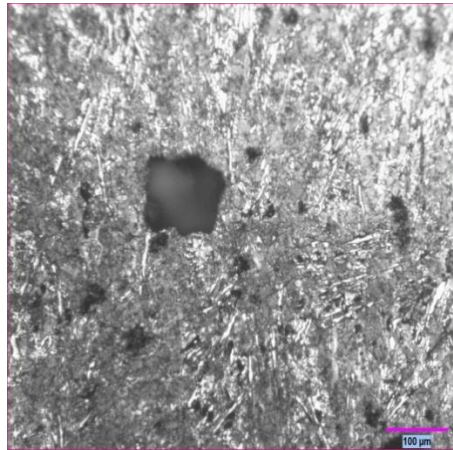


(c)



(d)





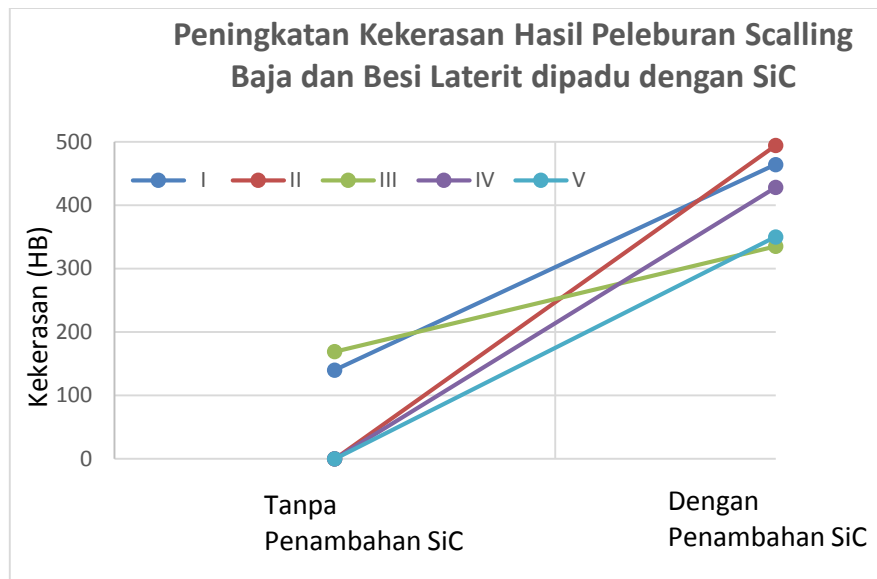
(e)

**Gambar 4. Struktur mikro baja karbon rendah hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah yang dipadu dengan SiC (a) sampel I (b) Sampel II (c) Sampel III (d) Sampel IV dan (e) Sampel V**

**Tabel 4. Hasil komposisi kimia pada baja karbon rendah hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah yang dipadu dengan SiC, dengan menggunakan Spektrometer.**

NO	Unsur	Sampel				
		I	II	III	IV	V
1	C	1.60840	1.5509	0.06961	1.65199	2.51301
2	Si	2.85092	0.58398	0.22604	3.20318	4.54053
3	S	0.0994	0.0395	0.0490	0.0505	0.0877
4	P	0.0056	0.003	0.0072	0.0072	0.0029
5	Mn	0.09671	0.10497	0.39776	0.15149	0.09068
6	Ni	0.31788	0.6647	0.99611	0.53966	1.10010
7	Cr	0.14693	0.10358	0.04432	0.27978	0.14754
8	Mo	0.02139	0.03370	0.04875	0.2070	0.02313
9	V	0.00271	0.00407	0.01244	0.00397	0.00161
10	W	0.00871	0.01575	0.10075	0.02410	0.00543
11	Ti	0.00551	0.00569	0.01383	0.00766	0.00734
12	Cu	0.08733	0.07400	0.0983	0.37391	0.09811
13	Fe	94.6709	96.7291	97.4972	93.5494	91.3028

Pemeriksaan kekerasan dengan Uji Keras Brinell (HB) hasil peleburan baja karbon rendah yang dipadu dengan SiC, dapat dilihat pada Tabel 3.



**Gambar 5. Peningkatan kekerasan HB hasil peleburan dengan penambahan SiC**

## **Pembahasan**

### **Hasil Uji struktur mikro dari kelima sampel hasil peleburan scalling baja dan besi laterit kadar rendah.**

Ternyata kekerasan yang paling baik adalah baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC dibandingkan dengan baja karbon rendah hasil dari peleburan antara scalling baja dengan besi laterit kadar Ni rendah secara dilihat dari hasil semua sampel uji keras. Dan kekerasan yang paling tinggi adalah sampel II dari baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC dimana struktur mikronya berfasakan martensit. Terjadinya martensit karena sampel tersebut terlalu cepat didinginkan dengan air maka seperti sampel II mengalami *quenching* dengan media air. Maka terjadilah fasa martensit yang bersifat keras yaitu kekerasan yang diperoleh 494 HB.

Untuk kekerasan berikutnya adalah sampel I kekerasan yang diperoleh 463 HB adapun hasil struktur mikronya berfasakan perlit dan ledeburit, dan kekerasan berikutnya sampel IV kekerasan yang diperoleh 428 HB struktur mikro yang ada berfasakan perlit dan sementit, selanjutnya kekerasan berikutnya sampel V adapun kekerasan yang diperoleh 350 HB dan terakhir untuk kekerasan yang paling rendah diperoleh 335 HB struktur mikro berfasakan ferit dan perlit.

Hal ini kalau dilihat komposisinya kadar C dan Si yang terkandung rendah yaitu C = 0.07% dan Si = 0.23%. Bila dilihat pada fasa diagram kesetimbangan Fe-Fe<sub>3</sub>C, posisi komposisi tersebut pada daerah ferit dan perlit. Kalau hasil kekerasan baja karbon rendah dilihat pada grafik kekerasan yang paling tinggi adalah sampel IV yaitu kekerasan yang diperoleh 377.7 HB. Hal ini karena komposisi C yang paling tinggi yaitu C = 0.13%. Sedangkan fasa yang ada ferit dan perlit dan kekerasan yang paling rendah yaitu sampel I. Kekerasan yang diperoleh 140HB. Hal ini diakibatkan komposisi C dan Si sangat rendah yaitu C = 0.009 dan Si = 0.0006. Dalam hal ini fasa yang ada yang paling banyak adalah ferit dan sedikit perlit.

## **Kesimpulan.**

1. Jadi kekerasan yang paling baik adalah baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC yaitu sampel II yang berfasakan martensit yaitu kekerasan yang diperoleh 494HB dan yang kedua yang tidak mengalami proses pengejutan adalah sampel I kekerasan yang diperoleh 463HB yang berfasakan perlit dan ledeburit.
2. Kekerasan yang tinggi dari baja karbon rendah dari hasil peleburan antara scalling baja dengan besi laterit kadar Ni rendah tanpa dipadu dengan unsur SiC kekerasan yang diperoleh paling tinggi adalah sampel IV kekerasannya adalah 377.7HB berfasakan ferit dan perlit dimana daerah perlitnya lebih banyak. Dibandingkan kekerasan yang diperoleh kekerasan rendah yaitu 140 HB, fasa yang ada ferit dan perlit dimana fasa ferit yang lebih banyak dan perlit sangat sedikit akibat dari kandungan komposisi kimia kadar C dan Si nya sangat rendah yaitu untuk C = 0.009% dan Si = 0.0006%.

**Daftar Pustaka.**

1. Van Vlack.L.H.1989. *Elemens of Materal Science and Engineering*. Published by person education inc. publishing as prentice hal.1 6<sup>th</sup> edition ISBN 0201093146
2. Avner”Introduction to Physical Metallurgy” Second Edition oppy Right © 1974,1964 by Mc Graw Hill, inc.
3. E.R.PettyBcc Phd.AJM “Physical Metallurgy Of Engineering Materials” George Allen and Unwin Ltd.
4. Dieter “ Mechanical Metalurgi “ Mc Graw Hill Second Edition, 1976.

## Simulasi Monitoring Proses Flotasi Kolom Menggunakan *Electrical Capacitance Volume Tomography*

Didied Haryono<sup>1</sup>, Hermansyah Emir Faisal<sup>2</sup>, Kholis Daniah<sup>3</sup>, Harisma Nugraha<sup>4</sup>, Mahfudz Al Huda<sup>5</sup>, Sri Harjanto<sup>6</sup>

<sup>1,2,3</sup> Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon Indonesia

<sup>4,5</sup> CNDTPI C-Tech Lab. PT Edwar Teknologi, Tangerang Indonesia

<sup>6</sup> Departemen Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia, Depok Indonesia

<sup>a</sup> didied\_har@yahoo.com

### ABSTRAK

Flotasi merupakan proses pemisahan mineral berharga dari pengotornya berdasarkan sifat permukaan mineral yaitu sifat hidrofob dan hidrofil. Monitoring proses flotasi mengamati gelembung flotasi secara statis dan dinamis. Sampai saat ini monitoring proses flotasi menggunakan *machine vision*, suatu rangkaian kamera beresolusi tinggi yang dihubungkan dengan program computer. Hasil dari system ini adalah gambar secara 2 dimensi, yaitu gambar pada sumbu x-y. Untuk dapat memonitor secara 3 dimensi, yaitu pada sumbu x, y dan z digunakan sistem *Electrical Capacitance Volume Tomography (ECVT)*. Untuk melihat kemampuan sistem ECVT dalam memonitor proses flotasi, dilakukan simulasi dengan software komputasi *OpenFOAM*. Simulasi yang dilakukan bertujuan untuk memodelkan kelompok gelembung yang terbentuk saat terjadinya proses flotasi pada flotasi kolom, dan menentukan volume kelompok gelembung yang berada di dalam kolom. Tahapan pertama simulasi ini adalah melakukan studi literatur tentang simulasi CFD dan simulasi ECVT untuk menentukan batasan simulasi. Tahap kedua yaitu melakukan simulasi CFD flotasi kolom dengan variabel; ukuran gelembung dan kecepatan injeksi udara. Tahap ketiga melakukan simulasi ECVT dengan obyek gelembung statis dan tahap terakhir melakukan simulasi integrasi ECVT-CFD. Hasil analisis simulasi ECVT dengan obyek gelembung statis, didapatkan volume daerah gelembung untuk daerah gelembung tiga layers, enam layers, dan sembilan layers masing-masing  $11.148 \text{ cm}^3$ ,  $21.486 \text{ cm}^3$  dan  $32.070 \text{ cm}^3$ . Hasil simulasi integrasi CFD-ECVT didapatkan volume gelembung per time frame pada 0,85 sekon, 0,95 sekon dan 1,05 sekon adalah  $15.12 \text{ cm}^3$ ,  $12.64 \text{ cm}^3$ ,  $7.243 \text{ cm}^3$ . Ukuran dan distribusi ukuran gelembung pada proses flotasi mempengaruhi persen perolehan dan kadar yang dihasilkan. Oleh karena itu pengembangan hasil simulasi gelembung dinamis pada flotasi kolom diharapkan mampu memberikan hubungan antara image gelembung dengan persen perolehan pada proses flotasi kolom.

**Kata Kunci** Flotasi kolom, Kelompok Gelembung, Simulasi CFD-ECVT, image gelembung.

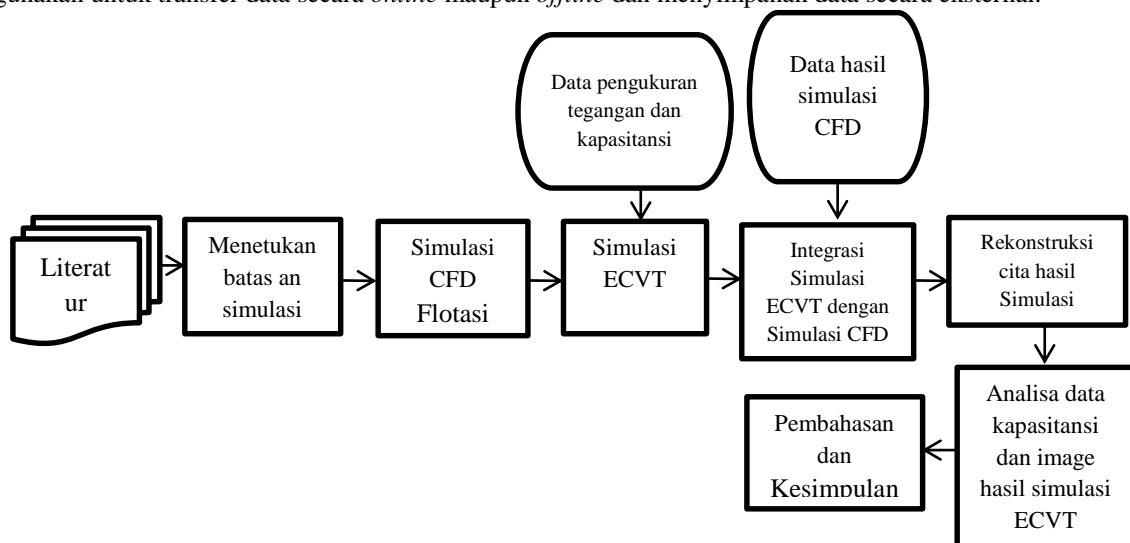
### PENDAHULUAN

Flotasi merupakan proses pemisahan mineral berharga dari pengotornya berdasarkan sifat permukaan mineral. Permukaan partikel yang bersifat hidrofob akan mengapung dan partikel yang bersifat hidrofil akan mengendap<sup>[1]</sup>. Monitoring proses flotasi mengamati gelembung pada proses flotasi secara statis dan dinamis. Monitoring proses flotasi selama ini menggunakan *machine vision*, yaitu suatu rangkaian alat yang terdiri dari kamera bersolusi tinggi, lampu yang diletakkan pada bagian atas kolom dan program komputer<sup>[2]</sup>. Hasil monitoring dengan *machine vision* ini hanya mampu memonitoring pada sumbu x-y pada permukaan *froth*. Untuk memonitor pada sumbu x, y dan z digunakan teknologi tomografi yaitu *Electrical Capacitance Volume Tomography (ECVT)*. ECVT merupakan teknik tomografi yang memanfaatkan sifat kapasitansi listrik dari benda yang bersifat nonkonduktif. Pada ECVT terdapat pasangan sensor atau elektroda yang secara bergantian menghasilkan kapasitansi yang terukur yang dipengaruhi oleh distribusi permitivitas yang ada di dalamnya<sup>[3]</sup>. Untuk melihat kemampuan sistem ECVT dalam memonitor proses flotasi perlu dilakukan simulasi dari kedua proses tersebut dengan *software* komputasi *OpenFOAM*. Software *OpenFOAM* menyediakan komputasi FEM yang dapat menjalankan simulasi *multiphase flow* dan elektrostatis. Untuk simulasi *multiphase flow*, *OpenFOAM* memiliki program komputasi bernama *interFoam* yang diformulasikan dari persamaan *Navier-Stokes* dan *Newtonian Fluid*. Selain itu, *setFields*

dan *mapFields utility* yang disediakan OpenFOAM sangat berguna dalam mengintegrasikan simulasi elektrostatis dari simulasi ECVT dengan simulasi CFD<sup>[4]</sup>. Simulasi yang dilakukan bertujuan untuk memodelkan kelompok gelembung yang terbentuk saat proses flotasi kolom dan menentukan volume kelompok gelembung yang berada di dalam kolom. Kelompok gelembung ini merepresentasikan distribusi gelembung, sedangkan volume gelembung menggambarkan besarnya gelembung yang terjadi. Kedua sifat gelembung dalam proses flotasi ini yang mempengaruhi performa metalurgi yang terjadi pada proses flotasi.

## METODE PENELITIAN

Bab ini membahas tahapan-tahapan yang dilakukan pada proses simulasi. Tahapan pertama simulasi ini adalah melakukan studi literatur tentang simulasi CFD dan Simulasi ECVT untuk menentukan batasan simulasi. Tahap kedua yaitu melakukan simulasi CFD flotasi kolom dengan variabel ukuran gelembung dan kecepatan injeksi udara. Tahap ketiga melakukan simulasi ECVT dengan objek gelembung statis, pada tahapan ini diperlukan pengukuran tegangan bahan untuk mengetahui nilai permitivitas dari bahan yang digunakan. Simulasi pada percobaan ini adalah proses flotasi kolom untuk memisahkan galena dari pengotornya dengan menggunakan frother Methyl Isobutyl Carbinol (MIBC) dan kolektor Potassium Ammyl Xanthate (PAX). Oleh karena itu dilakukan pengukuran nilai kapasitansi untuk galena, MIBC, PAX, pulp dan air. Tahap terakhir melakukan simulasi integrasi ECVT-CFD. Untuk menggabungkan simulasi ECVT dengan CFD dibutuhkan data hasil simulasi CFD yang berupa data posisi gelembung per *time frame*. Tahapan-tahapan penelitian simulasi monitoring proses flotasi kolom dengan ECVT disajikan dalam bentuk diagram alir penelitian pada **Gambar 1**. Proses simulasi monitoring flotasi kolom dengan ECVT menggunakan komputer sebagai perangkat utama dengan spesifikasi RAM 32 GB, *Graphic Card GTX*, *procesor Intel i7* generasi ke 2 dual processor, kapasitas hardisk internal 1.8 terabyte, OS windows 7 64 bit rangkaian tersebut standar simulasi yang mumpuni untuk simulasi menggunakan OpenFOAM serta dibutuhkan kabel RJ 45, kabel USB, dan Hardisk eksternal masing-masing digunakan untuk transfer data secara *online* maupun *offline* dan menyimpan data secara eksternal.

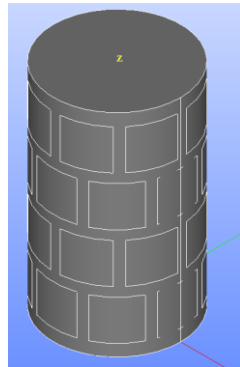


**Gambar 1.** Diagram Alir Simulasi

## HASIL DAN PEMBAHASAN

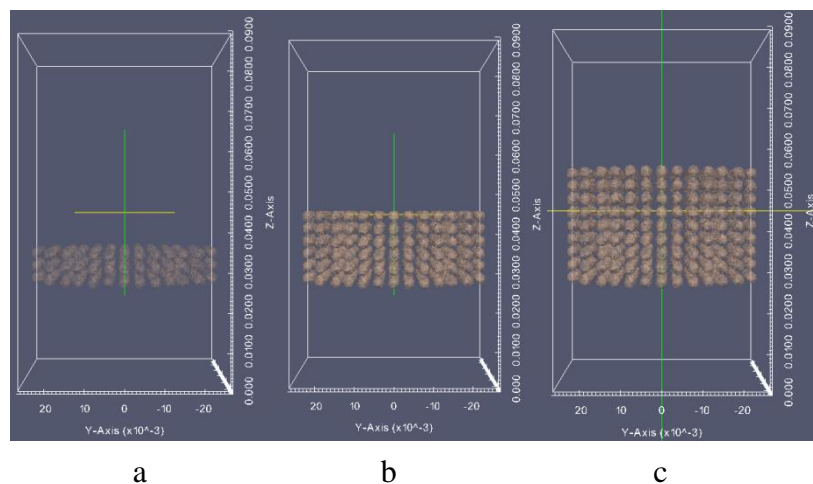
Gelembung yang terbentuk pada proses flotasi kolom dihasilkan oleh sparger dan mesin pompa udara. Gelembung ini akan membawa partikel hidrofob menuju permukaan. Pada prosesnya, akan terbentuk kelompok gelembung yang terdiri dari gelembung-gelembung dengan ukuran berkisar 1-2 milimeter<sup>[1][5]</sup>. Keseragaman ukuran gelembung mempengaruhi proses flotasi kolom. Simulasi monitoring kelompok gelembung dengan ECVT dilakukan dengan dua kondisi, yaitu kondisi dinamis dan statis. Dimensi sensor yang digunakan pada simulasi ECVT berdiameter 5.4 cm dan tinggi 9 cm, sedangkan untuk ukuran elektroda tembaganya berukuran 17 mm x 17 mm sebanyak 32 buah, tersusun atas 4 layer, setiap layer memiliki

8 buah elektroda. Bagian bawah, atas dan dinding *boundary* sensor diatur sebagai *zerocharge* serta 32 *electroda*. Desain kolom untuk simulasi dinamis ini, sama dengan dimensi sensor yaitu tinggi 9 cm jari-jari 2.7 cm.



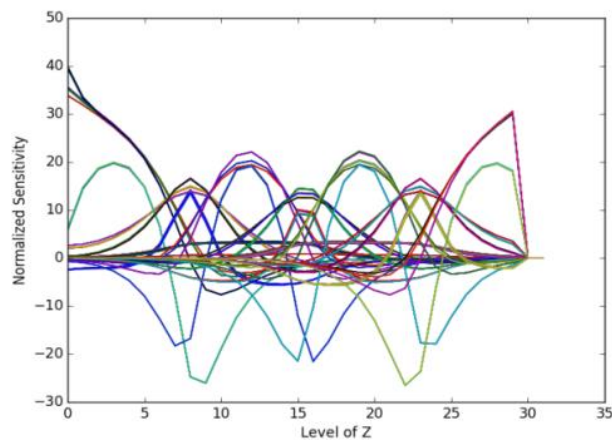
Gambar 3 *Boundary* Sensor ECVT

Kondisi statis gelembung diatur pada ketinggian 2.7 cm dari bagian bawah *boundary* sensor dengan susunan sebanyak 137 gelembung jumlah, dengan jarak antara gelembung sekitar 0.35 milimeter. Pengaturan ini memodelkan gelembung mengikuti luas permukaan *spargernya*. Sedangkan pada kondisi dinamis pada *timeframe* 0 gelembung diatur pada ketinggian 0.5 cm dari dasar kolom, jumlah gelembung yang digunakan sama seperti kondisi statis namun hanya terdiri dari satu layer.



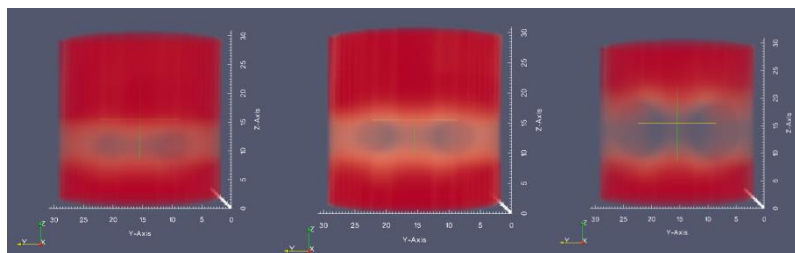
Gambar 4. Pengaturan gelembung statis didalam kolom dengan variasi jumlah *layer* atau lapisan gelembung (a) tiga *layer* (b) enam *layer* (c) sembilan *layer*.

Simulasi kondisi dinamis didahului dengan simulasi CFD flotasi dua fasa gas-cair, pada simulasi ini variabel fisik seperti densitas *pulp* 1256 Kg/m<sup>3</sup> dan udara 1 Kg/m<sup>3</sup>, viskositas *pulp* 1.083e-06 dan udara 1e-06, kecepatan udara 5 liter permenit, serta tegangan permukaan ( $\sigma$ ) 0.07 dari komponen fasa yang terlibat diinput saat simulasi, *postprocessing* simulasi CFD flotasi menghasilkan data posisi gelembung ( $\alpha$ .water) per satuan waktu. Kemudian data simulasi CFD flotasi ini dikonversi ke data medan listrik ( $\epsilon$ nlr) untuk dimonitoring posisi gelembung per satuan waktunya dengan ECVT. Pada sistem ECVT tegangan yang diberikan kepada setiap pasangan sensor adalah 5 volt. Matrik sensitivitas 32 *channel* (Gambar 5). Simulasi ECVT menghasilkan pengukuran sebanyak  $N(N-1)/2$ , dimana N adalah jumlah *electrode*, sehingga dihasilkan data pengukuran sebanyak 496. Tiap-tiap garis mewakili medan listrik pasangan *electrode* yang terdistribusi pada daerah pengukuran, sehingga tiap pasangan *electrode* mewakili kuat medanya masing-masing. Posisi sumbu z 10-20 merupakan daerah paling sensitif karena memiliki medan listrik yang bervariasi.



**Gambar 5** Grafik matriks sensitivitas 32 channel, hubungan antara *Normalized sensitivity* dengan tiap pasangan sensor terhadap sumbu axial z.

Hasil simulasi monitoring kelompok gelembung ditunjukkan pada **Gambar 6**. Daerah yang berwarna merah merupakan daerah dengan cairan (*pulp*), sedangkan daerah yang lebih transparan merupakan kumpulan gelembung.

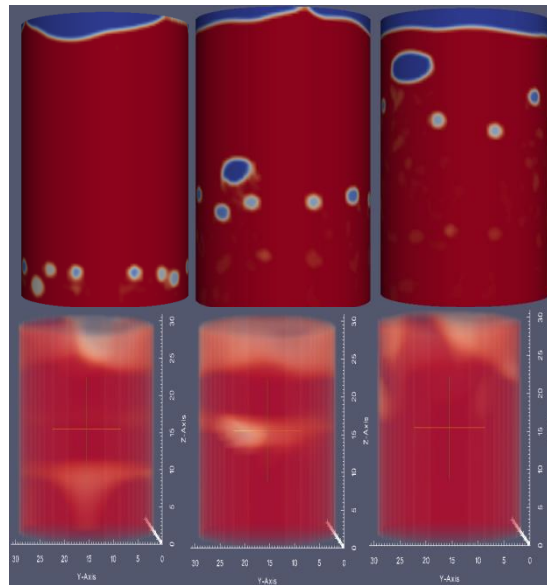


**Gambar 6.** Hasil rekonstruksi citra monitoring gelembung statis

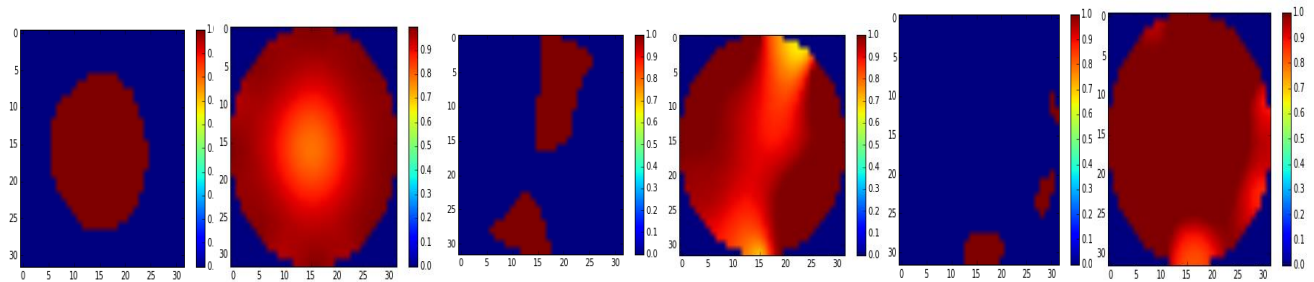
Gambar 6 terdiri dari kumpulan voksel balok dengan volume  $1.48e^{-3} \text{ mm}^3$ . Dari hasil rekonstruksi tersebut dapat diketahui volume gelembung. Daerah gelembung pada Gambar 6 dilakukan *threshol* terlebih dahulu untuk mendapatkan ukuran voksel yang mewakili daerah gelembung dengan menggunakan kode di *pyhton*. Hasil analisis simulasi ECVT dengan objek gelembung statis, didapatkan volume daerah gelembung volume untuk daerah gelembung tiga *layers*, enam layer, dan sembilan layers masing-masing  $11.148 \text{ cm}^3$ ,  $21.486 \text{ cm}^3$  dan  $32.070 \text{ cm}^3$ .

Kondisi berikutnya adalah melakukan simulasi kelompok gelembung dengan membuat gelembung bergerak di dalam kolom. Gelembung yang bergerak di dalam kolom mengikuti persamaan *Newtonian fluid* dan *Navier-stokes* [3]. Simulasi gelembung dinamis ini dilakukan dengan mengambil posisi gelembung pada waktu tertentu untuk dimonitor dengan ECVT. Hasil simulasi CFD dimonitoring dengan simulasi ECVT untuk mendapatkan citra dari distribusi gelembung yang bergerak per satuan waktu. Pada time frame awal yaitu 0 sekon, jumlah gelembung adalah 137 dan berukuran 1.5 milimeter, saat bergerak naik ke time frame 0.85 jumlahnya berkurang dan ukuran gelembung menjadi 2 mm sampai 3 mm, namun gelembung terdistribusi merata pada luas penampang permukaan kolom. Frame waktu 0.95 sekon gelembung yang lebih kecil pecah dan menjadi satu dengan gelembung lainnya membentuk gelembung yang lebih besar, selanjutnya frame waktu 1.05 dan 1.1 sekon distribusi gelembung menjadi tidak homogen karena pada luas area penampang kolom terdapat gelembung yang pecah dan gelembung yang mampu mencapai ke permukaan. Kondisi gelembung pada simulasi dinamis ini sangat dipengaruhi oleh

kecepatan injeksi udara, tekanan hidrodinamis, serta pengaruh nilai tegangan permukaan yang dimasukkan saat pengaturan simulasi.



**Gambar 7** *PostProcessing* CFD dengan waktu yang diambil 0.85, 0.95, 1.05 detik dan hasil rekonstruksi dengan algoritma ILBP



**Gambar 8** Hasil rekonstruksi gelembung dinamis dan jumlah vokal daerah gelembung dengan *python*.(a)Time frame 0.85 detik 10215 vokal(b)Time frame 0.95 detik 8541 vokal(c)Time frame 1.05 detik 4894 vokal.

Dalam menentukan volume gelembung dari masing-masing analisis, digunakan pendekatan *Volume Of Fluid*, yaitu jumlah vokal daerah yang mengandung gelembung dikalikan dengan volume per vokal. Volume 1 vokal hasil rekonstruksi ECVT bernilai  $1.48e^{-03} \text{ cm}^3$ . Pada **Tabel 1** disajikan volume gelembung hasil perhitungan per *Time frame*. Pada kondisi statis, volume gelembung dihitung searah sumbu z karena gelembung divariasikan jumlah *layernya* dan kondisi simulasi dinamis dihitung searah sumbu x-y. Pada kondisi dinamis keadaan dan distribusi gelembung dipengaruhi oleh variabel simulasi CFD flotasi sehingga akan berubah-ubah pada sumbu x-y. Berdasarkan hasil rekonstruksi gelembung sistem ECVT yang digunakan mampu memperkirakan volume gelembung sesungguhnya dengan volume gelembung hasil rekonstruksi dengan *error* yang kecil.

**Tabel 1** Tabel perhitungan volume gelembung hasil simulasi

Waktu Simulasi ( <i>Time frame</i> ) sekon	Volume per vokal ( $\text{cm}^3$ )	Jumlah vokal Daerah gelembung	Volume Gelembung ( $\text{cm}^3$ )



0.85		10215	15.12
0.95	1.48e <sup>-03</sup>	8541	12.64
1.05		4894	7.243

Merujuk pada hasil tersebut, pada kondisi simulasi dinamis kesalahan atau *error* antara volume sesungguhnya dengan volume gelembung hasil rekonstruksi dapat diminimalisir. Hasil simulasi gelembung dinamis ini dapat digunakan untuk memperkirakan kondisi gelembung di dalam kolom pada sumbu z yang sulit untuk dimonitor sampai saat ini. Gelembung pada proses flotasi (baik ukuran dan jumlahnya) mempengaruhi efisiensi perolehan kolom<sup>[6]</sup>. Hasil simulasi gelembung dinamis pada flotasi kolom ini mampu memberikan gambaran hubungan antara *image* gelembung yang dihasilkan dengan persen perolehan proses flotasi.

## KESIMPULAN

Simulasi Proses flotasi kolom dengan software CFD OpenFOAM mampu memodelkan gelembung di dalam kolom dengan pendekatan *transport properties* dan variabel fisik input sama seperti proses flotasi kolom sesungguhnya. Hasil rekonstruksi monitoring kelompok gelembung mampu menghitung volume gelembung yang terbentuk di dalam kolom flotasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Yianatos, IB. *Column Flotation Modelling And Technology*. Chemical Engineering Department University Of Santa Maria Valpara.So, Chile
- [2] Aldrich C., Marais C., Shean B.J., Cilliers J.J. *Online monitoring and control of froth flotation systems with machine vision : A review*. International Journal of Mineral Processing 96 (2010) 1–13
- [3] Warsito Warsito, *Member IEEE.*, Marashdeh Qussai, *Member, IEEE.*, Liang-Shih Fan., 200. *Electrical Capacitance Volumetric Tomography*. IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 7, NO. 4, APRIL 2007
- [4] Yusuf Fakhri M., Nursetia Panji., Handoko Dwi. *Komputasi Integrasi CFD-ECVT dengan OpenFOAM untuk Pengujian Rekonstruksi Citra Large Scale ECVT dan Komputasi Velocimetry*. Center for High Performance Computing, CTECH Labs EDWAR Technology
- [5] Sastri, K.V.S. and Fuerstenau, D.W., 1970. *Theoretical Analysis of a Countercurrent Flotation Column*, *Trans. SME-AIME*, 247,46-52.
- [6] Dobby, G.S. and Finch, J. A., 1990. *Coloumn Flotation*. Pegamon Press Pages 27-35 dan 50-51

**PENGARUH COATING BREAKDOWN DAN MEDIA TANAH  
TERHADAP CURRENT DENSITY YANG DIBUTUHKAN  
DI PIPA API 5L HASIL COATING WRAPPING TAPE  
PADA APLIKASI IMPRESSED CURRENT  
CATHODIC PROTECTION  
(ICCP)**

**Muhammad Fitrullah<sup>1,a</sup>, Dipo Wiro Sekti<sup>1,b</sup>, Yanyan Dwiyantri<sup>1,c</sup>, Tri Partuti<sup>1,d</sup>**

<sup>1</sup> Jurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

[dipowirosekti@gmail.com](mailto:dipowirosekti@gmail.com)

**Abstrak**

*Instalasi pipa dapat terjadi kebocoran yang dikarenakan fenomena korosi material. Metode proteksi coating wrapping tape menjadi pilihan untuk perlindungan pipa dari serangan korosi. Pada sistem impressed current cathodic protection, kondisi struktur pipa yang ingin diproteksi sangatlah berpengaruh. Salah satu permasalahan dari proteksi katodik impressed current adalah besarnya current density yang diberikan serta peningkatan distribusi potensial proteksi yang terjadi pada struktur yang ingin dilindungi pada struktur tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh resistivitas tanah pada pipa dengan coating wrapping tape menggunakan media tanah Merah, tanah Pasir, tanah Kapur terhadap besarnya nilai current density yang diperlukan pada potensial proteksi dengan variasi coating breakdown yaitu 40%, 40,96%, 41,92%, 42,88%, 43,84% serta atenuasi yang terjadi. Berdasarkan hasil penelitian bahwa semakin tingginya nilai resistivitas tanah maka dibutuhkan current density yang rendah, serta semakin besar nilai coating breakdown maka semakin besar atenuasi yang terjadi dan current density yang dibutuhkan semakin besar.*

Kata Kunci : *Coating Wrapping Tape, Coating Breakdown, Current Density, Impressed Current Cathodic Protection, Soil Resistivity*

**PENDAHULUAN**

Korosi merupakan degradasi material yang diakibatkan interaksi dengan lingkungannya, definisi tersebut mencakup semua material, diantaranya termasuk plastik, keramik, serta logam.<sup>[1]</sup> Adapun proses korosi yang terjadi di samping oleh reaksi kimia, juga diakibatkan oleh proses elektrokimia yang melibatkan perpindahan elektron – elektron, dapat terjadi dari reduksi ion logam maupun pengendapan logam dari lingkungan sekeliling. Pipa dalam hal penggunaannya dapat diterapkan dalam berbagai macam kondisi dan tempat, seperti pipa bawah laut maupun pipa bawah tanah, keduanya memiliki standar dan kekuatan masing masing yang berbeda-beda dapat dilihat di *API specification for line pipe*, sehingga pemilihan pipa serta pemasangannya harus dilakukan secara tepat agar tidak terjadi kerusakan yang dapat merugikan industri seperti kebocoran, terhambatnya aliran fluida yang disebabkan oleh fenomena korosi material<sup>[2]</sup>. Fenomena *coating breakdown* yang terjadi pada instalasi pipa di industri dapat diatasi dengan adanya proteksi katodik. Proteksi katodik itu sendiri memiliki keunggulan diantaranya mampu memberikan perlindungan pada pipa bagian luar, pemasangan cukup mudah, dapat digunakan pada berbagai kondisi lapangan, waktu perlindungan yang lama serta harga yang relatif lebih murah. Pada pengaplikasian *coating* menggunakan jenis *coating wrapping tape*, nilai resistivitas tanah sangat mempengaruhi ketahanan lapisan *coating*. Besarnya nilai ketahanan terhadap beban tanah, resistivitas tanah, sangat mempengaruhi besarnya *coating breakdown* yang dapat terjadi pada pipa baja hasil *coating wrapping tape*, oleh

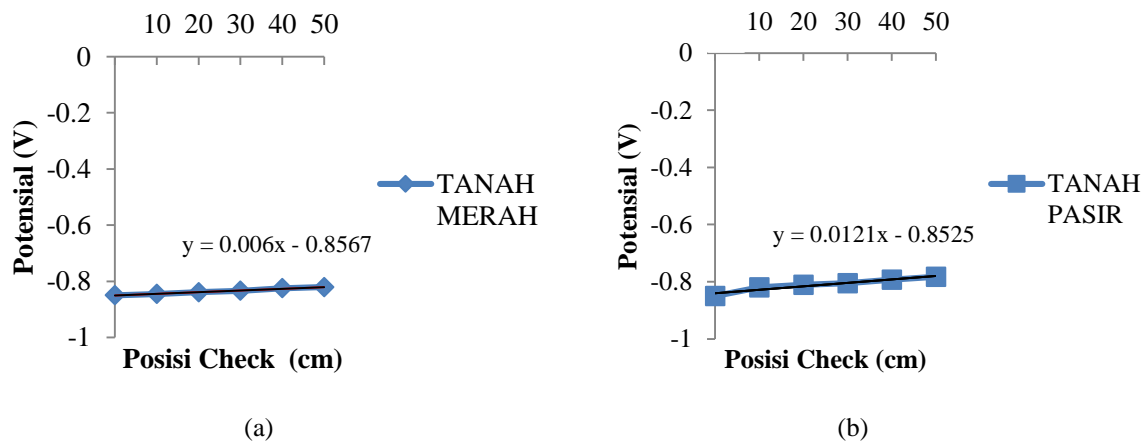
karena itu dilakukan penelitian mengenai pengaruh *coating breakdown* dan media tanah terhadap besarnya *current density* yang dibutuhkan pipa baja API 5L hasil *coating wrapping tape* pada aplikasi *impressed current cathodic protection* (ICCP)

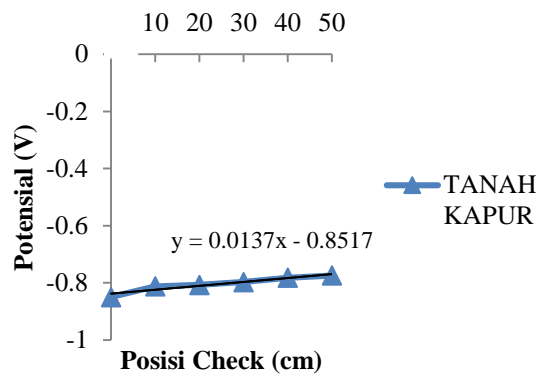
## METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan proses yaitu preparasi pipa, pemeriksaan pipa, pelapisan pipa dengan metode *wrapping tape*, tahap mendesain rancangan sistem proteksi katodik arus tanding, dan tahap eksperimen dengan cara simulasi dan pengambilan data sistem proteksi pada pipa API 5L Grade A dengan metode *impressed current*. Sampel pipa API 5L Grade A diuji menggunakan alat *spectroscopy*. Pengujian ini bertujuan untuk mendapatkan komposisi kimia dari pipa API 5L Grade A sesuai dengan standar pipa API 5L yakni Standar *Specification for Line Pipe*, kemudian dilakukan pengampelasan pada permukaan pipa hingga bersih dari pengotor, pembuatan test point pada pipa, dengan cara sampel pipa baja API 5L Grade A dilas dengan kawat baja menggunakan *thermoweld*, fungsi dari *test point* ini agar dapat melihat potensial pipa pada media elektrolit, Sampel pipa *dicoating* dengan metode *wrapping tape*, lalu dibuat nilai *coating breakdown* dengan variasi 40%, 40,96%, 41,92%, 42,88%, 43,84% sesuai dengan standar ISO 15589-2 mengenai *Cathodic Protection of Pipeline Transportation Systems*, preparasi berikutnya ialah menyiapkan beberapa media tanah yang berbeda untuk digunakan dalam proteksi katodik arus tanding, kemudian dilakukan pengujian resistivitas tanah untuk ketiga jenis tanah yaitu tanah merah, tanah kapur, dan tanah pasir dengan alat *ground resistance meter*.

Pada tahap instalasi sistem *impressed current*, pipa dirangkai dengan *rectifier* sebagai sumber dan penyearah arus dan juga menghubungkan ke material anoda, setelah itu *rectifier* dihidupkan dengan memberi tegangan dan arus yang telah diatur hingga di dapatkan potensial  $< -850$  mV, lalu dilakukan pengukuran besarnya potensial pipa terhadap elektrolit dengan menggunakan *high impedance voltmeter* dan *reference elektrode* (Cu/CuSO<sub>4</sub>), dengan memasang kutub positif pada anoda dan kutub negatif pada *reference elektrode* (Cu/CuSO<sub>4</sub>), kemudian *reference elektrode* tersebut ditancapkan ke tanah mulai dari titik terdekat anoda 0cm kemudian dilakukan pencatatan nilai potensial proteksi, hal tersebut dilakukan secara bertahap hingga titik terjauh pada ujung pipa yaitu 50cm dari anoda,. Kemudian nilai *current density* diukur pada proteksi yang berlangsung dengan keadaan proteksi ( $-850$  mV) pada ujung pipa. Pengambilan nilai arus tersebut dilakukan pada masing masing kondisi pipa yg diberi perlakuan *coating breakdown* 40%, 40,96%, 41,92%, 42,88%, 43,84%, serta penggunaan ketiga jenis media tanah yaitu tanah merah, tanah pasir, dan tanah kapur. Setelah mendapatkan nilai arus proteksi, arus tersebut di bagi dengan luas penampang pipa sehingga mendapatkan nilai *current density* pada pipa

## HASIL DAN PEMBAHASAN





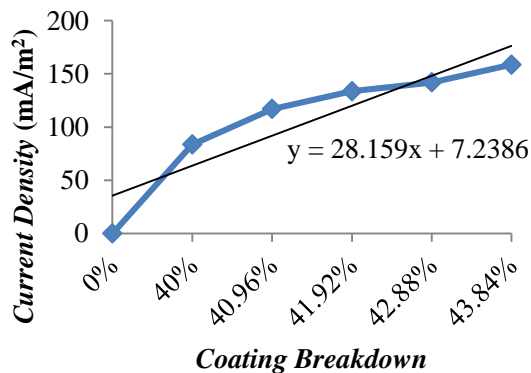
(c)

**Gambar 1** Peningkatan Distribusi Potensial Proteksi Pada Tanah (a) Merah (b) Pasir (c) Kapur

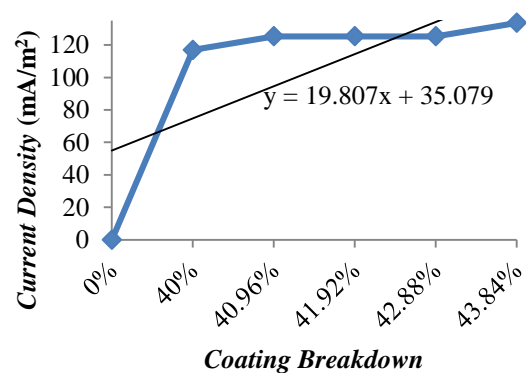
Perbedaan jenis tanah dengan *coating breakdown* yang sama yaitu sebesar 40% dapat mempengaruhi besarnya peningkatan distribusi potensial, hal ini dapat terlihat dari persamaan regresi linear yang terdapat pada Gambar 1. Tanah kapur yang memiliki nilai resistivitas tanah paling rendah secara berurutan memiliki peningkatan nilai potensial proteksi yang paling besar. Potensial proteksi standar pada lingkungan tanah merupakan -0,850 V akan tetapi ketika dilakukan pengukuran pada bagian ujung pipa di titik 50cm pada tanah kapur dapat meningkat hingga -0,774 V, pada tanah pasir hingga -0,783 V, serta pada tanah merah hingga -0,821 V, kemudian jika dilihat dari persamaan regresi linear yang didapat, tanah merah memiliki prediksi peningkatan potensial yang paling rendah yaitu  $Y = 0,006x - 0,856$  kemudian diikuti tanah pasir dengan persamaan  $Y = 0,012x - 0,852$ , serta yang paling besar pada tanah kapur dengan persamaan  $Y = 0,013x - 0,851$ .

Hal tersebut disebabkan pada lingkungan tanah merah dengan nilai resistivitas cukup besar, arus yang didistribusikan kedalam struktur pipa tidak terlalu banyak yang keluar ke arah lingkungan sehingga potensial proteksi yang didistribusikan tidak terlalu jauh seperti di lingkungan tanah kapur. Pada lingkungan tanah kapur peningkatan potensial proteksi terjadi cukup jauh yang disebabkan nilai resistivitas yang cukup rendah sehingga kemampuan tanah untuk tidak mengalirkan arus listrik juga cenderung rendah, peningkatan potensial proteksi yang terlalu jauh dapat mengurangi *life time* dari instalasi pipa bawah tanah tersebut, dikarenakan dapat terserang korosi dengan mudah akibat kontak langsung dengan lingkungan tanah.

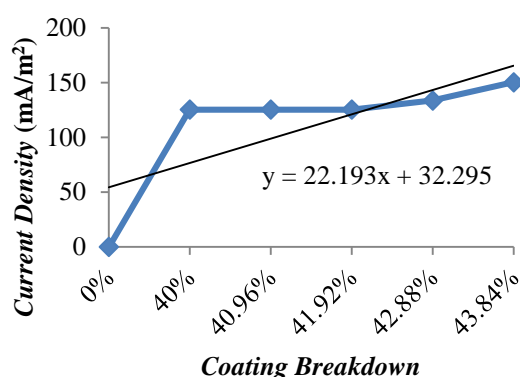
Besar atenuasi yang terjadi pada pipa (struktur) yang dilindungi dengan menggunakan proteksi katodik *impressed current* akan mempengaruhi potensial yang terjadi pada pipa, terutama potensial yang terjadi pada ujung pipa yang letaknya jauh dari anoda akan mengalami kenaikan distribusi potensial ke arah lebih positif.<sup>[3]</sup>



(a)



(b)



(c)

**Gambar 2** Pengaruh Kenaikan *Current Density* Pada Lingkungan Tanah (a) Merah (b) Pasir (c) Kapur

Dalam penelitian ini juga dapat diketahui seberapa besar nilai *current density* yang dibutuhkan untuk memproteksi suatu instalasi pipa dengan menggunakan variasi nilai *coating breakdown* serta jenis lingkungan tanah yang digunakan *Current density* menunjukkan besarnya arus yang dibutuhkan untuk memproteksi struktur pipa per satuan luas (m<sup>2</sup>) di mana, untuk melakukan perhitungan *current density* dapat menggunakan persamaan berikut [4]

$$J = \frac{i}{A}$$

Dengan :

- J : *Current Density* (mA/m<sup>2</sup>)
- i : Arus (*Ampere*)
- A : Luas Penampang (Meter)

Besarnya arus (*ampere*) yang dibutuhkan untuk memproteksi struktur pipa juga dipengaruhi oleh besarnya *coating breakdown*. Pada gambar 2. Dapat terlihat bagaimana pengaruh perbedaan media tanah serta nilai *coating breakdown* terhadap besarnya *current density* yang dibutuhkan, jika semakin besar *coating breakdown* pada struktur pipa tersebut maka kebutuhan arus juga akan meningkat. *Coating breakdown* itu sendiri merupakan kerusakan pada *coating* yang dapat disebabkan ketika saat pemasangan, tekanan tanah, ataupun zat yang dapat menembus atau merusak lapisan dari *coating* diantaranya air, oksigen, SO<sub>2</sub>, serta elektrolit lainnya.[5]

Secara umum proses pencegahan korosi pada pipa bawah tanah yaitu dengan cara *coating* dengan kombinasi proteksi katodik, Salah satu penyebab dari korosi pada pipa di bawah tanah yaitu rusaknya *coating* pada pipa tersebut, sehingga kerusakan pada *coating* ini dapat diatasi dengan proteksi katodik. Tujuan dari *coating* adalah mengisolasi logam dengan lingkungan yakni dengan memberikan lapisan pembatas antara logam (pipa) dengan lingkungan agar tidak terjadinya interaksi antar keduanya. Untuk korosi, *coating* berfungsi menghilangkan kehadiran elektrolit sehingga sistem sel galvanik tidak lengkap dan menyebabkan tidak terjadinya korosi.[2]

Ketika struktur yang dilindungi menggunakan proteksi katodik dengan metode *impressed*, maka besarnya arus yang dibutuhkan untuk memproteksi struktur tergantung dari keadaan struktur tersebut, salah satunya adalah nilai *coating breakdown* dari struktur yang ingin diproteksi, ketika struktur dilindungi dengan menggunakan *coating* 100% dikombinasikan dengan proteksi katodik, maka proses proteksi katodik tidak akan berjalan. Sebagai contoh struktur yang dilindungi dengan menggunakan proteksi katodik dengan *coating* yang dikombinasikan proteksi katodik dengan kondisi struktur nilai *coating breakdown* 0%, maka pada daerah 10% pada struktur yang tidak dilindungi dengan *coating* akan dilindungi dengan proteksi katodik.

Dari hasil penelitian ini, dapat dilihat bahwa semakin besar *coating breakdown* pada pipa, maka *current density* yang dibutuhkan untuk mencapai pipa tersebut terproteksi dari korosi semakin besar pula, karena semakin besar *coating breakdown* semakin banyak pula bagian yang harus diproteksi dengan menggunakan proteksi katodik, namun besarnya *current density* juga dipengaruhi oleh besarnya nilai resistivitas tanah, jika resistivitas tanah semakin besar maka *current density* yang dibutuhkan tidak sebesar resistivitas tanah yang rendah untuk

memproteksi pipa dengan nilai *coating breakdown* yang sama. Hal tersebut dikarenakan tanah tidak dapat meneruskan arus listrik sehingga untuk resistivitas tanah yang besar arus proteksi yang mengalir terfokus pada struktur pipa tanpa mengalami terjadinya pembiasan arus dari struktur pipa. Besarnya *current density* yang dibutuhkan dengan perbedaan media tanah yaitu tanah merah, tanah pasir, dan tanah kapur dapat dilihat pada Tabel 1 dibawah ini

**Tabel 1** Data *Current Density* dengan Variasi Media Tanah

CB	TANAH MERAH (mA/m <sup>2</sup> )	TANAH PASIR (mA/m <sup>2</sup> )	TANAH KAPUR (mA/m <sup>2</sup> )
40%	83,52251182	116,9315166	125,2837677
40,96%	116,9315166	125,2837677	125,2837677
41,92%	133,6360189	125,2837677	125,2837677
42,88%	141,9882701	125,2837677	133,6360189
43,84%	158,6927725	133,6360189	150,3405213

## KESIMPULAN

1. Dengan meningkatnya nilai *coating breakdown* pada pipa maka besarnya *current density* yang dibutuhkan untuk memproteksi struktur pipa juga akan meningkat, pada media tanah merah dibutuhkan 83,5225 mA/m<sup>2</sup> sampai 158,6927 mA/m<sup>2</sup>, tanah pasir 116,9315 mA/m<sup>2</sup> sampai 133,6360 mA/m<sup>2</sup>, tanah kapur 125,2837 mA/m<sup>2</sup> hingga 150,3405 mA/m<sup>2</sup>.
2. Besarnya nilai *coating breakdown* mempengaruhi besarnya penyusutan arus yang terjadi dari titik drainase (dekat anoda) hingga titik ujung pipa, semakin besar nilai *coating breakdown* maka *current density* yang dibutuhkan semakin besar, dalam kondisi *coating breakdown* 43,84% pada tanah merah mengalami penyusutan arus hingga -0,814 mV, tanah pasir -0,627 mV, serta tanah kapur -0,540 mV.
3. Perbedaan nilai resistivitas tanah berpengaruh terhadap *current density* yang dibutuhkan untuk memproteksi suatu struktur pipa, jika nilai resistivitas semakin besar, *current density* yang dibutuhkan sedikit. Dibuktikan dari hasil penelitian ini tanah kapur dengan kondisi 40% *coating breakdown* dan nilai resistivitas 1.996 ohm-cm membutuhkan *current density* paling besar yaitu 125,2837 mA/m<sup>2</sup> dikarenakan tekanan CO<sub>2</sub>, pH tanah, *wettability*, mikroorganisme, serta kandungan merkuri pada tanah tersebut.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] American Petroleum Institute. "API 5L, Specification For Line Pipe, Third Edition", Washington DC. 2004.
- [2] Peabody, A.W. "Peabody Control of Pipeline Corrosion". Texas : NACE International. 2001.
- [3] Sulaiman Achmad. "Prinsip Proteksi Katodik". Bandung : Indocoor. 2008.
- [4] Baboian, Robert. "Nace Corrosion Engineer's Reference Book". Texas : NACE International, 2002.
- [5] Jones Denny A. "Principles and Prevention of Corrosion". New York: Macmillan Publishing Company. 1992.

## Studi oksidasi baja ASTM A-213 T22 dengan Lapisan Garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada Temperatur 550 dan 650°C

Husaini Ardy<sup>1, a</sup> dan Muhammad Rafiansa<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>[husaini@material.itb.ac.id](mailto:husaini@material.itb.ac.id)

### Abstrak

Baja ASTM A213 T22 merupakan salah satu jenis baja paduan yang paling banyak digunakan sebagai pipa boiler. Boiler yang biasanya terletak dekat air laut dapat menghasilkan deposit garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> di permukaan pipa boiler. Studi korosi temperatur tinggi dilakukan pada logam induk baja ASTM A-213 T22 dengan lapisan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Spesimen dioksidasi secara isothermal selama 2, 4, 6, dan 8 hari pada temperatur 550 dan 650°C. Perhitungan perubahan berat dilakukan untuk mempelajari kinetika oksidasi. Komposisi senyawa yang terbentuk dan struktur mikro dari lapisan oksida setelah pengujian diperiksa menggunakan mikroskop optik, XRD, dan SEM/EDS. Perubahan berat spesimen yang dipanaskan pada temperatur 650°C selalu lebih besar dibanding spesimen yang dipanaskan pada temperatur 550°C. Spalling hanya terjadi pada spesimen yang dipanaskan pada temperatur 550°C. Pengamatan pada penampang melintang specimen dengan mikroskop optik menunjukkan adanya perubahan struktur mikro pada spesimen yang dipanaskan pada 650°C. Hasil SEM/EDS tidak menunjukkan adanya pembentukan logam sulfat pada temperatur 650°C untuk memulai tahap propagasi hot corrosion.

**Kata kunci:** baja feritik, A213 T22, oksidasi, hot corrosion

### PENDAHULUAN

Baja A213 T22 yang banyak digunakan pada pipa boiler bekerja pada kondisi temperatur dan tekanan tinggi di lingkungan pantai. Penggunaan batubara sebagai bahan bakar boiler dapat menimbulkan endapan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada permukaan luar boiler tube. Temperatur kerja boiler dapat menimbulkan lelehan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang terbentuk di permukaan luar tube akibat reaksi uap NaCl, air, dan gas SO<sub>3</sub> atau SO<sub>2</sub><sup>[1]</sup>. Lelehan garam tersebut dapat memperparah korosi pada pipa boiler. Garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dapat meleleh di bawah temperatur lelehnya ketika membentuk sistem kesetimbangan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-logam sulfat<sup>[2][3]</sup>.

Hot corrosion berlangsung pada dua tahap, yaitu tahap inisiasi dan tahap propagasi. Pada tahap inisiasi, oksidasi berlangsung seakan-akan tanpa lapisan garam, namun terdapat gas sulfur yang ikut berdifusi pada saat pembentukan lapisan oksida. Pada tahap inisiasi, lapisan oksida yang terbentuk akan hancur akibat adanya gas sulfur yang terperangkap, sehingga membuat lelehan garam dapat mencapai antarmuka logam-oksida dan reaksi akan memasuki tahap propagasi<sup>[2]</sup>. Pada tahap propagasi, pembentukan oksida terjadi lebih cepat karena lapisan pelindung tidak dapat terbentuk sehingga difusi ion logam ke lelehan juga lebih cepat<sup>[5]</sup>. Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari perilaku korosi yang terjadi pada baja T22 yang dilapis garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan variasi temperatur dan rentang waktu pemanasan.

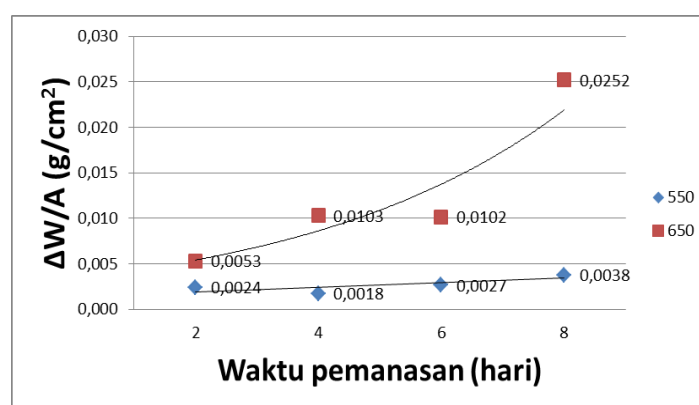
### METODE

Spesimen A-213 T22 dengan komposisi (% berat) 0,119C-0,442Mn-2,55Cr-0,894Mo-0,013P-0,004S-0,243Si dan Fe, dipotong, *milling*, *grinding* dengan dimensi 25 mm × 10 mm × 3 mm, lalu ditimbang untuk mengetahui berat awal spesimen. Larutan garam dibuat dengan perbandingan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : Air sebesar 2:3 pada temperatur 70°C sambil terus diaduk. Pelapisan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada spesimen dilakukan dengan menggunakan cetakan berukuran 30 mm × 15 mm × 8 mm. Larutan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ditunggu hingga kering. Rasio berat garam pada spesimen yang diinginkan adalah 1:1 atau 1 gram Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk tiap cm<sup>2</sup>. Pemanasan dilakukan menggunakan tungku listrik *Nabertherm* pada temperatur 550 dan 650°C selama 2, 4, 6, dan 8 hari. Spesimen yang telah dipanaskan kemudian direndam dalam air untuk melarutkan garam di permukaan spesimen, lalu dilakukan penimbangan untuk mengetahui perubahan beratnya.

Data perubahan berat kemudian di plot menjadi kurva perubahan berat per satuan luas permukaan terhadap waktu pemanasan untuk melihat tren perubahan berat dan mendapatkan konstanta perubahan berat. Struktur mikro dan komposisi kimia spesimen diamati dan dianalisis menggunakan mikroskop optik, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Electron Dispersive Spectroscopy* (EDS). Senyawa-senyawa yang menyusun lapisan oksida diidentifikasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan kurva pada **Gambar 1**, semua spesimen pengujian mengalami peningkatan berat. Pada temperatur 550°C, perubahan berat spesimen meningkat seiring dengan peningkatan waktu pemanasan mengikuti persamaan linier. Pada temperatur 650°C peningkatan perubahan berat dari waktu pemanasan enam hari ke delapan hari sangat drastis, hal ini menunjukkan bahwa tahap propagasi mulai terjadi pada waktu pemanasan enam hari. Tren perubahan berat yang terjadi pada spesimen-spesimen 650°C memenuhi kinetika oksidasi parabolik, namun belum sempurna karena waktu pemanasan yang diberikan pada spesimen belum cukup lama untuk mencapai laju penambahan berat yang menurun. Berdasarkan data perubahan berat per satuan luas permukaan pada kedua spesimen, perubahan berat pada tahap inisiasi (waktu pemanasan 2, 4, dan 6 hari) memiliki nilai rata-rata 0,0086 g/cm<sup>2</sup> dan 0,0023 g/cm<sup>2</sup> untuk spesimen 650 dan 550°C berurutan.



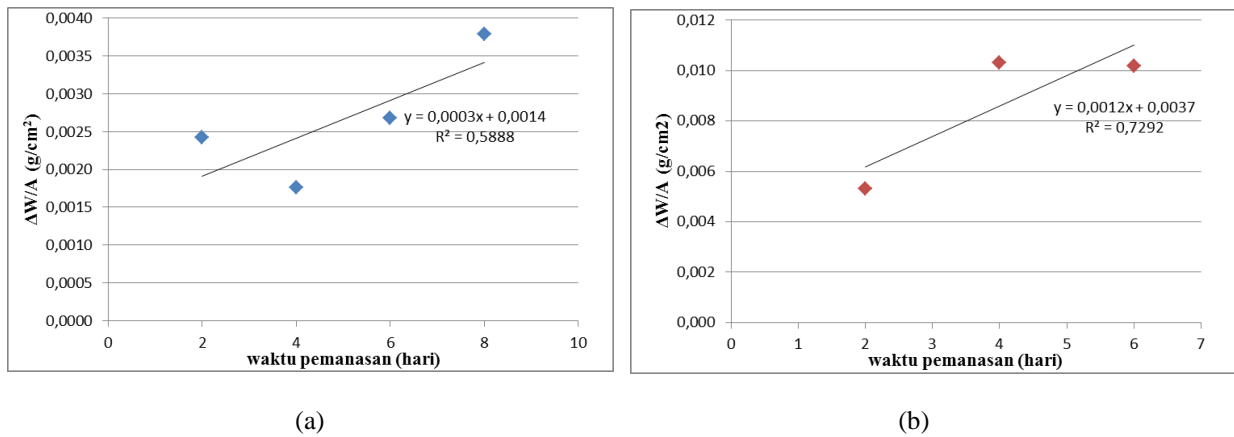
**Gambar 1.** Kurva perubahan berat per satuan luas spesimen terhadap waktu pemanasan

Konstanta penambahan berat  $3 \times 10^{-4}$  g/cm<sup>2</sup> untuk spesimen 550°C (**Gambar 2a**) dan  $1,2 \times 10^{-3}$  g/cm<sup>2</sup> untuk spesimen 650°C pada waktu pemanasan 2 hingga 6 hari (**Gambar 2b**), sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan berat akibat korosi lebih parah pada spesimen 650°C dibandingkan 550°C. Kedua konstanta tersebut kemudian dapat dibandingkan untuk memperhitungkan seberapa parah korosi yang terjadi pada spesimen 650°C dibandingkan 550°C. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa penambahan berat yang terjadi pada spesimen 650°C empat kali lebih tinggi dibandingkan spesimen 550°C.

Hasil pengamatan visual menunjukkan bahwa lapisan oksida spesimen yang dipanaskan pada temperatur 550°C, akan terlepas dari logam induknya (*spalling*). Pada spesimen 650°C, tidak terjadi *spalling* baik untuk spesimen yang dipanaskan selama 2, 4, 6, ataupun 8 hari (**Gambar 3**). *Spalling* dapat disebabkan oleh modus difusi yang terjadi saat oksidasi spesimen uji. Pergerakan ion logam ke arah luar (permukaan) akan meninggalkan void, dan

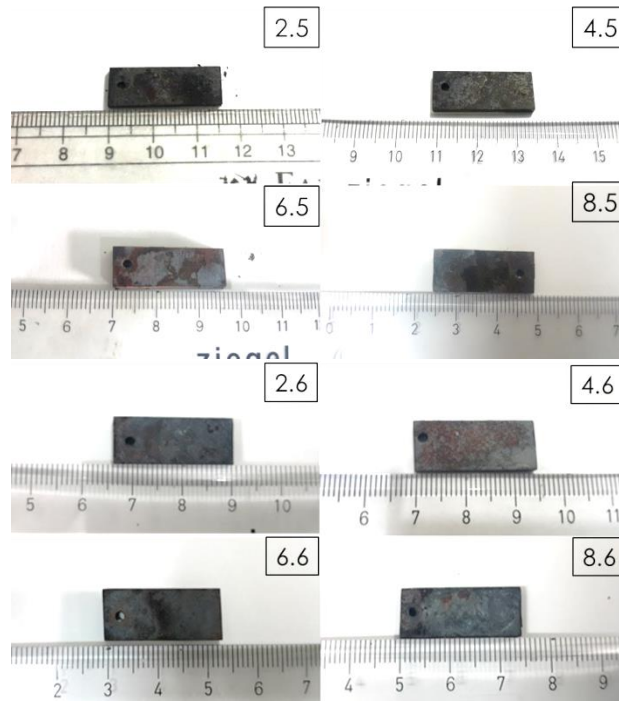


penumpukan void pada antarmuka logam dan oksida akan mengurangi gaya adhesi sehingga lapisan oksida rentan rusak. Semua spesimen uji mengalami modus difusi yang serupa, namun lapisan oksida yang terbentuk memiliki ketebalan yang berbeda. Spesimen 650°C memiliki lapisan oksida yang jauh lebih tebal dibanding spesimen 550°C, hal ini mempengaruhi kemampuan lapisan oksida tersebut untuk mempertahankan bentuknya karena kohesi yang lebih baik. Berdasarkan data perubahan berat dapat disimpulkan bahwa perubahan berat per satuan luas permukaan spesimen sebesar 0,0053 g/cm<sup>2</sup> merupakan nilai minimum untuk menghindari terjadinya *spalling*.



**Gambar 2. Regresi Linier untuk Daerah Tahap Inisiasi Spesimen (a) 550°C dan (b) 650°C**

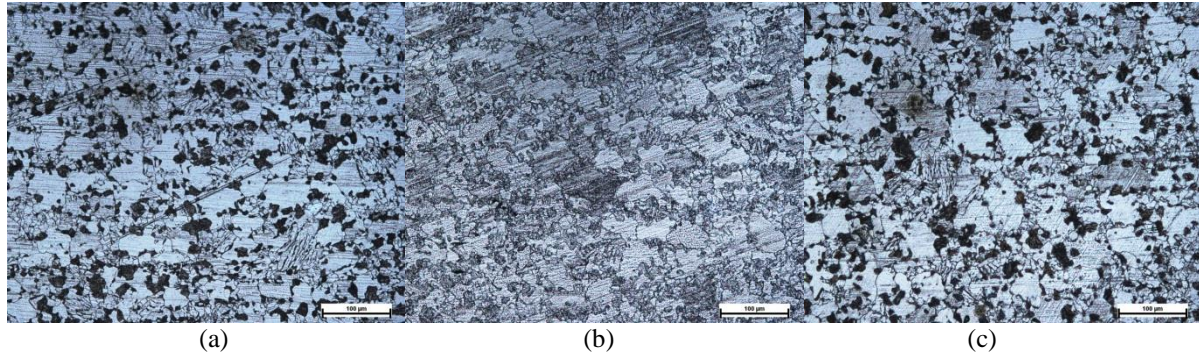
Metalografi spesimen setelah pengujian dilakukan pada spesimen yang dipanaskan selama empat dan delapan hari baik pada 550 dan 650°C. Spesimen pada temperatur 550°C memiliki fasa ferit dan perlit (**Gambar 4a**). Pemanasan hingga temperatur 550°C dan diikuti dengan pendinginan lambat tidak merubah fasa, dan ketika dibandingkan dengan struktur mikro sebelum pengujian, teramati tidak adanya pertumbuhan butir. Ukuran butir



**Gambar 3. Pengamatan Visual Lapisan Oksida**

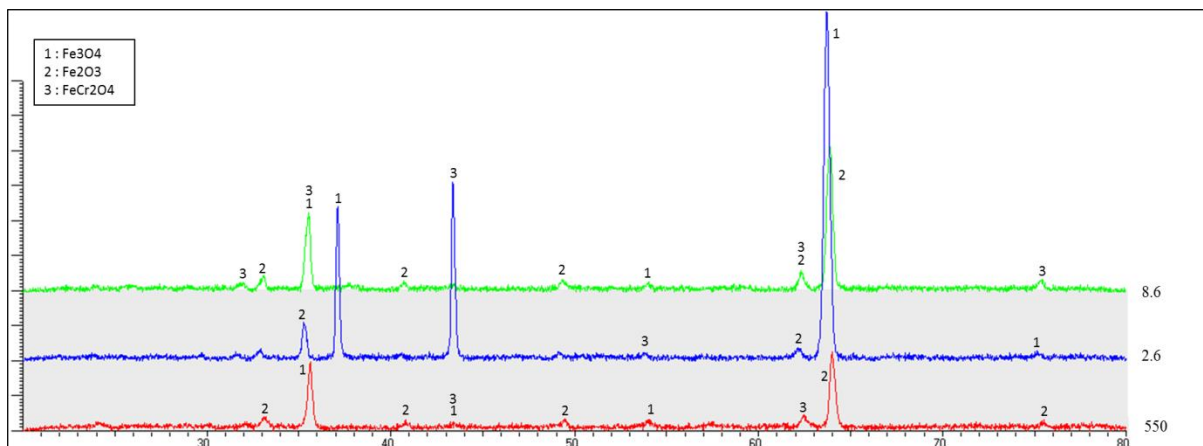
yang hampir sama dapat disebabkan fasa sementit dan karbida yang terletak pada batas butir ferit akan menghambat pertumbuhan butir ketika diekspose ke temperature tinggi.

Hasil metalografi pada spesimen 650°C ditunjukkan pada **Gambar 4b**. Struktur mikro setelah pengujian menunjukkan kehadiran fasa ferit dan karbida. Bila dibandingkan dengan struktur mikro sebelum pengujian, terjadi perubahan struktur karbida menjadi bentuk yang hampir bulat atau *spheroidized* structure, hal ini menunjukkan bahwa spesimen 650°C telah mengalami proses *spheroidizing*. Pada kondisi ini fasa perlit terurai dan atom carbon berikatan dengan unsur Cr membentuk karbida Cr yang mengalami spheroidisasi. Struktur mikro akhir yang dihasilkan adalah matriks ferit dan Cr-karbida.



**Gambar 4. Struktur Mikro Spesimen (a) 8.5, (b) 8.6, dan (c) Awal**

Melalui karakterisasi XRD (**Gambar 5**) baik pada waktu pemanasan dua hari maupun delapan hari, didapatkan senyawa  $Fe_3O_4$  dan  $Fe_2O_3$ . Senyawa  $FeO$  tidak muncul saat pengujian XRD disebabkan tebalnya lapisan oksida yang terbentuk pada spesimen 650°C baik yang dipanaskan selama dua hari maupun delapan hari, sehingga sinar-X yang ditembakkan ke spesimen tidak dapat menembus lapisan senyawa  $Fe_3O_4$  dan  $Fe_2O_3$ . Senyawa  $FeO$  merupakan senyawa yang terbentuk pada daerah paling dalam atau paling dekat dengan logam. Hadirnya fasa  $FeCr_2O_4$  merupakan hasil reaksi oksida Cr,  $Cr_2O_3$ , dengan oksida logam, hal ini dapat terjadi karena pembentukan  $Cr_2O_3$  diantara oksida-oksida Fe, hal serupa juga terjadi pada lapisan oksida spesimen

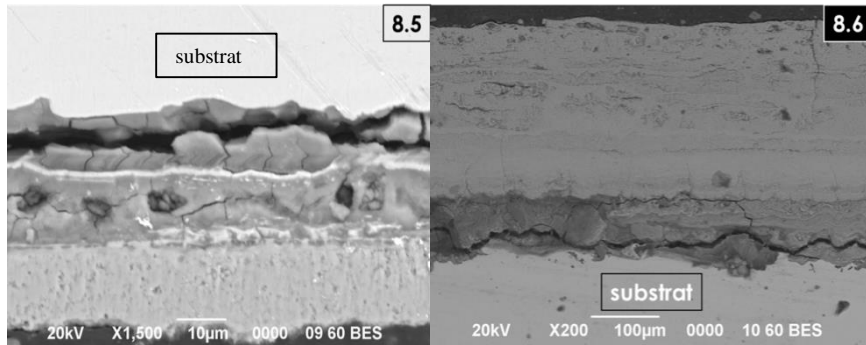


**Gambar 5. Hasil Karakterisasi XRD**

550°C. Pengujian XRD untuk spesimen 550°C menghasilkan hasil yang serupa dimana ditemukan senyawa  $Fe_3O_4$  dan  $Fe_2O_3$ . Senyawa  $FeO$  tidak terbentuk, sesuai dengan teori pembentukan *multilayer oxide* dimana senyawa  $FeO$  tidak terbentuk pada temperatur dibawah 570°C. Dengan demikian, senyawa yang letaknya berdampingan dengan logam adalah senyawa  $Fe_3O_4$ .

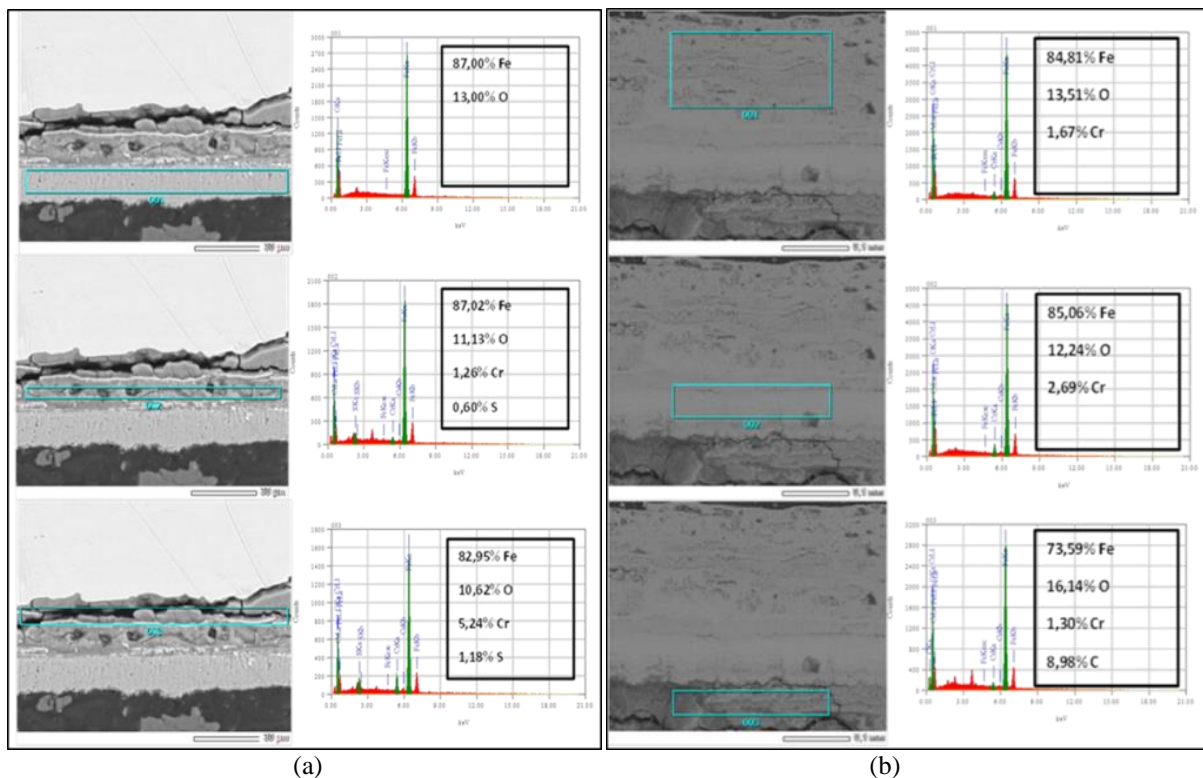
Hasil EDS spesimen 8.5 (**Gambar 7a**) menunjukkan bahwa lapisan paling luar (daerah pertama) terdiri dari komposisi lapisan Fe dan O. Hasil ini sesuai dengan hasil karakterisasi dengan XRD yang menunjukkan

adanya senyawa  $Fe_2O_3$  dan  $Fe_3O_4$ , dengan  $Fe_2O_3$  berada pada bagian terluar. Daerah kedua dan ketiga pada pengujian EDS spesimen 8.5 secara visual diamati dari hasil SEM tidak memiliki banyak perbedaan. Hasil EDS menunjukkan komposisi pada kedua daerah terdiri dari Fe, Cr, O, dan S, dan berdasarkan hasil XRD, dapat disimpulkan senyawa yang terbentuk adalah  $FeCr_2O_4$ ,  $Fe_3O_4$ , dan  $SO_3$ . Gas  $SO_3$  yang terdapat pada lapisan oksida ini merupakan fasa gas yang terperangkap di dalam lapisan oksida saat *hot corrosion* berlangsung. Pada gambar hasil SEM/EDS terlihat adanya daerah celah dan lubang dimana gas tersebut dapat terperangkap.



**Gambar 6. Hasil SEM**

Hasil EDS menyatakan lapisan oksida spesimen 8.6 (**Gambar 7b**) memiliki komposisi yang terdiri dari Fe, Cr, dan O. Terdapat perbedaan komposisi pada daerah yang paling dekat dengan logam, dimana selain ketiga unsur tersebut terdapat pula unsur karbon. Unsur C yang hadir pada daerah paling dekat dengan logam (daerah tiga) berasal dari resin bakelit yang digunakan sebagai mounting. Hasil SEM menunjukkan adanya celah retakan lapisan oksida yang besar kemungkinan terisi dengan resin bakelit ketika dilakukan hot press mounting. Unsur-unsur utama pembentuk lapisan oksida pada daerah adalah senyawa  $FeO$  dan  $FeCr_2O_4$ , berdasarkan teori pembentukan *multilayeroxide*, sama halnya dengan daerah kedua. Pada daerah paling luar dari lapisan oksida, unsur-unsur penyusun hadir dalam senyawa  $FeCr_2O_4$ ,  $FeO$ ,  $Fe_3O_4$ , dan  $Fe_2O_3$ .



**Gambar 7. Hasil EDS (a) 8.5 dan (b) 8.6**

Pada tahap inisiasi, oksida terbentuk seakan-akan tanpa lapisan garam. Oksidasi terjadi melalui transfer oksigen melalui ion sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) dan/atau ion piro-sulfat ( $\text{S}_2\text{O}_7^{2-}$ ). Akibatnya terdapat gas  $\text{SO}_3$  yang terperangkap di dalam lapisan oksida ( $\text{FeO}$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Gas-gas yang terperangkap inilah yang akan meretakkan lapisan oksida yang telah terbentuk. Retakan-retakan tersebut membuat lelehan garam dapat menembus lapisan oksida, memasuki daerah antarmuka logam-oksida, dan akhirnya memulai tahap propagasi.

Mekanisme *hot corrosion* menurut Luthra dan Deodshmukh<sup>[1][2]</sup>, melibatkan lelehan garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ -logam sulfat untuk memulai tahap propagasi, dimana logam sulfat adalah  $\text{NiSO}_4$  atau  $\text{CoSO}_4$ . Tidak adanya unsur Ni atau Co pada logam T22 mengindikasikan bahwa alternatif logam sulfat dapat hadir dalam bentuk  $\text{FeSO}_4$ <sup>[5]</sup>. Lelehan garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ - $\text{FeSO}_4$  akan menembus lapisan oksida yang terbentuk pada permukaan logam melalui celah-celah retakan yang terbentuk akibat tahap inisiasi, akibat menembusnya lelehan garam ke daerah antarmuka logam-oksida. Sistem lelehan garam logam sulfat dapat terbentuk karena difusi oksigen dalam bentuk ion  $\text{SO}_4^{2-}$  dan  $\text{S}_2\text{O}_7^{2-}$  bereaksi dengan ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang berdifusi keluar untuk membentuk oksida. Sistem lelehan garam yang telah setimbang kemudian dapat melarutkan ion-ion logam Fe, namun tidak membentuk  $\text{FeSO}_4$ . Ion logam kemudian berdifusi keluar lelehan logam dalam bentuk ion  $\text{Fe}^{2+}$  (Eq. 1), ke daerah yang memiliki potensial oksigen yang lebih tinggi pada antarmuka oksida-garam dan membentuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Eq. 2).



Ion  $\text{Fe}^{3+}$  yang dihasilkan dari reaksi di atas kemudian berdifusi ke antarmuka logam-oksida dimana terdapat lelehan garam. Ion  $\text{Fe}^{3+}$  kemudian tereduksi mengikuti Eq. 3,



Ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang dihasilkan kemudian berdifusi kembali ke daerah yang memiliki potensial oksigen yang lebih tinggi. Mekanisme *hot corrosion* kemudian terulang. Pembentukan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  terhambat disebabkan potensial oksigen yang terlalu rendah.  $\text{FeO}$  terbentuk dari reaksi ion logam dari lelehan dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  hasil produk korosi (Eq. 4) karena potensial oksigen yang lebih rendah di daerah yang semakin dekat dengan substrat. Senyawa  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{FeSO}_4$  dapat larut dalam air, maka kedua senyawa  $\text{FeSO}_4$  ikut larut ketika dilakukan pelarutan garam menggunakan air setelah spesimen dipanaskan.

## KESIMPULAN

Laju korosi pada temperatur 650°C adalah 4 kali lebih tinggi dibandingkan pada temperatur 550°C. Tingginya laju korosi pada temperatur 650°C karena pada waktu pemanasan 8 hari, korosi yang terjadi berada pada tahap lanjut propagasi, sementara waktu pemanasan 8 hari pada temperatur 550°C masih dalam tahap awal propagasi. Tahap propagasi *hot corrosion* yang terjadi mengikuti mekanisme *gas-induced acidic fluxing*.

## REFERENSI

- [1] V. P. Deodshmukh, Hot Corrosion Behaviour of Pt-Modified Ni- and Co- Based Alloys and coatings, Iowa State University (2007) 33-36.
- [2] N. Birks, G.H. Meier, F.S. Pettit, High Temperature Oxidation of Metals, Cambridge University Press, New York, 2006.

- [3] G.Lai, High-Temperature Corrosion of Engineering Alloys, ASM International, USA, 1990.
- [4] J. R. Davis, ASM Specialty Handbook: Heat-Resistant Materials, ASM International. 1997.
- [5] D. Young, High Temperature Oxidation and Corrosion of Metals, Elsevier, UK, 2008.

## PENGARUH WAKTU CELUP DAN TEMPERATUR PROSES PHOSPHATING TERHADAP GAYA ADHESI ORGANIC COATING PADA BAJA GALVANIS

Mizwar Purnama Rachman<sup>1,a</sup>, Yanyan Dwiyantri<sup>1</sup>, dan Wahyudin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

<sup>2</sup>Asosiasi Coating Indonesia, Bandung, Indonesia

[mizwar.pr@gmail.com](mailto:mizwar.pr@gmail.com)

### Abstrak

*Galvanized steel merupakan komponen yang sudah sering digunakan dalam berbagai aplikasi industri, akan tetapi penggunaan galvanized steel ini hanya mampu bertahan dengan baik dari serangan korosi pada kondisi lingkungan atmosfer. Pada lingkungan yang agresif, galvanized steel tidak mampu bertahan dari serangan korosi. Selain itu galvanized steel tidak memiliki variasi warna, yang mana saat ini sangat dibutuhkan variasi warna dari galvanized steel dalam berbagai macam aplikasinya seperti jembatan, rambu rel kereta api, dll. Aplikasi coating memiliki keunggulan yang unik, selain dapat berfungsi sebagai pelindung logam, coating juga memiliki fungsi dekoratif. Namun demikian, aplikasi coating memiliki keterbatasan dalam persiapan permukaan galvanized steel yang akan diproteksi. Cat yang telah melapisi galvanized steel sangat mudah terkelupas akibat pengaruh gaya adhesi yang rendah antara galvanized steel dengan coating yang disebabkan oleh licinnya permukaan dari galvanized steel sehingga peran komponen menjadi berkurang dan akan menyebabkan kegagalan coating. Gaya kohesi antara partikel cat biasanya lebih kuat daripada gaya adhesi logam dengan cat. Hal ini menyebabkan cat tidak mudah menempel pada logam tanpa media khusus. Oleh karena itu diperlukan pre-treatment sebelum komponen galvanized steel akan dicat. Proses pre-treatment yang dilakukan pada penelitian ini adalah phosphating yang merupakan suatu proses pelapisan logam secara kimiawi yang dapat meningkatkan gaya adhesi antara material coating dengan benda kerja dalam hal ini adalah galvanized steel. Penelitian dilakukan dengan variabel waktu pencelupan 20, 30, dan 40 menit, serta temperatur larutan zinc phosphat 60, 70, dan 80 °C. Penelitian menggunakan 9 sampel dengan dimensi 7x5 cm. Pengujian serta analisa permukaan menggunakan metode Pull Off Test, Immersion Chamber Test, dan Scanning Electron Microscop EDX untuk mengetahui nilai gaya adhesi, ketahanan korosi, serta morfologi permukaan sampel. Hasil penelitian menunjukkan variabel proses yang optimum memperoleh gaya adhesi adalah waktu pencelupan 40 menit dan temperatur larutan zinc phosphat 80 °C sebesar 3,17 MPa.*

**Kata kunci:** *Galvanized Steel, Korosi, Coating, Adhesi, Surface Preparation.*

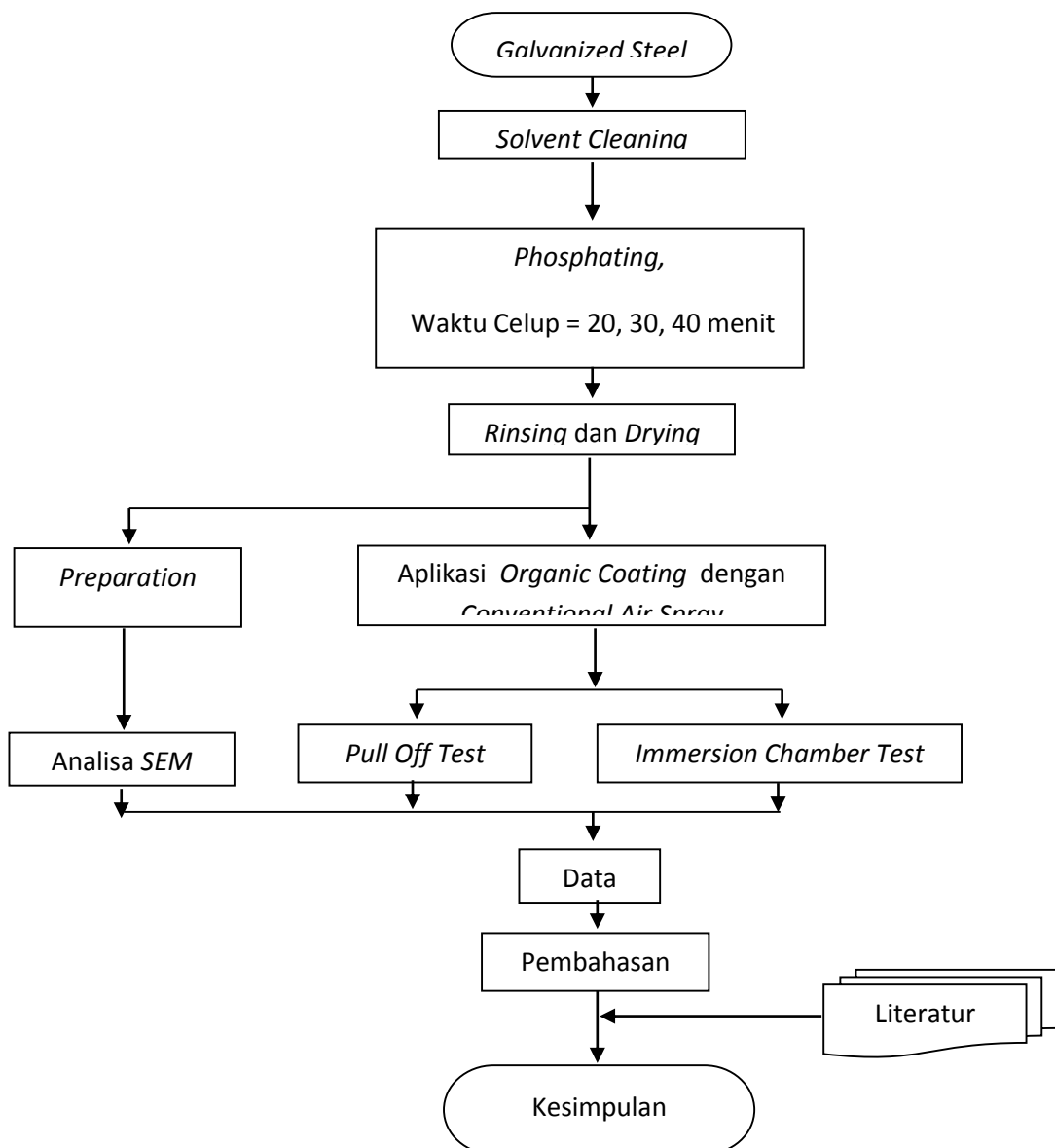
### PENDAHULUAN

*Galvanized steel merupakan komponen yang sudah sering digunakan dalam berbagai aplikasi industri, selain karena memiliki nilai ekonomis yang cukup terjangkau galvanized steel juga merupakan logam yang telah mengalami proses coating yaitu galvanisasi dan memiliki ketahanan korosi yang baik pada lingkungan atmosfer, akan tetapi galvanized steel tidak tahan pada kondisi lingkungan yang agresif dan dapat menyebabkan terjadinya korosi yang menjadi salah satu penyebab kegagalan komponen tersebut karena interaksinya dengan lingkungan yang agresif. Berbagai macam metode pengendalian korosi mempunyai keunggulan masing-masing. Aplikasi coating memiliki keunggulan yang unik, selain dapat berfungsi sebagai pelindung logam, coating juga memiliki fungsi dekoratif. Selain itu, coating termasuk cara proteksi korosi yang mudah diaplikasikan. Oleh karena itu aplikasi coating banyak digunakan dibandingkan metode proteksi korosi lain. Namun demikian, aplikasi coating memiliki keterbatasan dalam persiapan permukaan substrat yang akan diproteksi [3]. Cat yang telah melapisi*

*galvanized steel* sangat mudah terkelupas akibat pengaruh gaya adhesi yang rendah antara *galvanized steel* dengan *coating* yang disebabkan oleh licinnya permukaan dari *galvanized steel* sehingga peran komponen menjadi berkurang dan akan menyebabkan resiko. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa hal, yaitu pemilihan material *coating* yang kurang baik, persiapan permukaan atau aplikasi *coating* yang kurang baik. Dari ketiga faktor di atas, kegagalan *coating* paling banyak disebabkan karena *surface preparation* yang tidak baik. Oleh karena itu diperlukan *pre-treatment* sebelum komponen *galvanized steel* akan dicat. Gaya kohesi antara partikel cat biasanya lebih kuat daripada gaya adhesi logam dengan cat. Hal ini menyebabkan cat tidak mudah menempel pada logam tanpa media khusus. Proses *pre-treatment* yang akan dilakukan pada penelitian ini adalah *phosphating* yang merupakan suatu proses pelapisan logam secara kimiawi yang dapat meningkatkan gaya adhesi antara material *coating* dengan benda kerja dalam hal ini adalah *galvanized steel*.

## METODE PENELITIAN

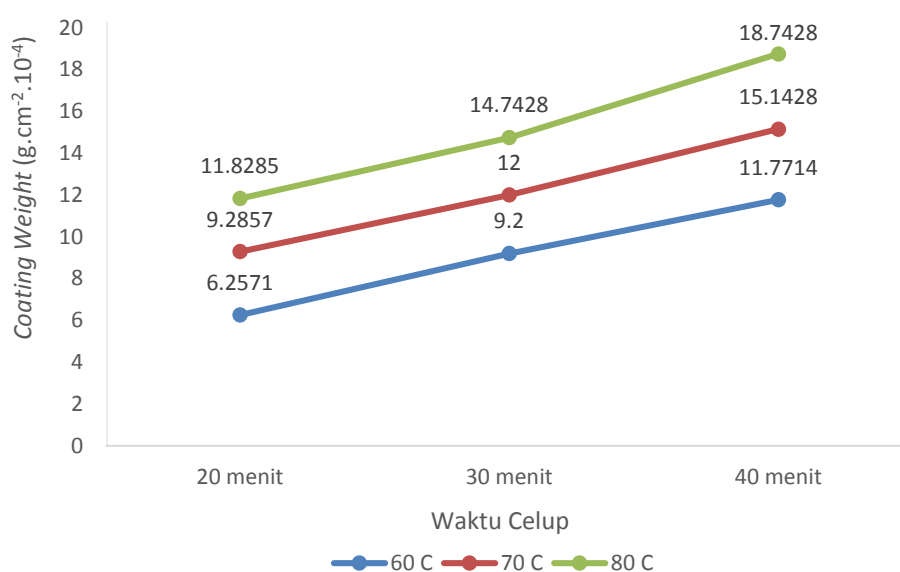
Secara skematik, penelitian ini digambarkan dalam bentuk diagram alir yang dapat dilihat pada **Gambar 1**.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses *phosphating* dilakukan pada keadaan yang variatif dengan konsentrasi larutan asam *phosphat* 0,35 M yang ditambahkan serbuk *zinc phosphat* 11 g/l. Variasi waktu yang digunakan adalah 20, 30, dan 40 menit sedangkan variasi temperatur larutan *zinc phosphat* yang digunakan adalah 60, 70, dan 80 °C. Proses *phosphating* ini dilakukan sebagai sebuah proses pretreatment untuk membentuk suatu lapisan dengan tekstur yang sedikit kasar dan baik untuk dilakukan coating di atas permukaan galvanized steel yang licin. Terbentuknya lapisan *phosphat* di atas permukaan galvanized steel dapat diketahui dari pertambahan berat per satuan luas yang terjadi pada sampel hasil proses *phosphating* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.

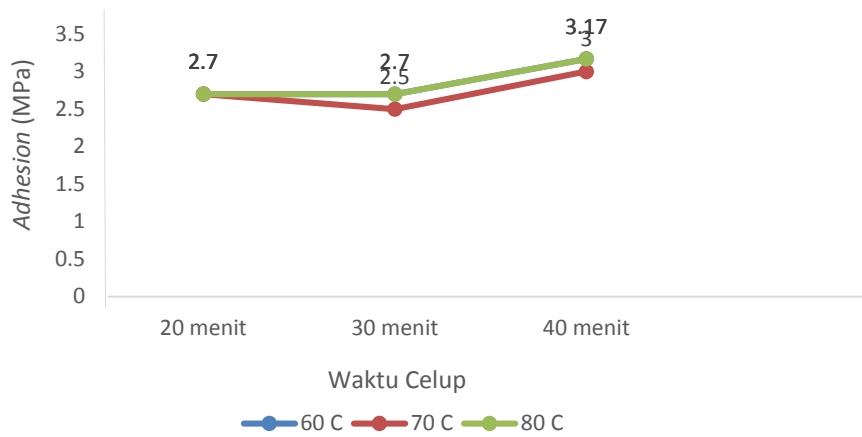


**Gambar 2.** Grafik Pengaruh Waktu Celup dan Temperatur Proses *Phosphating* Terhadap Pertambahan Berat per Satuan Luas pada Sampel Hasil Proses *Phosphating*.

Berdasarkan data dari **Gambar 2**, maka dapat diketahui bahwa variasi waktu dan temperatur yang dilakukan berpengaruh terhadap proses *phosphating*. Semakin lama waktu pencelupan yang digunakan maka semakin banyak pertambahan berat per satuan luas yang didapatkan pada sampel, begitu juga semakin tinggi temperatur yang digunakan maka semakin banyak pula pertambahan berat per satuan luas yang didapatkan pada sampel. Semakin besar jumlah pertambahan berat per satuan luas lapisan *phosphat* yang terbentuk maka diharapkan semakin banyak pula jumlah kristal *zinc phosphat (hopeite)* yang terbentuk di atas permukaan *galvanized steel*. Hal tersebut diharapkan agar permukaan *galvanized steel* yang licin berubah menjadi sedikit bertekstur dan kasar untuk meningkatkan gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel*.

Pengujian *pull off* dilakukan untuk mengetahui nilai gaya adhesi (daya rekat) antara material *coating* dengan substrat yang dimiliki oleh sampel setelah proses pengecatan. Standar yang digunakan pada pengujian ini adalah ASTM D 4541 untuk pengujian *Pull Off* dan ISO4624:2002 untuk pengamatan hasil dari pengujian *Pull Off*. Pengaruh variabel proses *phosphating* terhadap nilai gaya adhesi galvanized steel dengan *organic coating* dapat dilihat pada **Gambar 3** di bawah ini.





**Gambar 3.** Grafik Pengaruh Waktu Celup dan Temperatur Proses *Phosphating* Terhadap *Adhesion Organic Coating* pada *Galvanized Steel*.

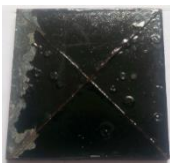


Berdasarkan data dari **Gambar 3**, nilai gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel* meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu pencelupan. Hal tersebut dapat terjadi karena semakin lama waktu pencelupan maka akan semakin banyak jumlah kristal *zinc phosphat* yang terbentuk di atas permukaan *galvanized steel*. Jumlah kristal *zinc phosphat* yang terbentuk inilah yang menyebabkan permukaan *galvanized steel* menjadi lebih bertekstur dan sedikit kasar, yang memudahkan material *coating* untuk berikatan secara mekanik dengan permukaan *galvanized steel* sehingga gaya adhesinya pun meningkat.

Pengujian *immersion chamber* dilakukan untuk mengetahui gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel* di lingkungan yang korosif. Pengujian dilakukan berdasarkan standar ASTM B117. Pada pengujian ini, sampel digores dengan metode *X-cut* hingga menyentuh logam dasar kemudian sampel dimasukkan ke dalam *chamber* yang berisi larutan NaCl 5% dengan lama waktu perendaman 96 jam.

**Tabel 1.** Hasil Uji *Immersion Chamber* Kondisi 60 °C

Waktu Celup (menit)	Bentuk Korosi	Keterangan
20		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat terkelupas, adhesi buruk.
30		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat tidak terkelupas, adhesi buruk.
40		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat tidak terkelupas, adhesi cukup baik.

**Tabel 2.** Hasil Uji *Immersion Chamber* Kondisi 70 °C

Waktu Celup (menit)	Bentuk Korosi	Keterangan
20		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat terkelupas, adhesi buruk.
30		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat tidak terkelupas, adhesi buruk.
40		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat tidak terkelupas, adhesi cukup baik.

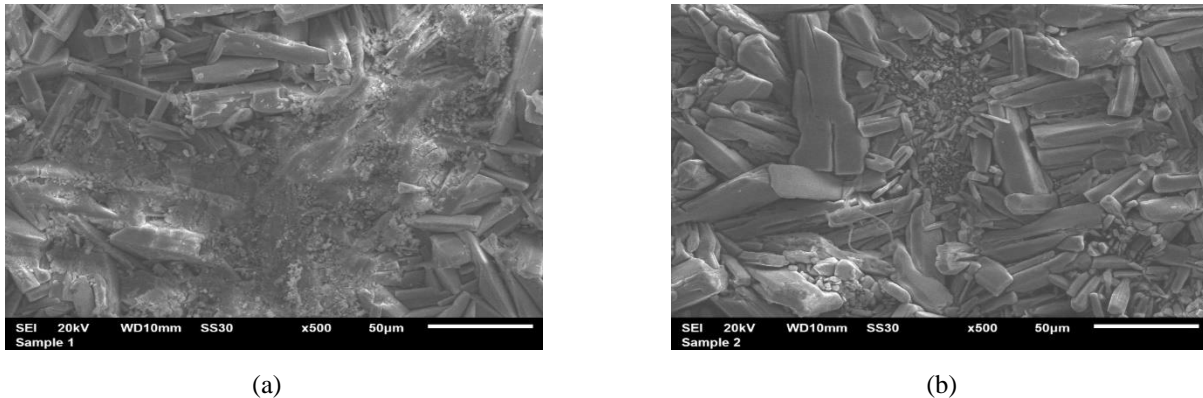
**Tabel 3.** Hasil Uji *Immersion Chamber* Kondisi 80 °C

Waktu Celup (menit)	Bentuk Korosi	Keterangan
20		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat terkelupas, adhesi buruk.
30		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat terkelupas, korosi melebar di daerah <i>x-cut</i> , adhesi buruk.
40		Terdapat <i>blister</i> di daerah <i>x-cut</i> , cat tidak terkelupas, adhesi cukup baik.

Berdasarkan data hasil pengujian pada **Tabel 1** hingga **Tabel 3**, diketahui bahwa gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel* yang cukup baik dimiliki oleh sampel dengan kondisi temperatur 60, 70, dan 80 °C dengan lama waktu pencelupan 40 menit. Hal tersebut membuktikan bahwa semakin lama waktu pencelupan maka akan semakin banyak jumlah kristal *zinc phosphat* yang terbentuk di atas permukaan *galvanized steel* sehingga dapat

meningkatkan gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel*. Begitu juga dengan pengaruh temperatur, semakin tinggi temperatur maka semakin sedikit jumlah *blister* yang terbentuk pada sampel sehingga semakin baik gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel*.

Analisa *Scanning Electron Microscope EDX* dilakukan untuk mengetahui morfologi dari permukaan *galvanized steel* serta untuk membuktikan kandungan unsur yang terdapat pada permukaan *galvanized steel* apakah sesuai dengan unsur – unsur pembentuk kristal *zinc phosphat (hopeite)*.



**Gambar 4.** (a) Hasil Foto Mikro *Galvanized Steel As-Phosphated* Perbesaran 500x pada Temperatur 80 °C dengan Waktu Pencelupan 30 menit (b) Hasil Foto Mikro *Galvanized Steel As-Phosphated* Perbesaran 500x pada Temperatur 80 °C dengan Waktu Pencelupan 40 menit.

Dari Gambar 4, menunjukkan bahwa telah terbentuk *hopeite* di atas permukaan *galvanized steel*. *Hopeite* sendiri memiliki bentuk orthorombik yang tersebar diseluruh permukaan *galvanized steel*. Pada kondisi temperatur larutan *zinc phosphat* 80 °C dengan lama waktu pencelupan 30 menit terlihat persebaran *hopeite* masih belum merata di atas permukaan *galvanized steel*, sedangkan pada kondisi temperatur 80 °C dengan lama waktu pencelupan 40 menit terlihat bahwa *hopeite* telah tersebar secara merata di atas permukaan *galvanized steel* sehingga nilai gaya adhesi dan ketahanan dari lingkungan yang korosifnya pun lebih baik dari kondisi sebelumnya.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan :

1. Proses phosphating yang dilakukan pada *galvanized steel* menyebabkan terbentuknya lapisan phosphat di atas permukaan *galvanized steel* sehingga meningkatkan gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel*. Gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel* tanpa proses *phosphating* sebesar 1,17 MPa meningkat menjadi 3,17 MPa setelah proses *phosphating*.
2. Lapisan *phosphat* yang terbentuk bertambah seiring dengan meningkatnya waktu celup dan temperatur proses *phosphating*. Nilai pertambahan berat per satuan luas lapisan *phosphat* tertinggi yaitu sebesar  $18,7428 \times 10^{-4} \text{ gr/cm}^2$  yang dihasilkan dari proses *phosphating* dengan temperatur 80 °C dan lama waktu pencelupan 40 menit.
3. Semakin baik gaya adhesi *organic coating* pada *galvanized steel* maka semakin sulit terjadi korosi antara *organic coating* dengan *galvanized steel*. Ketahanan korosi yang terbaik dimiliki oleh sampel dengan gaya

adhesi yang terbaik yaitu sebesar 3,17 MPa dengan tidak ada *coating* yang terkelupas dan sangat sedikit *blister* yang terbentuk.

## REFERENSI

- [1] IISIA. 2015. “Peranan dan Prospek Industri Baja Nasional”. LPPI. Jakarta.
- [2] Jones D.A. 1991. “*Principle and Prevention of Corrosion*”. Mc. Millan Publishing Company. New York.
- [3] ASM Handbook. 1998. “*Corrosion Vol. 13 edisi ke-9*”. Houston, Texas, USA.
- [4] Hudson, R. 2000. “*Surface Preparation for Coating*”. National Physical Laboratory. Queens Road, UK.
- [5] Galvanizers Association of Australia. 2012. “*The Basics of Hot Dip Galvanized Steel*”. Melbourne, Australia.
- [6] American Galvanizers Association. 2012. “*Hot-Dip Galvanizing for Corrosion Protection: A Specifier’s Guide*”. New York, USA.
- [7] American Galvanizers Association. 2011. “*The Inspection of Hot Dip Galvanized Steel Product*”. New York, USA.
- [8] American Galvanizers Association. 2004. “*Hot Dip Galvanizing for Corrosion Prevention: A Guide to Specifying and Inspecting Hot Dip Galvanized Reinforcing Steel*”. New York, USA.
- [9] Roberge, R. 1994. “*Handbook Of Corrosion Engineering*”. New York.
- [10] Langill, Thomas J. “*Painting Over Hot Dip Galvanized Steel*”. American Galvanizers Association. New York, USA.
- [11] Narayanan, T.S.N Sankara. 2005. “*Surface Pretreatment By Phosphate Conversion Coating*”. A review. India.
- [12] ASM Handbook. 1998. “*Corrosion Vol. 13A edisi ke-9*”. Houston, Texas, USA.
- [13] Fitrullah, Muhammad, dkk. “Pengaruh Temperatur dan *Accelerator*  $\text{NaNO}_2$  Pada Proses *Zinc Phosphating* di Aplikasi *Coating* Baja Karbon Rendah”. Proceedings SNTMUT. USAKTI.
- [14] American Galvanizers Association. 2003. “*Duplex System: Painting Over Galvanized Steel*”. New York, USA.
- [15] ASM Handbook. 1998. “*Surface Engineering Vol. 5*”. Houston, Texas, USA.
- [16] Wolpers, M, Angeli, J. 2001. “*Activation of Galvanized Steel Surfaces Before Zinc Phosphating – XPS and GDOES Investigations*”. ELSEVIER. Austria.
- [17] Palraj, S, dkk. 2004. “*Effect of Phosphate Coatings On The Performance of Epoxy Polyamide Red Oxide Primer On Galvanized Steel*”. ELSEVIER. India.
- [18] Aziz, F, Ismail, A. F. 2015. “*Spray Coating Methods for Polymer Solar Cells Fabrication: A Review*”. ELSEVIER. Malaysia.

## Karakterisasi dan Pengolahan Bertingkat Pasir Besi Pantai Selatan Pulau Jawa Dengan Metode *Screening* Dan *Magnetic Concentration*

Muhammad Victoryan N.<sup>1,a</sup>, Soesaptri Oediyani, Andinnie Juniarsih

Jurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon-Banten, Indonesia

<sup>a</sup>Email: [nadezul@gmail.com](mailto:nadezul@gmail.com)

### Abstrak

Baja merupakan salah satu bahan baku yang sangat penting untuk perkembangan infrastruktur dalam negeri, hal tersebut dapat dilihat dari nilai kebutuhan baja di Indonesia pada tahun 2015 mencapai 10,3 miliar ton dan diprediksi naik sebesar 8,2% setiap tahunnya<sup>[1]</sup>. Kebutuhan tersebut dapat dipenuhi dengan memanfaatkan potensi bahan baku untuk pembuatan baja yang salah satunya adalah pasir besi. Pantai selatan Pulau Jawa merupakan salah satu daerah yang memiliki potensi pasir besi yang cukup tinggi, yaitu sebesar 166,5 juta ton pasir besi titan-vanadium, dengan kadar konsentrat sebesar 13% (besi 80%, titanium 7,5%, vanadium 2,5%, dan pengotor lainnya 10%)<sup>[6]</sup>. Kadar Fe yang rendah menyebabkan harus dilakukan tahapan benefisiasi agar memenuhi syarat proses ekstraksi. Proses benefisiasi menggunakan metode magnetic separation, hal tersebut dilihat dari perbedaan sifat kemagnetan yang tinggi dengan pengotornya pada pasir besi jenis titanomagnetit. Pada penelitian ini bertujuan untuk melakukan kajian mengenai karakteristik pasir besi dan mempelajari pengaruh ukuran butir serta intensitas magnet yang digunakan pada sistem pemisahan magnetic separation secara bertingkat, sehingga dapat diketahui parameter efektif untuk proses benefisiasi pasir besi tersebut. Penelitian ini menggunakan variasi fraksi ukuran umpan dan nilai intensitas masing-masing sebesar -100+150; -150+200; +200-325# dan 1100; 850; 600 Gauss. Untuk laju pengumpanan dan kecepatan rotor alat sebesar 0,4 gr/detik dan 45 rpm. Analisa kimia menggunakan metode XRF dengan sasaran utama adalah kadar Fe dan nilai recovery proses. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai recovery dan kadar Fe maksimum yang dihasilkan masing-masing sebesar 99,30% dan 48,30% pada kondisi fraksi ukuran umpan dan intensitas magnet masing-masing sebesar -200+325# dan pemisahan magnetik bertingkat sampai intensitas 600 Gauss.

Kata kunci: Pasir Besi, *Magnetic Separation*, *Recovery*, Kadar, Intensitas

### 1. PENDAHULUAN

Baja merupakan salah satu bahan yang sangat penting untuk majunya pembangunan suatu negara, baik dalam bidang otomotif, manufaktur, konstruksi, dan lain sebagainya. Kebutuhan baha di Indonesia pada tahun 2015 mencapai 10,3 miliar ton<sup>[1]</sup>, nilai kebutuhan tersebut akan naik perkapita setiap tahunnya sebesar 8,2%<sup>[2]</sup>. Kebutuhan baja di dalam negeri tidak diimbangi dengan kemampuan industri baja domestik untuk menjawab tantangan tersebut, sehingga untuk saat ini Indonesia masih menggunakan baja impor untuk memenuhi target yang diinginkan. Pada tahun 2013 Indonesia menggunakan 66% baja impor dan 44% baja domestik untuk memenuhi kebutuhan baja Nasional<sup>[2]</sup>. Ketergantungan akan bahan impor tersebut dapat dikurangi dengan meningkatkan kemampuan produksi industri baja domestik. Salah satu solusi untuk mengurangi konsumsi baja import adalah dengan memenuhi kebutuhan akan bahan baku pembuatan baja industri dalam negeri, yaitu konsentrat hasil pengolahan bijih besi yang memenuhi ketentuan industri pengolahan baja. Indonesia memiliki potensi bahan baku pembuatan baja yaitu bijih besi yang cukup besar dengan kadar Fe yang dimiliki berkisar 35-39%<sup>[4]</sup>. Besar potensi bijih besi yang dimiliki Indonesia tidak diimbangi dengan kadar yang dimilikinya sehingga industri baja sulit mengolahnya, Gambar 1 menunjukkan data potensi biji besi yang dimiliki Indonesia.

Pada Tabel 1 menunjukkan bahwa pasir besi yang tersebar di Indonesia merupakan potensi bijih besi yang paling tinggi. Berdasarkan data potensi pasir besi nasional daerah pantai selatan Pulau Jawa memiliki potensi

cadangan yang cukup besar, yaitu sebesar 166,5 juta ton pasir besi titan-vanadium, dengan kadar konsentrat sebesar 13% (besi 80%, titanium 7,5%, vanadium 2,5%, dan pengotor lainnya 10%) [6].

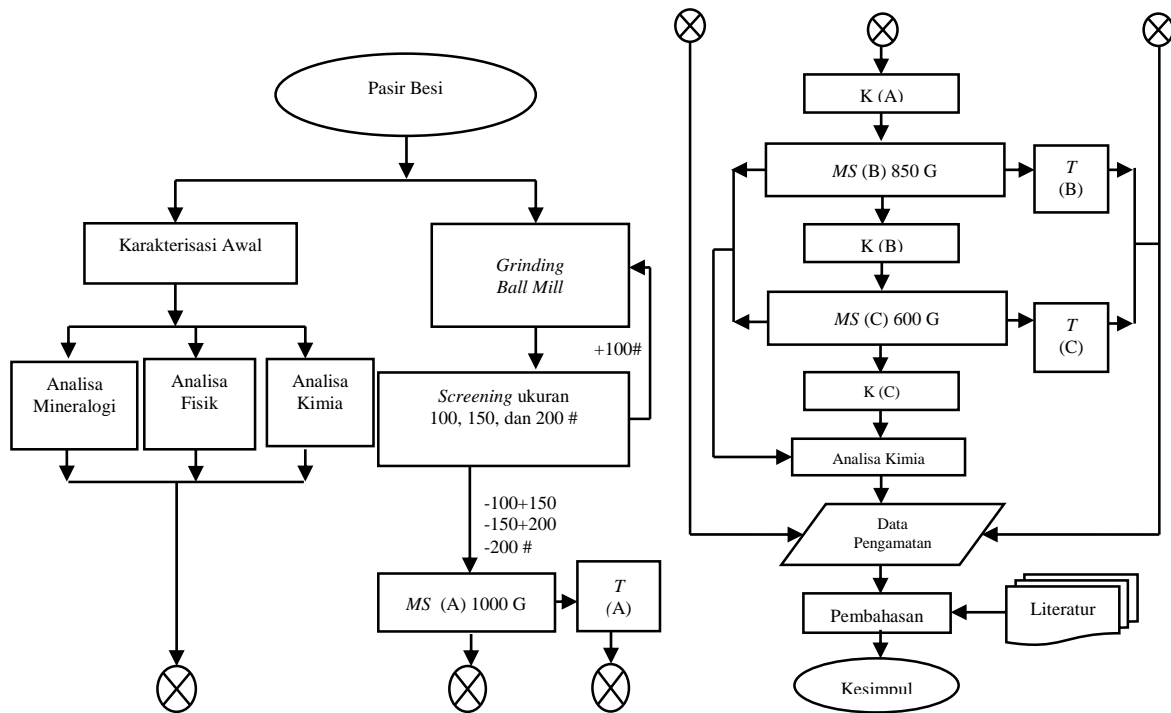
**Tabel 1. Potensi Sumber Daya Bijih Besi di Indonesia [3]**

<b>Jenis Bijih Besi</b>	<b>Bijih (juta ton)</b>	<b>Logam (juta ton)</b>
Bijih besi primer	712	402
Laterit besi	1880	685
Pasir besi	2117	425

Sumberdaya pasir besi di Indonesia khususnya untuk daerah pantai selatan Pulau Jawa cenderung besar tetapi tidak diimbangi dengan kadar besi yang dimiliki menjadi permasalahan yang harus dipecahkan. Salah satu solusi yang dilakukan adalah proses benefisiasi. Proses benefisiasi memegang peranan penting untuk memenuhi ketentuan kadar bahan baku industri pengolahan baja. Ketentuan tersebut tertuang dalam Permen ESDM Nomor 1 Tahun 2014 yang berisi tentang pengolahan pasir besi menjadi konsentrat harus memenuhi ketentuan Harga Patokan Eksport (HPE) dengan kadar Fe sebesar 58% [7]. Proses benefisiasi mencakup metode konsentrasi. Metode tersebut dilakukan dengan membandingkan sifat fisik yang dimiliki senyawa di dalamnya. Metode konsentrasi bertujuan untuk memisahkan mineral berharga dengan pengotor sehingga kadar konsentrat yang dimiliki akan meningkat. Pada pasir besi, umumnya dilakukan dengan membandingkan sifat kemagnetan antara konsentrat dengan pengotornya. Efektivitas metode konsentrasi berdasarkan sifat kemagnetan dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya intensitas magnet, laju pengumpanan, dan kecepatan rotor alat. Dari beberapa pernyataan diatas didapatkan beberapa tujuan dari penelitian yang dilakukan, yaitu melakukan kajian karakteristik serta mempelajari pengaruh ukuran butir dan intensitas magnet bertingkat pada sistem benefisiasi menggunakan *magnetic separator* terhadap peningkatan kadar Fe yang didapatkan. Berdasarkan hubungan antara kebutuhan baja nasional, sumber daya yang dimiliki Indonesia serta peningkatan nilai mineral akan pasir besi dengan tahapan benefisiasi menggunakan sifat kemagnetan, dan beberapa parameter yang mempengaruhi proses pemisahan tersebut menjadikan penelitian ini sangat penting untuk dilakukan.

## **2. METODE PERCOBAAN**

Pengambilan sampel pasir besi dilakukan di daerah pantai selatan Pulau Jawa. Lokasi koordinat pengambilan sampel, yaitu X: 399882 dan Y: 9124298. Proses preparasi sampel dilakukan dengan cara pengeringan, *coning quartering* dan *splitting*. Setelah dilakukan proses preparasi maka tahapan selanjutnya ditunjukkan pada diagram alir Gambar 1.

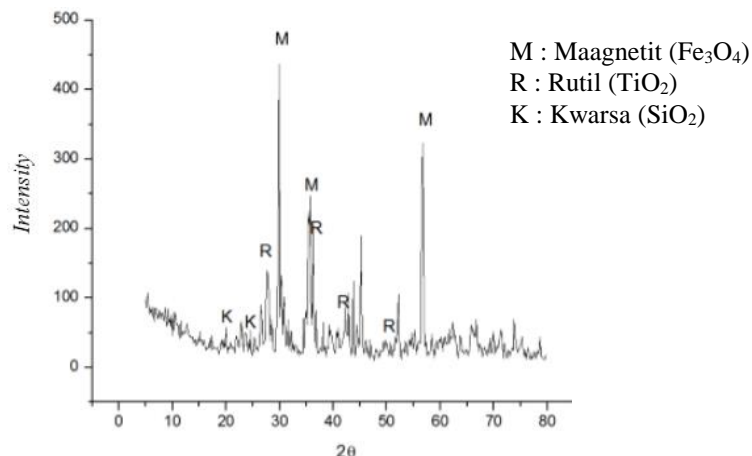


**Keterangan :** MS (Magnetic Separator), T (Tailing), K (Konsentrat)

**Gambar 1.** Diagram Alir Penelitian

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi awal berdasarkan analisa mineralogi menggunakan XRD pada *raw mineral* ditunjukkan pada Gambar 2. Berdasarkan hasil analisa pengujian pada Gambar 2 diketahui bahwa mineral atau senyawa dominan yang terdapat pada pasir besi adalah magnetit, rutil, dan kwarsa. Dari hasil analisa mineralogi dapat diketahui bahwa pasir besi pantai selatan Pulau Jawa dapat dilakukan proses benefisiasi menggunakan *magnetic separator* karena ketiga mineral tersebut memiliki perbedaan sifat kemagnetan yang signifikan, dimana magnetit memiliki sifat ferromagnetik, rutil memiliki sifat paramagnetik, dan kwarsa memiliki sifat diamagnetik [8].



**Gambar 2.** Hasil Analisa Mineralogi XRD

Karakterisasi awal untuk analisa kimia pada *raw mineral* dan hasil proses pengayakan ditunjukkan pada Tabel 2. Dari Tabel 2 dapat diketahui bahwa *raw mineral* pasir besi pantai selatan Pulau Jawa memiliki kadar Fe yang rendah, yaitu 23,52%. Analisa kimia hasil proses pengayakan bertujuan untuk mencari ukuran efektif yang direkomendasi untuk proses benefisiasi.

**Tabel 2 Hasil Analisa Kimia Raw Mineral dan Proses Pengayakan Pasir Besi**

UNSUR	Raw Mineral	Kadar (%)						
		+60	- 60+100	- 100+150	- 150+200	- 200+325	- 325+400	- 400
Fe	23,525	8,119	19,209	38,411	50,322	23,576	21,328	21,827
Ti	1,533	0,617	1,574	2,934	3,813	1,710	1,578	1,334
Si	8,078	5,558	4,705	3,407	2,701	3,955	4,128	3,940

Tabel 2 menunjukkan bahwa komposisi Fe paling rendah terdapat pada fraksi ukuran +60# yaitu 8,12%, sedangkan untuk komposisi Fe paling tinggi terdapat pada fraksi ukuran -150+200# yaitu 50,33%. Dari hasil analisa kimia yang dilakukan menunjukkan bahwa tiga fraksi ukuran yang paling efektif dan layak untuk dilakukan proses benefisiasi adalah -100+150, -150+200, dan -200+325# dengan kadar Fe masing - masing, yaitu 34,41%; 50,32%; dan 23,58%.

Tahapan karakterisasi selanjutnya adalah karakterisasi berdasarkan analisa secara fisik, analisa fisik bertujuan untuk mengetahui ukuran persebaran rata-rata yang dimiliki *raw mineral* pasir besi. Analisa fisik dilakukan dengan membandingkan berat tertampung dari setiap fraksi ukuran dari *screen* yang digunakan. Tahapan ini menggunakan fraksi ukuran screen +60, -60+100, -100+150, -150+200, dan -200#. Hasil analisa fisik pada raw mineral ditunjukkan pada Tabel 3.

**Tabel 3. Hasil Analisa Fisik Raw Mineral Pasir Besi**

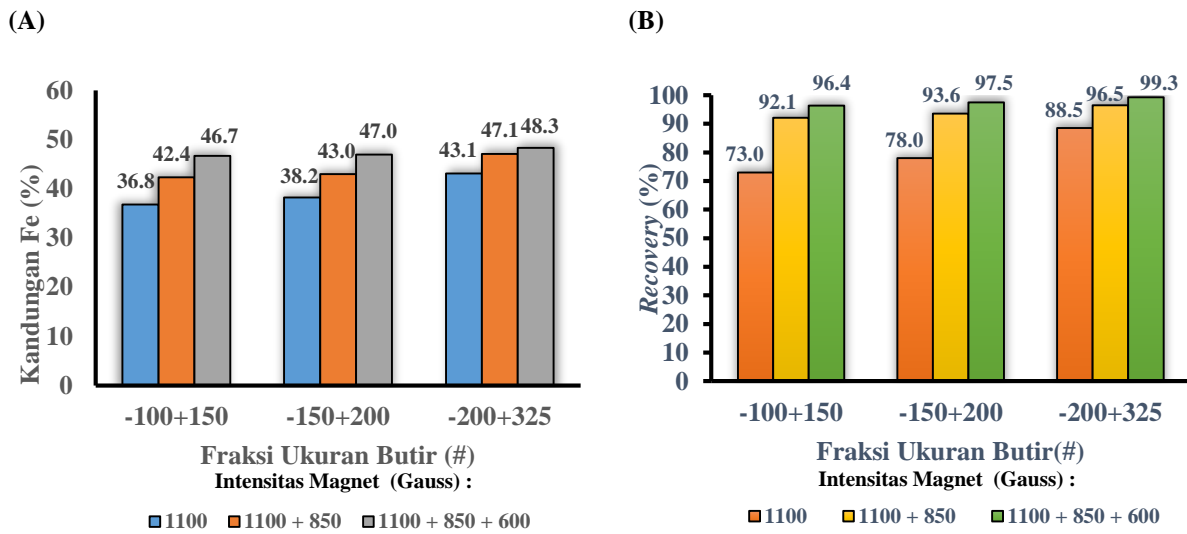
Fraksi Ukuran (#)	Massa Tertampung (Kg)	Massa Tertampung (%)	Kumulatif Tertampung (%)	Kumulatif Lolos (%)
+60	0,628	0,63	63,18	36,82
-60+100	0,302	0,30	93,56	6,44
-100+150	0,048	0,05	98,39	1,61
-150+200	0,012	0,01	99,60	0,40
-200	0,004	0,00	100,00	0,00
<b>Total Berat Sampel</b>	0,994	100	-	-

Berdasarkan data pada Tabel 3 menunjukkan bahwa persebaran paling sedikit pada fraksi ukuran -200#, sedangkan persebaran dominan terdapat pada fraksi ukuran +60#. Dari data tersebut dapat diketahui bahwa ukuran rata-rata *raw mineral* pasir besi pantai selatan Pulau Jawa secara alamiah lebih dari 60# atau 250 mikron.

Hasil proses konsentrasi *magnetic separator* pada penelitian yang dilakukan dipengaruhi oleh ukuran butir umpan dan intensitas magnet yang digunakan. Berdasarkan korelasi terhadap proses karakterisasi awal menunjukkan bahwa ukuran butir umpan yang digunakan adalah -100+150, -150+200, dan -200+325#. Intensitas kemagnetan yang digunakan adalah 1100, 850, dan 600 Gauss dengan sistem bertingkat, sedangkan untuk laju pengumpanan dan kecepatan rotor alat masing-masing adalah 0,4 gr/detik dan 45 rpm.

Ukuran butir umpan berpengaruh terhadap proses konsentrasi menggunakan alat *magnetic separator* cara kering, terutama pada nilai *recovery* proses yang dihasilkan. Nilai *recovery* yang dihasilkan menunjukkan efektifitas terliberasinya mineral berharga dengan pengotornya pada proses benefisiasi yang dilakukan. Kadar Fe pada konsentrat merupakan faktor penting yang digunakan untuk perhitungan nilai *recovery* proses yang dilakukan. Pada Gambar 3 (A) ditunjukkan pengaruh ukuran butir terhadap kadar Fe dalam konsentrat hasil analisa kimia, dengan kadar Fe tertinggi dan terendah masing-masing sebesar 48,30 dan 36,80% pada fraksi ukuran butir -200+325 dan -100+150#.

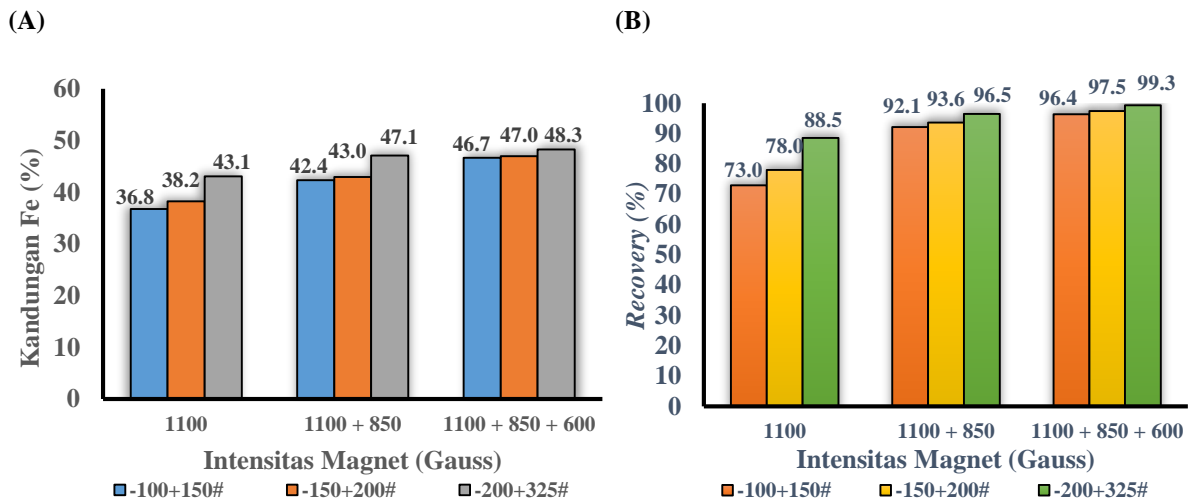




**Gambar 3. Pengaruh Fraksi Ukuran Butir Terhadap Hasil Konsentrasi Magnetik (A) Kandungan Fe Pada Konsentrat (B) Nilai Recovery**

Grafik yang ditunjukkan pada Gambar 3 (A) menunjukkan bahwa semakin halus ukuran butir umpan maka liberasi antara mineral berharga (Fe) dengan pengotornya semakin besar, sehingga *magnetic separator* akan lebih mudah melakukan proses pemisahan antara konsentrat dan *tailing*. Hal tersebut menyebabkan persentase kandungan Fe pada konsentrat cenderung naik. Nilai kadar Fe dalam konsentrat yang berbanding lurus dengan nilai *recovery* menyebabkan nilai *recovery* proses yang dihasilkan juga cenderung naik terhadap kehalusan ukuran umpan yang digunakan, pernyataan tersebut dapat dilihat pada Gambar 3 (B). Pada Gambar 3 (B) menunjukkan nilai *recovery* tertinggi terdapat pada ukuran partikel umpan -200+325# sebesar 99,30%, sedangkan *recovery* terendah sebesar 73,00% terdapat pada ukuran partikel -100+150#. Dari Grafik yang ditunjukkan pada gambar 3 (B) dapat dinyatakan bahwa semakin halus ukuran partikel maka nilai *recovery* proses yang dihasilkan akan semakin tinggi.

Intensitas magnet merupakan salah satu faktor yang sangat mempengaruhi keberhasilan proses pada alat *magnetic separator*. Gambar 4 menunjukkan pengaruh intensitas magnet terhadap hasil konsentrasi magnetik. Intensitas kemagnetan yang digunakan berhubungan dengan suseptibilitas magnetik tiap mineral-mineral dalam pasir besi, diantaranya hematit ( $Fe_2O_3$ ) dan magnetit ( $Fe_3O_4$ ) bersifat ferromagnetik, rutil ( $TiO_2$ ) bersifat paramagnetik, dan silika ( $SiO_2$ ) bersifat diamagnetik. Perbedaan suseptibilitas magnetik yang tinggi untuk setiap mineral dalam pasir besi tersebut yang menjadi dasar pemilihan metode pemisahan berdasarkan sifat kemagnetan besi yang diteliti. Gambar 4 (A) menunjukkan pengaruh intensitas terhadap kadar Fe dalam konsentrat. Dari Gambar 4 (A), dapat dikatakan bahwa rata-rata nilai Fe tertinggi 48,30% terdapat pada konsentrat C, sedangkan terendah 36,78% pada konsentrat A untuk setiap fraksi ukuran partikel. Konsentrat C adalah produk *magnetic separator* dari tiga tahapan intensitas magnet yang berbeda yaitu 1100, 850, dan 600 Gauss, sedangkan konsentrat A adalah produk *magnetic separator* menggunakan intensitas 1100 Gauss.



**Gambar 4. Pengaruh Intensitas Magnet Terhadap Hasil Konsentrasi Magnetik (A) Kandungan Fe Pada Konsentrat (B) Nilai Recovery**

Lawver dan Hopstock menyatakan bahwa peningkatan kadar Fe pada konsentrat disebabkan pada intensitas magnet rendah, selektivitas magnet untuk menarik mineral akan semakin tinggi. Selektivitas tinggi tersebut menyebabkan hanya mineral konsentrat dengan nilai suseptibilitas tinggi (feromagnetik) saja yang dapat tertarik ke dalam medan magnet, sedangkan pengotor dari pasir besi akan jatuh ke dalam *tailing*. Sebaliknya apabila intensitas magnet yang digunakan semakin tinggi maka selektivitas magnet semakin rendah, dan menyebabkan mineral-mineral dengan sifat paramagnetik akan ikut tertarik ke dalam konsentrat, untuk mineral dengan sifat diamagnetik akan cenderung terpisah karena memiliki suseptibilitas negatif<sup>[9]</sup>. Pernyataan tersebut sesuai dengan data hasil penelitian pada Gambar 4 (A) yang menunjukkan bahwa kadar Fe konsentrat cenderung meningkat pada intensitas rendah, atau besarnya intensitas magnet berbanding terbalik dengan kadar Fe yang dihasilkan. Pada Gambar 4 (B) dapat diketahui bahwa nilai *recovery* tertinggi 99,30% terdapat pada konsentrat C, sedangkan terendah 73,00% terdapat pada konsentrat A. Intensitas magnet yang rendah menyebabkan massa tertampung konsentrat dan kadar Fe yang dihasilkan semakin tinggi, sehingga nilai *recovery* proses yang dihasilkan cenderung meningkat. Dari pernyataan tersebut dapat dikatakan bahwa hubungan antara nilai *recovery* dengan intensitas magnet adalah berbanding terbalik. Gambar 5 menunjukkan *Feed*, konsentrat dan *tailing* hasil proses *magnetic separation*.



(A) *Feed Magnetik*

(B) *Konsentrat*

(C) *Tailing*

**Gambar 5. Hasil Proses *Magnetic Separation***

#### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Karakterisasi awal pasir besi pantai selatan Pulau Jawa menunjukkan bahwa, ukuran rata-rata kadar Fe dan ukuran rata-rata partikel *raw mineral* masing-masing sebesar 23,52% dan 250 mikron. Mineral

dominan pada hasil analisa mineralogi raw mineral pasir besi Pantai Selatan Pulau Jawa adalah magnetit, rutil, dan kwarsa.

2. Ukuran efektif untuk proses benefisiasi berdasarkan karakterisasi analisa kimia dan analisa ayak adalah -100+150, -150+200, dan -200+325 # dengan kadar Fe masing-masing sebesar 38,41; 50,32; 23,58 %
3. Variabel efektif untuk ukuran fraksi butir dan intensitas magnet terdapat pada fraksi ukuran butir umpan -200+325# dan pemisahan magnetik secara bertingkat sampai 600 Gauss, dengan nilai kadar Fe pada konsentrat sebesar 48,30% dan *recovery* proses sebesar 99,30%

#### **REFERENSI**

- [1] Kementerian Perindustrian. 2015. FGD Penyelarasan Roadmap Industri dan Pasar Baja Nasional. Kementerian Perindustrian Republik Indonesia. Jakarta
- [2] IISIA. 2015. Peranan dan Prospek Industri Baja Nasional. *Indonesian Iron and Steel Industry Association*. Jakarta
- [3] ESDM. 2014. *Indonesia Mineral and Coal Information*. Ditjen Minerba, Kementerian ESDM. Jakarta
- [4] Rochman. 2003. Pemanfaatan Kandungan Alam di Bumi Indonesia. LIPI. Indonesia.
- [5] Koesnohadi dan Sobandi. 2008. Potensi Sumberdaya Lokal untuk Membangun Kemandirian dan Daya Saing Industri Baja Nasional. Tekmira. Bandung.
- [6] ESDM. 2006. Laporan Akuntabilitas Kinerja Instansi Pemerintah. Kemetrian ESDM. Jakarta
- [7] Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral Republik Indonesia. 2014. Jakarta
- [8] Gujar, S., K. 2002. *Heavy mineral placers*. National Institute of Oceanography, Dona-Paula. Goa
- [9] Kelly, E. G., dan Spottiswood, D. J.. 1982, *Introduction to Mineral Processing*. John Wiley and Sons. New York

**PENGARUH TEMPERATUR PADA COATING WRAPPING TAPE  
TERHADAP COATING BREAKDOWN DAN CURRENT  
DENSITY PADA PIPA BAJA DALAM APLIKASI  
IMPRESSED CURRENT CATHODIC  
PROTECTION  
(ICCP)**

**Muhammad Fitrullah<sup>1,a</sup>, R. E. Dinar Rahmawati<sup>1,b</sup>, dan Yanyan Dwiyantri<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

<sup>a</sup>[elangdinar@gmail.com](mailto:elangdinar@gmail.com)

**Abstrak**

Dalam industri minyak gas dan bumi, pipa bawah tanah merupakan salah satu alternatif transportasi untuk memindahkan produk penambangan minyak dan gas, sehingga pipa harus memiliki keamanan yang sangat tinggi untuk menghindari terjadinya kegagalan, namun pada penggunaannya pipeline tidak sepenuhnya memiliki keamanan yang tinggi sehingga terjadi kegagalan seperti kebocoran yang disebabkan karena adanya korosi. Coating wrapping tape menjadi alternatif untuk perlindungan pipa dari serangan korosi namun, pada aplikasinya ketika proses penempatan, proses transportasi dan proses pemasangan wrapping tape harus dilakukan secara bertahap sehingga membutuhkan waktu yang relatif lama dalam proses pengerjaannya. Hal ini memungkinkan pipa yang telah dilakukan coating dengan wrapping tape akan dibiarkan begitu saja di atas tanah selama sehari-hari sebelum pipa tersebut ditanam ke dalam tanah sehingga pipa kontak langsung dengan udara luar yang temperaturnya berbeda-beda pada setiap harinya. Hal ini akan menyebabkan beberapa kerusakan pada coating dari pipeline tersebut. Fenomena ini disebut juga coating breakdown sehingga ini akan memicu terjadinya korosi pada pipa. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur pada pipa dengan coating wrapping tape ( 25°C ; 30°C ; 75°C ; 120°C) terhadap besar nilai coating breakdown dan current density yang diperlukan pada potensial proteksi dengan waktu tahan pada lingkungan terbuka selama 7 hari serta atenuasi yang terjadi. Berdasarkan hasil penelitian bahwa dengan meningkatnya temperatur (25°C-120°C) maka akan dihasilkan coating breakdown dan current density yang akan semakin meningkat pula, serta semakin besar nilai coating breakdown maka semakin besar atenuasi yang terjadi.

**Kata kunci:** Pipa, Coating Wrapping Tape, Temperatur, Coating Breakdown, Current Density.

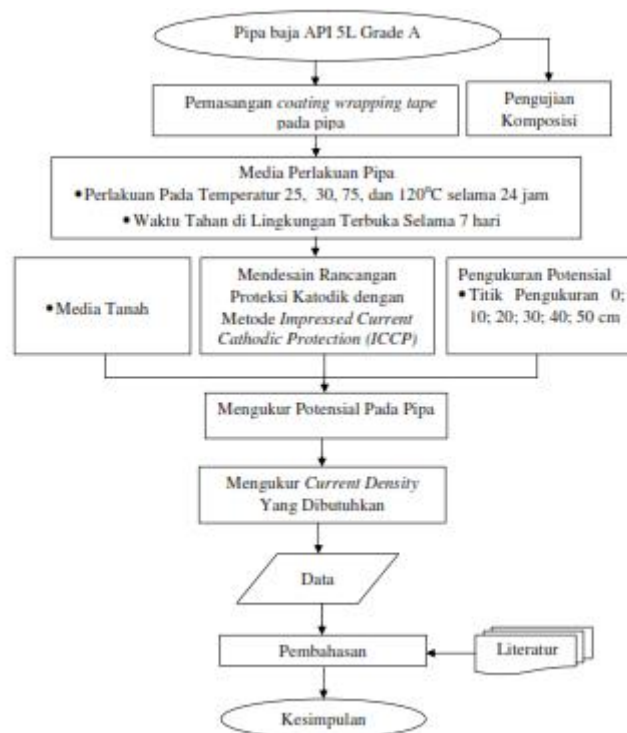
**PENDAHULUAN**

Distribusi minyak, gas dan air melalui pipa-pipa bawah tanah sangat banyak dibutuhkan sebagai infrastruktur. Pipa sebagai alat transportasi minyak dan gas mempunyai banyak resiko kerusakan yang sangat besar terutama kerusakan pada coating. Korosi merupakan faktor utama penyebab kerusakan pada pipa bawah tanah, oleh karena itu laju korosi perlu dikendalikan. Coating merupakan salah satu cara pengendalian korosi dengan memberikan lapisan pelindung pada logam sehingga logam pada pipa terisolasi dari lingkungan yang korosif. Pada umumnya coating biasa diberikan pada seluruh bagian permukaan logam dengan lingkungan menghambat arus listrik di seluruh permukaan logam yang dilindungi<sup>[1]</sup>. Coating wrapping tape atau 3 layer polyethylene digunakan untuk pipa-pipa gas, minyak maupun air. Fungsi utamanya adalah untuk mendukung dan melindungi pipa dari serangan korosi serta perlindungan mekanis pipa bawah tanah agar umur pakainya bisa menjadi lebih lama. Coating breakdown dapat terjadi karena adanya beberapa faktor salah satunya yaitu temperatur, dalam aplikasinya pipeline beroperasi pada temperatur lingkungan lebih dari 25°C, hal ini mengakibatkan coating pada pipa memburuk dan mengalami kerusakan dengan berjalannya waktu sehingga pipa membutuhkan penyesuaian desain current density.

Desain *current density* akan meningkat  $1 \text{ mA/m}^2$  untuk setiap derajat celsius dari logam atau lingkungan di atas temperatur  $25^\circ\text{C}$  hingga  $100^\circ\text{C}$ . Peningkatan temperatur akan menurunkan kelarutan oksigen pada lingkungan dan akan mempercepat laju korosi<sup>[2]</sup>. Proteksi katodik merupakan suatu cara pengendalian korosi dengan jalan mendistribusikan arus dari elektrolit menuju logam (*pipeline*) secara efektif sehingga seluruh bagiannya menjadi katoda<sup>[2]</sup>. Dalam sistem *impressed current cathodic protection* (ICCP) sumber arus pada sistem arus tanding berasal dari luar, biasanya berasal dari arus DC yang dilengkapi dengan penyearah arus (*rectifier*), kutub negatif dihubungkan ke struktur yang dilindungi dan kutub positif dihubungkan ke anoda. Arus mengalir dari anoda melalui elektrolit ke permukaan struktur, kemudian mengalir sepanjang struktur dan kembali ke *rectifier* melalui konduktor elektrik, karena struktur menerima arus dari elektrolit, maka struktur menjadi terproteksi<sup>[3]</sup>. Resistivitas tanah mencerminkan kemampuan tanah untuk tidak meneruskan arus listrik, telah diketahui bahwa tingkat korosivitas tanah akan meningkat saat arus yang mengalir juga meningkat, semakin besar resistivitas maka tanah tersebut semakin sulit untuk meneruskan arus listrik dan begitu sebaliknya. Atenuasi adalah fenomena kenaikan distribusi potensial dari titik *drainase* (titik dekat anoda) sampai dengan di titik ujung material (titik terjauh dari anoda) atau disebut juga penyusutan distribusi arus proteksi<sup>[4]</sup>. Pada proteksi katodik dengan kondisi tahanan elektrolit homogen dan tahanan struktur yang dianggap nol, rapat arus yang diterima struktur akan merata di seluruh permukaan. Struktur yang panjang seperti pipa saluran, tahanan struktur dan nilai konduktifitas *coating* pada pipa akan berpengaruh, sehingga distribusi arus proteksi makin jauh dari struktur semakin kecil<sup>[4]</sup>. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur pada pipa dengan *coating wrapping tape* terhadap besar nilai *coating breakdown*, *current density* yang diperlukan dan atenuasi yang terjadi pada potensial proteksi pada ujung pipa.

## METODE PENELITIAN

Secara skematik, penelitian ini digambarkan dalam bentuk diagram alir yang dapat dilihat pada **Gambar 1**.



**Gambar 1. Diagram Alir Penelitian**

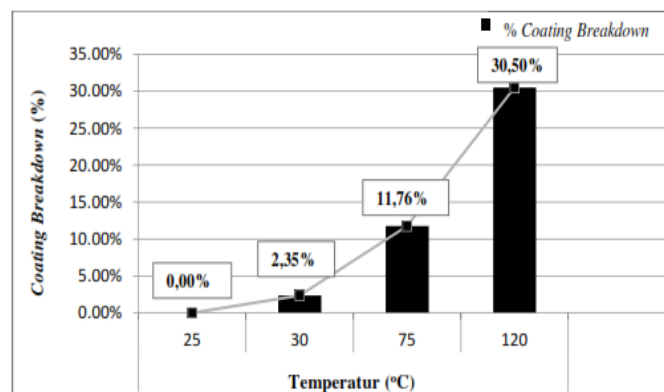
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada penelitian ini untuk mengetahui pengaruh temperatur pada *wrapping tape* terhadap *coating breakdown* dan *current density* pada pipa baja API 5L, peneliti melakukan metode *impressed current cathodic protection* (ICCP) dan melakukan pengujian yaitu uji komposisi kimia pada pipa baja API 5L dengan menggunakan *spectroscopy*. **Tabel 1.** Menunjukkan komposisi kimia pada pipa baja API 5L Grade A yang dilakukan dengan metode *spectroscopy*.

**Tabel 1.** Data Pengujian Komposisi Kimia Pipa Baja API 5L Grade A

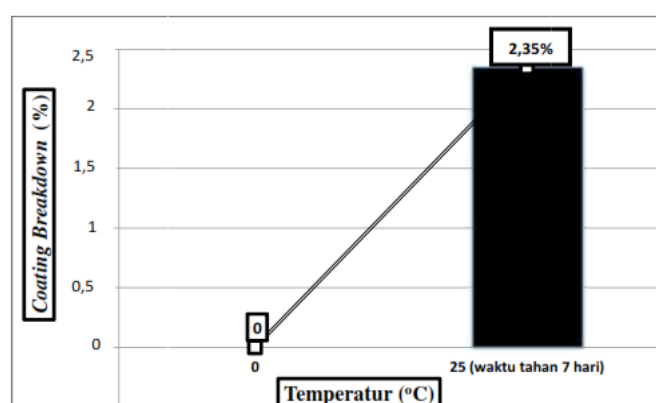
<b>Komposisi Kimia Pipa Baja API 5L Grade A (%)</b>					
C	Si	Mn	P	S	Cu
0,127	0,214	0,656	0,0087	0,0073	0,034
Ni	Cr	V	Ti	Nb	Al
0,011	0,015	0,002	0,0012	<0,001	0,017
Mg	Zn	W	B	Pb	Sn
<0,003	0,06	0,003	0,00041	0,004	0,011

Pada **Tabel 1** Menunjukkan komposisi kimia pada pipa baja API 5L Grade A sesuai dengan standar *American Petroleum Institute* (API) dan telah memenuhi kriteria untuk aplikasi *pipeline*. Pipa baja API 5L Grade A merupakan baja karbon rendah dan memiliki kandungan Cr dan Cu yang tidak tinggi, kandungan Cr dan Cu pada pipa berfungsi sebagai pencegah terjadinya proses korosi. Pengaruh komposisi kimia terhadap baja sangat penting untuk kualitas baja saat beroperasi. Pipa baja saat beroperasi harus memiliki ketahanan terhadap gesekan dan tekanan yang berlebihan, sehingga dibutuhkan komposisi kimia yang tepat pada pipa baja. Sesuai standar *American Petroleum Institute* (API) komposisi kimia pada pipa baja berbeda-beda tergantung dari pada jenis pipa yang digunakan. Pada pipa baja API 5L Grade A memiliki kadar Si sebesar 0,214% dan kadar Mn sebesar 0,656%. Pengaruh Si dan Mn pada baja yaitu, Si memiliki sifat elastis atau keuletan yang tinggi, Si pada baja juga dapat menambah kekerasan pada baja. Mn memiliki sifat yang tahan terhadap gesekan dan juga tahan terhadap tekanan. Beberapa sifat yang ada pada komposisi baja API 5L Grade A ini, sangat dibutuhkan ketika pipa baja beroperasi.



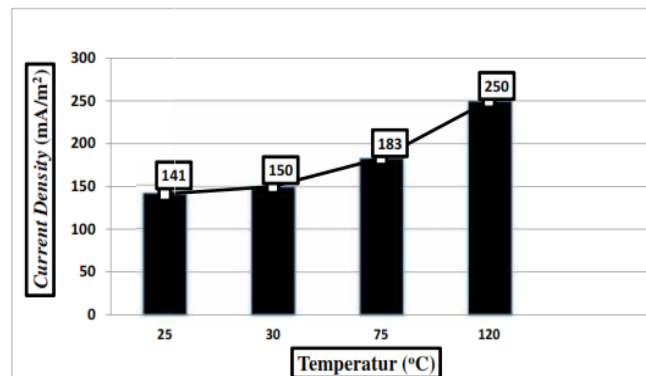
**Gambar 2.** Grafik Pengaruh Temperatur Terhadap *Coating Breakdown*

**Gambar 2** Menunjukkan bahwa dengan meningkatnya temperatur pada *coating wrapping tape* maka akan dihasilkan *coating breakdown* yang akan semakin meningkat. Pada penelitian ini menggunakan temperatur sebagai media korosif dengan variasi temperatur sebesar 25; 30; 75 dan 120°C dan kenaikan *coating breakdown* pada setiap temperatur berturut-turut sebesar 0% ; 2,35% ; 11,76% ; 30,50%. Pada umumnya pengaruh temperatur terhadap *coating breakdown* berkisar 25°C sampai dengan 100°C, untuk studi perbandingan digunakan variasi temperatur sebesar 120°C. *Coating breakdown* dapat terjadi karena adanya beberapa faktor seperti pemasangan yang tidak tepat, penempatan, proses saat transportasi, dan salah satunya yaitu temperatur, dalam aplikasinya *pipeline* beroperasi pada kondisi temperatur lebih dari 25°C, hal ini mengakibatkan *coating* pada pipa memburuk dan mengalami kerusakan, dengan berjalannya waktu sehingga pipa membutuhkan penyesuaian desain *current density*. Desain *current density* akan meningkat 1 mA/m<sup>2</sup> untuk setiap derajat celcius dari logam atau lingkungan di atas temperatur 25°C hingga 100°C. Peningkatan temperatur akan menurunkan kelarutan oksigen pada lingkungan dan akan mempercepat laju korosi<sup>[2]</sup>. Dalam sebagian besar reaksi kimia, setiap peningkatan temperatur akan disertai dengan peningkatan laju reaksi. Perubahan temperatur akan mengakibatkan material mengalami kerusakan atau *coating breakdown*, ketika nilai *coating breakdown* meningkat maka peluang terjadinya korosi pada pipa akan semakin meningkat pula<sup>[5]</sup>.



**Gambar 3.** Grafik Pengaruh Waktu Tahan Terhadap *Coating Breakdown*

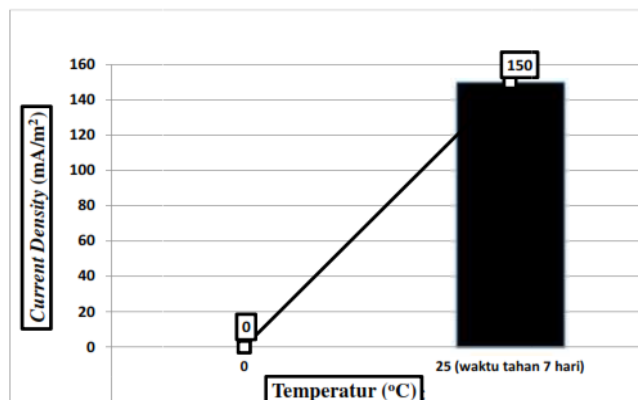
**Gambar 3.** Menunjukkan bahwa ketika pipa yang sudah dilakukan *coating* dan kemudian dilakukan waktu tahan pada lingkungan terbuka selama 7 hari sebelum dilakukan proses proteksi katodik pada tanah sebagai media elektrolit, mengakibatkan pipa mengalami *coating breakdown*. Nilai *coating breakdown* yang didapatkan yaitu sebesar 2,35%, ketika pipa yang telah dilakukan *coating* dibiarkan kontak langsung pada lingkungan terbuka selama sehari-hari, *coating* pada pipa akan mengalami kerusakan atau *coating breakdown*. Temperatur yang tinggi dan cahaya matahari dapat merusak lapisan *polyethylene* pada *coating wrapping tape* dan merusak lapisan terluar yang berfungsi sebagai *pigmenting*. Ketika *coating* pada pipa rusak maka kemungkinan terjadi korosi pada pipa akan semakin besar. Secara umum, lapisan *polyethylene* dapat digunakan untuk melindungi pipa dari paparan panas secara terus menerus dalam jangka panjang pada suhu sekitar 50°C sampai 125 °C, tetapi ketika panas berlebih kontak langsung dengan lapisan *wrapping tape*, tidak menutup kemungkinan akan terjadi korosi pada pipa<sup>[6]</sup>. Panas yang berlebih dapat merusak lapisan *wrapping tape*, ukuran *wrapping tape* yang awalnya lebar setelah mengalami pemanasan akan terjadi penyusutan secara merata hingga 20% disetiap lapisannya dan banyak area pipa yang awalnya tertutupi oleh lapisan *wrapping tape* menjadi tidak terlapsi lagi sehingga kemungkinan terjadi korosi sangat besar<sup>[7]</sup>.



Gambar 4. Grafik Pengaruh Temperatur Terhadap *current density* mA/m<sup>2</sup>

**Gambar 4** Menunjukkan bahwa dengan meningkatnya temperatur maka nilai *current density* yang dibutuhkan untuk proteksi pipa akan semakin meningkat. Desain *current density* adalah kebutuhan arus per satuan luas yang diperlukan untuk memproteksi pipa atau menurunkan potensial pipa pada lingkungan tertentu sehingga memenuhi kriteria proteksi. Meningkatnya kadar oksigen pada permukaan logam maka akan meningkatkan rapat arus yang dibutuhkan. Peningkatan ketersediaan oksigen disebabkan oleh meningkatnya kadar oksigen di lingkungan<sup>[8]</sup>. Pada saat terjadi peningkatan temperatur maka *coating* pada pipa akan mengalami *coating breakdown*, begitu juga akan terjadi peningkatan *current density* yang dibutuhkan untuk proteksi pipa dari korosi. Nilai *current density* dipengaruhi oleh ion-ion sulfat pada media elektrolit yang digunakan. Tanah sebagai media elektrolit memiliki nilai resistivitas, nilai resistivitas tanah juga dipengaruhi oleh temperatur lingkungan. Jika temperatur lingkungan tanah tinggi maka nilai resistivitas tanah tersebut rendah sehingga dapat dikatakan nilai korosivitas tanah tinggi, sebaliknya jika temperatur tanah rendah maka nilai resistivitas tanah tinggi<sup>[9]</sup>.

Saat temperatur naik, air akan menguap, jika temperatur lingkungan terus menerus meningkat maka semua air akan menjadi uap air. Seiring meningkatnya temperatur di permukaan tanah maka akan meningkatkan tekanan sehingga terjadi perbedaan tekanan antara permukaan tanah dan atmosfer udara sehingga uap air akan mengalir dari permukaan tanah yang bertekanan tinggi menuju atmosfer yang bertekanan rendah<sup>[9]</sup>. Kenaikan temperatur yang sangat ekstrim seperti halnya gurun pasir akan menyebabkan uap air akan terus menerus naik ke awan dan tidak turun lagi ke bawah permukaan bumi. Oleh karena itu, di lingkungan dengan temperatur yang sangat tinggi, jarang ada bahkan tidak ada uap air atau kandungan air dipermukaan tanah yang mengakibatkan nilai resistivitas rendah<sup>[9]</sup>.

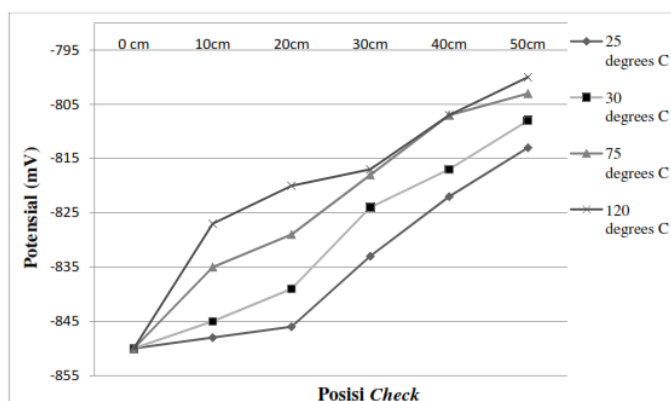


Gambar 5. Grafik Pengaruh Waktu Tahan Terhadap *Current Density* (mA/m<sup>2</sup>)

**Gambar 5** Menunjukkan pengaruh waktu tahan terhadap nilai *current density*, didapatkan nilai *current density* pada waktu tahan di lingkungan terbuka selama 7 hari sebesar 150 mA/m<sup>2</sup>. Waktu tahan pada lingkungan terbuka akan mengakibatkan pipa menjadi *rusted* atau karat, semakin lama pipa dilakukan waktu tahan di



lingkungan terbuka maka pipa akan mengalami reaksi oksidasi dengan oksigen pada lingkungan sehingga menyebabkan pipa mengalami korosi<sup>[1]</sup>. Kebutuhan *current density* untuk proteksi pada pipa disesuaikan dengan tingkat korosivitas yang terjadi pada pipa. Ketika korosivitas pada pipa meningkat maka, jumlah *current density* yang dibutuhkan untuk proteksi pipa tersebut akan semakin meningkat pula.



**Gambar 6. Grafik Pengaruh Temperatur Terhadap Atenuasi**

**Gambar 6** Menunjukkan bahwa semakin meningkat temperatur maka penurunan potensial pipa akan semakin besar pula, temperatur akan mempengaruhi besarnya potensial yang terjadi pada tiap titik dari titik *drainase* (dekat anoda) sampai dengan dititik ujung pipa yang letaknya jauh dari anoda, pada penelitian ini penurunan potensial yang terjadi tidak terlalu signifikan atau tidak terlalu terlihat penurunannya atau penurunannya bisa dikatakan sangat kecil, karena salah satu faktornya adalah pipa yang digunakan pada penelitian ini tidak terlalu panjang. nilai atenuasi akan berbanding lurus pada nilai *coating breakdown* pada pipa, semakin besar nilai *coating breakdown* pada pipa maka semakin besar pula nilai atenuasi yang dialami pada pipa. Besar atenuasi yang terjadi pada pipa yang dilindungi dengan menggunakan proteksi katodik arus tanding akan mempengaruhi potensial yang yang terjadi pada pipa, terutama potensial yang terjadi pada ujung pipa yang letaknya jauh dari anoda. Semakin jauh jarak pipa ke anoda, maka semakin besar nilai potensial yang terjadi pada pipa<sup>[4]</sup>.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan :

1. Dengan meningkatnya temperatur lingkungan pada pipa maka akan dihasilkan nilai *coating breakdown* yang akan semakin meningkat pula dengan dihasilkan persentase nilai *coating breakdown* berturut-turut sebesar 0% ; 2,35% ; 11,76% ; 30,58 %.
2. Dengan meningkatnya temperatur lingkungan pada pipa maka akan mempengaruhi nilai *current density* yang dihasilkan, semakin tinggi temperatur maka nilai *current density* akan meningkat pula dengan dihasilkan nilai *current density* berturut-turut sebesar 141 mA /m<sup>2</sup>; 150 mA /m<sup>2</sup>; 183 mA /m<sup>2</sup>; 250 mA /m<sup>2</sup>.
3. Temperatur akan mempengaruhi atenuasi yang terjadi pada tiap titik dari titik *drainase* (dekat anoda) sampai dengan di titik ujung pipa, semakin besar nilai *coating breakdown* pada pipa maka semakin besar pula nilai atenuasi yang dialami pada pipa, sehingga penurunan potensial dari titik drainase menuju ujung pipa semakin besar pula.
4. Waktu tahan dilingkungan terbuka selama 7 hari akan mempengaruhi nilai *coating breakdown* dan nilai *current density* yang dihasilkan.

## REFERENSI

- [1] Peabody, A. W. (2001). *Peabody's control of pipeline corrosion* (No. Ed. 2). NACE international.
- [2] ISO 15589-2 ed.,p.12 (2012): *Petroleum and Natural Gas Industries – Cathodic Protection of Pipeline Transportation Systems – Part 2: Offshore Pipelines.*

- [3] American Bureau of Shipping.(2007).*The Inspection, Maintenance and Application Of Marine Coating Systems, Third edition*. Houston: USA
- [4] Sulaiman Achmad. (2011). *Prinsip Proteksi Katodik*. Bandung : Indocoor
- [5] Roberge, P. R. (2008). *Corrosion engineering: principles and practice* (pp. 370-375). New York: McGraw-Hill.
- [6] Abboud L. Mamish, Berry Plastics Corp. (2009) “*Tape Coating System for Pipeline Corrosion Protection*”
- [7] Hess, R. L. (2008). Tape degradation factors and challenges in predicting tape life. *ARSC Journal*, 39(2), 240-275.
- [8] Sulistijono. (2009). *Desain Sistem Proteksi Katodik Arus Paksa (ICCP) Untuk Pipa*.
- [9] Mars, G. Fontana. ed.,p.172 (1987). *Corrosion Engineering*, 3rd edition. New York: Mc Graw-Hill Book Company.

## **PROPOSED TECHNOLOGY TO PROCESS INDONESIAN**

### **IRON SAND**

**Tomi Purwono**

**PT Jogja Magasa iron**

*tomi.purwono@jogjamagasairon.com*

#### **ABSTRACT**

*PT Jogja Magasa Iron (JMI) was entered into the Contract of Work (CoW) in November 2008. The area of the CoW is located between the Progo and Serang River, which is focusing in the mining and processing to produce 340,000 – 350,000 tpa of pig iron. Raw material characteristic is essential prior to the technology process that has been decided. PT JMI has conducted comparative test for characterizing the raw material as well as supporting material owned by New Zealand Steel. New Zealand Steel is the only one company for iron sand processing in the world by applying the proven technology from upstream to downstream. Currently, New Zealand Steel is as reference plant in terms of increasing the added value of iron sand in Indonesia. In the final conclusion PT JMI shall be planning to build an integrated pig iron plant, starting from beneficiation process to produce iron sand concentrate followed by agglomeration process to produce pellets. The reduction process uses a rotary kiln technology with char as reductant, while the hot off-gas that comes from the rotary kiln is used for pre-hardened process. Apart from the melting process there is Vanadium Recovery Unit installed before hot metal is casted to produce pig iron as final product.*

Keywords: iron sand, pig iron, value added, integrated plant

#### **INTRODUCTION**

PT Jogja Magasa Iron (PT JMI) established in 2008 which is a joint venture company between Indomines Ltd (70%) and PT Jogja Magasa Mining (30%). PT JMI was entered into the Contract of Work (CoW) in November 2008. The area of CoW is located along the coast between the Progo and Serang River, which is focusing to process and refine the iron sand to produce 340,000 – 350,000 tpa of pig iron. Iron sand processing is initially performed by the beneficiation process with the aim of increasing Fe content of the iron sand concentrate. Refining process shall be starting from agglomeration process of the concentrate to produce pellet, then followed by reduction process to produce DRI (Direct Reduced Iron) and the last process is refining by conducting smelting process to produce pig iron as final product. Apart from the whole process there is charring process to produce char that be used as main reductant.

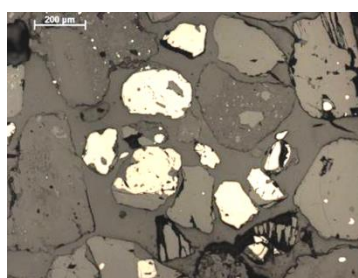
#### **IRON SAND PROCESSING**

##### **MATERIAL CHARACTERISTIC**

Material characteristic of iron sand is essential before the process design is decided and also refer to the total of iron sand resources to ensure that iron sand can be processed both on technical aspect as well as economical aspects. Material characteristic of iron sand can be obtained from mineralogy analysis, chemical analysis and physical analysis. Table 1 shows the mineralogy analysis of Jogja iron sand, based on the XRD analysis, it can be seen that the Jogja iron sand is dominated by plagioclase feldspar 44%, followed by amorphous 23% and pyroxene 19%, while the magnetite is only 4%. Figure 1 shows the optical mineralogy analysis and refer to the figure, it reveals that to get optimum of liberation degree, iron sand's particle size shall be ground finer than 45 micron.

**Table 1. XRD Analysis**

Mineral	%-wt
Amorphous	23
Plagioclase Feldspar	44
Magnetite	4
Pyroxenes	19
Amphibole	5
Talc	5
Total	100



**Figure 1. Optical Mineralogy Analysis**

The Jogja iron sand has 13.51% of Fe content with the highest impurities of SiO<sub>2</sub> content is 40.43%. TiO<sub>2</sub> and V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> are impurities but these metallic minerals have significant value added and it is attractive challenge to recover Titanium and Vanadium. Table 2 shows the chemical analysis of Jogja iron sand and Table 3 shows the physical analysis.

**Table 2. Head Assay of Jogja Iron Sand**

Assay (%)								
Fe Tot	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	TiO <sub>2</sub>	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>
13.51	10.94	40.43	11.13	7.36	1.93	0.10	0.36	0.03

**Table 3. Physical Analysis of Jogja Iron Sand**

Visual Identification	Course, overall light colored, discrete mineral species, low fines
Bulk density	1.9 t/m <sup>3</sup>

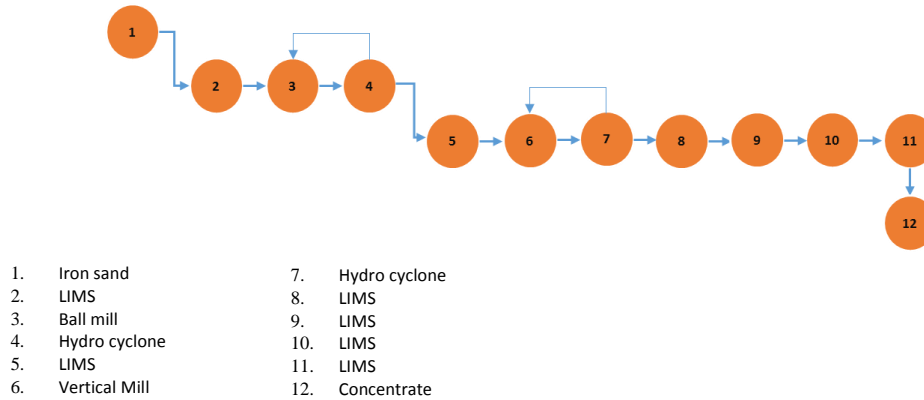
## BENEFICIATION PROCESS

Beneficiation process is the beginning steps in the processing of iron sands and shall be forwarded by the refining process. Beneficiation process has target to increase Fe content as required in the subsequent process. Refer to the material characteristic and the testwork that have been conducted, thus process design criteria for beneficiation plant will be performed as follows:

Feed rate : 1,500 tph  
Fe (raw material) : 13%

Fe (concentrate : min. 58.5%  
Working hours : 6,624 hours per year

The process flow diagram of beneficiation plant is shown in Figure 2.



**Figure 2. Flow Diagram of the Beneficiation Processing Plant**

Stages of beneficiation process is starting from magnetic separation process by LIMS (Low Intensity Magnetic Separator) with magnetic intensity is set at 2000 Gauss, the product is pre-concentrate with 21% of Fe content. The pre-concentrate is carried out into the first stage of grinding, in which target sizes of the product is about p100 = 150 micron. The product obtained from grinding process is sized-classified by hydro cyclone, where the underflow is recycled to regrinding process, further the overflow is followed by magnetic separation process with magnetic intensity of 2000 Gauss.

The concentrate obtained from the second magnetic separation process is transferred into the second grinding process with target size of product is about p100 = 63 micron. The condition of second grinding is similar to the first grinding process, the product is then classified by hydro cyclone, where the underflow is recycled into grinding process and overflow material is further processed again by magnetic separation with magnetic intensity of 2000 Gauss. The first and the second grinding process are called closed circuit process.

The second and the third of magnetic separation process produce concentrate having grade 44.1% and 55% of Fe content, respectively. Furthermore, the concentrate run into four stages magnetic separation process as cleaner and re-cleaner steps, starting from the magnetic intensity of 1000 Gauss followed to 800 Gauss, 600 Gauss and the last stage is 300 Gauss. Result of the final concentrate has 58.4% of Fe content and size p80 = 42 micron and this product is transferred to the next stage. Table 4 shows the result of chemical analysis of the final concentrate.

**Table 4. Assay of Jogja Iron Sand Concentrate**

Assay (%)							
Fe Tot	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	TiO <sub>2</sub>	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	P
58.4	3.72	2.19	0.71	2.54	8.58	0.48	0.09

## REFINING PROCESS OF IRON SAND

Refining process of iron sand concentrate is carried out in three stages that are starting from agglomeration process followed by reduction process and smelting process. Now, New Zealand Steel (NZS) technology is used by PT

JMI as a reference plant for iron sand processing. New Zealand Steel (NZS), located near Glenbrook, 60 km south of Auckland, is an integrated producer of 550,000 tons of flat and coated product per annum. Alternative iron making at NZS comprises direct reduction in four Multi Heart Furnaces and Rotary Kiln followed by melting in two Electric Melters utilizing locally available titaniferous iron sand and high volatiles sub – bituminous B coal<sup>(1)</sup>.

### **AGGLOMERATION PROCESS**

To achieve final iron sand concentrate with minimum Fe content 58%, the iron sand concentrate must be ground to 42 micron. This means that the material is fine enough to be agglomerated. The agglomeration process shall be implemented in Jogja through pelletizing process. The target of pelletizing process is to produce pellets which should have met the metallurgical characteristic and physical properties in accordance with the requirement to the subsequent process. The pelletizing process uses bentonite as binder.

The feedstock to the pelletizing plant is iron sand concentrate at approximately 9% moisture that is produced from beneficiation plant. The concentrate and binder 0.7 – 1% are mixed in a horizontal mixer, the mixed filter cake goes to the balling area. The balling disc creates green pellet with 9 – 16 mm of sizes. The green pellet are screened with the oversize are then moved into the pre-hardened grate, while the undersize and shredded oversize are returned to the balling area.

Green pellet are fed to pre-hardening grate, where the hot off-gases exited from the reduction kiln is used for the treatment of the green pellets. The green pellets on the grate pass through several zones of drying and heating to release moisture and other component at elevated temperature as well as hardened the pellets. Therefore, the agglomeration process produce pellets with sufficient strength to survive hot transferred into the kiln and pre-reduction. The exhaust gas from the pre-hardening grate is cleaned and released to the atmosphere.

### **REDUCTION PROCESS**

The hardened pellets from the pre-hardened grate are conveyed into the rotary kiln. Char is added along with the pre-hardened pellets. As the material moves through the kiln, it is heated by the counter current flow of hot gas. Char volatiles are released at the elevated process temperature. A portion of volatiles and char is combusted to provide the process heat and temperature required for iron sand reduction. Some of the carbon contained in the char will be converted to CO to enable the reduction reactions. Reduction reactions occur between 920° C and 1050° C. These temperature are too low for the reduction of any ulvospinel in the pellet.

The resulting kiln product contains partially reduced DRI pellets (with an aim metallization Of 80%) and char. The residual char in the kiln product mixture is sufficient for completing the reduction at the smelter and carburizing the hot metal.

The gas that is generated in the kiln exits at the kiln solid inlet into the after burning chamber. Air is added to the afterburner to burn off all combustible kiln gasses. Part of the hot off-gas from the afterburner is sent to the pre-hardening grate and the remaining portion sent to the waste heat boiler for power generation. The cooled kiln off-gas leaves the waste heat boiler for treatment and is released to the atmosphere.

### **Charring**

Based on the characterictis of coal, charring process to produce char is needed in part of reduction process. Table 5 shows the coal analysis as raw material of charring process in.

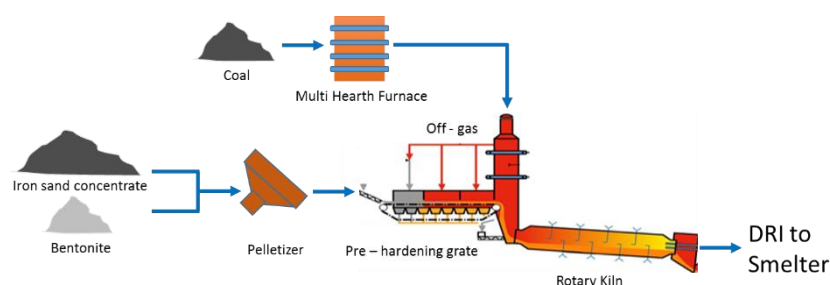
**Table 5. JMI Coal Analysis**

Analysis (%)	JMI
Moisture	40.5
Reactivity (h <sup>-1</sup> )	19.8
<b>Proximate</b>	
Fixed Carbon	46.2
Volatiles	50.8
Ash	3

Coal is fed to the Multi Heart Furnace (MHF) at ambient temperature and in a 'wet' state. The duty of the MHF is to dry, pre-heat and devolatilize the coal prior to use for pre-reduction in the rotary kiln. Process heat is provided by the combustion of coal volatiles.

The MHF comprises of a number of circular refractory hearts stacked on top of one another. Raw materials are fed into the top hearth and move downward under gravity through drop holes in the refractory floor of each hearth. As the feed moves to lower levels it is heated by hot gases moving upward through the drop holes. In the upper levels mainly drying and heating occur, but in the middle levels, combustion air is introduced and to combust the liberated volatiles in a self-sustaining flame environment.

The charred product is discharged at a temperature between 600 – 650° C and fed to a kiln at about 300 -350° C through hot charge conveyors. The MHF off-gas leaves the top of the furnace at approximately 550° C with a large amount of combustible gasses. These gasses are burnt in the fired waste heat boiler and directed to a wet scrubbing system. The integrated reduction process is shown in Figure 3.



**Figure 3. JMI Reduction Process**

## **SMELTING PROCESS**

The smelter building will house, one (1) six in line electrode smelter operating with partially open bath conditions in brush arc mode. A mixture of hot DRI pellets, char and burnt fluxes will be charged from the rotary kiln onto a covered hot charge transfer conveyer. This conveyer transfers the material to the smelter feed bins.

The furnace will operate in a partially open bath mode whereby kiln product (hot DRI pellets, char and burnt fluxes) is fed to the periphery of the furnace leaving the molten slag in the Centre of the furnace uncovered or 'open'. The feed temperature is between 600° and 650° C.

Carbon correction material in the form of indurated pellets will be added to control the smelter carbon balance by oxidizing any excess carbon (after the carbon demand for iron oxide reduction, metalloid reduction and carburization of the hot metal has been satisfied). A lime delivery system will be available for final flux adjustments to maintain slag basicity within the acceptable range.

Smelter off-gas will pass through a gas plant where it will be cooled and cleaned in a wet venturi scrubber. Cleaned off-gas contains chemical energy which will be used for cogeneration.

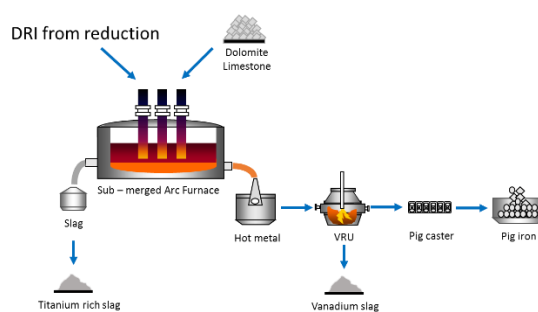
The hot metal will be tapped at regular intervals into ladles and transported to Vanadium Recovery Unit (VRU) section for vanadium recovery and dephosphorization. Slag will be tapped from the slag tap hole into a separate launder and further processed for sale as titania road aggregate.

## **VANADIUM RECOVERY UNIT (VRU)**

Indurated pellets are added as a coolant and oxygen source to the hot metal as it is tapped from the iron making furnace to the ladle. The ladle is transferred to the VRU station where nitrogen is blown through an immersed lance to stir the metal and homogenize the temperature. Oxygen is then blown into the ladle and further indurated pellet additions are made to provide the right thermodynamic conditions for selective oxidation of vanadium.

The iron oxide in the pellets is reduced as it oxidizes the titanium, silicon, manganese and vanadium in the hot metal. FeSi can be added for boil out control and fume control during slag skimming. A vanadium recovery of 60% in the slag is achievable with this process. The vanadium oxide bearing slag is skimmed off the ladle surface into a skip and later processed into a vanadium concentrate for sale. The devanaised hot metal is then ready for the dephosphorization step and casted.

The flow diagram of the smelting process is revealed in Figure 4.



**Figure 4. JMI Smelting Process**

To produce pig iron as final product with the capacity of 340,000 – 350,000 tpa, Table 6 shows all the material and utilities needed.

**Table 6. Material Description and Utilities Consumption**

Inputs	Annual Throughput	Utility	Total
Mined iron sand	5,375,000	Power	80 MW
Iron sand concentrate	645,000	Fuel	27 GJ/h
Coal (for reduction)	442,000	Nitrogen	2 Nm <sup>3</sup> /h
Coal (for power)	220,000	Oxygen	301 Nm <sup>3</sup> /h
Limestone (for smelting)	15,000	Compressed air	1869 Nm <sup>3</sup> /h
Limestone (for coal boiler)	3,400	Industrial water	665 kl/h
Dolomite (for smelting)	12,000	Demine water	20 kl/h
Bentonite binder	6,000	Domestic water	3 kl/h

## CONCLUSION

Based on the description above, it can be concluded that characteristics of the raw material is very important to control before the process design is decided. In the near future, PT JMI shall be developing the proven technology of iron sand processing from upstream to downstream that has been applied by New Zealand Steel as a reference plant. Iron sand concentrate of JMI has fine sizes, hence agglomeration process is required to produce pellet prior to the reduction process.

JMI coal is high reactivity, high volatile matter, high moisture content and low ash, so charring process is needed to produce char as reductant. From the whole process, JMI shall recover Titanium and Vanadium as by product with high value added besides the main product of pig iron.

## REFERENCES

Christopher R., 2000. New Zealand Steel, Presented at the ISS Electric Furnace Conference, Auckland.



## PERANCANGAN SISTEM PROTEKSI KATODIK ANODA KORBAN PADA PIPA BAJA API 5L GRADE B COATING DAN NON-COATING DI DALAM TANAH MENGGUNAKAN ANODA ZINC

Tubagus Noor R.<sup>1, a</sup>, Budi Agung K.<sup>2</sup>, dan Sepridany Jaya H.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material dan Metalurgi, Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia

<sup>2</sup> Teknik Material dan Metalurgi, Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia

<sup>3</sup> Teknik Material dan Metalurgi, Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia

<sup>a</sup> [roma\\_r2001@yahoo.com](mailto:roma_r2001@yahoo.com)

### Abstrak

Sistem proteksi katodik anoda korban merupakan salah satu metode untuk mencegah serangan korosi eksternal dengan menumbalkan anoda menjadi korosi. Anoda yang dipakai adalah logam lain yang memiliki potensial elektrode yang lebih negatif daripada potensial pipa.

Penelitian ini menggunakan pipa baja API 5L Grade B coating dan non coating masing-masing sepanjang 1,5 meter dan juga anoda korban Zinc. Berat anoda korban yang dibutuhkan untuk proteksi pipa yang dicoating adalah 20 gram sementara pada pipa yang tidak dicoating, kebutuhan anodanya adalah 80 gram.

Langkah pertama adalah mengukur nilai resistivitas tanah tempat pipa ditanam dengan metode four pin Wenner sesuai ASTM G-57 dan kemudian dilanjutkan dengan petunjuk NACE standard.

Setelah 50 hari pengujian didapatkan bahwa nilai potensial proteksi pipa dengan coating relatif lebih stabil aman di kisaran -900mV sampai -1100 mV. sementara potensial proteksi pipa yang tidak diberi coating berada di kisaran -850mV sampai -950 mV. Pipa dengan coating juga hanya membutuhkan sedikit arus listrik yaitu 1,3 mA sementara pipa tanpa coating membutuhkan arus sebesar 5,6 A

**Kata kunci:** korosi, proteksi katodik, anoda korban, rapat arus

### PENDAHULUAN

Korosi tidak dapat dihentikan namun hanya bisa dicegah atau diperlambat lajunya<sup>[1]</sup>. Korosi merupakan kerusakan atau degradasi logam akibat reaksi redoks antara suatu logam dengan berbagai zat di lingkungannya<sup>[2]</sup>

Korosi merupakan salah satu permasalahan penting yang harus dihadapi oleh berbagai macam sektor industri di Indonesia seperti pada industri minyak dan gas. Pipa yang dipakai oleh industri Migas yang digunakan untuk menghantarkan fluida biasanya terletak berada di bawah tanah. Pipa akan bereaksi dengan lingkungannya, dalam kasus ini adalah permukaan tanah dimana permukaan tanah banyak mengandung unsur hara dan zat asam seperti asam sulfat. Reaksi pipa dengan lingkungannya ini adalah awal terjadinya korosi pada pipa dan dapat menyebabkan kerusakan pada pipa sehingga mengganggu proses penghantaran fluida oleh pipa. Hal ini membuat proses produksi menjadi terganggu akibat proses penggantian pipa dan membengkaknya biaya operasional<sup>[3]</sup>

Korosi yang merupakan salah satu penyebab kegagalan dalam sistem perpipaan akan menjadi sesuatu hal yang berbahaya jika tidak dilakukan usaha pencegahan, pengendalian dan monitoring. Terdapat beberapa metode yang digunakan dalam mengendalikan korosi khususnya pada pipa bawah tanah yaitu: pemilihan material pipa, coating, pemakaian inhibitor, dan proteksi katodik.<sup>[4]</sup>

Proteksi katodik merupakan metode pengendalian secara termodinamika dengan cara memperlakukan struktur logam yang diproteksi sebagai katoda. Metode ini dilakukan dengan cara mengalirkan arus listrik searah melalui elektrolit ke logam sehingga potensial antar muka logam-logam elektrolit turun menuju daerah imunnya. Proteksi katodik dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu metode *impressed current* dan metode anoda korban (*sacrificial/galvanic anode*).<sup>[5]</sup>

Sistem proteksi katodik anoda korban merupakan salah satu metode untuk mencegah serangan korosi eksternal dengan menumbalkan anoda menjadi korosi. Berbeda dengan sistem anoda korban, sumber arus pada sistem arus tanding berasal dari luar, biasanya berasal dari sumber DC dan AC yang dilengkapi dengan penyearah arus (rectifier).<sup>[6]</sup>

Dalam penelitian ini, sistem proteksi anoda korban *zinc* didesain pada pipa yang ditanam dalam tanah. Sistem proteksi katodik anoda korban ini dipasang pada lingkungan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS dengan membandingkan proteksi katodik pada pipa yang di *coating* maupun tidak di *coating* serta mengevaluasi kinerja sistem proteksi katodik anoda korban pada pipa-pipa tersebut

Setelah proses perancangan sistem proteksi katodik dilaksanakan, penulis mengamati dan menganalisa hasil proteksi katodik yang diterapkan sebelumnya. Faktor-faktor yang mempengaruhi korosi seperti resistivitas tanah dan juga pH tanah diukur setiap hari. Potensial proteksi masing-masing pipa dan arus proteksi yang diberikan anoda juga diperhatikan. Jika potensial proteksi tidak berada di kisaran kriteria desain yaitu sebesar -850mV sampai -1100mV maka perlu dicari penyebabnya dan kemudian memperbaikinya secepat mungkin.

Studi kasus ini dilakukan dengan menanam pipa ke dalam tanah dan memproteksinya dengan anoda *zinc*. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh coating dan non coating dalam perancangan sistem proteksi katodik anoda korban juga untuk mengetahui perbedaan anoda korban pada pipa yang dicoating dengan yang tidak dicoating serta mengetahui pengaruh resistivitas tanah terhadap kebutuhan arus proteksi.

## **METODE PENELITIAN**

### *A. Alat Penelitian*

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- Alat ukur resistivitas tanah
- pH meter
- Multimeter
- Elektroda Cu/CuSO<sub>4</sub>
- Kabel tembaga
- Kertas Amplas grade 80
- Meteran

### *B. Bahan Penelitian*

Material yang digunakan adalah sebagai berikut:

- Pipa Baja API 5L Grade B
- Anoda Korban Zinc
- Backfill Anoda

### *C. Langkah Penelitian*

#### *1. Penentuan Kriteria Desain*

Dalam perancangan sistem proteksi katodik anoda korban ini, kriteria desain yang akan digunakan adalah<sup>[7]</sup>:

- Umur desain : 1 tahun
- Limit positif : -850 mV
- Limit negatif : -1100 mV
- Electrode Reference : Cu/CuSO<sub>4</sub>

#### *2. Pengambilan Data dan Standard Perancangan*

Pengumpulan yang dilakukan adalah data pipa, data anoda korban, data backfill. serta kisaran resistivitas tanah. Data pipa yang dikumpulkan adalah dimensi pipa, komposisi kimia pipa. Data anoda korban yang dikumpulkan adalah dimensi anoda, berat anoda serta komposisi kimia anoda korban.

Standard perancangan yang dipakai adalah

- NACE RP-0169  
“Standard Practice Control of External Corrosion”
- NACE RP-0177  
“Mitigation of Alternating Current and Lightning Effects on Metallic Structures and Corrosion Control Systems”
- NACE RP-0286  
“Electrical Isolation of Cathodically Protected Pipelines”
- NACE TM- 0497  
“Measurement Techniques Related to Criteria for Cathodic Protection on Underground or Submerged Metallic Piping Systems”
- ASTM G-57  
“Field Measurement of Soil Resistivity using the Wenner Four- Electrode Method”
- DNV-RP-B401 Cathodic Protection Design

a. *Perhitungan Luas Permukaan Pipa*

Luas permukaan pipa yang dilindungi dapat didapatkan dari persamaan berikut <sup>[7]</sup> :

$$A = \pi \times D \times L \quad (1)$$

Dimana :

A = luas struktur pipa, m<sup>2</sup>

D = diameter pipa, m

L = panjang pipa, m

b. *Perhitungan Kebutuhan Arus Proteksi*

Arus perlindungan total yang diperlukan untuk melindungi pipa dihitung sesuai rumus berikut<sup>[7]</sup>:

$$I = A \times CD \times CB \quad (2)$$

Dengan :

I= total arus proteksi

A = Luas Permukaan yang diproteksi (m<sup>2</sup>)

CD = Densitas arus pada temperatur kerja (mA/m<sup>2</sup>)

CB = Tingkat kerusakan lapis lindung

c. *Perhitungan Berat Anoda*

Berat total anoda didapatkan setelah dihitung arus total untuk proteksi. Persamaan berat total anoda yaitu <sup>[7]</sup>:

$$W = (I \times T \times 8760)/(K \times u) \quad (3)$$

Dengan:

W = Berat total anoda, kg

I = Arus total, A

T= waktu proteksi, tahun

K= kapasitas anoda, A.h/kg

u = faktor utilisasi (~ 0,8)

1tahun = 8760 jam

d. *Resistansi Groundbed Anoda*

Resistansi Groundbed anoda ada 2 yaitu resistansi horizontal dan resistansi vertikal. Posisi pemasangan anoda berpengaruh terhadap rumus yang digunakan. Bentuk dari anoda juga menentukan perhitungan resistansi anoda. Dalam penelitian ini menggunakan anoda yang kotak, persamaannya adalah<sup>[8]</sup>:

$$R = \frac{\rho}{a+b} \quad (4)$$

Dimana

a= panjang anoda ( cm)

b= lebar anoda (cm)

e. *Arus Keluaran Anoda*

Untuk menghitung arus keluaran anoda, dapat dihitung dengan membagikan driving voltage dengan resistensi anoda tersebut<sup>[8]</sup>.

$$I_a = (P_a - P_c) / R \tag{5}$$

Dimana:

Pa= Potensial anoda  
Pc= Potensial Katoda  
R= Resistansi Anoda

f. *Perbandingan Idan Ia*

Perbandingan arus yang dibutuhkan pipa dengan arus yang dikeluarkan anoda juga perlu diperhitungkan. Apabila arus yang keluar dari anoda tidak mencukupi kebutuhan arus proteksi maka perlu dilakukan penggantian anoda korban ataupun penambahan anoda korban. Perbandingan arus yang dibutuhkan dengan arus keluaran anoda yaitu<sup>[8]</sup>:

$$I \leq I_a \tag{6}$$

3. *Instalasi Peralatan*

Instalasi peralatan dimulai dengan pembersihan pipa, pelapisan lem talang ke salah satu pipa, penanaman pipa hingga kedalaman 50cm dari permukaan tanah, penanaman anoda dengan jarak 50 cm dari pipa dan kedalaman 80 cm dari permukaan tanah. Penyambungan kabel dari anoda ke pipa dan pipa ke test point.

4. *Pengukuran Potensial dan Arus Proteksi*

Pengukuran potensial dilakukan untuk mengetahui apakah pipa sudah berada di daerah imun korosi yaitu harus memiliki nilai potensial sebesar -850mV sampai -1100mV. Pengukuran arus dilakukan untuk mengetahui seberapa efektif arus yang diberikan anoda ke pipa yang diproteksi. Pengukuran potensial dan arus proteksi dilakukan dengan menggunakan elektroda Cu/CuSO<sub>4</sub> dan multimeter. Pengukuran potensial proteksi diukur dengan cara memasukkan kabel elektroda Cu/CuSO<sub>4</sub> ke kutub negatif multimeter dan kabel test point ke kutub positif multimeter. Pengukuran arus proteksi dilakukan dengan memutus hubungan kabel pipa ke anoda dan kemudian memasukkan kabel testpoint ke kutub negatif multimeter dan kabel anoda ke kutub positif multimeter.

**ANALISA DAN PEMBAHASAN**

*Perhitungan Desain*

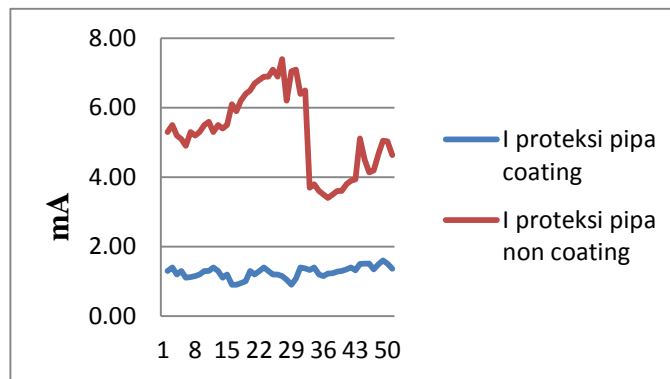
Perhitungan yang telah dilakukan pada studi ini didapatkan luas pipa, keperluan arus proteksi, berat total anoda, resistansi anoda, kapasitas arus anoda, umur anoda, dan hasil perbandingan kebutuhan arus pipa dengan kapasitas arus anoda. Data yang disajikan dalam jurnal ini berupa tabel hasil perhitungan.

Tabel 1. Hasil Perhitungan Desain

No	Perhitungan	Pipa Non-Coating	Pipa Coating
1.	Luas Permukaan Pipa	0.284131 m <sup>2</sup>	0.284131 m <sup>2</sup>
2.	Kebutuhan Arus Proteksi	5.7 mA	1.43
3.	Berat Anoda	80 gr	20 gr
4.	Resistansi Anoda	22.22 ohm	22.22 ohm
5.	Driving Voltage	0.2 V	0.2 V

6.	Arus Keluaran Anoda	9 mA	9mA
7	$I \leq I_a$	$5.7 \leq 9$ mA	$1.43 \leq 9$ mA

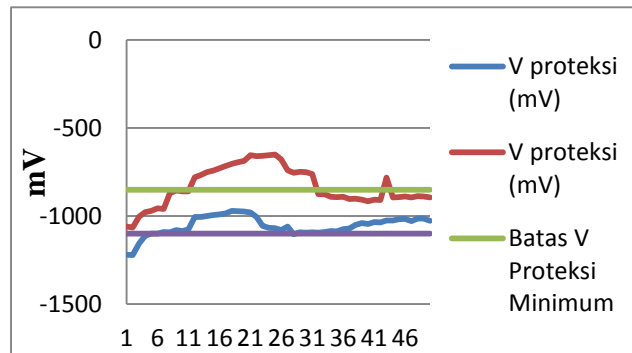
*Hasil Pengujian Arus dan Potensial Proteksi*



**Gambar 1.** Grafik Arus Proteksi Selama 50 Hari

Dari Gambar 1. diatas, dapat diketahui bahwa selama 50 hari, pipa yang tidak diberi coating membutuhkan arus yang lebih banyak dibandingkan pipa yang diberi coating. Hal ini disebabkan karena coating menaikkan tahanan pipa sehingga membutuhkan arus yang lebih kecil untuk mencapai batas imun korosi pipa tersebut.

Dari grafik dapat diketahui bahwa arus proteksi masing-masing pipa berubah-ubah setiap harinya, Hal ini terjadi karena resistivitas tanah juga berubah-ubah setiap harinya. ketika resistivitas tanah turun akibat turunnya hujan dan permukaan tanah basah, arus proteksi semakin meningkat sementara ketika resistivitas naik dan kondisi tanah kering maka arus proteksi akan semakin turun.

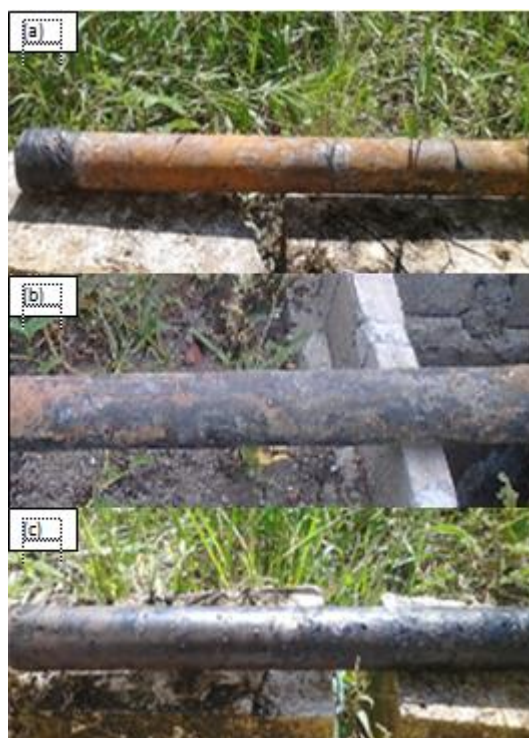


**Gambar 2.** Grafik Potensial Proteksi Pipa Selama 50 Hari

Dari Gambar 2 diatas dapat dilihat pada masing- masing pipa yang dicoating dan tidak dicoating, pada pemasangan awal akan mengakibatkan potensial pipa melebihi range proteksi yang diharuskan yaitu -850 mV hingga -1100 mV. Hal ini terjadi karena pipa dan anoda masih dalam kondisi penyesuaian dengan lingkungan. Namun seiring berjalan waktu, Pipa yang dicoating dapat terus terjaga pada range proteksi. Sementara itu pada pipa yang tidak dicoating cenderung fluktuatif dan sempat beberapa kali tidak berada di zona proteksi. Ketika waktu proteksi sampai pada hari ke-12, pipa cenderung stabil di antara batas potensial proteksi pipa. Namun pada hari ke -13, pipa yang tidak dikenai coating tiba- tiba tidak berada pada kondisi nilai aman dari korosi. Peristiwa ini berlanjut terus menerus sampai hari ke 31. Kondisi nilai potensial proteksi pipa yang berada di luar nilai batas proteksi haru segera dilakukan penanganan. Setelah menggunakan beberapa kali percobaan untuk mengatasinya, didapatkanlah diagnosa sebenarnya yaitu karena jarak pipa yg tidak dikenai coating sangat dekat ke jalur pipa yang

diproteksi secara arus paksa dibandingkan dengan pipa yang dikenai coating membuat adanya interferensi arus liar. Hal ini tampak pada arus proteksi pipa yang tidak dikenai coating cenderung tinggi dari nilai arus perhitungan yaitu sekitar 7 mA. Interferensi adalah gangguan elektrikal pada struktur pipa yang disebabkan oleh stray current (arus liar). Stray current adalah arus yang mengalir pada sebuah struktur yang berasal diluar dari sirkuit struktur tersebut. Korosi terjadi jika kemudian stray current yang mengalir dalam struktur pipa kemudian keluar ke lingkungan. Setelah dilakukan pembongkaran pipa dan pemasangan kembali pipa pada letak yang jauh dari pipa yang dikenai proteksi arus paksa dan juga kedalaman anoda yang lebih dalam yaitu 80 cm dari permukaan tanah sementara pipa berada 50 cm di bawah permukaan tanah, sebelumnya jarak pipa dan anoda sama- sama 50 cm di bawah permukaan tanah. Hal ini bertujuan agar arus yang diberikan anoda terhadap pipa lebih merata dan juga lebih menyeluruh..

#### *Hasil Proteksi*



**Gambar 3.** (a) Pipa tanpa proteksi (b) Pipa non coating dengan proteksi anoda korban, (c) Pipa coating dengan proteksi anoda korba

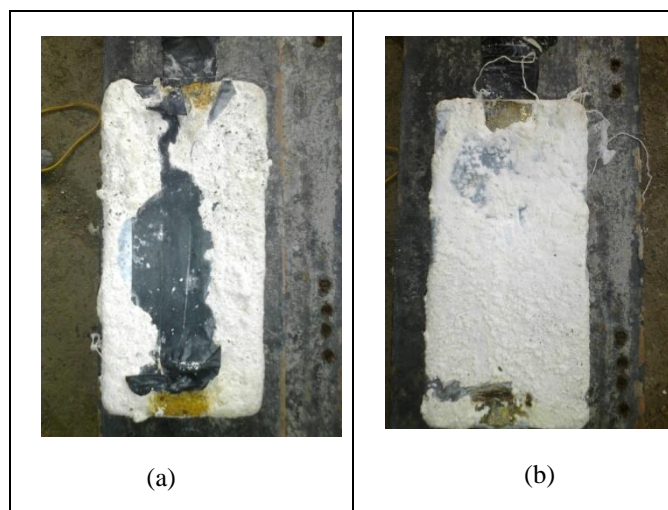
Dari Gambar 3 diatas dapat dilihat bahwa pada pipa yang tanpa proteksi terjadi korosi merata di hampir seluruh bagian pipa. Nilai resistivitas tanah yang sanagt rendah yaitu pipa berada di daerah sangat korosif dan tiasak dikenai proteksi mengakibatkan pipa rentan korosi. .Pipa yang tidak dikenai proteksi ini memiliki potensial sekitar -600 mV dimana berada potensial yang tidak aman dari korosi. Dalam kondisi ini, pipa langsung kontak dengan lingkungannya yaitu tanah. Tidak adanya arus dari logam lain atau sumber arus lain terhadap pipa mengakibatkan pipa rentan korosi dan melepas elektronnya ke lingkungan dengan alamiah. Akibatnya apabila kondisi seperti ini dibiarkan terus meneus akan mengakibatkan ketebalan pipa menjai semakin berkurang diakibatkan karat pipa yang timbul.

Pada pipa yang tidak diberi coating terlihat pada beberapa titik terdapat hasil korosi yaitu karat, namun jumlah tersebut tergolong kecil dibanding permukaan luas dari pipa.Karat yang paling banyak berada didaerah sambungan kabel pipa.

Setelah 50 hari, pada pipa yang diberi coating kondisi coating pipa masih terlihat baik, tidak mengalami kerusakan juga tidak mengalami penggelembungan udara walaupun pada prosesnya sempat mengalami over proteksi, namun kondisi pipa tersebut masih baik. Dapat dikatakan bahwa hasil proteksi pipa dengan menggunakan coating ditambah dengan proteksi katodik anoda korban jauh lebih baik dibandingkan dengan pipa yang hanya diproteksi menggunakan anoda korban.

Pada anoda korban zinc dilakukan pengamatan visual setelah melakukan proteksi terhadap pipa selama 50 hari. Anoda yang terbungkus kain dan juga backfill dibongkar terlebih dahulu dan kemudian anoda diamati.

Pengamatan anoda ini dilakukan untuk mengetahui perubahan yang terjadi pada masing- masing anoda dan apa perbedaan dari kedua anoda dari pipa tanpa coating dengan pipa yang dicoating.



**Gambar 4.** (a) Kondisi Anoda Pipa tanpa coating (b) Kondisi Anoda Pipa yang di coating

Dari Gambar 4 diatas dapat disimpulkan bahwa anoda yang dipakai pada pipa tanpa coating tampak kurang maksimal bekerja memproteksi baja. Hal ini tampak pada plat yang sangat dekat dengan anoda Zn dan merupakan tempat tersambungannya kabel anoda masih mengalami korosi dibandingkan anoda yang dipakai pada pipa yang dicoating. Bersentuhannya kabel tembaga yang memiliki potensial sebesar 0,337 V dan plat besi yang memiliki potensial sebesar -0,44 V membuat Fe terkorosi karena potensial Fe yang lebih rendah dibandingkan dengan potensial Cu mengakibatkan permukaan logam Fe mengalami reaksi anodik. Kondisi anoda seng yang tidak maksimal bekerja mengakibatkan Fe menjadi tidak terproteksi. Dari segi ukuran, anoda masih tampak seukuran dengan kondisi awal.

#### **KESIMPULAN/RINGKASAN**

Setelah melakukan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa coating sangat berpengaruh terhadap jumlah arus yang dibutuhkan pipa. Pada pipa tanpa coating rata-rata membutuhkan arus sebesar 5.6 mA dan pada pipa yang diberi coating membutuhkan arus sebesar 1.3 mA. Pipa yang tidak diberi coating membutuhkan anoda korban sebanyak 80 gram anoda Zinc sementara pipa yang diberi coating membutuhkan anoda korban sebanyak 20 gram anoda zinc dalam waktu 1 tahun proteksi

Untuk penelitian selanjutnya dapat menggunakan pipa yang berisikan fluida, menggunakan anoda korban yang berbeda, lokasi penanaman pipa yang berbeda untuk mendapatkan resistivitas tanah yang berbeda pula, pengaruh backfill anoda terhadap keefektifan kerja anoda.

#### **REFERENSI**

- [12] Zaki, Ahmad, 2006. Principles of Corrosion Engineering and Corrosion Control. Butterworth-Heinemann
- [13] Popov, Branko. 2015. **Corrosion Engineering : Principle and Solves Problems**. Elsevier
- [14] Bahadori, Alireza 2014. **Cathodic Corrosion Protection Systems: A Guide for Oil and Gas Industries**. Gulf Professional Publishing
- [15] Peabody, A.W. 2001 **Control of Pipeline Corrosion**. Houston : NACE International
- [16] \_\_\_\_\_. 2010. **Recommended Practise Det Norske Veritas DNV-RP-B401 Cathodic Protection Protection Design**. DNV.
- [17] Yan Ge, et.al. 2008. **Combined coating and sacrificial anode protection for underground steel pipe**. Indocor Journal, Indonesia
- [18] \_\_\_\_\_. 2002 **NACE Standard RP 0169. Control of External Corrosion on Underground or Submerged Metallic Piping Systems**. Houston. TX: NACE
- [19] Putra, Asmauddin. 2014. **Analisa Proteksi Katodik dengan Menggunakan Tumbal pada Pipa Gas Bawah Tanah PT. Pupuk Kalimantan Timur** . Jurnal Teknik. ITS

## **PENGARUH KONSENTRASI AKTIVATOR DAN UKURAN PARTIKEL DALAM PEMBUATAN ADSORBEN CANGKANG KACANG TANAH**

**Wardalia**

Jurusan Teknik Kimia , Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Jl. Jend Sudirman Km.3 Cilegon-Banten

E-mail: wardalia\_2008@yahoo.com

### **Abstrak**

*Berkembangnya industri tekstil berbanding lurus dengan limbah hasil produksinya, terutama pada zat warna yang dihasilkan dari proses pewarnaan ataupun pencucian, limbah cair dengan kadar zat pewarna yang masih tinggi ini dapat mencemari air di lingkungan sekitar pabrik. Salah satu zat warna yang berbahaya yaitu zat pewarna methyl violet yang dapat menghasilkan warna ungu untuk pewarna tekstil, cat dan tinta. Adsorpsi terjadi karena adanya gaya tarik menarik antar molekul adsorbat dengan situs aktif di permukaan adsorben. Cangkang kacang tanah mengandung selulosa yang memungkinkan cangkang kacang tanah dijadikan adsorben untuk mengadsorpsi zat warna. Tujuan dari penelitian ini untuk menentukan pengaruh parameter ukuran partikel(mesh) dan konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> terhadap kemampuan adsorpsi pada zat warna. Penelitian ini dilakukan dengan membentuk adsorben berukuran 40,60,80 mesh dan diaktivasi secara kimiawi dengan larutan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> yang divariasikan (1,3,5 N). Selanjutnya dikontakkan secara batch dengan larutan methyl violet 100 ppm. Dari penelitian diperoleh hasil konsentrasi akhir methyl violet mengalami penurunan dengan jumlah warna yang teradsorpsi sebesar 9839 µg/g adsorben pada ukuran partikel 80 mesh dan konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 5N.*

**Kata Kunci :** Adsorben, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, Cangkang Kacang Tanah, methyl violet.



## **PENDAHULUAN**

Limbah hasil produksi industri yang mengandung logam berat seringkali mencemari lingkungan melalui media cair yang terjadi hampir di seluruh dunia. Hal ini dapat merusak lingkungan dan mempengaruhi rantai makanan karena logam berat tidak dapat terdegradasi. Logam berat yang umum terkandung dalam limbah industri antara lain Kromium, Nickel, Kadmium, Timbal dan lain lain. Terdapat banyak industri yang mencemari lingkungan dengan logam berat seperti pelapisan logam, pertambangan, industri penyamakan kulit, industri kertas, industri pestisida, industri tekstil dan lainnya. Berkembangnya industri tekstil berbanding lurus dengan limbah hasil produksinya, terutama pada zat warna yang dihasilkan dari proses pewarnaan ataupun pencucian, sebagian limbah ini ada yang sudah teradsorpsi dan sebagian lain tertinggal dalam limbah cair dan terbuang ke lingkungan, limbah cair dengan kadar zat pewarna yang masih tinggi ini dapat mencemari air di lingkungan sekitar pabrik.

Kandungan zat pewarna sangat berbahaya bagi lingkungan karena pada umumnya zat pewarna tekstil terbentuk dari gugus karbon-nitrogen yang dapat bersifat karsinogenik ataupun mutagenik. Salah satu zat warna yang berbahaya yaitu zat pewarna *methyl violet* yang dapat menghasilkan warna ungu untuk pewarna tekstil, cat dan tinta.

Terdapat beberapa metode dalam penghilangan zat pewarna pada media cair limbah industri antara lain *chemical precipitation*, *ion exchange*, dan adsorpsi. Adsorpsi merupakan peristiwa terakumulasinya partikel pada suatu permukaan. Adsorpsi terjadi karena adanya gaya tarik menarik antar molekul adsorbat dengan situs aktif di permukaan adsorben. Zat yang mengadsorpsi disebut adsorbat, sedangkan material tempat terakumulasinya adsorbat disebut adsorben <sup>[1]</sup>. Adsorpsi sering digunakan dalam pengolahan limbah cair karena mudah dan murah dalam penggunaannya. Adsorben untuk pewarna tekstil, sedang banyak dikembangkan untuk mendapatkan adsorben yang murah pada adsorpsi limbah zat pewarna.

Kacang tanah merupakan salah satu bahan makanan yang mengandung karbohidrat selain gandum dan padi pada bagian bijihnya, sedangkan pada kulitnya umumnya hanya dibuang begitu saja atau belum banyak pemanfaatannya padahal kulit kacang tanah mengandung selulosa yang memungkinkan kulit kacang tanah dijadikan adsorben untuk mengadsorpsi zat warna.

Menurut Rina, dalam penelitiannya didapat hasil kapasitas adsorpsi optimum kulit kacang tanah terhadap zat warna tekstil Direct Blue 86 terjadi pada pH 6 larutan zat warna tekstil dengan jumlah zat yang teradsorpsi sebanyak 1,9309 mg/g, dan waktu kontak optimum selama 45 menit dengan zat yang teradsorpsi sebesar 1,932 mg/g dan selisih adsorbent.

Berdasarkan uraian di atas, pada penelitian ini akan dilakukan penentuan pengaruh parameter ukuran partikel (mesh) dan konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Analisis dalam penentuan parameter adalah metode spektrofotometri UV-Vis <sup>[2]</sup>.

Dengan demikian dapat dirumuskan masalah sebagai berikut :

- a. Berapa persenkah kemampuan cangkang kacang tanah dapat mengadsorpsi zat warna methyl violet.
- b. Berapa persenkah pengaruh konsentrasi aktivator terhadap luas permukaan adsorben.

Kacang tanah terdiri atas cangkang (hull) 21-29%, daging biji (kernel) 69-72.40%, dan 2 lembaga (germ) 3.10-3.60% (Ketaren 1986). Cangkang kacang tanah dapat digunakan sebagai bahan bakar, obat tradisional, dan masih cukup baik dipakai sebagai campuran pakan ternak atau dibuang begitu saja. Berikut dapat dilihat komposisi kimia cangkang kacang tanah pada Tabel 1.

**Tabel 1. Komposisi kimia cangkang kacang tanah**

Komponen	%
Air	9.5
Abu	3.6
Protein	8.4
Selulosa	63.5
Lignin	13.2
Lemak	1.8

Sumber : Deptan 2008

Perkembangan produktivitas dan produksi kacang tanah selama kurun waktu 10 (sepuluh) tahun terakhir berfluktuasi dan cenderung meningkat masing-masing sebesar 2,45 % dan 0,18 %, sedangkan luas panen berfluktuasi dan cenderung menurun sebesar 2,18%.

Adsorpsi melibatkan proses perpindahan massa dan menghasilkan kesetimbangan distribusi dari satu atau lebih larutan antara fasa cair dan partikel. Pemisahan dari suatu larutan tunggal antara cairan dan fasa yang diserap membuat pemisahan larutan dari fasa curah cair dapat dilangsungkan. Zat yang menjerap disebut adsorben, sedangkan zat yang terjerap disebut adsorbat. Adsorben dapat berupa zat padat maupun zat cair. Adsorben padat

diantaranya adalah silika gel, alumina, platina halus, selulosa, dan arang aktif. Adsorbat dapat berupa zat padat, zat cair, dan gas.

Teori adsorpsi menjelaskan pengikatan atau penggabungan molekul terlarut pada permukaan adsorben oleh gaya elektrik lemah yang dikenal dengan ikatan van der Waals. Adsorpsi akan terkonsentrasi pada sisi permukaan yang memiliki energi yang lebih tinggi.

Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Adsorpsi adalah Daya adsorpsi yang dipengaruhi oleh lima faktor, yaitu :

1. Waktu kontak (t),

Waktu yang dimaksud adalah waktu pada saat proses adsorpsi berlangsung. Waktu adsorpsi adsorben modifikasi asam sebesar 60 menit belum dikatakan optimum karena adsorben membutuhkan waktu yang lebih lama agar terjadi kesetimbangan antara adsorben dan adsorbat [2].

2. Temperatur absolut (T),

Temperatur yang dimaksud adalah temperatur adsorbat. Pada saat molekul-molekul gas atau adsorbat melekat pada permukaan adsorben akan terjadi pembebasan sejumlah energi yang dinamakan eksotermis. Berkurangnya temperatur akan menambah jumlah adsorbat yang teradsorpsi demikian juga untuk peristiwa sebaliknya. Kondisi optimum untuk adsorben cangkang kacang tanah adalah 27°C [3]

3. Pengadukan,

Pengadukan pada saat penelitian berlangsung dimaksudkan agar adsorbat dapat melekat pada permukaan adsorben dengan lebih cepat.

4. Ukuran molekul adsorbat,

Ukuran molekul yang sesuai merupakan hal penting agar proses adsorpsi dapat terjadi, karena molekul-molekul yang dapat diadsorpsi adalah molekul-molekul yang diameternya lebih kecil atau sama dengan pori adsorben.

5. Karakteristik adsorben

a) Kemurnian adsorben

Sebagai zat untuk mengadsorpsi, maka adsorben yang lebih murni lebih diinginkan karena kemampuan adsorpsi lebih baik.

b) Luas permukaan dan volume pori adsorben.

Jumlah molekul adsorbat yang teradsorpsi meningkat dengan bertambahnya luas permukaan dan volume pori adsorben.

Isoterm adsorpsi adalah hubungan yang menunjukkan distribusi adsorben antara fasa teradsorpsi pada permukaan adsorben dengan fasa ruah saat kesetimbangan pada temperatur tertentu. Ada dua jenis hubungan matematik yang umumnya digunakan untuk menjelaskan isoterm adsorpsi.

a. Isoterm Adsorpsi Langmuir

Isoterm Langmuir dibuat untuk menggambarkan pembatasan sisi adsorpsi dengan asumsi bahwa sejumlah tertentu sisi sentuh adsorben yang membentuk ikatan kovalen dan ion. Isoterm Langmuir disebut juga adsorpsi kimia karena adanya reaksi antara molekul-molekul adsorbat dengan adsorben yang membentuk ikatan kovalen dan ion. Isoterm Langmuir memiliki persamaan linier berikut

$$\frac{C}{x/m} = \frac{1}{\alpha\beta} + \frac{1}{\alpha} C \quad \dots\dots\dots 1)$$

Isoterm langmuir dipelajari untuk menggambarkan pembatasan sisi adsorpsi dengan asumsi bahwa sejumlah tertentu sisi sentuh adsorben ada pada permukaannya dan semuanya memiliki energi yang sama, serta bahwa adsorpsi bersifat dapat balik [1].

b. Isoterm Freundlich

Isoterm yang paling umum digunakan adalah isoterm Freundlich. Isoterm adsorpsi disebut juga adsorpsi fisika, yang terjadi bila gaya antramolekul lebih besar dari gaya tarik antar molekul atau gaya tarik menarik yang relatif lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben. Gaya ini disebut gaya van der Waals sehingga adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain dari adsorben. Menurut Atkins (1999) pada proses adsorpsi zat terlarut oleh permukaan padatan diterapkan isoterm Freundlich yang diturunkan secara empiris dengan persamaan dibawah ini:

$$\frac{X}{M} = k[C]^{1/n} \quad \dots\dots\dots (2)$$

Apabila dilogartmakan, persamaan akan menjadi:

$$\log \frac{x}{m} = \log k + \frac{1}{n} \log C \dots\dots\dots(3)$$

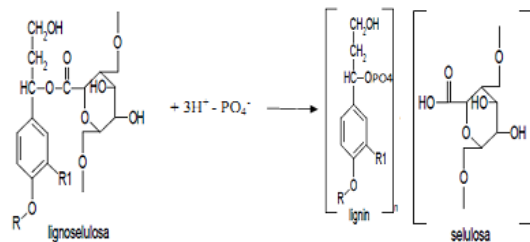
$x/m$  = jumlah adsorbat terjerap per satuan bobot adsorben ( $\mu\text{g/g}$  adsorben)  
 $C$  = konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan setelah adsorpsi (ppm)  
 $k, n$  = konstanta empiris

Isoterm Freundlich menganggap bahwa pada semua sisi permukaan adsorben akan terjadi proses adsorpsi di bawah kondisi yang diberikan. Isoterm Freundlich tidak mampu memperkirakan adanya sisi-sisi pada permukaan yang mampu mencegah adsorpsi pada saat kesetimbangan tercapai, dan hanya ada beberapa sisi aktif saja yang mampu mengadsorpsi molekul terlarut.

Kebanyakan zat pengadsorpsi atau adsorben adalah bahan-bahan yang sangat berpori, dan adsorpsi berlangsung terutama pada dinding-dinding pori atau pada daerah tertentu di dalam partikel itu. Ukuran pori dan luas permukaan adsorben merupakan hal yang sangat penting dalam proses adsorpsi. Memperbesar luas permukaan adsorben dapat dilakukan dengan cara memperkecil ukuran partikel-partikel. Adsorben polar cenderung mengadsorpsi adsorbat polar dengan kuat, dan mengadsorpsi adsorbat non polar dengan lemah dan sebaliknya<sup>[4]</sup>. Karena pori-pori adsorben biasanya sangat kecil maka luas permukaan dalamnya menjadi beberapa kali lebih besar dari permukaan luar. Adsorben yang telah jenuh dapat diregenerasi agar dapat digunakan kembali untuk proses adsorpsi.

Arang aktif yang merupakan contoh dari adsorben, yang biasanya dibuat dengan cara membakar tempurung kelapa atau kayu dengan persediaan udara yang terbatas. Tiap partikel adsorben dikelilingi oleh molekul yang diserap karena terjadi interaksi tarik menarik. Luas permukaan, dimensi, dan distribusi arang aktif bergantung pada bahan baku, pengarangan, dan proses aktivasi. Berdasarkan pada ukuran porinya, ukuran pori arang aktif diklasifikasikan menjadi tiga, yaitu mikropori (diameter <2 nm), mesopori (diameter 2-50 nm), dan makropori (diameter >50 nm). Keistimewaan dari arang aktif adalah gugus fungsional pada permukaannya. Gugus kompleks oksigen yang terletak di permukaan membuat permukaan arang aktif menjadi reaktif secara kimiawi dan menentukan sifat adsorpsinya seperti hidrofilik, keasaman, dan potensial negatif.

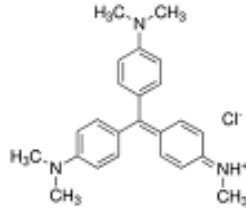
Modifikasi adsorben bertujuan meningkatkan kapasitas dan efisiensi adsorpsi dari adsorben. Modifikasi dapat dilakukan dengan memberi perlakuan kimia seperti direaksikan dengan asam dan basa juga dengan perlakuan fisika seperti pemanasan dan pencucian. Asam fosfat merupakan salah satu asam yang sering digunakan untuk memodifikasi adsorben, selain HCl, asam sulfat, asam nitrat, dan asam sitrat. Reaksi antara asam fosfat dengan alkohol membentuk ikatan primer kovalen yang merupakan ikatan pseudo ester atau eter. Adapun proses pemutusan rantai antara lignin sebagai pengotor utama dalam selulosa dapat dilihat pada gambar 1 :



**Gambar 1. Proses Aktivasi Asam Fosfat**

Selulosa mempunyai gugus alkohol primer dan sekunder yang keduanya mampu mengadakan reaksi dengan zat warna reaktif. Tetapi kecepatan reaktif alkohol primer jauh lebih tinggi daripada alkohol sekunder. Mekanisme reaksi pada umumnya dapat digambarkan sebagai penyerapan unsur positif pada zat warna reaktif terhadap gugus hidroksil pada selulosa yang terionisasi.

Methyl violet merupakan salah satu contoh zat pewarna tekstil. Zat warna methyl violet tergolong dalam zat warna karbon-nitrogen yang terdapat pada gugus benzenanya. Gugus benzena sangat sulit didegradasi, walaupun dapat didegradasi membutuhkan waktu yang lama. Methyl violet termasuk dalam golongan zat warna kation dengan rumus kimia  $C_{24}H_{28}N_3Cl$  dan mempunyai berat molekul 393,96 gram/mol. Methyl violet larut dalam air, etanol glikol dan propilen. Struktur dari methyl violet dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2. Struktur Methyl Violet 2B**

Kegunaan utama methyl violet adalah sebagai pewarna ungu untuk tekstil dan memberikan warna ungu pada cat dan tinta. Grup karbon nitrogen pada methyl violet memiliki gugus  $-NH$  sebagai ausokrom yang terdapat pada struktur  $C=NH$ , dan  $Cl^-$  sebagai gugus reaktif dimana mudah terlepas dari sistem reaktif. Nama kimia dari methyl violet adalah pentamil p-rostanilia hidroklorida selain digunakan sebagai pewarna pada pencelupan, methyl violet dapat digunakan sebagai indikator untuk menentukan pH suatu zat. Methyl violet dalam larutan asam berwarna kuning yang berubah menjadi hijau-biru pada pH 0-1,8 dan diatas pH 1,8 akan berwarna ungu [8]. Dalam bidang bio-medical, methyl violet adalah bahan aktif dalam biologis untuk klasifikasi bakteri. Beberapa kali, digunakan sebagai desinfektan kelas menengah tetapi diketahui sangat beracun bagi kebanyakan binatang. Informasi toksikologi mengungkapkan bahwa pewarna ini dapat menyebabkan iritasi pada kulit dan mata, kontak dengan kulit menyebabkan iritasi kemerahan dan efek perih. Pewarna ini berbahaya jika tertelan. Inhalasi dari methyl violet juga mengakibatkan iritasi pada saluran pernafasan, sedangkan jika tertelan menyebabkan iritasi saluran pencernaan [9].

## **METODE PENELITIAN**

Penelitian adsorpsi dengan adsorben cangkang kacang tanah dilakukan di Laboratoruim Kimia Dasar, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa dengan empat tahapan yaitu proses persiapan, aktivasi adsorben, pembuatan larutan methyl violet dan proses penelitian adsorpsi.

### **2.1 Persiapan Adsorben**

Cangkang kacang tanah dicuci dengan air untuk menghilangkan kotoran tanah ataupun debu yang masih menempel di permukaan cangkang lalu dipanaskan dengan furnace dengan suhu  $450^{\circ}C$  selama 2 jam setelah itu di hancurkan dengan blender dan disaring hingga ukuran seragam 40,60,80 mesh dan disimpan dalam wadah tertutup [10].

### **2.2 Proses Aktivasi Adsorben**

Proses selanjutnya adalah dengan mengambil 10 gram cangkang kacang tanah diaktivasi dengan larutan  $H_3PO_4$  1,3,5 N sebanyak 100 ml selama 2 jam dengan pengadukan 500 rpm dalam suhu ruangan. Setelah itu cangkang kacang tanah disaring dan dicuci dengan aquades. Cangkang kacang tanah lalu dikeringkan dalam oven dengan suhu  $120^{\circ}C$  hingga didapat massa yang konstan dan disimpan dalam wadah tertutup [4].

### **2.3 Pembuatan Larutan Methyl Violet**

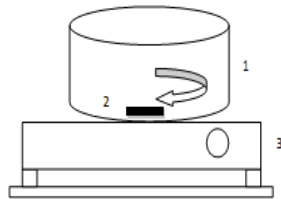
Warna yang digunakan pada penelitian ini adalah pewarna tekstil methyl violet yang kemudian dibuat limbah tekstil buatan (limbah artificial). Pembuatan larutan dengan menimbang 1 gram warna methyl violet dan melarutkannya dalam labu ukur 1000 ml dengan aquades sehingga didapat konsentrasi zat warna menjadi 1000 mg/l (ppm).

### **2.4 Penelitian Adsorpsi**

Pertama-tama mempersiapkan alat-alat yang akan digunakan, lalu 100 ml sampel limbah pewarna dimasukkan ke dalam gelas beker. Setelah itu menyalakan motor pengaduk dengan kecepatan 500 rpm. Lalu memasukkan adsorben kacang tanah yang sudah dikeringkan ke dalam gelas beker, motor pengaduk dimatikan ketika waktu proses sudah mencapai 1 jam lalu menyaring larutan dan mengukur konsentrasi warna akhir dengan spektrofotometer UV-VIS [2].

## **GAMBAR ALAT**

Penelitian adsorpsi ini menggunakan wadah gelas beker dan dilengkapi dengan magnetic stirrer untuk mengaduk larutan pewarna dengan kecepatan 500 rpm.



- Keterangan :
1. Gelas Beker 500 ml
  2. Lempeng Pengaduk
  3. Magnetic Strirrer

**Gambar 3. Alat Adsorpsi**

## PEMBAHASAN

### 4.1 Adsorpsi Methyl Violet

Pembuatan adsorben dari cangkang kacang tanah dilakukan dengan memvariasikan ukuran partikel adsorben (mesh) dan konsentrasi aktivator  $H_3PO_4$ . Hasil adsorben cangkang kacang tanah perlu diuji kemampuannya dalam mengadsorpsi zat warna secara batch. Jumlah zat yang teradsorpsi digunakan sebagai faktor pembandingan. Perbandingan antara variasi ukuran partikel (40 mesh; 60 mesh; 80 mesh) dan Jumlah zat yang teradsorpsi dapat dilihat dalam Tabel.3 dan Gambar.9 sebagai berikut:

**Tabel 2. Efisiensi dan Kapasitas Adsorpsi**

No	Mesh	Absorbansi	Konsentrasi	%efisiensi	Q ( $\mu\text{g/g}$ adsorben)
1	40 (1N)	0.13	70.3	29.7	2969.57
2	60 (1N)	0.11	60.74	39.26	3926.09
3	80 (1N)	0.06	37.7	62.3	6230.43
4	40 (3N)	0.01	17.26	82.74	8273.91
5	60 (3N)	-0.02	4.22	95.78	9578.26
6	80 (3N)	-0.02	3.78	96.22	9621.74
7	40 (3N)	0.01	17.26	82.74	8273.91
8	60 (3N)	-0.01	6.39	93.62	9360.87
9	80 (3N)	0.02	1.61	98.39	9839.13

Konsentrasi larutan methyl violet akhir yang didapat dari hasil adsorpsi dengan adsorben cangkang kacang tanah mengalami penurunan yang beragam di setiap variasi adsorben mulai dari 70,30 ppm hingga 1,61 ppm hal ini dapat terlihat pula secara kasat mata dari sampel yang diperoleh.



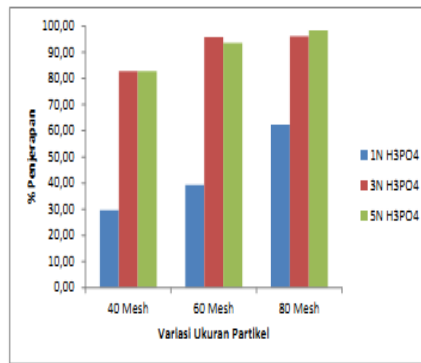
**Gambar 4. Sampel larutan methyl violet; a. Sampel awal; b. Sampel setelah proses adsorpsi**

Pada konsentrasi larutan tinggi, masih terlihat warna ungu pada larutannya, tetapi pada konsentrasi yang rendah ( $<20$  ppm) sudah tidak terlihat lagi warna dalam larutan sehingga nilai absorbansi yang didapat juga sangat kecil. Hasil ini menunjukkan bahwa adsorben dari cangkang kacang tanah mampu dalam mengurangi konsentrasi larutan warna.

### 4.2 Pengaruh Konsentrasi Aktivasi terhadap Kapasitas Adsorpsi

Proses pembuatan adsorben dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satunya yaitu konsentrasi aktivator. Fungsi dari pengaktifan cangkang kacang tanah adalah untuk menghilangkan senyawa – senyawa organik yang menutupi permukaan pori – pori cangkang kacang tanah. Hal ini bertujuan untuk memperluas pori – pori adsorben sehingga kapasitas adsorpsinya semakin besar. Dengan demikian, konsentrasi zat aktivator yang tinggi seharusnya dapat meningkatkan kapasitas

adsorpsi seperti yang ditunjukkan dalam gambar 8 di bawah ini :

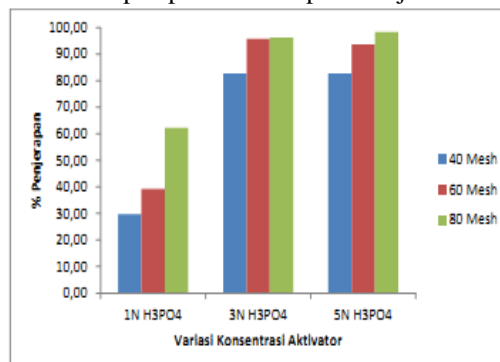


**Gambar 5. Perbandingan Kapasitas Adsorpsi Terhadap Variasi Konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>**

Persen penjerapan pada konsentrasi aktivator 5N cenderung lebih besar dari 1N dan 3N di hampir setiap variasi mesh dengan nilai terbesar 62,30% (1N) 96,21% (3N); 98,39% (5N) (Gambar 8). Hasil ini membuktikan bahwa konsentrasi asam pada saat aktivasi dapat meningkatkan kualitas adsorben dilihat dari kapasitas adsorpsinya karena dalam konsentrasi aktivator yang tinggi terdapat molekul H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> yang lebih banyak sehingga dapat melarutkan zat-zat yang menutupi pori-pori adsorben lebih baik.

#### 4.3 Pengaruh Ukuran Partikel terhadap Kapasitas Adsorpsi

Selain konsentrasi aktivasi, ukuran partikel juga berpengaruh dalam proses adsorpsi. Ukuran partikel juga berhubungan langsung dengan luas permukaan suatu adsorben. Semakin kecil ukuran partikel adsorben maka akan didapat luas permukaan yang besar sehingga kapasitas adsorpsi yang didapat semakin baik pula. Hasil penelitian pengaruh ukuran partikel terhadap kapasitas adsorpsi ditunjukkan dalam gambar 9 dibawah ini:



**Gambar 6. Perbandingan Kapasitas Adsorpsi Variasi Konsentrasi Aktivator**

Dari grafik diatas, terlihat bahwa nilai kapasitas adsorpsi meningkat seiring dengan besarnya luas permukaan di setiap variasi konsentrasi aktivasi dengan nilai terbesar 8273 µg/g adsorben(40 mesh); 9360 µg/g adsorben (60 mesh); 9839 µg/g adsorben (80 mesh). Nilai ini membuktikan bahwa ukuran partikel dapat mempengaruhi proses adsorpsi karena berhubungan langsung dengan luas permukaan adsorben.

#### KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Cangkang kacang tanah sangat efektif untuk menjerap larutan warna methyl violet dengan efisiensi maksimum sebesar 98,39%.
2. Ukuran partikel adsorben berbanding lurus dengan kemampuan adsorben hal ini dibuktikan dengan zat methyl violet yang terjerap paling besar pada ukuran partikel 80 mesh.
3. Konsentrasi aktivator H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> berbanding lurus terhadap kemampuan adsorpsi dengan didapatnya nilai penjerapan tertinggi sebesar 9839 µg/g adsorben pada aktivasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 5N.

#### PUSTAKA

- [1] Atkins PW. 1999. Kimia Fisika jilid II. Kartohadiprojo II, penerjemah; Rohhadyan T, editor. Oxford: Oxford University Press. Terjemahan dari: Physical Chemistry.
- [2] Susanti, Aprilia.2009.*Potensi Kulit Kacang Tanah Sebagai Adsorben Zat Warna Reaktif Cibacron Red*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

- [3] Ugwekar,R.P dan Lakhawat,G.P. 2012. *Recovery of Heavy Metal by Adsorption Using Peanut Hull*.India:Priyadarshini Institute of Engineering and Technology.
- [4] Bird T. 1993. *Kimia Fisik untuk Universitas*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- [5] Fessenden RJ dan Fessenden JS. 1986. *Kimia Organik jilid 1*. Edisi ke-3. penerjemah; Pudjaatmaka AH. Jakarta: Erlangga. Terjemahan dari: *Organic Chemistry*.
- [6] Musyiatun.2012.Meningkatkan Sikap Ilmiah Siswa melalui Metode Eksperimen dalam pembelajaran IPA.Yogyakarta:Universitas Negeri Yogyakarta
- [7] Sunarto.2008.Peranan Cahaya dalam Proses Produksi di Laut.Bandung:Universitas Padjajaran.
- [8] G Svehla. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- [9] Mohd din, Azam T dan H.Hameed, Bassim.2010. *Adsorption Methyl Violet Dye on Acid Modified Activated Carbon: Isotherms and Thermodynamics*.Penang:Universiti Sains Malaysia.
- [10] Saputro, Mugiyono.2010.Pembuatan Karbon Aktif dari Kulit Kacang Tanah (*Arachis hypogaea*) dengan Aktivator Asam Sulfat.Semarang:Universitas Diponegoro

## **Pengaruh Penggunaan Inhibitor Ekstrak Kulit Buah kakao (*Theobroma cacao*) Terhadap Perbaikan Sifat mekanik Baja Lunak Setelah Korosi**

**Yuli Yetri<sup>1</sup>, Gunawarman<sup>2</sup>, Rahmi Hidayati<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Politeknik Negeri Padang

<sup>2</sup>Jurusan Teknik Fakultas Teknik Universitas Andalas Padang

Kampus Limau Manis Padang, Indonesia

Email: yuliyetrietri @ yahoo.com

### **Abstrak**

Tingginya kadar senyawa metabolit sekunder dalam ekstrak kulit buah kakao sangat berpotensi untuk dijadikan inhibitor korosi pada baja lunak. Pengaruh penggunaan ekstrak polar kulit buah kakao (*Theobroma cacao*) terhadap inhibisi korosi, sifat adsorpsi dan sifat mekanik dalam larutan HCl 1,5M telah dilakukan terhadap baja lunak. Metode berat hilang (*weight loss*), potensiodinamik dan impedansi untuk menentukan laju korosi dan efisiensi inhibisinya, serta pengujian tarik dan kekerasan untuk sifat mekaniknya dilakukan pada konsentrasi ekstrak 0,5-2,5% dengan selang 0,5%. Morfologi permukaan sampel diamati dengan *scanning electron microscopy* dan *Atomic Force Microscopy*. *Energy dispersive X-ray spectroscopy* (EDX) digunakan untuk menguji komposisi kimia dipermukaannya. Laju korosinya berkurang dan efisiensi mengalami peningkatan dengan kenaikan konsentrasi ekstrak. Kenaikan konsentrasi ekstrak diikuti kenaikan sifat mekaniknya yaitu kekerasan, kekuatan dan kekuatan fatigue. Adsorpsi kimia yang terjadi mengikuti Isotherm Adsorption Langmuir dibuktikan dengan peningkatan derajat penutupan permukaan dan meningkatnya kadar karbon di permukaan baja dengan meningkatnya konsentrasi ekstrak. Adanya adsorpsi di permukaan diperkuat dengan data EDX, XPS dan XRD serta AFM untuk topographynya. Penambahan ekstrak polar kulit buah kakao ke dalam larutan HCl 1,5M sangat efektif untuk mengurangi serangan korosi di permukaan baja lunak, serta dapat mempertahankan sifat mekaniknya setelah mengalami korosi.

**Kata kunci:** Kekerasan, Kekuatan, Fatigue, XPS, AFM

### **Pendahuluan**

Logam dan paduannya banyak digunakan di dalam berbagai bidang, meskipun material ini mudah terkorosi. Baja karbon merupakan salah satu jenis logam yang termasuk kategori tersebut. Korosi merupakan suatu gejala degradasi kualitas permukaan suatu material yang prosesnya berjalan lambat. Peristiwa korosi dapat terjadi dimana saja, yang dapat menimbulkan kerusakan dan kerugian, baik secara ekonomi ataupun keamanan. Korosi tidak dapat dihindarkan, hampir semua material apabila berinteraksi dengan lingkungannya secara perlahan tapi pasti, mengalami degradasi mutu bahan<sup>[1]</sup>. Baja yang mengalami korosi mengalami penurunan kualitas karena terjadinya reaksi kimia atau elektrokimia antara baja dengan lingkungannya. Sebagai contoh; apabila baja dicelupkan dalam media korosif (air dan asam) akan terlihat bagian baja yang terkorosi (berkarat). Bagian baja yang terkorosi disebut anodik dan bagian baja yang tidak terkorosi disebut katodik.

Berbagai metode dilakukan untuk memperlambat laju korosi seperti elektroplating, galvanizing dan inhibitor<sup>[2]</sup>. Inhibitor merupakan salah satu cara untuk meminimalkan efek degradasi material yang sering digunakan. Inhibitor berfungsi untuk memperlambat laju korosi yang bekerja dengan membentuk lapisan pelindung pada permukaan logam<sup>[3]</sup>. Inhibitor biasanya ditambahkan sedikit dalam lingkungan asam, air pendingin, uap, maupun lingkungan lain.

Penggunaan inhibitor hingga saat ini masih menjadi solusi terbaik untuk melindungi korosi internal pada logam, dan dijadikan sebagai pertahanan utama proses industri dan ekstraksi minyak. Inhibitor merupakan metoda perlindungan yang fleksibel, yaitu mampu memberikan perlindungan dari lingkungan yang kurang agresif sampai pada lingkungan yang tingkat korosifitasnya sangat tinggi, mudah diaplikasikan dan tingkat keefektifan biayanya paling tinggi karena lapisan yang terbentuk sangat tipis sehingga dalam jumlah kecil mampu memberikan perlindungan yang luas<sup>[4]</sup>.

Menurut bahan dasarnya, inhibitor dibedakan atas inhibitor senyawa organik dan senyawa anorganik. Inhibitor organik pada umumnya berasal dari ekstrak bahan alami yang mengandung atom N, O, P, S dan atom-



atom yang mempunyai pasangan elektron bebas. Sedangkan inhibitor anorganik yang saat ini biasa digunakan adalah sodium nitrit, kromat, fosfat, dan garam seng. Dewasa ini banyak dikembangkan berbagai jenis inhibitor baik yang organik maupun anorganik. Berbagai jenis inhibitor baru ini diharapkan mampu mengurangi laju korosi terhadap suatu material khususnya material baja karbon. Pemakaian jenis inhibitor korosi jenis baru semakin memberikan perlindungan terhadap kegagalan material akibat menurunnya kualitas bahan baja karbon terhadap korosi

Ada berbagai jenis inhibitor sintetis yang sekarang banyak digunakan untuk menggantikan inhibitor anorganik konvensional seperti, HBTT (Hydroxy-Benzylidene-amino-Thioxo-Thiazolidin), DHBTPH (Dihydroxybenzylidene trifluoro methylquinolin-Thio-Propano-Hydrazide), BMIC (Alkaloid, ButylMethylimidazolium chlorides), BMIMHSO<sub>4</sub> (Butyl-Methylimidazolium hydrogen sulfate), Calcium Gluconate, PEGME (Polyethylene GlycolMethyl Ether) dan lain-lain. Tetapi dalam penggunaannya inhibitor anorganik mempunyai beberapa kelemahan antara lain: tidak biodegradable, bersifat racun dan dapat merusak lingkungan<sup>[5]</sup>. Berdasarkan hal tersebut maka sekarang orang beralih untuk menggunakan inhibitor organik yang berasal dari bahan alam. Inhibitor organik ini tidak beracun, biodegradable dan ramah lingkungan<sup>[6]</sup>. Upaya untuk mendapatkan inhibitor ramah lingkungan, sudah banyak dilakukan seperti penggunaan bahan alam dari tumbuh-tumbuhan seperti ekstrak daun, kulit dan biji<sup>[7]</sup>. Hasil penelitian terdahulu menunjukkan bahwa beberapa ekstrak dari bahan alam dapat digunakan untuk inhibitor korosi. Seperti *oxandra asbeckii plant*<sup>[8]</sup>, *kakao leaves*<sup>[9]</sup>, *henna leaves*<sup>[10]</sup>, *asteriscus graveolens leaves*<sup>[11]</sup>, *musa paradisisca*<sup>[12]</sup>, *shinopsis lorentzii*<sup>[13]</sup>, *zuziphus spina cristisi*<sup>[6]</sup>, *sebanian sesban*<sup>[14]</sup>, *chlomolaena odorata L*<sup>[15]</sup>, *pongamia piñata*<sup>[16]</sup> dan *mymecodia pendans*<sup>[17]</sup> dan *Theobroma cacao peel*<sup>[18]</sup>. Senyawa-senyawa alami ini telah membuktikan kemampuannya untuk bertindak sebagai inhibitor korosi untuk beberapa logam dan paduannya dalam beberapa media agresif yang berbeda. Ekstrak kulit buah kakao merupakan inhibitor yang mampu memperbaiki efisiensi inhibisi baja karbon rendah sampai 96 %<sup>[18]</sup>. Sejumlah inhibitor menghambat laju korosi melalui adsorpsi untuk membentuk suatu lapisan tipis yang tidak nampak dengan ketebalan beberapa molekul saja. Bahkan ada pula yang karena pengaruh lingkungan membentuk endapan yang nampak dan melindungi logam dari serangan yang mengkorosi logamnya dan menghasilkan produk yang membentuk lapisan pasif, dan ada pula yang menghilangkan konstituen yang agresif. Selaput pelindung yang terbentuk bertindak sebagai katoda, dan logam sebagai anodanya. Selanjutnya anion dalam inhibitor anodik bereaksi dengan ion logam dalam larutan dan menutup bagian yang bersifat anodik, sehingga laju korosi menjadi terhenti.

Dengan peningkatan jumlah produksi kakao di Indonesia mencapai satu juta ton/tahun, tentu produksi kulit buah kakao juga akan meningkat menjadi 625.000 ton. Peningkatan produksi ini sangat menjanjikan sekali untuk menjadikan ekstrak kulit buah kakao sebagai inhibitor ramah lingkungan yang dapat memulihkan sifat mekanik baja setelah mengalami korosi.

## **PROSEDUR EKSPERIMEN**

### **Persiapan Bahan**

Peralatan dan bahan yang digunakan untuk mempersiapkan penelitian meliputi: preparasi ekstrak kulit buah kakao, baja lunak dan media korosif asam klorida (HCl), yang sudah dijelaskan dalam artikel yang terdahulu<sup>[18]</sup>. Sekedar untuk mengingatkan kembali, ekstrak kulit buah kakao diperoleh dengan maserasi. Konsentrasi inhibitor yang digunakan dengan variasi 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5%. Baja lunak yang digunakan bentuk batangan, dipotong dengan diameter 12 mm dan tebal 2-3 mm untuk spesimen penentuan laju korosi. Sedangkan untuk spesimen pengujian sifat mekanik menggunakan standar ASTM sesuai penggunaannya. Kemudian spesimen tersebut diampelas sampai licin dan dicuci sampai bersih, terakhir dicuci dengan aseton. Media korosif asam klorida yang digunakan produk Merk dengan konsentrasi 1,5 M.

Sedangkan untuk menentukan laju korosi digunakan 3 metode yaitu: *weight loss*, potensiodinamik dan impedansi. Cara kerja dan rumus yang digunakan oleh ketiga metode tersebut sudah dijelaskan dalam artikel terdahulu secara mendetil<sup>[18-19]</sup>.

### **Morfologi permukaan baja**

Analisa morfologi permukaan bertujuan untuk melihat permukaan baja lunak tanpa dan adanya ekstrak kulit buah kakao dalam medium korosif HCl 1,5 M. Dalam artikel terdahulu sudah dijelaskan bahwa analisa

morfologi permukaan korosi menggunakan *Carton Stereo Trinocular Foto Optic* dan *S-3400N Scanning Electron Microscop*. Untuk menentukan komposisi unsur-unsur yang terdapat pada permukaan baja tanpa dan dengan adanya ekstrak kulit buah kakao digunakan *Electron Dispersi X-Ray (EDX) software EMAX*. Untuk mengetahui jenis serapan unsur di permukaan digunakan XPS dan XRD, sedangkan untuk melihat topografinya digunakan AFM.

### **Pengujian Sifat Mekanik**

Pengujian tarik menggunakan *Universal Testing Machine type RAT-30P CAP 30tf*. Benda uji dipersiapkan sesuai dengan standar ASTM E-8. Untuk mengetahui kekerasan permukaan baja lunak digunakan *Rockwell Hardness Tester TH 550* dengan beban 980,7N. Preparasi baja yang akan diuji meliputi pemotongan dan pengamplasan. Beban dan waktu penekanan diatur sesuai dengan yang diinginkan (Gunawarman dkk). Khusus untuk pengujian fatigue dilakukan tersendiri menggunakan standar ASTM E466-2002.

### **Adsorpsi di Permukaan**

Adanya adsorpsi di permukaan merupakan salah satu parameter untuk mengetahui keefektifan dari inhibitor ekstrak bahan alam yang digunakan. XPS, XRD dan AFM merupakan alat-alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi adsorpsi yang terjadi di permukaan. Tipe dari alat yang digunakan adalah: *AES-XPS ESCA 2000* untuk XPS, *Xpert Pro PW 3040/60 PANalytical* untuk XRD dan AFM nanosurf untuk AFM<sup>[20]</sup>.

## **Hasil dan Pembahasan**

### **Analisa Laju korosi**

Untuk mengingatkan kembali agar pembahasan lanjutan nantinya berkesinambungan dengan artikel terdahulu. Dari hasil uji korosi dengan ketiga metode tersebut terlihat bahwa adanya indikasi penambahan inhibitor memperkecil kehilangan berat, dan memperlambat laju korosi dari laju korosi awal sebelum diberi inhibitor. Sebaliknya kenaikan konsentrasi inhibitor menaikkan efisiensi inhibisi korosi pada permukaan baja. Hal ini disebabkan, semakin besar permukaan baja yang berkontak dengan larutan, semakin banyak pula permukaan baja yang terlapisi oleh ekstrak polar kulit buah kakao. Terjadinya hal tersebut sesuai dengan mekanisme proteksi yang terjadi, bahwa ekstrak kulit buah kakao mengandung senyawa polifenol yang memiliki pasangan elektron bebas<sup>[18]</sup>. Atom ini bersifat sebagai donor elektron sehingga akan menghasilkan senyawa kompleks dengan besi. Senyawa kompleks yang terjadi bersifat stabil, tidak mudah dioksidasi dan menyelubungi permukaan logam baja, sehingga laju korosi bisa dihambat<sup>[21-22]</sup>.

### **Analisa Sifat Mekanik Kekuatan dan Kekerasan**

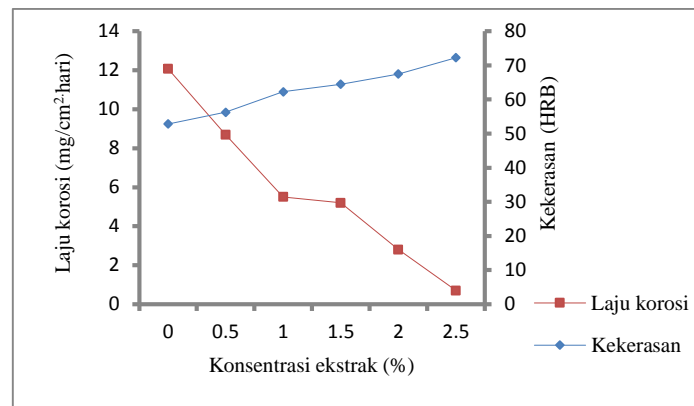
Dari hasil pengujian tarik dan kekerasan yang sudah dijelaskan pada artikel terdahulu, terlihat kecenderungan tegangan tarik dan kekerasan menunjukkan kenaikan dengan naiknya konsentrasi inhibitor yang digunakan<sup>[23]</sup>. Naiknya kekerasan, menunjukkan adanya adsorpsi yang terjadi di permukaan baja. Ekstrak kulit buah kakao tersebut teradsorpsi di permukaan baja secara kimia dan membentuk lapisan film tipis yang susah untuk dirusak. Banyaknya ekstrak yang teradsorpsi di permukaan akan meningkatkan derajat penutupan permukaan dan semakin luas pula permukaan baja yang tertutupi oleh ekstrak. Hal ini diperjelas lagi oleh hasil pengujian EDX yang menunjukkan peningkatan kadar karbon di permukaan, akibatnya ketahanan baja dari serangan korosi juga akan meningkat<sup>[18], [23]</sup>. Tetapi sebaliknya kenaikan kekerasan dan kekuatan akan menurunkan keuletannya<sup>[23-24]</sup>. Data ini didukung oleh hasil perhitungan elongasi yang menunjukkan penurunan dengan naiknya konsentrasi ekstrak. Selain itu data hasil SEM-EDX menyatakan kenaikan kadar karbon di permukaan baja akan meningkatkan kecenderungannya lebih getas baja dibandingkan dengan baja yang kadar karbon rendah<sup>[24-25]</sup>. Hubungan antara laju korosi dengan kekerasan baja lunak dapat dilihat pada Gambar 1.

**Analisa Sifat Mekanik**

**Tabel 1:** Kekerasan baja lunak dalam HCl 1,5M dengan variasi konsentrasi ekstrak kulit buah kakao

Konsentrasi ekstrak (%)	Kekerasan (HRB)
Baja lunak awal	90,04
0,0	52,84
0,5	56,27
1,0	62,29
1,5	64,47
2,0	67,97
2,5	72,24

Hasil pengujian kekerasan dan tegangan tarik baja lunak seperti pada Tabel 1 dan 2. Tegangan tarik dan kekerasan menunjukkan kenaikan dengan naiknya konsentrasi ekstrak. Hal ini didukung oleh data pengujian kekerasan yang menunjukkan kenaikan konsentrasi ekstrak menambah kekerasan permukaan baja lunak. Kenaikan konsentrasi ekstrak juga meningkatkan ketahanan baja terhadap serangan ion-ion korosif dalam media korosif, sehingga laju korosi dapat dihambat. Hal ini sudah dijelaskan dalam artikel terdahulu<sup>[23]</sup>, dimana semakin tinggi konsentrasi ekstrak semakin banyaknya ekstrak teradsorpsi di permukaannya, sehingga semakin luas permukaan baja lunak yang tertutupi oleh ekstrak kulit buah kakao. Ekstrak tersebut teradsorpsi di permukaan baja lunak secara kimia dan membentuk lapisan film tipis yang sulit untuk dirusak<sup>[2]</sup>.



**Gambar 1:** Pengaruh konsentrasi ekstrak terhadap laju korosi dan kekerasan dalam HCl 1,5M

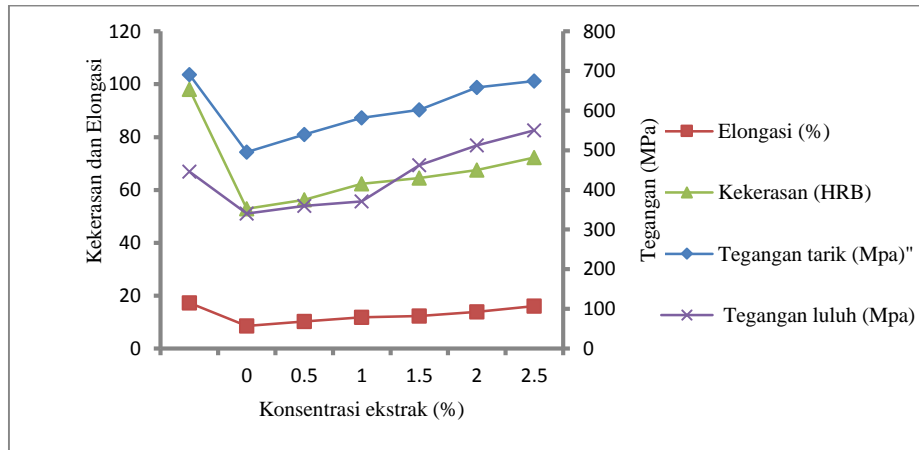
**Tabel 2:** Kekuatan baja lunak dengan berbagai variasi konsentrasi ekstrak dalam HCl 1,5M

Konsentrasi ekstrak (%)	Kekuatan tarik (MPa)	Kekuatan luluh (MPa)
Baja lunak awal	691.1	445.9
0,0	495.2	340.4
0,5	540.0	360.0
1.0	581.8	371.3

1,5	601.9	462.0
2,0	658.4	512.1
2,5	675.0	550.7

**Tabel 3:** Kandungan unsur-unsur yang teridentifikasi pada pengujian EDX

Perlakuan	Kandungan unsur (% berat)		
	C	Fe	O
Baja lunak	0.32	98.79	-
Baja lunak + Ekstrak	6.19	92.66	4,33
Baja lunak + HCl 1.5M	1.50	29.39	63.54
Baja lunak + HCl + Ekstrak	16.90	37.43	44.89

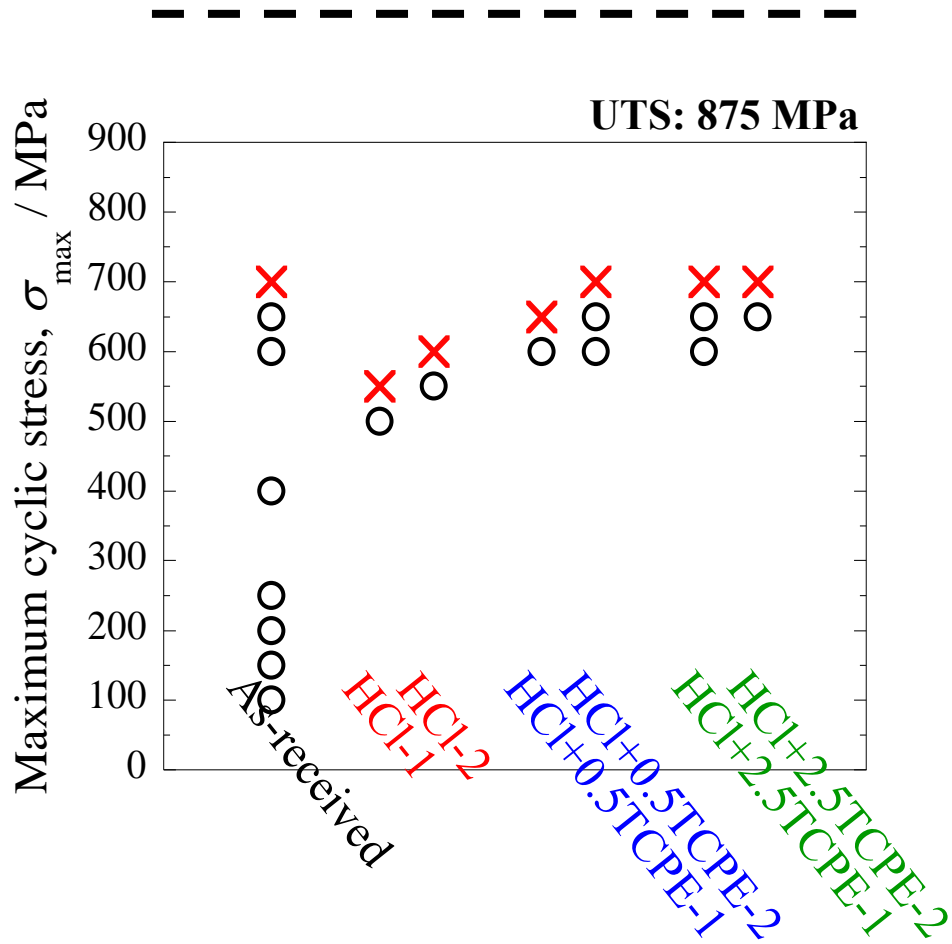


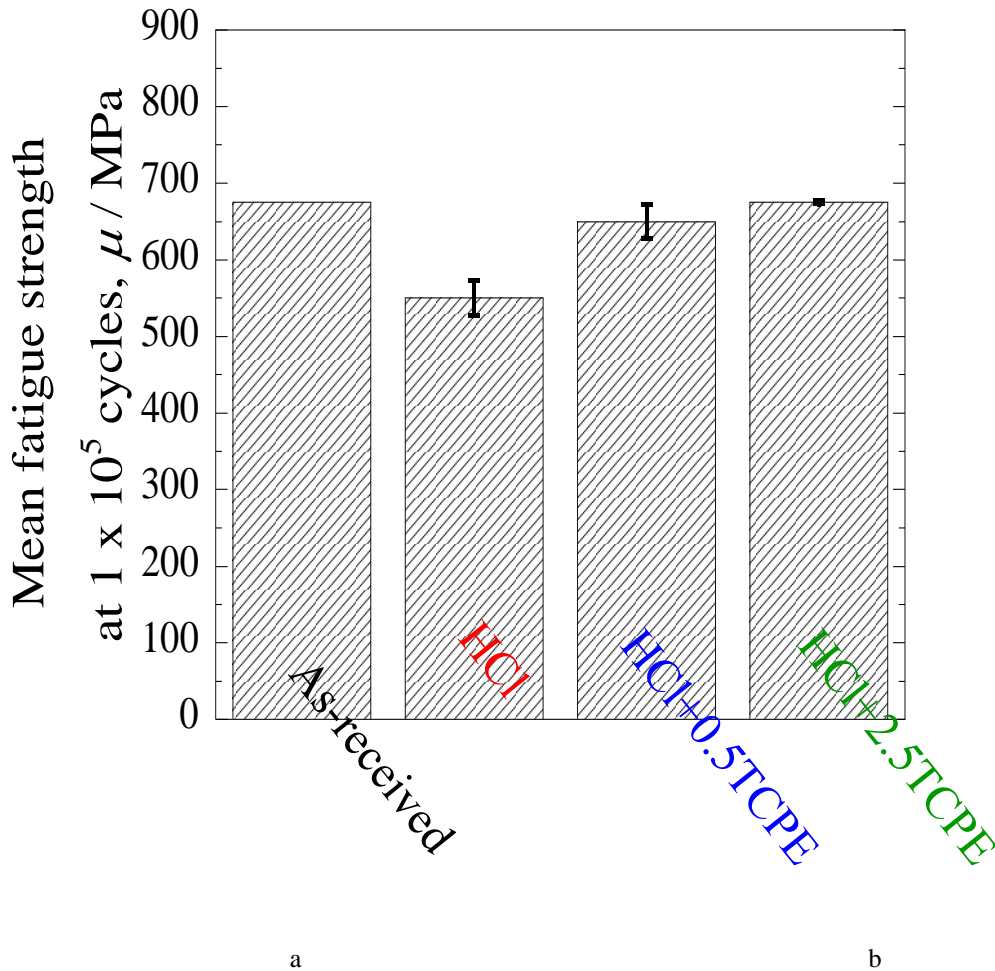
**Gambar 2:** Pengaruh konsentrasi ekstrak terhadap Kekerasan, Elongasi, Tegangan luluh, dan Tegangan tarik dalam HCl 1,5 mol/L

Banyaknya ekstrak yang teradsorpsi pada permukaan diperjelas pula oleh hasil pengujian EDX pada Tabel 3. Kenaikan kadar karbon di permukaan baja lunak bukan hanya menaikkan kekerasan tetapi juga akan meningkatkan derajat penutupan permukaan<sup>[24-25]</sup>. Dengan kenaikan tingkat kekerasan permukaan akan menurunkan laju korosi<sup>[23]</sup>. Untuk lebih jelasnya hubungan keempat sifat mekanik tersebut terlihat pada Gambar 2.

**Analisa Kelelahan (Fatigue)**

Jumlah sampel yang digunakan untuk pengujian fatigue (kelelahan) sebanyak 26 buah yang diperlakukan dengan variasi konsentrasi ekstrak dalam HCl 1,5M.





**Gambar 3. a.** Kurva S-N baja lunak, **b.** Kekuatan fatigue tanpa dan adanya ekstrak kulit buah kakao dalam HCl 1,5M

Pengujian fatigue dilakukan menurut ISO 12107, dengan perkiraan statistik kekuatan fatigue diberikan dalam fatigue life. Kondisi pengujian adalah sebagai berikut:  $f = 10$  Hz,  $R = 0.1$  (tensile-tensile), Fatigue limit yang diberikan:  $1 \times 10^5$  cycles, UTS S35C diukur dengan kekuatan tarik setelah diberi inhibitor ekstrak kulit buah kakao adalah 875 MPa. Kekuatan fatigue S35C setelah direndam dalam larutan HCl turun dari 675 MPa menjadi 550 MPa. Setelah dilakukan penambahan inhibitor kekuatan fatigue kembali mendekati kekuatan semula seperti dapat dilihat pada Tabel 5 dan Gambar 3. Dari tabel dan gambar tersebut terlihat kenaikan siklus tegangan dengan naiknya konsentrasi ekstrak seperti terlihat pada Kurva S-N pada Gambar 3a. Sedangkan pada Gambar 3b menunjukkan kekuatan fatigue meningkat dengan meningkatnya konsentrasi ekstrak kulit buah kakao, dan pada Tabel 5 terlihat jelas peningkatan konsentrasi, bahwa peningkatan konsentrasi meningkatkan siklus tegangannya dan menurunkan fatigue lifenya. Berarti kekuatan fatigue mengalami kenaikan dengan naiknya konsentrasi inhibitor yang ditambahkan. Hal ini terjadi akibat adanya adsorpsi ekstrak kulit buah kakao di permukaan baja yang mampu menutupi kerusakan yang terjadi di permukaan baja lunak tersebut. Dari serangkaian sifat mekanik yang telah dilakukan terhadap baja lunak, menunjukkan telah terjadi perbaikan sifat mekanik setelah dilakukan penambahan inhibitor ekstrak kulit buah kakao.

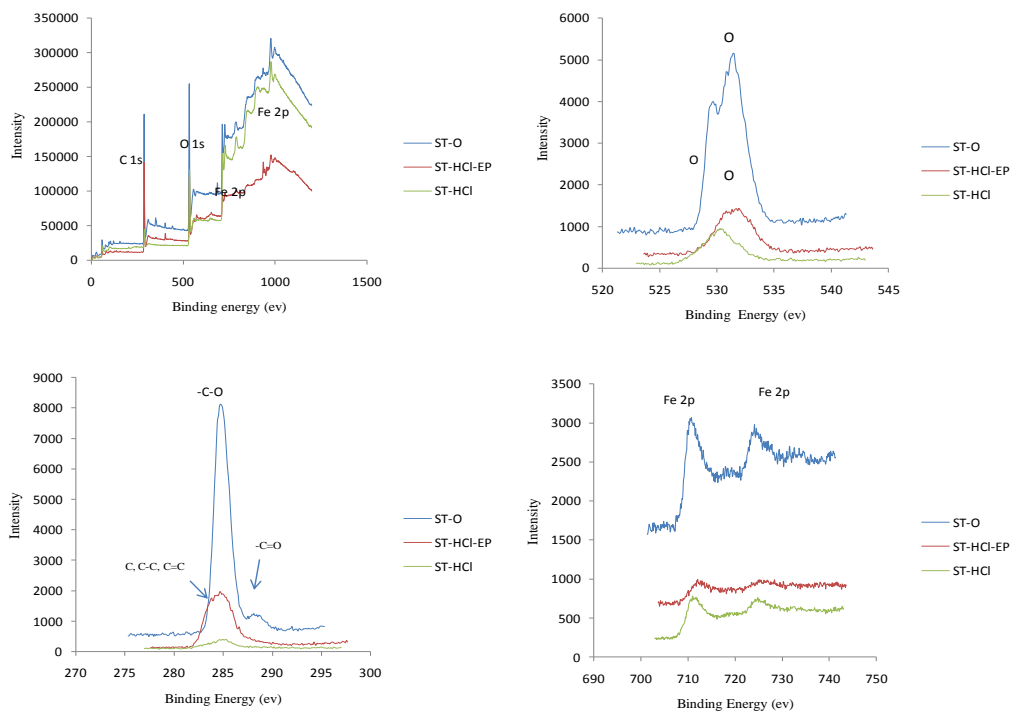
**Tabel 5.** Kekuatan Fatigue baja lunak dengan berbagai variasi konsentrasi ekstrak dalam HCl 1,5M

Sample	Maximum cyclic stress (MPa)	Fatigue life (cycles)
As-received	700	86812

HCl-1	550	31403
HCl-2	600	51131
HCl+0.5 ekstrak-1	650	28843
HCl+0.5 ekstrak-2	700	19247
HCl+2.5 ekstrak-1	700	71185
HCl+2.5 ekstrak-2	700	16091

### Analisa XPS

Pengujian XPS bertujuan untuk melihat lapisan film yang terbentuk karena adanya adsorpsi di permukaan baja seperti pada Gambar 4. Spektra yang muncul pada Gambar 4a menunjukkan bahwa lapisan film di permukaan mengandung unsur Fe, O, dan C. Dari Gambar 4b terdeteksi ikatan dari karbon (C, C-C, C=C) yang muncul pada puncak 284,5 ev. Ikatan tunggal karbon-oksigen (-C-O) pada 285,7ev juga terdapat ikatan ganda karbon-oksigen (-C=O) pada 288.4ev, serta kombinasi ikatan tunggal dan ganda (O-C=O) pada 289,3ev<sup>[26]</sup>. Data ini didukung oleh analisa FT-IR dengan munculnya spektra pada panjang gelombang 1019 cm<sup>-1</sup>, 1162 cm<sup>-1</sup>, 1435-1459 cm<sup>-1</sup> dan 1617-1654 cm<sup>-1</sup>. Kombinasi tersebut diasumsikan sebagai persenyawaan kompleks ekstrak kulit buah kakao dengan oksigen berupa TCPE<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TCPE (OH)<sub>3</sub> dan TCPE-O-C produk.

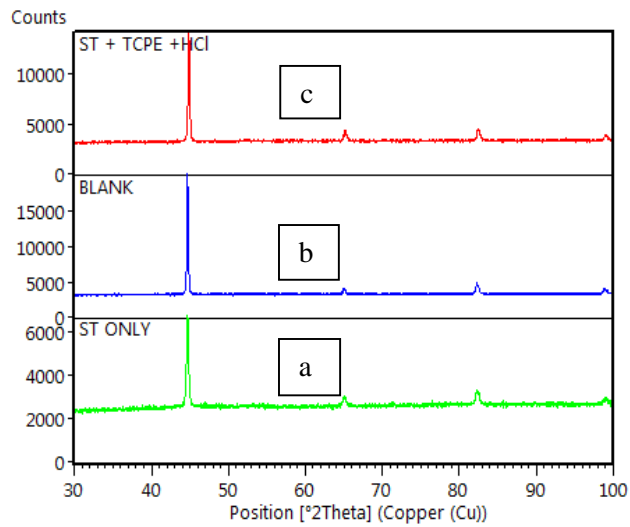


**Gambar 4:** Spektra XPS dari: (a). Sampel yang dianalisa, (b). Oksigen yang terinhibisi dan yang tidak terinhibisi, (c). Karbon yang teradsorpsi dan (d). Fe yang muncul di permukaan baja

Akan tetapi spektra O1s muncul mewakili sinyal dari oksida pada 529,8ev dan oksigen dari gugus hidroksil pada 531,4ev dan 533,0ev seperti pada Gambar 4c (Satapathy *et al*, 2009). Gugus hidroksil yang muncul cocok dengan hasil analisa FT-IR pada panjang gelombang 3376-3422 cm<sup>-1</sup>. Gambar 4d menunjukkan puncak yang muncul terdiri dari campuran produk korosi dari besi seperti Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, FeCO<sub>3</sub> dan FeOOH. Puncak

tersebut mulai muncul pada 710 dan 724eV<sup>[21-22]</sup>. Hasil analisa oksida dari XPS diperkuat oleh FT-IR untuk oksida baja pada panjang gelombang 668 cm<sup>-1</sup>.

### Analisa XRD

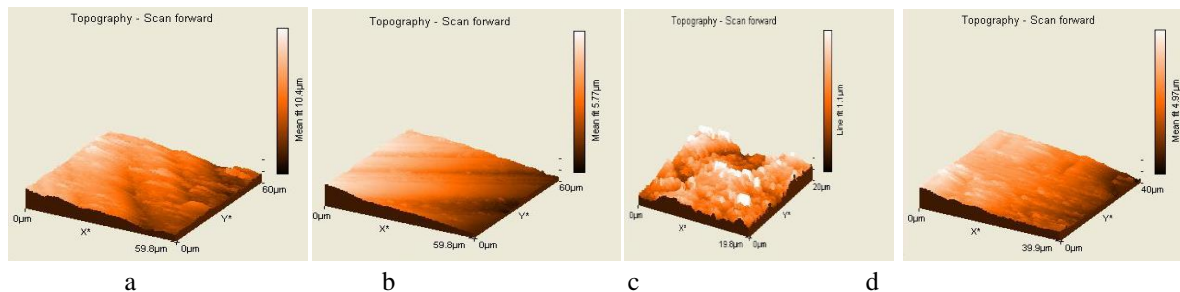


**Gambar 5:** Spektra XRD dari sampel dengan penampakan oksida pada masing-masing puncak: (a). baja lunak, (b). baja lunak direndam dalam HCl, (c). baja lunak direndam dalam HCl dengan adanya ekstrak kulit buah kakao

Hasil analisa XRD pada Gambar 5 dilakukan terhadap 3 variabel yaitu baja, baja yang direndam dalam HCl tanpa dan dengan adanya penambahan ekstrak kulit buah kakao. Dari ketiga spektra sampel pada Gambar 5 tersebut hanya memperlihatkan puncak dari Fe spektranya tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Hasil ini menunjukkan bahwa lapisan film yang terbentuk di permukaan merupakan oksida dari pada besi<sup>[27]</sup>.

Dari senyawa-senyawa yang dihasilkan, dapat diketahui bahwa 3 dari senyawa tersebut merupakan produk korosi yang biasa terjadi pada baja yaitu: berupa FeO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Produk korosi ini dapat menimbulkan morfologi kerusakan pada permukaan baja berupa korosi lokal atau korosi merata<sup>[28]</sup>. Dugaan munculnya senyawa FeO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berdasarkan kandungan 3 unsur paling dominan yaitu Fe, O, dan C didukung juga oleh hasil pengujian dan pembahasan SEM, EDX dan XPS sebelumnya.

### Analisa Topography



Gambar 6. a. Baja Only, b. Baja + Ekstrak, c. Baja + HCl, d. Baja + HCl + Ekstrak

Hasil analisa topography permukaan menggunakan Atomic Force Microscopy (AFM) memperlihatkan hasil yang jelas bahwa memang telah terjadi adsorpsi di permukaan baja. Pada Gambar 6a memperlihatkan permukaan baja seperti apa adanya setelah dipoles dengan kertas amplas, tetapi halus permukaan kelihatannya tidak merata. Sedangkan pada Gambar 6b menunjukkan permukaan baja setelah dicelup ke dalam ekstrak kulit buah kakao.



buah kakao. Pada Gambar 6b tersebut kelihatan terjadi adsorpsi di permukaan baja, dimana permukaan dilapisi oleh ekstrak kulit buah kakao berupa lapisan tipis yang mulu dan rata. Gambar 6c memperlihatkan permukaan baja setelah dicelup ke dalam larutan HCl 1,5M. Pada gambar tersebut kelihatan permukaan tidak merata karena sudah dirusak oleh larutan korosifnya. Kerusakan yang terlihat pada permukaan pada Gambar 6 diminimalkan oleh penambahan ekstrak kulit buah ke dalam larutan HCl 1,5M yang hasilnya dapat dilihat pada Gambar 6d. Lobang-lobang bekas rusak oleh media korosif ditutupi oleh ekstrak kulit buah kakao yang teradsorpsi di permukaan baja. Akibat dari adsorpsi yang terjadi di permukaan baja tersebut laju korosi bisa dikurangi sehingga kerusakan akibat korosi bisa dikurangi<sup>[28-30]</sup>

### **Mekanisme Inhibisi Korosi**

Molekul inhibitor yang terdapat pada permukaan baja terjadi karena adanya adsorpsi. Adsorpsi timbul karena adanya gaya adhesi antara inhibitor dengan permukaan baja lunak. Adsorpsi molekul inhibitor pada permukaan baja lunak menghasilkan semacam lapisan tipis (*film*) yang dapat menghambat laju korosi. Pada kasus ini inhibitor ekstrak polar kulit buah kakao bertindak sebagai pembentuk lapisan tipis pada permukaan yang dapat berfungsi sebagai kontrol dari laju korosi dengan membuat pemisah antara baja dengan media korosi (Gerengi *et al*, 2011). Proses adsorpsi ekstrak kulit buah kakao pada permukaan baja lunak terjadi pada gugus fungsional (Leelavathi *et al*, 2013).

Mekanisme inhibisi yang terjadi di permukaan baja dapat dijelaskan atas dasar proses adsorpsi dan struktur komponen yang terdapat dalam ekstrak. Penghambatan terjadi karena adsorpsi komponen fitokimia yang hadir dalam ekstrak melalui atom oksigen dan / atau atom nitrogen pada permukaan logam<sup>[2], [30]</sup>. Kompleks ini mungkin teradsorpsi ke permukaan baja dengan gaya vander Waals untuk membentuk lapisan pelindung untuk mencegah baja dari korosi<sup>[31]</sup>. Beberapa komponen utama dari ekstrak kulit kakao adalah katechin, kaempferol, asam gallat, dan prosianidin merupakan senyawa-senyawa yang mempunyai gugus hetero atom yang dapat mendonorkan elektron untuk membentuk senyawa kompleks di permukaan baja. Tetapi perlu diingat bahwa kinerja efektif inhibitor juga tergantung ukuran konstituen fitokimia dari ekstrak kulit kakao yang wilayahnya yang lebih luas dari permukaan logam sehingga meminimalkan korosi<sup>[2], [10]</sup>.

### **Kesimpulan**

Kenaikan konsentrasi ekstrak polar kulit buah kakao akan menaikkan efisiensi inhibisi yang terjadi di permukaan. Kenaikan efisiensi inhibisi akan menaikkan derajat penutupan permukaan mild steel. Luasnya derajat penutupan permukaan sangat dipengaruhi oleh adsorpsi yang terjadi di permukaan. Adsorpsi tersebut terbentuk karena adanya interaksi antara atom donor dari ekstrak dengan permukaan mild steel. Adsorpsi yang terjadi mengikuti adsorpsi isotherm Langmuir. Adsorpsi tersebut mampu menutupi kerusakan dipermukaan sehingga mempengaruhi sifat mekanik kekerasan, kekuatan dan kelelahan, karena kenaikan kadar karbon di permukaannya. Dengan demikian ekstrak polar kulit buah kakao mampu memperbaiki sifat mekanik baja yang sudah terserang korosi.

### **UCAPAN TERIMA KASIH**

Penulis pertama mengucapkan terimakasih pada pemerintah Indonesia untuk penelitian ini yang dibantu oleh DP2M Dikti melalui Hibah Fundamental I No. 072/PL9.1.4/LT/2015. Serta terimakasih pada laboratorium IMR di Tohoku University yang telah membantu dalam pengujian sifat mekanik.

### **REFERENCES.**

- [1] Jones, D. A, Principles and Prevention Corrosion, 2<sup>nd</sup> ed., Pearson Education, Upper Saddle River Nj, (1996).
- [2] Leelavathi S, and R. Rajalakshmi, Dodonaea Viscosa (L.) Laeves Extract as` acid Corrosion inhibitor for Mild Steel-a Green Approach, Journal of Material and Environment Science, 4(5), 625-638, (2013).
- [3] Sastri V. S., Green Corrosion Inhibitor Theory and Practise, A ohn Wiley & Sons, Inc, (2011).

- [4] Tems, R &. Al-Zahrani., A.MCost of Corrosionin Oil Production & Refining, Saudi Aramco Journal of Technology, pp. 2-14, (2006).
- [5] Ekanem, U.F, Umoren, S.A., Udousoro, S.A., and Udoh, A.P, Inhibition of mild steel Corrosion in HCl using pineapple leaves (*Ananas comosus L.*) extract, *J.Mater. Scie.*, 45, 5558-5566, (2004).
- [6] Aisha M. Al-Turkustani, Sanaa T. Arab, Areej A. Al-Reheli, Corrosion and Corrosion Inhibition of Mild Steel in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Solutions by *Zizyphus Spina-Christi* as Green Inhibitor, *International Journal of Chemistry*, pp. 54-76, (2010).
- [7] Yuhazri, M.Y,Jeeferie, A.R, Haeryip Sihambing, Nooririnah, O.and Warikh, A.R, *International Journal Of Aplied Science and Technology*, 1 (1).pp.45-49, (2011b).
- [8] Lebrini M, F. Robert, A. Lecante, C. Roos, Corrosion inhibition of C38 steel in 1 M hydrochloric acid medium by alkaloids extract from *Oxandra asbeckii* plant, *Corrosion Science*, 53 (2), pp. 687–695, (2011) .
- [9] Umoru L.E, A.Fawehinmi and A.Y. Fasasi, Investigation of the Inhibitive Influence of *Theobroma Cacao* and *Cola Acuminata* Leaves Extracts on the Corrosion of a Mild Steel in Sea Water, *Journal of Applied Sciences Research*, 2 (4), 299-304, (2006).
- [10] Ostovari A, Hoseinieh S.M, Peikari, M, Shadzadeh, S.R, and Hashemi.S.J, Corrosion Inhibitor of mild steel in 1 M HCl solution by Henna Extract: A Comparative Study of Inhibition by Henna and Its Constituents (Lawson, Gallic acid, Glucose and Tannic Acid). *Corrosion Science*, 51, 1935-1949, (2009).
- [11] Znini, M, G. Cristofari, L. Majidi,A. Ansari, A. Bouyanzer, J. Paolini, J Costa, B. Hammouti, Green Approach to CorrosionInhibition of Mild Steel by Essential Oil Leaves of *Asteriscus Graveolens* (Forssk.) in Sulphuric Acid Medium, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 7, 3959 -3981, (2012).
- [12] Gopal Ji Shadma Anjum Shanthi Sundaram Rajiv Prakash, *Musa paradisica* peel extract as green corrosion inhibitor for mild steel in HCl solution, *Corrosion Science*, 90, pp. 107–117, (2015).
- [13] Gerengi Hand Halil Ibrahim Sahin, *Shinopsis lorentzii* Extract As a Green CorrosionInhibitor for low Carbon Steel in 1 M HCl Solution, *Industrial Engineering Chemical Research*, 51, 780-787, (2011).
- [14] Hussein H. Al-Sahlane, Abdul-Wahab A. Sultan, Mustafa M. Al-Faize, Corrosion Inhibition of Carbon Steel in 1M HCl Solution Using *Sesbania Sesban* Extract, *Aquatic Science and Technology*, 1 (2), pp. 135-151, (2013).
- [15] Obot I.B., E.E. Ebenso, Zuhair M. Gasem, Eco-friendly Corrosion Inhibitors: Adsorption and Inhibitive Action of Ethanol Extracts of *Chlomolaena Odorata L.* for the Corrosion of Mild Steel in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Solutions, *Int. J. Electrochem. Sci.*,7, pp. 1997 -2008, (2012).
- [16] Ambrish Singh, Ishtiaque Ahamad, V. K. Singh, Mumtaz Ahamed Quraishi, Inhibition effect of environmentally benign *Karanj (Pongamia pinnata)* seed extract on corrosion of mild steel in hydrochloric acid solution, *Journal of Solid State Electrochemistry*, 15 (6), pp 1087–1097, (2011).
- [17] Pradityana. A, Sulistijono, Abdullah Shahab, The Modeling System of Isotherm Adsorption in Mechanism of *Myrmecodia Pendans* Extracts as the Corrosion Inhibitor in 3, 5% NaCl Solution, *International Journal of Science and Research (IJSR)*, 5( 6), pp. 2529-2532, (2016).
- [18] Yetri Y, Emriadi, Novesar J and Gunawarman, Corrosin Inhibitor of Mild Steel by Polar Extract of *Theobroma cacao* Peels in Hydrochloric Acid Solution, *Asian Journal of Chemistry*, 27 (3), 875-881, (2015a),
- [19] Yetri Y, Emriadi, Novesar J and Gunawarman, Corrosion Inhibition of Environmental Friendly Inhibitor Using *Theobroma Cacao* Peels Extract On Mild Steel in NaCl Solution, *Journal of Chemical And Pharmaceutical Research*, 7 (15), 1083-1094, (2015b).
- [20] Humphris A. D. L., M. J. Miles, and J. K. Hobbs, A mechanical microscope: High-speed atomic force microscopy, *Applied Physics Letters*, 86, 034106, (2005).
- [21] Chauhan L.R, and G. Gunasekaran, Corrosion Inhibition of Mild Steel by Plant Extract in dilute HCl Medium, *Corrosion Science*, 49, 1143-1161, (2007).
- [22] Dang Nam N, Motilal Mathesh, Bruce Hinton and Mike J.Y.Tan, Rare Earth 4-Hydrocin namate Compounds as Carbon Dioxide Corrosion Inhibitors for Steel in Sodium Chloride Solution, *Journal of Electrochemical Science*, 161 (12), C527-C534, (2014).
- [23] Gunawarman, Yuli Yetri, Emriadi, Novesar J, Ken-Cho, M. Nakai and M. Niinomi, Effect of Polar Extract of *Cocoa* Peels Inhibitor on Mechanical Properties and Microstructure of Mild Steel Exposed in Hydrochloric Acid, *Applied Mechanics and Materials*, 776, 193-200, (2015).
- [24] Afolaby. A. S, Corrosion and Stress Corrosion Behaviors of Low and Medium Carbon Steel in Agro-Fluid Media, *Leonardo Electronic Journal of Practices and Technologies*, 10, 2007, 55-66, (2007).
- [25] Singh A, Singh V.K, and Quraishi, M.A, Aquos extrast of *Kalmegh (Andrographis paniculata)* Leaves as Green Inhibitor for mild steel in Hydrochloric. *International Journal of Corrosion*, pp. 1-10, (2010).

- [26] Satapathy A.K, G. Gunasekaran, S.C. Sahoo, Kumar Amit, and P.W. Rodrigues, Corrosion Inhibition by *Justicia gendarussa* Plant Extract in hydrochloric acid solution, *Corrosion Science*, 51 (12), 2848-2856, (2009),
- [27] Takahashi Y, Matsubara E, Suzuki S, Okamoto Y, Komatsu t, Konishi H, Mizuki J and Waseda Y, In-situ X-ray Diffraction of Corrosion Product Formed on Iron Surfaces, *Materials Transactions*, 46 (3), 637-642, (2005).
- [28] Rahim, Afidah A.; Kassim, Jain, Recent Development of Vegetal Tannins in Corrosion Protection of Iron and Steel, *Recent Patents on Materials Science*, 1 (3), pp. 223-231, (2008).
- [29] Kamal C, M.G. Sethuraman, *Spirulina platensis* – A novel green inhibitor for acid corrosion of mild steel, *Arabian Journal of Chemistry*, 5 (2), pp 155–161, (2012).
- [30] Pandian Bothi Raja, Mathur Gopalakrishnan Sethuraman, Natural products as corrosion inhibitor for metals in corrosive media — A review, *Materials Letters*, 62 (1), pp. 113–116, (2008).
- [31] Xianghong Li, Shuduan Deng, and Hui Fu, allyl Thiourea as Corrosion Inhibitor for Cold Rolled in  $H_3PO_4$ , *Journal Applied Electrochemistry*, 40, 164, (2010).

## **Recovery besi dan titanium serta regenerasi asam dari larutan hasil pelindian konsentrat pasir besi dalam larutan asam klorida menggunakan metode distilasi**

**Alfred Gurning<sup>1</sup>, M. Zaki Mubarak<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung – Indonesia

<sup>2</sup>Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung – Indonesia

Email: [alfred.gurning@gmail.com](mailto:alfred.gurning@gmail.com)

### **ABSTRAK**

*Pasir besi merupakan mineral yang memiliki potensi besi dan titanium. Jalur hidrometalurgi menggunakan pelindian asam klorida merupakan salah satu cara untuk mengekstraksi besi dan titanium yang terdapat pada pasir besi. Setelah besi dan titanium dilarutkan maka harus diambil kembali, salah satunya dengan metode distilasi. Pengambilan kembali besi dan titanium dari larutan pelindian dengan metode distilasi belum pernah dilakukan, maka dibutuhkan sebuah penelitian untuk mempelajari hal tersebut. Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengetahui pengaruh dari variasi larutan hasil pelindian asam klorida pasir besi dan variasi suhu distilasi terhadap 1) persen presipitasi besi dan titanium, 2) karakteristik presipitat yang terbentuk, dan 3) persen regenerasi asam. Penelitian dilakukan dengan melakukan variasi pada pelarut HCl untuk pelindian yaitu dengan menggunakan metanol, air, dan penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pada percobaan dengan HCl berpelarut air. Variasi suhu pada penelitian distilasi dilakukan pada 225 °C, 335 °C, dan 450 °C. Hasil penelitian menunjukkan besi dapat dipresipitasi dengan maksimal pada 335 °C untuk larutan pelindian HCl berpelarut metanol dan air yang dioksidasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dengan persen presipitasi 78% dan 56,8% secara berurutan, sementara untuk larutan pelindian HCl berpelarut air didapatkan persen presipitasi terbesar besi sebesar 72,92% pada 450 °C. Titanium mudah dipresipitasi dengan persen presipitasi lebih dari 95% untuk seluruh percobaan. Presipitat yang terbentuk adalah Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub> dengan karakteristik nanoparticle.*

**Kata kunci:** Pasir besi, distilasi, regenerasi asam, presipitasi, metalurgi.

## **PENDAHULUAN**

Mineral merupakan sumber daya yang sangat penting untuk suatu negara. Suatu negara yang memiliki sumber daya melimpah pastinya dapat menyejahterakan rakyatnya dan membangun ketahanan nasional. Indonesia merupakan negara yang beruntung karena memiliki banyak sekali kekayaan mineral. Salah satu kekayaan mineral yang melimpah di Indonesia adalah pasir besi.

Pasir besi mengandung 2 logam berharga yaitu besi dan titanium. Besi merupakan logam yang sangat banyak kegunaannya sehari-hari, terutama untuk pembuatan baja. Baja merupakan paduan logam yang sangat penting untuk kehidupan manusia dan banyak digunakan, seperti pada konstruksi bangunan, jembatan, juga otomotif. Titanium berguna dalam bentuk logam murni atau juga dalam bentuk oksidanya  $TiO_2$ .  $TiO_2$  merupakan komponen penting dalam pembuatan sel surya dan juga sangat banyak sekali digunakan sebagai pigmen pewarna putih. Logam murni Titanium memiliki banyak kegunaan, terutama untuk aplikasi ekstrem seperti suhu tinggi dan juga lingkungan dengan korosivitas yang tinggi.

Pendekatan hidrometalurgi umumnya dilakukan melalui pelindian asam. Salah satu asam yang umum digunakan adalah asam klorida, karena kemampuannya untuk melarutkan logam berharga, akan tetapi konsumsi asam yang tinggi dalam pelindian tidaklah baik, sehingga dibutuhkan teknologi untuk meregenerasi asam agar asam dapat dipakai kembali. Teknologi regenerasi asam untuk proses pelindian merupakan teknologi yang penting untuk mencegah pemakaian asam yang berlebihan. Penggunaan asam yang berlebihan tentunya akan meningkatkan resiko untuk terjadinya pencemaran lingkungan, selain itu dengan tingginya konsumsi asam yang digunakan akan meningkatkan biaya untuk operasi. Salah satu metode regenerasi asam adalah dengan metode distilasi.

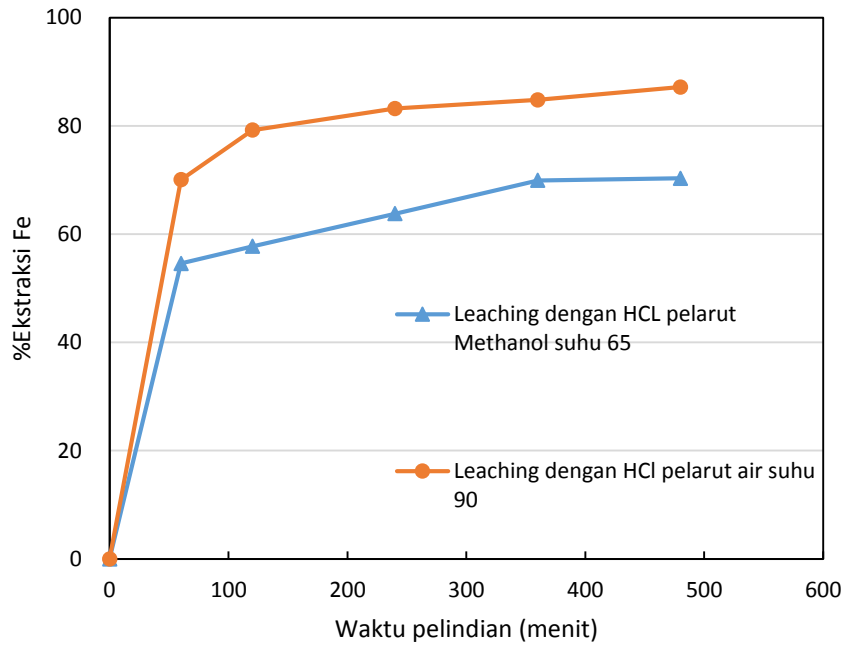
Penelitian ini bertujuan untuk melihat penerapan regenerasi asam dengan metode distilasi terhadap larutan hasil pelindian asam klorida pasir besi. Penelitian ini akan mempelajari pengaruh variasi larutan pelindian dan variasi suhu terhadap proses distilasi. Penelitian ini akan dilakukan menggunakan variasi pelarut HCl berupa metanol dan air pada pelindian dan variasi suhu distilasi pada suhu 225°C, 335°C, dan 450°C.

## **METODOLOGI PENELITIAN**

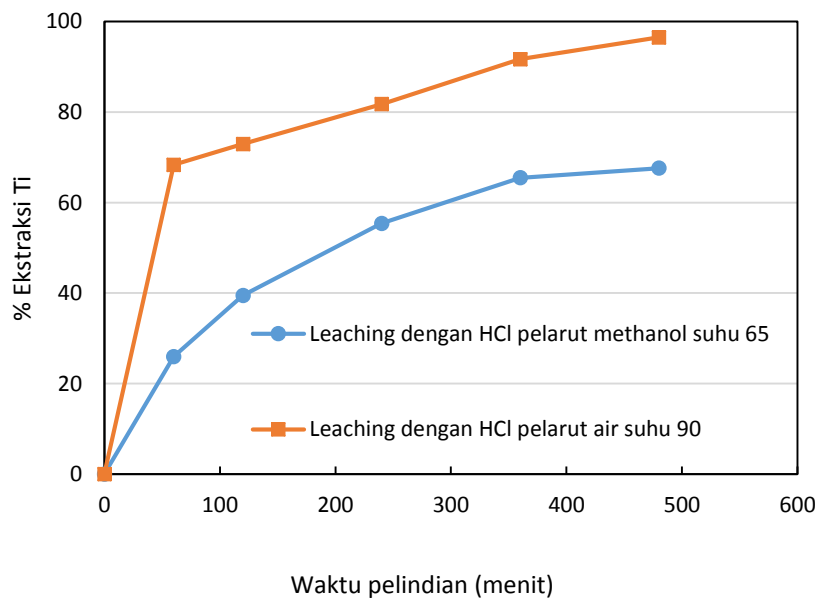
Percobaan dimulai dengan sampling dan pengecilan ukuran bijih dengan penggerusan. Setelah dipreparasi bijih kemudian dilakukan pelindian. Setelah didapatkan larutan pelindian maka dilakukan distilasi. Setelah distilasi maka kondensat dipisahkan dan sisa distilasi ditambahkan akuades kemudian disaring dan dikeringkan. Presipitat kemudian dianalisis menggunakan XRD, SEM, dan PSA. Kondensat yang dihasilkan dianalisis dengan titrasi dan juga dianalisis AAS. Kondensat yang merupakan asam hasil regenerasi kemudian dipakai lagi untuk proses pelindian dan presipitat yang merupakan campuran oksida besi dan titanium kemudian coba diturunkan kadar besinya dengan cara pelindian menggunakan  $HNO_3$ .

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penggunaan metanol sebagai pelarut HCl untuk pelindian pasir besi ternyata tidak dapat menaikkan persen ekstraksi Fe (Gambar 1) maupun persen ekstraksi Ti (Gambar 2). Pelindian yang hanya dapat dilakukan sampai suhu 65°C menjadi alasan lebih rendahnya persen ekstraksi pelindian menggunakan HCl berpelarut metanol dibandingkan dengan HCl berpelarut air. Suhu yang rendah menyebabkan *solid solution* titanomagnetite sulit terlindi. Ikatan yang terdapat pada titanomagnetite berbeda dengan ikatan yang ada pada ilmenite, sehingga dibutuhkan suhu yang lebih tinggi agar besi maupun titanium lebih larut pada proses pelindian.



**Gambar 12** Persen ekstraksi Fe percobaan pelindian dengan pelarut HCl yang berbeda



**Gambar 13** Persen ekstraksi Ti percobaan pelindian dengan pelarut yang berbeda

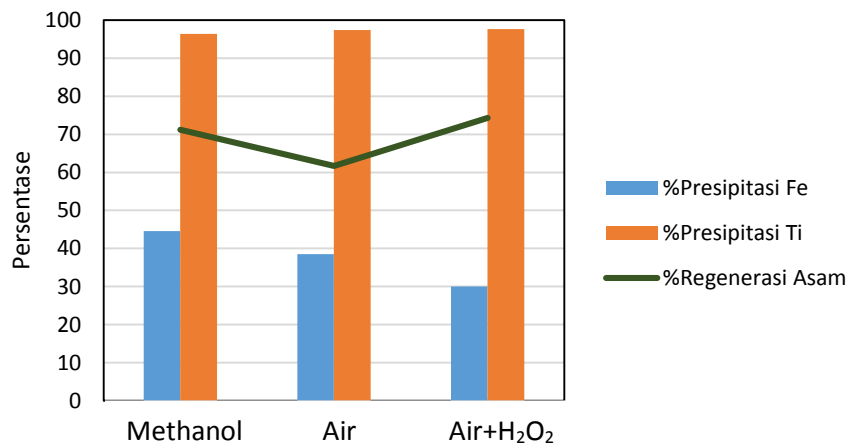
Pada percobaan distilasi diberikan kode untuk setiap percobaan untuk memudahkan membaca hasil dari percobaan seperti pada Tabel 1.

**Tabel 3** Kode Percobaan Distilasi

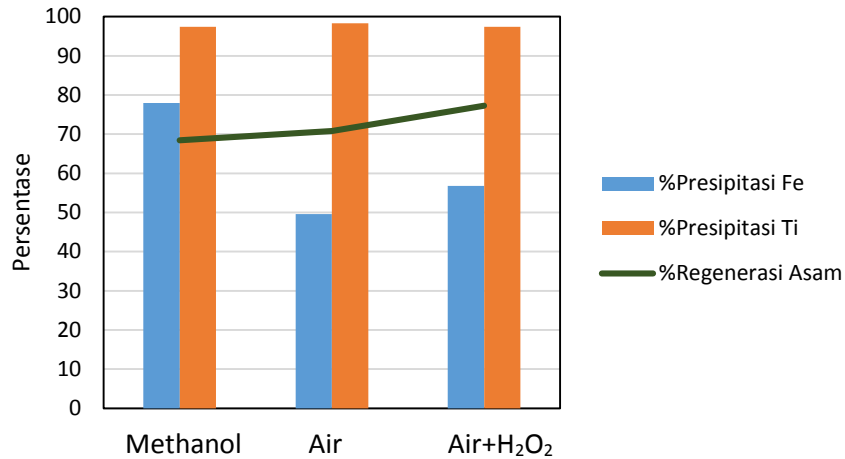
Nama	Pelarut HCl	Suhu (C)
Dis 1	Metanol	450
Dis 2	Air	450
Dis 3	Metanol	335
Dis 4	Air	335

Dis 5	Metanol	225
Dis 6	Air	225
Dis 7	Air + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	225
Dis 8	Air + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	335
Dis 9	Air + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	450

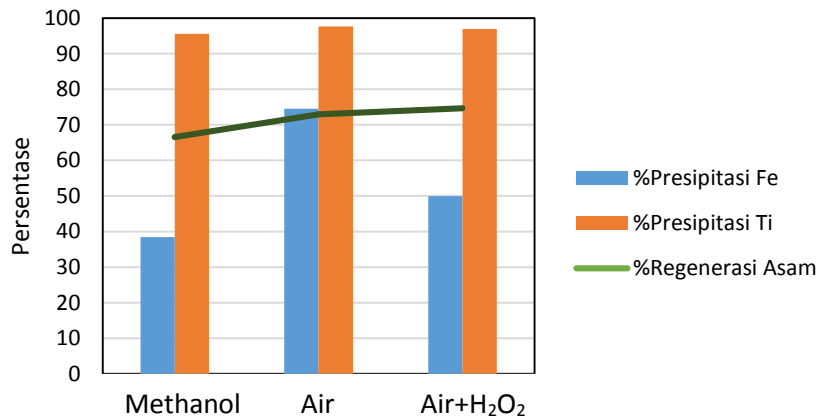
Secara umum dapat terlihat dari Gambar 3, Gambar 4, dan Gambar 5. bahwa titanium lebih mudah terpresipitasi dibandingkan dengan besi, hal ini berarti untuk larutan dengan campuran titanium dan besi maka titanium lebih mudah terhidrolisis dibandingkan dengan besi. Titanium yang lebih mudah terhidrolisis dibandingkan besi sesuai dengan hasil pelindian oksidatif <sup>[1]</sup>. Secara umum juga dapat terlihat bahwa regenerasi asam yang terjadi untuk seluruh percobaan selalu melebihi 60% namun tidak ada yang mencapai lebih dari 100%, hal ini disebabkan karena adanya titik azeotrop HCl pada proses distilasi. Larutan hasil pelindian memiliki konsentrasi asam 8 M, sedangkan kondensat asam hasil proses distilasi memiliki konsentrasi asam rata-rata 6 M. Asam yang tidak berhasil diregenerasi hilang dalam bentuk uap HCl yang tidak dapat terkondensasi, oleh sebab itu pada percobaan selalu ada uap HCl pada awal percobaan yang tidak kembali membentuk larutan dan ada uap HCl yang terjebak dalam labu bulat ketika percobaan diselesaikan. Menaikkan perolehan asam yang dapat diregenerasi dapat dilakukan jikalau dapat menggeser titik azeotrop dengan cara distilasi membran atau distilasi ekstraktif. Percobaan distilasi juga menunjukkan adanya penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> menyebabkan menurunnya presipitasi besi. Menurunnya presipitasi besi disebabkan oleh tingginya oksigen terlarut akibat oksidasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang dapat dilihat dari banyaknya gelembung pada larutan ini. Tingginya oksigen terlarut menyebabkan air lebih mudah menguap sehingga reaksi hidrolisis besi lebih sulit terjadi karena air terlebih dahulu menguap dari larutan.



**Gambar 14 Hasil Percobaan Distilasi 225°C**



**Gambar 15 Hasil Percobaan Distilasi 335°C**

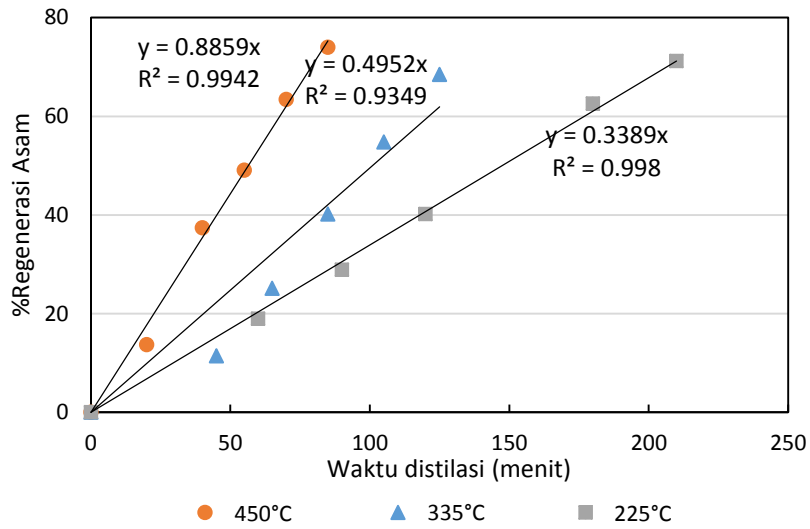


**Gambar 16 Hasil Percobaan Distilasi 450°C**

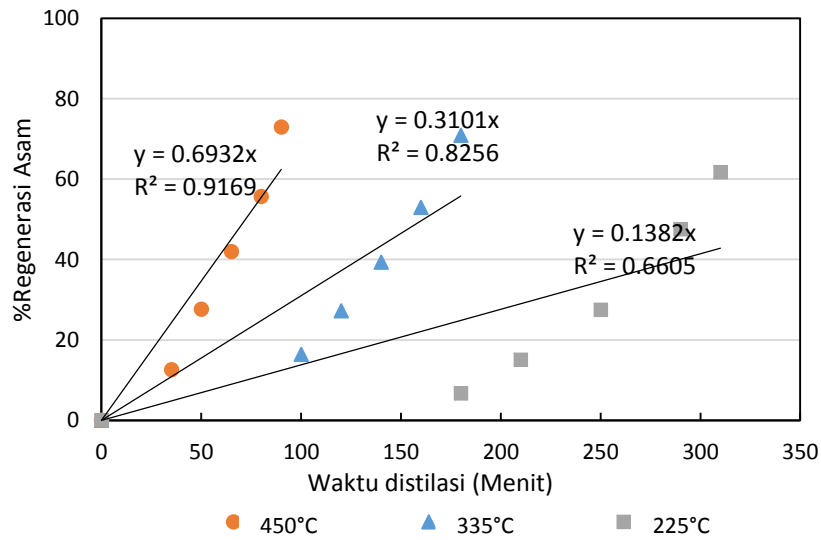
Suhu distilasi yang berbeda menyebabkan terjadinya persen presipitasi besi yang berbeda-beda seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3, Gambar 4, dan Gambar 5. Jenis larutan yang berbeda-beda menyebabkan adanya suhu optimum yang berbeda-beda untuk menghasilkan persen presipitasi besi yang maksimum. Suhu optimum adalah suhu ketika hidrolisis terjadi secara maksimal, yaitu ketika kebutuhan energi untuk melakukan reaksi hidrolisis tercapai secara maksimum dan air tidak terlalu cepat menguap sehingga tersedia kebutuhan air untuk melakukan reaksi hidrolisis. Pada distilasi pada larutan pelindian HCl dengan pelarut metanol (Larutan 1) dan HCl dengan pelarut air yang dioksidasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (Larutan 3) didapatkan suhu optimum 335 °C, sedangkan pada larutan pelindian HCl dengan pelarut air (Larutan 2) didapatkan suhu optimum 450 °C. Suhu optimum larutan 1 dan larutan 3 dibandingkan dengan larutan 2 menunjukkan bahwa larutan 1 dan larutan 3 lebih mudah menguap dibandingkan dengan larutan 2, sehingga suhu yang lebih tinggi akan menyebabkan penguapan air yang berlebih sehingga kurangnya air untuk melakukan reaksi hidrolisis. Larutan 2 yang mengalami kenaikan presipitasi dengan adanya kenaikan suhu operasi menunjukkan jikalau reaksi hidrolisis akan lebih maksimum terjadi jikalau suhu dinaikkan, namun dengan syarat air tidak cepat menguap agar tersedia air untuk melakukan reaksi hidrolisis.

Profil regenerasi asam terhadap waktu yang ditunjukkan pada Gambar 6, Gambar 7, dan Gambar 8 menunjukkan tren linear terhadap persen regenerasi asam setelah kondensat mulai terbentuk, hal ini terjadi pada larutan 1, larutan 2, dan larutan 3. Tren linear disebabkan pembentuk kondensat dengan volume yang konstan terhadap waktu, juga konsentrasi kondensat yang konstan yang berkisar antara 5,5-6 M asam. Konsentrasi kondensat yang konstan merupakan akibat dari titik azeotrop distilasi HCl yaitu 22 wt% atau 6 M.

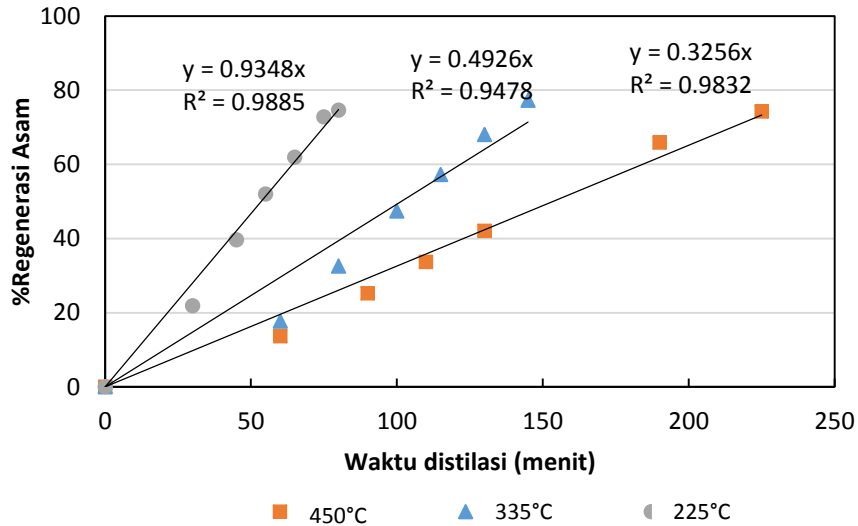




Gambar 17 Profil Regenerasi Asam Terhadap Waktu pada Distilasi Larutan Pelindian HCl dengan Pelarut Metanol

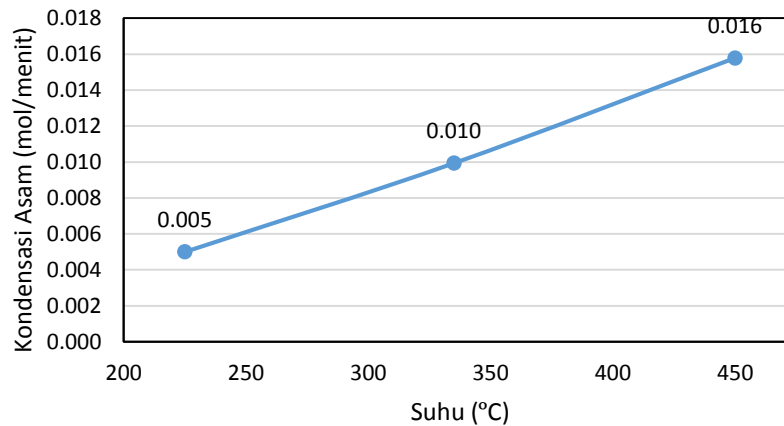


Gambar 18 Profil Regenerasi Asam Terhadap Waktu pada Distilasi Larutan Pelindian HCl dengan Pelarut Air

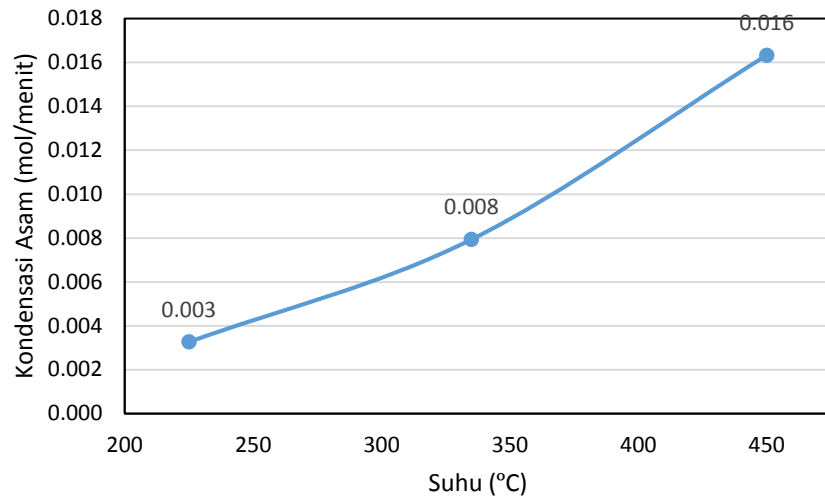


**Gambar 19 Profil Regenerasi Asam Terhadap Waktu pada Distilasi Larutan Pelindian HCl dengan Pelarut Air +H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

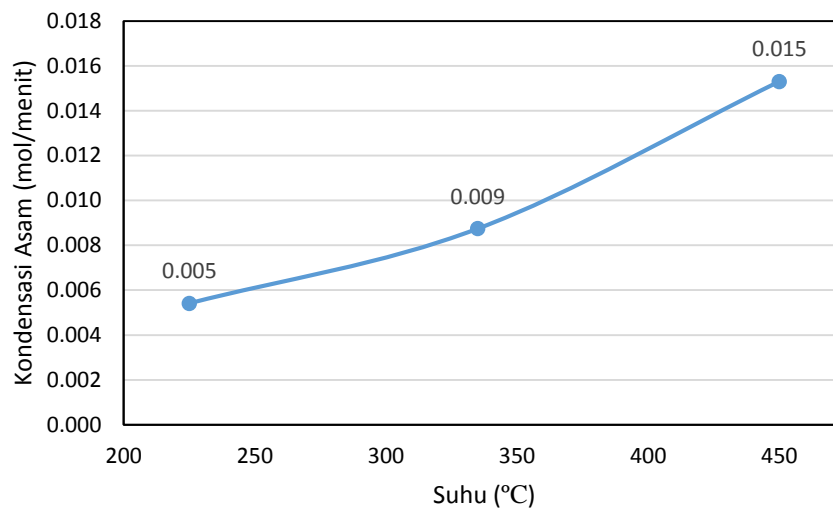
Kondensasi asam dalam mol/menit adalah laju rata-rata terbentuknya kondensat di tiap percobaan. Gambar 9, Gambar 10, dan Gambar 11 menunjukkan hubungan suhu distilasi dengan laju rata-rata kondensasi. Percobaan pada larutan 1, larutan 2, maupun larutan 3 menunjukkan peningkatan suhu tidak sebanding dengan peningkatan rata-rata laju kondensasi. Peningkatan suhu sebesar 1,5 kali dari 225 °C menjadi 335 °C menyebabkan peningkatan laju rata-rata sebesar 2-3 kali, sementara peningkatan suhu sebesar 2 kali dari 225 °C menjadi 450 °C menyebabkan peningkatan laju rata-rata sebesar 3-5 kali. Laju rata-rata kondensasi berarti proses terjadi lebih cepat atau berarti produktivitas meningkat, namun peningkatan suhu berarti penambahan energi yang juga berarti penambahan biaya, oleh dari itu dibutuhkan kajian lebih lanjut terutama dari segi ekonomi untuk mendapatkan produktivitas maksimum dengan biaya minimum.



**Gambar 20 Perbandingan Kondensasi Asam Terhadap Suhu Distilasi pada Distilasi Larutan Pelindian HCl dengan Pelarut Air**

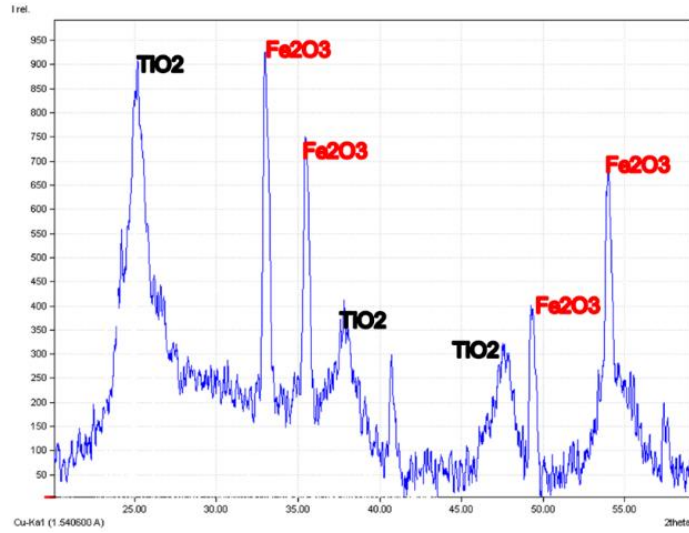


**Gambar 21 Perbandingan Kondensasi Asam Terhadap Suhu Distilasi pada Distilasi Larutan Pelindian HCl dengan Pelarut Air**

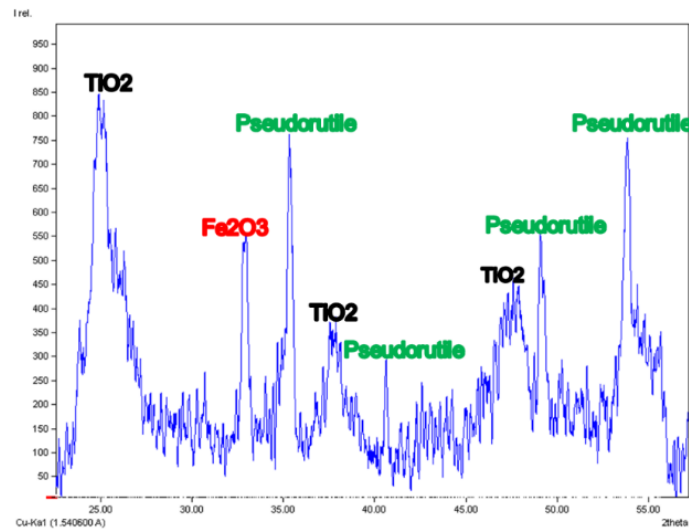


**Gambar 22 Perbandingan Kondensasi Asam Terhadap Suhu Distilasi pada Distilasi Larutan Pelindian HCl dengan Pelarut Air +H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

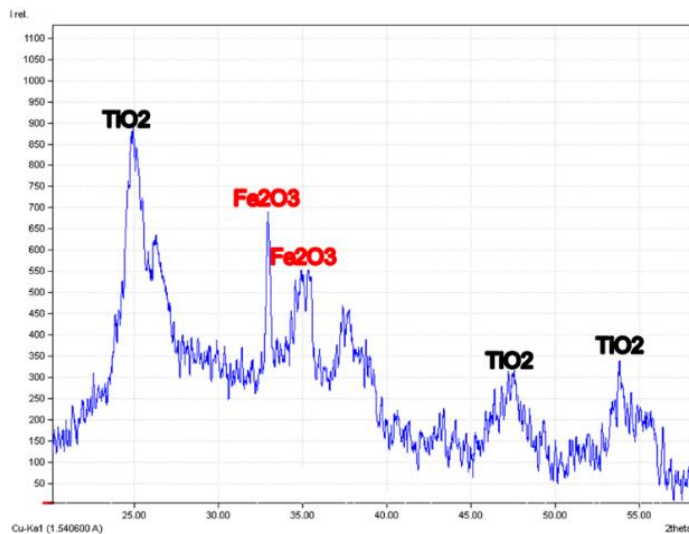
Hasil XRD pada Gambar 12, Gambar 13, dan Gambar 14 menunjukkan ada 2 mineral utama yang terbentuk yaitu  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$ . Mineral yang terbentuk ini sesuai dengan reaksi hidrolisis yang telah dibahas pada landasan teori.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  adalah hematit, sedangkan  $\text{TiO}_2$  adalah rutil. Perbedaan terjadi ada pada Dis 3 yaitu distilasi larutan pelindian yang menggunakan HCl berpelarut metanol yaitu dengan terbentuk pseudorutil. Pseudorutil atau  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  adalah mineral transisi besi dan titanium. Pseudorutil kemungkinan terjadi karena hidrolisis yang tidak sempurna dikarenakan kurangnya air untuk reaksi hidrolisis, namun belum ada penelitian yang mendukung hal ini.



Gambar 23 Hasil XRD Dis 2 (Air, 450°C)

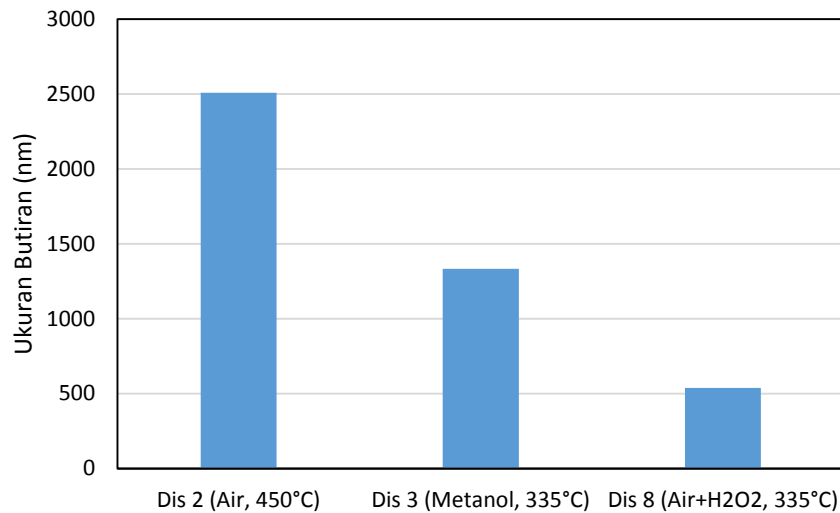


Gambar 24 Hasil XRD Dis 3 (Metanol, 335°C)



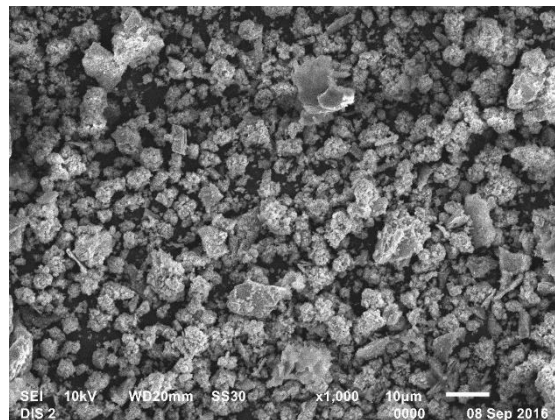
Gambar 25 Hasil XRD Dis 8 (Air+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 335°C)

Ukuran Presipitat Hasil Analisis PSA seperti disajikan pada Gambar 4.18 menunjukkan presipitat yang terbentuk menghasilkan *nanoparticle*. *Nanoparticle* adalah serbuk yang memiliki ukuran dibawah 10 mikrometer [2]. Berdasarkan standar dari *Environmental Protection Agency* ukuran dari presipitat Dis 2 tergolong sebagai *coarse nanoparticle*, sementara presipitat Dis 3 dan Dis 8 tergolong *fine nanoparticle*. Ukuran partikel Dis 3 yang lebih besar disebabkan oleh suhu distilasi yang lebih tinggi. Suhu distilasi yang lebih tinggi akan menyebabkan kristalisasi yang lebih cepat sehingga menyebabkan kristal yang berukuran lebih besar. Pada Dis 8 yang memiliki oksigen terlarut tinggi menyebabkan ukuran kristal yang terbentuk lebih mengecil lagi karena keberadaan gas oksigen akan menyebabkan dispersi dari presipitat yang terbentuk sehingga ketika terjadi kristalisasi akan menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil.

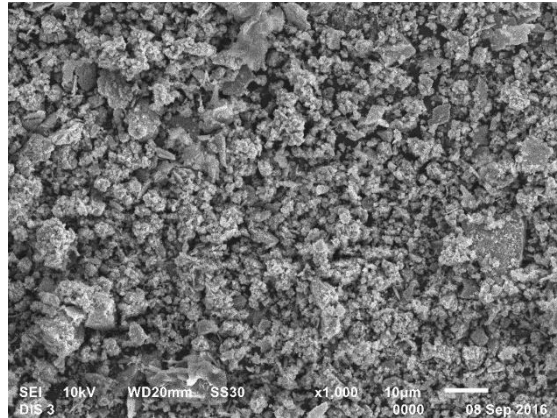


**Gambar 26** Ukuran Presipitat Hasil Analisis PSA

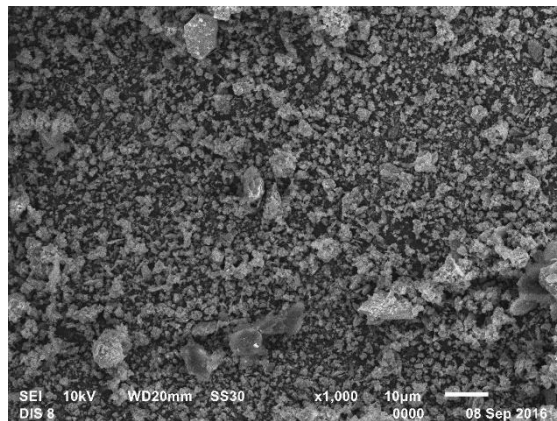
Hasil SEM seperti yang terlihat pada Gambar 16, Gambar 17, dan Gambar 18 mengklarifikasi hasil yang didapatkan dari PSA. Secara umum dapat terlihat bahwa presipitat Dis 2 memiliki ukuran yang lebih besar dibandingkan Dis 3 dan Dis 8, dan Dis 8 memiliki ukuran lebih kecil dibandingkan dengan Dis 3. Penampakan mikro dari SEM juga menunjukkan ada 2 jenis mineral yang terbentuk yaitu yang berbentuk granul dan yang berbentuk halus, hal ini mengklarifikasi hasil dari analisis XRD yaitu ada 2 mineral dominan yang terbentuk.



**Gambar 27** Hasil Analisis SEM Dis 2 (Air, 450°C) Perbesaran 1000×

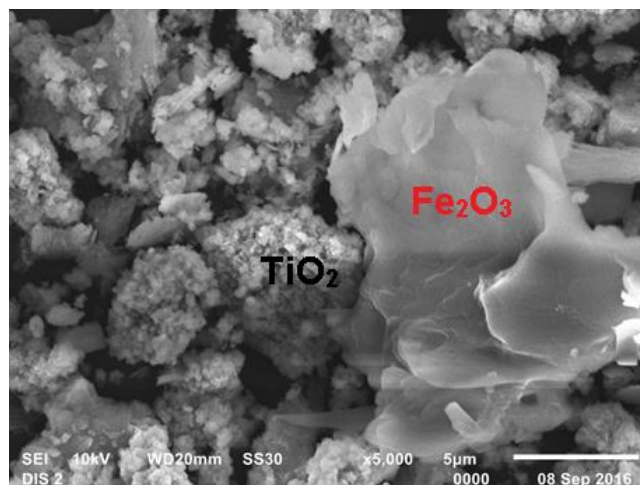


**Gambar 28 Hasil Analisis SEM Dis 3 3 (Metanol, 335°C) Perbesaran 1000×**

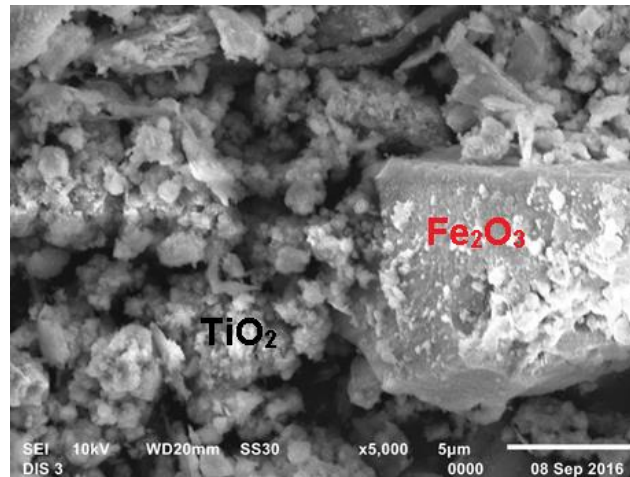


**Gambar 29 Hasil Analisis SEM Dis 8 (Air+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 335°C) Perbesaran 1000×**

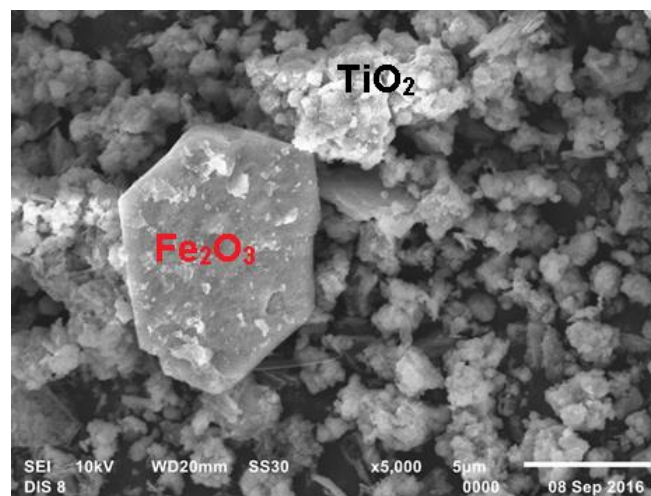
Penelitian yang dilakukan oleh Sun Jae Kim menunjukkan TiO<sub>2</sub> memiliki penampakan mikro berbentuk granul<sup>[3]</sup>, berdasarkan hal itu berarti mineral yang berbentuk halus merupakan penampakan mikro dari Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hasil SEM (Gambar 19, Gambar 20, Gambar 21) dengan perbesaran 5000× menunjukkan mineral Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki ukuran lebih besar daripada TiO<sub>2</sub>. Analisis SEM juga menunjukkan secara umum TiO<sub>2</sub> lebih banyak dari Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, hal ini mengklarifikasi hasil dari analisis gravimetri yang dilakukan.



**Gambar 30 Penampakan Hasil SEM Dis 2 (Air, 450°C) dengan Perbesaran 5000×**



**Gambar 31** Penampakan Hasil SEM Dis 3 3 (Metanol, 335°C) dengan Perbesaran 5000×



**Gambar 32** Penampakan Hasil SEM Dis 8 (Air+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 335°C) dengan Perbesaran 5000×

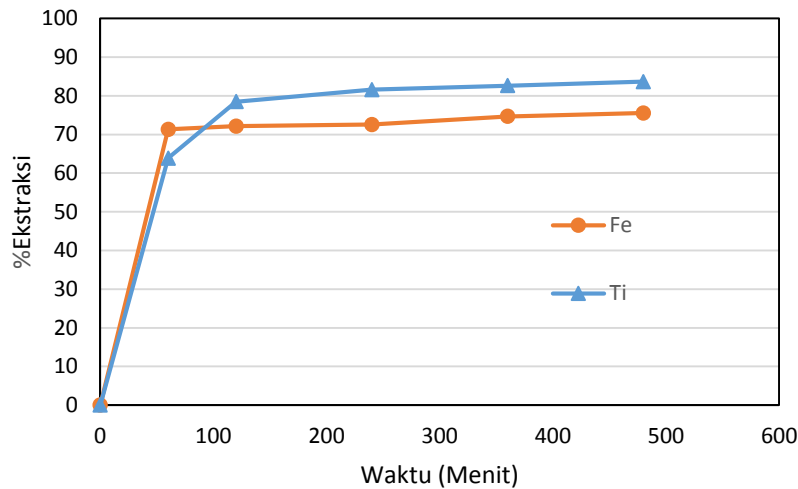
Analisis gravimetri (Tabel 2) menunjukkan titanium lebih dominan daripada besi pada presipitat yang terbentuk. Penampakan visual menunjukkan warna presipitat coklat. Pada umumnya rutil memiliki penampakan visual berwarna putih, sedangkan hematit berwarna merah, namun karena presipitat merupakan campuran keduanya sehingga warna yang dihasilkan cenderung menjadi warna coklat. Tidak semua besi dan titanium menjadi presipitat, karena terjadi peristiwa *scaling*. *Scaling* merupakan pembentukan kerak pada labu bulat, peristiwa *scaling* ini menyebabkan ada besi dan titanium yang menjadi *scale* dan bukan presipitat. *Scaling* tidaklah diinginkan, sehingga *scaling* harus dicegah seminimal mungkin, namun karena *heating mantle* yang digunakan tidak mampu melakukan agitasi, *scaling* yang terjadi pada percobaan ini cukup parah.

**Tabel 4 Hasil Analisis Gravimetri Presipitat**

Nama	Fe (%)	Ti (%)
Dis 2 (Air, 450°C)	30,70	54,29
Dis 3 Metanol, 335°C)	35,01	52,86
Dis 8 (Air+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , 335°C)	37,46	50,00

Asam klorida hasil regenerasi tidak memiliki warna bening seperti pada asam klorida baru, melainkan berwarna kuning. Warna kuning ini disebabkan adanya besi dan titanium yang ikut terkondensasi<sup>[4]</sup>. Pada seluruh asam regenerasi yang dihasilkan memiliki kontaminasi ion besi dan titanium di bawah 20 ppm.

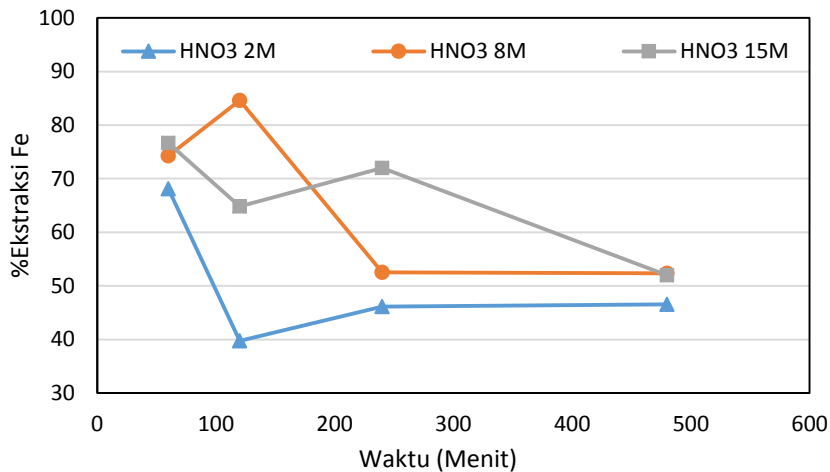
Pelindian menggunakan asam regenerasi dilakukan untuk melihat kemampuan asam regenerasi apabila digunakan kembali untuk proses pelindian. Pada pelindian ini digunakan 66, 67% asam regenerasi yang berkonsentrasi 6 M yang dicampur dengan 33, 33% asam baru yang berkonsentrasi 12 M. Pencampuran dilakukan untuk mendapat asam dengan konsentrasi 8 M, yaitu konsentrasi asam yang digunakan untuk percobaan pelindian. Hasil percobaan (Gambar 22) menunjukkan adanya penurunan persen ekstraksi Fe dan Ti jika dibandingkan dengan proses pelindian yang menggunakan 100% asam baru. Penurunan persen ekstraksi Fe dan Ti disebabkan oleh adanya kontaminasi Fe dan Ti pada asam regenerasi, oleh dari itu harus dilakukan penurunan kontaminasi dari Fe dan Ti pada asam regenerasi, salah satu caranya adalah dengan injeksi larutan pelindian secara berkala pada proses distilasi [4].



**Gambar 33 Persen Ekstraksi Terhadap Waktu pada Pelindian dengan Asam Regenerasi**

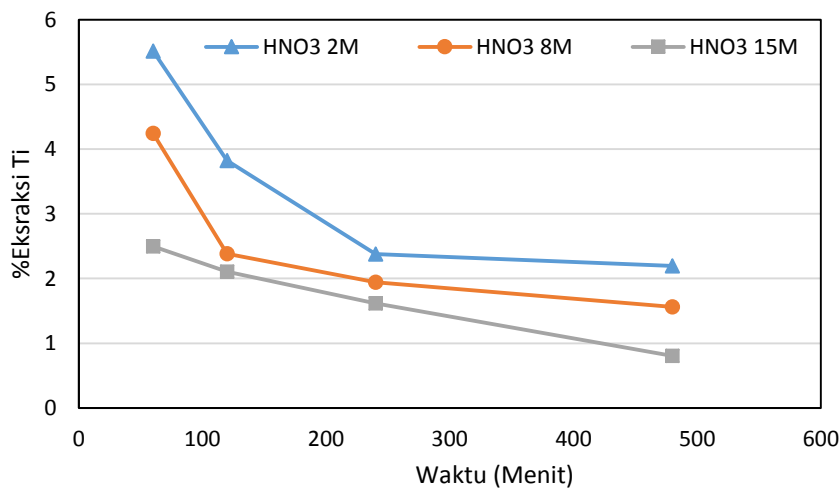
Pelindian  $\text{HNO}_3$  menunjukkan tren persen ekstraksi Fe yang menurun terhadap waktu (Gambar 23), hal ini disebabkan karena Fe yang larut kemudian akan teroksidasi kembali dikarenakan sifat  $\text{HNO}_3$  yang oksidatif. Persen ekstraksi yang menurun terhadap waktu menunjukkan pelindian tidak boleh dilakukan terlalu lama sehingga mengurangi kemungkinan Fe teroksidasi kembali. Penggunaan konsentrasi asam yang lebih tinggi secara umum menyebabkan persen ekstraksi Fe yang meningkat, namun pada menit ke 120 persen ekstraksi pada  $\text{HNO}_3$  8 M lebih tinggi daripada  $\text{HNO}_3$  15 M, hal ini disebabkan karena kemampuan oksidasi  $\text{HNO}_3$  juga akan meningkat berdasarkan konsentrasinya, sehingga pada menit ke 120 Fe pada pelindian  $\text{HNO}_3$  8 M masih terlarut, namun pada  $\text{HNO}_3$  15 M sudah teroksidasi kembali.





**Gambar 34** Persen Ekstraksi Fe pada Pelindian Presipitat dengan HNO<sub>3</sub>

Persen ekstraksi Ti (Gambar 24) dibawah 5% yang menurun terhadap waktu dan selektivitas Ti (Tabel 3) yang tinggi menunjukkan HNO<sub>3</sub> cocok digunakan untuk mengurangi besi dari presipitat melalui pelindian besi. Penampakan visual juga memperlihatkan adanya pengurangan warna merah pada presipitat yang terbentuk setelah pelindian HNO<sub>3</sub>, pengurangan warna merah berarti pengurangan besi dari presipitat. Berdasarkan hasil percobaan ini didapatkan bahwa HNO<sub>3</sub> dapat mengurangi besi dalam presipitat namun belum secara maksimal karena besi akan kembali mengendap, oleh dari itu mekanisme pengurangan besi menggunakan *agitation leaching* sepertinya kurang tepat, namun lebih baik dengan *washing* HNO<sub>3</sub> sehingga dapat mengurangi besi yang teroksidasi kembali.



**Gambar 35.** Persen Ekstraksi Ti pada Pelindian Presipitat dengan HNO<sub>3</sub>

**Tabel 5** Selektivitas Ti pada Pelindian HNO<sub>3</sub>

Konsentrasi	Selektivitas Ti
2M	0,96
8M	0,97
15M	0,98

### **KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil percobaan dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Distilasi larutan hasil pelindian konsentrat pasir besi (rasio Fe/Ti 10/1) dalam larutan HCl 8M dalam rentang suhu operasi 225-450°C mengendapkan baik Fe maupun Ti dalam bentuk hematit dan rutil.
2. Persen presipitasi Fe tertinggi diperoleh pada distilasi larutan hasil pelindian dengan penambahan metanol dalam larutan pelindi sebesar 78% pada suhu 335°C.
3. Titanium lebih mudah terpresipitasi dibandingkan dengan besi. Untuk semua jenis pelarut dalam rentang suhu 225-450°C, presipitasi Ti dalam bentuk TiO<sub>2</sub> mencapai >95%.
4. Persentase regenerasi asam tertinggi diperoleh pada distilasi larutan yang ditambahkan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebesar 77,3% pada suhu 335°C, diikuti distilasi larutan dengan pelarut HCl dalam air sebesar 72,9% pada suhu 450°C dan distilasi larutan dengan penambahan metanol sebagai pelarut sebesar 71,3% pada suhu 225°C.
5. Laju regenerasi asam linier terhadap waktu dengan laju regenerasi tertinggi diperoleh dari larutan hasil pelindian dengan penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>
6. Distilasi dari larutan hasil pelindian HCl dengan pelarut air yang dioksidasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> menghasilkan presipitat dengan ukuran terkecil yaitu 537,5 nm.
7. Pelarutan kembali presipitat dalam larutan HNO<sub>3</sub> 8M selama 2 jam menghasilkan persentase pemisahan Fe dari Ti sebesar 84,6% dengan Ti yang ikut terlarut hanya 2,4%.

### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] A. Fathia, "Pelindian Titanium dari Pasir Besi Bengkulu dalam Larutan Asam Klorida dan Analisis Kinetikanya," 2015.
- [2] Informasi dari <http://web.archive.org/web/20101203205130/http://www.epa.gov/apti/bces/module3/category/category.htm>., diakses 20 Agustus 2016
- [3] S. Kim, "Homogeneous precipitation of TiO<sub>2</sub> ultrafine powders from aqueous TiOCl<sub>2</sub> solution," *Journal of the American Ceramic Society* 82.4, pp. 927-932, 1999.
- [4] S. J. Hock, "Precipitation of hematite and recovery of hydrochloric acid from aqueous iron (II, III) chloride solutions by hydrothermal processing," *Diss. McGill University*, 2009.

## Sintesis Baja Feritik ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) 20% Kromium Secara Pemaduan Mekanik Dengan *High Energy Ball Milling*: Studi Awal

Abu Khalid Rivai<sup>1,a</sup>, Bambang Sugeng<sup>1</sup>, Deswita<sup>1</sup>, Rohmad Salam<sup>1</sup>, Agus Sudjatno<sup>1</sup>,  
Sumaryo<sup>1</sup>, Fauziah Ammini<sup>2</sup>, Dian Fitriyani<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN - Badan Tenaga Nuklir Nasional  
Kawasan PUSPIPTEK Gedung 43, Tangerang Selatan, Banten 15314

<sup>2</sup>Jurusan Fisika, Universitas Andalas, Limau Manis, Padang, Sumatera Barat 25163

<sup>a</sup> rivai.abukhalid@batan.go.id

### Abstrak

Baja ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) merupakan baja yang diperkuat dengan menyebarkan partikel oksida (keramik) ukuran nano-meter secara merata pada matriks baja. Telah dilakukan sintesis baja feritik ODS dengan menyebarkan partikel nano oksida itrium ( $Y_2O_3$ ) sebagai partikel dispersi pada matriks baja, dan dengan kandungan kromium tinggi yaitu sejumlah 20%. Sintesis baja ODS ini dilakukan secara mekanik (*mechanosynthesis*) dengan teknik pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) menggunakan HEM (*High Energy ball Milling*) dengan kecepatan 1.000 rpm selama 10 jam. Selanjutnya serbuk hasil milling tersebut secara berturut-turut dikompaksi, di-degassing, dan disinter. Proses sintering dilakukan menggunakan furnace dengan temperatur 1300°C selama 180 menit. Kemudian sampel hasil sintesis ini diuji karakteristik kekerasannya menggunakan *Vickers Hardness Tester*, dan ketahanan oksidasi temperatur tingginya menggunakan MSB (*Magnetic Suspension Balance*). Hasil karakterisasi struktur mikro menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS)*, dan *X-ray Diffraction (XRD)* menunjukkan bahwa sebagian besar matriks telah terbentuk menjadi paduan. Hasil pengujian kekerasan menunjukkan bahwa kekerasan sampel hasil sintesis ini adalah 280 HV<sub>300</sub>. Hasil pengujian oksidasi menunjukkan bahwa sampel hasil sintesis ini memiliki ketahanan oksidasi yang cukup baik pada temperatur tinggi.

**Kata kunci:** baja, feritik, ODS, nano, itria, pemaduan mekanik

### Abstract

ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) steel is strengthened by disperse homogeneously of oxide particles (ceramic) in nano-meter sized in the matrix of the steel. Synthesis of a ferritic ODS steel by dispersion of nano-particles of yttrium oxide ( $Y_2O_3$ ) as the dispersion particles, and containing high-chromium i.e. 20% has been done. Synthesis of the ODS steels was done mechanically (*mechanosynthesis*) by mechanical alloying technique using HEM (*High Energy ball Milling*) with the speed of 1,000 rpm for 10 hours. Then, the mixed powders was compacted, degassed, and sintered. The sintering process was done using a furnace at a temperature of 1300°C for 3 hours. Afterward, the samples were tested for the hardness characteristic using *Vickers Hardness Tester*, and for high-temperature oxidation resistant characteristic using MSB (*Magnetic Suspension Balance*). The results of the microstructures analyses using *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS)*, and *X-ray Diffraction (XRD)* showed that most of the matrix has been formed into alloys. Hardness test results showed that the sample hardness values was 280 HV<sub>300</sub>. High-temperature oxidation test results showed that the samples have relatively good oxidation resistant characteristic at high temperature.

**Keywords:** steel, ferritic, ODS, nano, yttria, mechanical alloying

## PENDAHULUAN

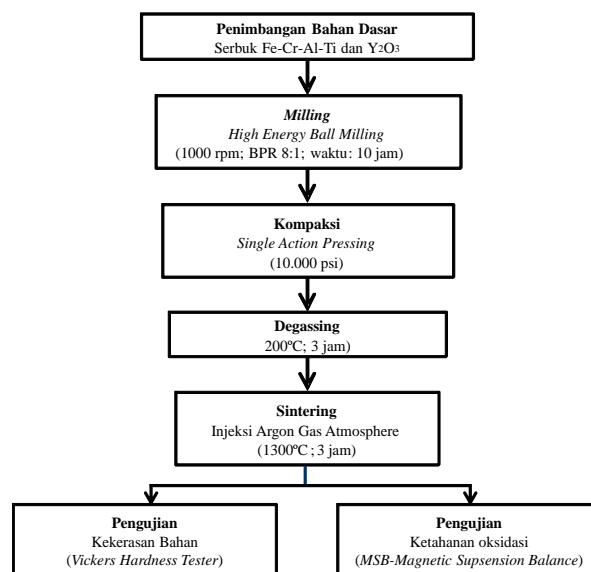
Baja merupakan bahan yang sangat penting bagi hampir segala aspek kehidupan umat manusia. Oleh sebab itu industri baja merupakan hal yang sangat strategis bagi sebuah bangsa termasuk Indonesia. Sesuai dengan perkembangan zaman, kebutuhan akan baja yang memiliki ketahanan pada kondisi temperatur tinggi terus meningkat. Baja ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) merupakan salah satu baja yang dapat memenuhi kebutuhan tersebut.<sup>[1-6]</sup> Baja ODS yang pengembangan teknologinya relatif baru ini merupakan salah satu kandidat material kelongsong bahan bakar dan struktur reaktor nuklir fisi maju (*Generation IV reactors*), dan struktur reaktor nuklir fusi karena sistem tersebut beroperasi pada temperatur tinggi (>600°C) serta paparan iradiasi yang juga tinggi (>200 dpa).<sup>[1-6]</sup> Baja ODS ini dikembangkan dengan teknik sebaran partikel-partikel oksida berukuran nano-meter secara merata pada kisi-kisi bahan yang dilakukan menggunakan teknologi metalurgi serbuk (*powder metallurgy*) dengan teknik pemaduan mekanik (*mechanical alloying*).<sup>[1-8]</sup> Namun, beberapa peneliti juga mengembangkan dengan teknik yang lain.<sup>[9-10]</sup> Pada teknik pemaduan mekanik ini terjadi penggabungan (*welding*), penghancuran (*breaking/fracturing*), penggabungan kembali (*re-welding*) yang terjadi berulang-ulang dan berkesinambungan dalam pengadukan energi tinggi (*high energy milling*).

Teknik pemaduan mekanik ini awalnya dikembangkan oleh John Benjamin dan rekan-rekannya di Paul D. Merica Penelitian Laboratorium Perusahaan International Nickel (INCO) sekitar 1966 sebagai metode untuk memproduksi dispersi oksida yang memperkuat paduan nikel (*ODS nickel-alloy*).<sup>[6]</sup> Nano-partikel oksida yang menyebar secara merata dan sangat stabil berfungsi sebagai penjepit (*pinning*) untuk menahan gerak dislokasi pada struktur material yang meningkatkan properti elastisitas bahan. Nano-partikel oksida yang digunakan secara umum di dunia adalah partikel oksida itrium ( $Y_2O_3$ ) dan/atau oksida titanium ( $TiO_2$ ). Penguasaan teknologi pembuatan baja ODS memiliki nilai yang sangat strategis karena keunggulan-keunggulan serta manfaatnya. Pada perkembangan terakhir, di Amerika Serikat dan Inggris dikembangkan baja ODS untuk pengembangan instalasi pembangkit energi tenaga fosil dan instalasi industri kimia yang lebih maju yang dapat dioperasikan pada temperatur tinggi.

Dalam studi awal ini dilakukan sintesis baja feritik dengan kandungan kromium 20% menggunakan metode pemaduan mekanik menggunakan HEM (*High Energy ball Milling*). Hal yang menjadi kebaruan dalam penelitian ini adalah penggunaan HEM dengan kecepatan tinggi yaitu 1.000 rpm yang diharapkan dapat mempercepat proses pemaduan dalam waktu singkat. Selain itu, dalam studi ini dilakukan pengujian ketahanan oksidasi pada temperatur tinggi secara *in situ* menggunakan alat yang masih langka di Indonesia yaitu MSB (*Magnetic Suspension Balance*).

## METODE

Sintesis baja feritik ODS dengan kandungan 20% kromium ini dilakukan dengan pemaduan mekanik yang kemudian dilakukan pengujian baik kekerasan bahan maupun ketahanan oksidasi temperatur tinggi. Skematik prosedur percobaan ini ditunjukkan pada **Gambar 1**.

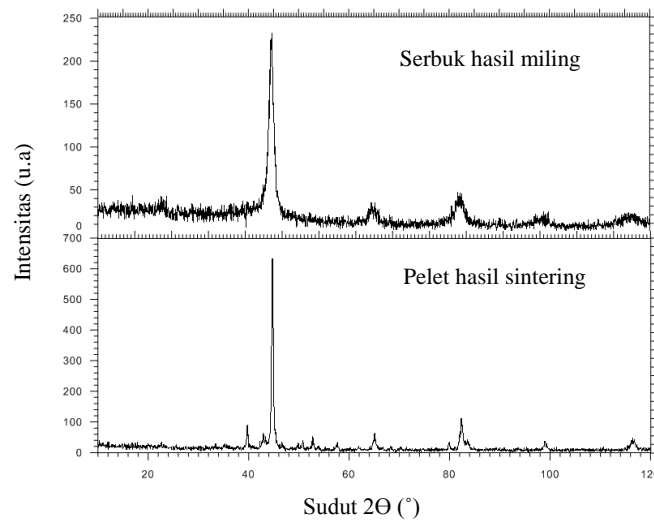


**Gambar 1. Skematik prosedur percobaan**

Serbuk bahan dasar ditimbang dengan perbandingan komposisi berat berturut-turut Fe : Cr : Al : Ti : Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu 73,5 : 20 : 5,5 : 0,5 : 0,5. Serbuk tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *vial* bersama bola-bola baja dengan BPR (*Ball to Powder mass Ratio*) sebesar 8:1. Setelah itu dimasukkan cairan toluena dengan tujuan untuk meminimalisasi oksidasi yang mungkin terjadi. Proses milling dilakukan selama 10 jam. Sampel kemudian dikompaksi yang selanjutnya di-*degassing* dengan temperatur 200°C dengan tekanan sebesar  $4 \times 10^{-1}$  torr selama 180 menit. Selanjutnya sintering dilakukan menggunakan *furnace* dengan temperatur 1300°C selama 180 menit dengan injeksi argon secara berkesinambungan. Sampel hasil sintesis baik serbuk maupun pelet dianalisis struktur mikronya menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDS), dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Selanjutnya, sampel pelet ini diuji karakteristik kekerasannya menggunakan *Vickers Hardness Tester*, dan ketahanan oksidasi temperatur tingginya menggunakan MSB (*Magnetic Suspension Balance*).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi XRD serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering ditunjukkan pada **Gambar 2**. Karakterisasi XRD ini bertujuan untuk mengidentifikasi fasa apa saja yang terbentuk dalam proses sintesis baik setelah milling maupun sintering. Hasil analisis XRD menunjukkan adanya pembesaran ukuran kristal yang ditunjukkan dari penyempitan ukuran spektrum dari hasil milling ke hasil sintering. Hal ini dapat dipahami karena terjadi proses difusi diantara butiran-butiran pada saat sintering akibat pengaruh energi panas.



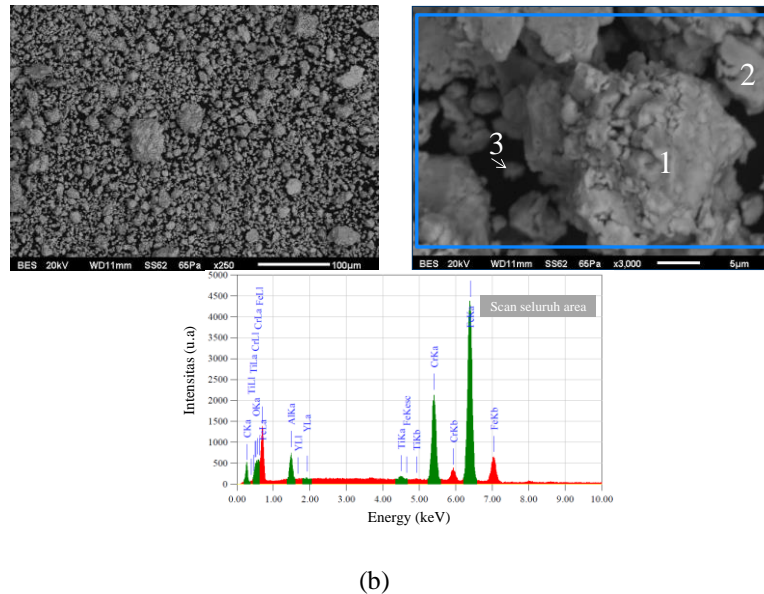
**Gambar 2. Pola difraksi XRD serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering**

**Tabel 1. Analisis Data Puncak XRD serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering**

Serbuk			Pelet		
Puncak XRD	JCPDF	Fasa	Puncak XRD	JCPDF	Fasa
44,7	44,52	FeCr	39,87	39,87	FeCr
65,29	65,01	Fe	44,7	44,52	FeCr
82,3	82,06	FeCr	57,45	57,17	FeCr
98,5	98,57	FeCr	65,55	65,61	Fe
115,05	115,9	FeCr	82,35	82,06	FeCr
			98,95	98,57	FeCr
			116,56	116,37	Fe

Analisis lebih detail dari pola difraksi ini ditunjukkan pada **Tabel 1**. Dapat terlihat bahwa pada serbuk hasil milling secara umum teridentifikasi fasa FeCr. Namun, hasil analisis XRD juga menunjukkan adanya fasa Fe yang berdiri sendiri dengan puncak rendah di sudut 65°. Hal menunjukkan bahwa selama proses milling belum sepenuhnya terjadi pepaduan. Hal ini tentunya dapat ditingkatkan dengan menambah waktu milling. Berkelanjutan dari hasil milling, pelet hasil sintering menunjukkan bahwa secara umum baja ODS didominasi oleh fasa FeCr walaupun seperti halnya pada serbuk masih teridentifikasi puncak rendah dari fasa Fe.

Morfologi mikro dan analisis unsur serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering dikarakterisasi menggunakan SEM JEOL SM-6510LA seperti ditunjukkan pada **Gambar 3** dan **4** serta **Tabel 2** dan **3**. Secara umum, serbuk hasil milling menunjukkan ukuran bahwa serbuk didominasi oleh nano-meter dan sebagian kecil berukuran beberapa puluh mikro-meter, yang terbagi menjadi bongkahan besar (1), sedang (2) dan kecil (3) seperti ditunjukkan pada **Gambar 3 (a)** dan **(b)**. Hal ini terjadi karena pada proses pemaduan mekanik melibatkan perulangan *welding, fracturing*, serta *re-welding*. [6]



**Gambar 3. Analisis SEM-EDS serbuk hasil milling (a) Fotomikro SEM dengan perbesaran 250 kali (b) Fotomikro SEM dengan perbesaran 3.000 kali (c) Pola spektrum EDS untuk seluruh area**

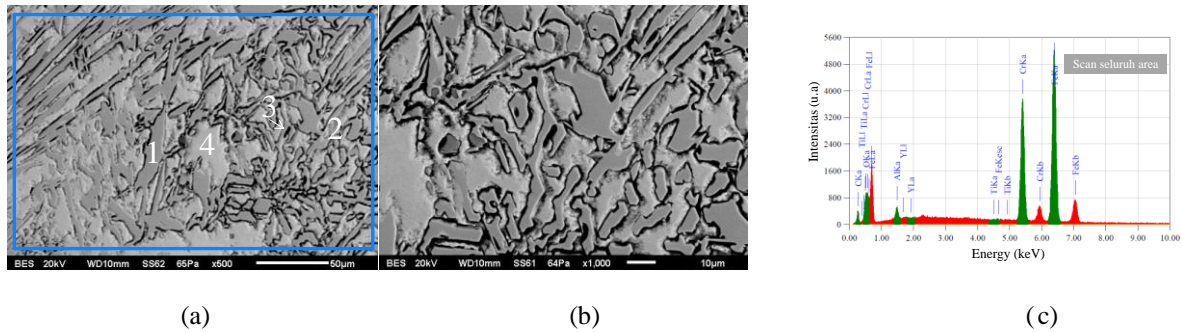
**Tabel 2. Analisis Data EDS serbuk hasil milling**

Elemen	Komposisi awal (mass%)	Area Keseluruhan (mass %)	Posisi 1 (mass %)	Posisi 2 (mass %)	Posisi 3 (mass %)
Fe	73,5	66,9	66,5	67,5	68,9
Cr	20	18,8	18	16,9	19
Al	5,5	3,29	4,95	4,90	2,1
Ti	0,5	0,54	0,57	0,47	0,52
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5	0,36	0,63	0,66	0,19
O	0	1,86	2,37	2,31	1,46
C	0	8,24	7,05	7,16	7,84

Hasil analisis EDS serbuk ditunjukkan pada **Gambar 3 (c)** untuk keseluruhan area dan **Tabel 2** untuk analisis detail setiap elemen pada setiap posisi. Hasil analisis menunjukkan bahwa secara umum tidak ada perubahan yang signifikan dari masing-masing elemen pada setiap posisi walaupun terdapat presentasi unsur oksigen (O) berlebih dan karbon (C) yang diduga terjadi saat proses milling maupun sintering. Lebih lanjut lagi, pada partikel berukuran paling kecil yang mendominasi serbuk hasil milling presentasi kromium mendekati 20% yang menunjukkan bahwa sebaran pada serbuk hasil milling secara umum mendekati homogen secara merata.

**Gambar 4 (a)** dan **(b)** menunjukkan analisis SEM untuk pelet hasil sintering. Secara umum, pelet hasil sintering menunjukkan beberapa morfologi yang kemudian dianalisis menggunakan EDS seperti ditunjukkan pada **Gambar 4 (c)** untuk keseluruhan area dan **Tabel 3** untuk analisis detail setiap elemen pada setiap posisi. Hasil analisis menunjukkan bahwa pada pelet hasil sintering ada bagian butiran yang didominasi oleh paduan FeCr mendekati komposisi awal (posisi 2 dan 4) maupun paduan FeCr dengan Cr yang tinggi di atas komposisi awal (posisi 1 dan 2). Hal ini menunjukkan selama proses pemaduan mekanik maupun sintering ada sebagian besi dan kromium berpadu secara merata namun ada sebagian kromium yang mengisi lebih banyak pada paduan. Diprediksikan bahwa telah terjadi proses pengisian sebagian atom kromium pada atom besi yang disebut mekanisme *solid*

*solution* yang terjadi ketika proses milling. Peningkatan kandungan paduan dapat ditingkatkan dengan menambah waktu milling maupun meningkatkan nilai BPR.



**Gambar 4. Analisis SEM-EDS pelet hasil sintering (a) Fotomikro SEM dengan perbesaran 500 kali (b) Fotomikro SEM dengan perbesaran 1.000 kali (c) Pola spektrum EDS untuk seluruh area**

**Tabel 3. Analisis Data EDS pelet hasil sintering**

Elemen	Komposisi awal (mass%)	Area Keseluruhan (mass %)	Posisi 1 (mass %)	Posisi 2 (mass %)	Posisi 3 (mass %)	Posisi 4 (mass %)
Fe	73,5	63,7	46,5	72,2	43,1	79,01
Cr	20	27,1	45,7	16,9	34,1	17,63
Al	5,5	1,58	0,60	2,96	10,4	0,58
Ti	0,5	0,10	0,06	0,03	0,01	0,06
Y	0,5	0,05	0,07	0,26	0	0,19
O	0	2,18	0,22	4,06	8,51	0,52
C	0	5,35	6,87	3,53	3,93	2,21

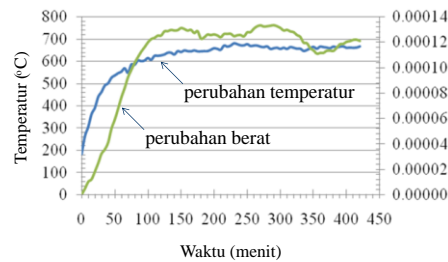
Pengujian nilai kekerasan bahan dilakukan untuk mengetahui properti mekanik dengan menggunakan *Vickers Hardness Tester*. Pelet hasil sintering diukur kekerasannya menggunakan *Micro-Vickers Hardness HV-1000* dengan beban sebesar 300 gf. Pengujian dilakukan di 5 titik yang berbeda seperti ditunjukkan pada **Tabel 4**.

**Tabel 4. Nilai kekerasan sampel hasil milling**

Pengujian	Nilai Kekerasan (VHN)
1	278
2	244
3	331
4	260
5	287
Rata-rata	280

Hasil analisis menunjukkan nilai rata-rata kekerasan bahan adalah 280 HV<sub>300</sub> yang berada di atas nilai kekerasan baja konvensional. Nilai tersebut hampir sama mendekati nilai kekerasan baja ODS komersial dengan komposisi yang hampir sama yaitu ODS PM2000 sebesar 290 HV<sub>10</sub>.<sup>[11]</sup>

Pengujian ketahanan oksidasi temperatur tinggi dilakukan dengan menggunakan *Magnetic Suspension Balance (MSB)* merk Rubotherm Präzisionsmesstechnik GmbH. Hasil pengujian ditunjukkan pada **Gambar 5**. Grafik hasil pengujian menunjukkan bahwa pengujian dilakukan pada temperatur ruang sampai dengan temperatur diantara 600-700°C. Hasil pengujian menunjukkan bahwa pada 100 menit pertama terjadi perubahan berat per-satuan luas yang meningkat, namun setelah itu cenderung stabil.



**Gambar 4. Profil perubahan berat (*weight gain*) pelet hasil sintering terhadap temperatur menggunakan MSB (*Magnetic Suspension Balance*)**

Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi pembentukan oksida logam pada seratus menit pertama yang setelah itu oksida logam tersebut menjadi lapisan pelindung untuk pembentukan oksida lebih lanjut. Hasil ini menunjukkan bahwa sampel hasil sintesis ini memiliki ketahanan oksidasi yang relatif baik pada temperatur tinggi.

## KESIMPULAN

Telah berhasil dilakukan sintesis baja feritik ODS dengan kandungan kromium tinggi yaitu sejumlah 20% secara mekanik (*mechanosynthesis*) dengan teknik pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) menggunakan HEM (*High Energy ball Milling*). Hasil analisis menunjukkan bahwa sebagian besar matriks telah terbentuk menjadi paduan dengan nilai kekerasan bahan di atas rata-rata baja konvensional serta hampir sama dengan baja ODS komersil. Lebih lanjut lagi, sampel hasil sintesis ini memiliki ketahanan oksidasi yang cukup baik pada temperatur tinggi. Sebagai perbaikan ke depannya perlu ditingkatkan waktu milling bahan agar diperoleh paduan yang lebih baik.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju PSTBM-BATAN Bapak Drs. Gunawan, M.Sc. atas dukungan dan arahnya. Penelitian ini didanai dengan anggaran DIPA PSTBM-BATAN.

## REFERENSI

- [1]. A. Hirata, T. Fujita, Y. R. Wen, et al., Atomic structure of nanoclusters in oxide-dispersion-strengthened steels *Nature Materials* 10 (2011) 922-926.
- [2]. Z. Oksiutaa, M. Lewandowska, P. Unifantowicz, et al., Influence of  $Y_2O_3$  and Fe2Y additions on the formation of nano-scale oxide particles and the mechanical properties of an ODS RAF steel, *Fusion Engineering and Design*, 86 (2011) 2417-2420.
- [3]. P. Unifantowicz, Z. Oksiuta, P. Olier, et al., Microstructure and mechanical properties of an ODS RAF steel fabricated by hot extrusion or hot isostatic pressing, *Fusion Engineering and Design* 86 (2011) 2413-2416.
- [4]. A.K. Rivai, Devi Anggarini, Arbi Dimiyati, et al., Preliminary Study of Synthesis of  $TiO_2$ -Dispersed Steel by Mechanical Alloying, *Proceeding of the 3rd International Conference on Physics 2012*, ISBN: 979-95620-2-3, (2012) 235-238.
- [5]. A.K. Rivai, Devi Anggarini, Pius Sebleku, et al., Sintesa Dan Karakteristik Baja ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) dengan Kandungan Krom Tinggi, *Prosiding of Seminar Nasional Material dan Metalurgi 2012 - LIPI*, ISSN: 2085 -0492, (2012) 385-392.
- [6]. C. Suryanarayana, *Mechanical alloying and milling*, *Progress in Materials Science* 46 (2001) 1-184.
- [7]. S. Ohtsuka, T. Kaito, S. Ukai, et al., High temperature reaction tests between high-Cr ODS ferritic steels and U-Zr metallic fuel, *Journal of Nuclear Materials* 441 (2013) 286-292.
- [8]. F. Yang<sup>1</sup>, Z. Guo, L. Guo, et al., Effects of  $Y_2O_3$ , Ti and Forming Processes on ODS-Iron Based Alloy, *Journal of Nanomedicine and Nanotechnology* 4:1 (2013) 1-3.
- [9]. Q.X. Sun, T. Zhang, X.P. Wang, et al., Microstructure and mechanical properties of oxide dispersion strengthened ferritic steel prepared by a novel route, *Journal of Nuclear Materials*, 424 (2012) 279-284.
- [10]. S. Pasebania, A. K. Dutt, J. Burns, et al., Oxide Dispersion Strengthened Nickel Based Alloys via Spark Plasma Sintering, *Materials Science and Engineering. A* 630 (2015) 155-169.
- [11]. ODS PM 2000 data sheet ([http://www.matweb.com/search/datasheet\\_print.aspx?matguid=3601ea51c9214945a63e9330afb457d3&n=1](http://www.matweb.com/search/datasheet_print.aspx?matguid=3601ea51c9214945a63e9330afb457d3&n=1))



## Pengaruh variasi laju kenaikan temperatur dan ukuran butiran konsentrat terhadap reduksi briket komposit konsentrat pasir besi menggunakan reduktor batubara dengan metode isothermal-gradien temperatur

Edward Armanda Wardaya<sup>1,a</sup>, Zulfiadi Zulhan<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>edward.wardaya@gmail.com

### Abstrak

*Konsentrat pasir besi asal Sukabumi direduksi melalui mekanisme direct reduction dengan menggunakan reduktor batubara. Proses reduksi dilakukan dengan metode isothermal-gradien temperatur pada rentang temperatur 1000 - 1380°C. Hasil reduksi dikarakterisasi melalui analisis kimia titrasi dan SEM-EDX. Hal-hal yang dipelajari adalah pengaruh ukuran butiran konsentrat pasir besi dan variasi laju kenaikan temperatur terhadap persen metalisasi dan perolehan besi. Hasil analisis menunjukkan bahwa variasi laju kenaikan temperatur tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap persen metalisasi, tetapi berkorelasi negatif terhadap perolehan besi. Persen perolehan besi tertinggi diperoleh pada laju 6,67°C/menit yaitu sebesar 66,85%, sedangkan persen perolehan besi terendah yaitu 41,50% diperoleh pada laju 10°C/menit. Fraksi ukuran -170+325# menghasilkan persen metalisasi dan persen perolehan besi tertinggi yaitu sebesar 97,64% dan 66,85%. Hasil EDX menunjukkan adanya pemisahan besi dan titanium. Kadar besi tertinggi dalam nugget yaitu 85,56%, sedangkan titanium dominan pada slag dengan kadar mencapai 34,93%.*

**Kata kunci :** Konsentrat Pasir Besi, Isothermal-Gradien Temperatur, Ukuran Butiran, Laju Kenaikan Temperatur

### PENDAHULUAN

Kandungan utama dari konsentrat pasir besi adalah senyawa titanomagnetit ( $3(\text{Fe}_3\text{O}_4)\cdot\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ) yang merupakan solid-solution dari magnetit dan ilvospinel. Kandungan besi mencapai 58-60 wt%, sehingga konsentrat pasir besi menjadi salah satu bahan baku alternatif untuk produksi besi baja selain bijih besi primer dan bijih besi laterit. Menurut Laporan Pemutakhiran Data dan Neraca Sumber Daya Mineral tahun 2015 [1], Indonesia memiliki total cadangan pasir besi sebesar 809 juta ton dan sumber daya pasir besi mencapai 4,46 milyar ton. Kekayaan ini harus dapat dimanfaatkan secara optimal untuk memenuhi kebutuhan besi baja dalam negeri yang saat ini masih didominasi oleh baja impor [2] namun kandungan  $\text{TiO}_2$  yang tinggi (6-8%) menjadi masalah utama bagi proses smelting.  $\text{TiO}_2$  memiliki titik leleh tinggi yang menyebabkan temperatur proses menjadi tinggi pula.

Dalam beberapa tahun terakhir, banyak peneliti berusaha untuk meningkatkan utilisasi pasir besi. Konsentrat pasir besi mulai tereduksi menjadi logam besi pada suhu 1000°C [3]. Hal ini mendasari Suryani [4] untuk mengembangkan metode isothermal-gradien temperatur yang merupakan hasil modifikasi metode gradien temperatur oleh Sasabe [5] untuk memisahkan besi dan titanium dari pelet konsentrat pasir besi. Proses reduksi berlangsung dari suhu 1000°C hingga 1380°C. Metode ini juga diaplikasikan untuk pelet komposit yang memunculkan nugget besi hasil mekanisme reduksi non-topochemical [6]. Parameter waktu juga sangat mempengaruhi hasil reduksi. Semakin lama waktu reduksi, semakin tinggi persen metalisasi besi yang didapat [7].

Walaupun penelitian reduksi konsentrat pasir besi sudah banyak dilakukan, informasi mengenai pengaruh ukuran butiran konsentrat dan variasi laju kenaikan temperatur masih sedikit yang dipublikasikan. Tujuan penelitian ini adalah menginvestigasi hasil reduksi konsentrat pasir besi berdasarkan variabel-variabel tersebut. Hasil reduksi dikarakterisasi melalui analisis titrasi dan SEM-EDX. Parameter reduksi yang digunakan adalah persen metalisasi dan perolehan besi.

## PERCOBAAN

Konsentrat pasir besi berasal dari Sukabumi, Jawa Barat. Konsentrat diayak menggunakan ukuran ayakan 80#, 170#, 200#, dan 325#. Distribusi ukuran konsentrat ditunjukkan oleh Tabel 1. Fraksi ukuran yang digunakan sebagai variasi pada penelitian ini, yaitu +170#, -170+325#, dan -325#. Komposisi kimia konsentrat ditunjukkan oleh Tabel 2 dan Gambar 1. Hasil XRD menunjukkan senyawa dominan di pasir besi adalah titanomagnetit ( $3\text{Fe}_3\text{O}_4 \cdot \text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ). Selain itu, hasil karakterisasi batubara ditunjukkan oleh Tabel 3.

**Tabel 1 Distribusi ukuran konsentrat pasir besi**

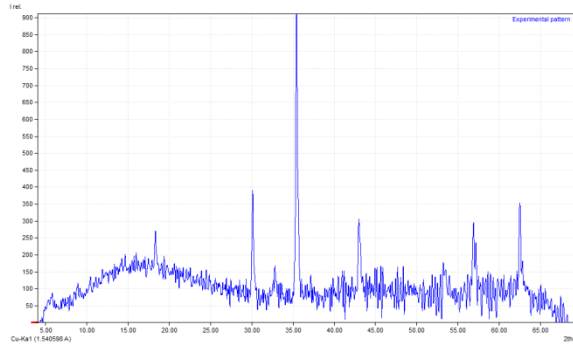
Fraksi	Persentase (%)	Persentase kumulatif (%)
+80#	1,61	1,61
-80 +170#	39,41	41,02
-170# +200#	7,80	48,83
-200# +325#	2,47	51,30
-325#	48,69	100

**Tabel 2 Komposisi kimia konsentrat pasir besi (%)**

Si	Al	Fe	Ti	K
0,95	1,62	56,06	6,76	0,0044
Mn	Mg	P	Zn	Ca
0,41	1,13	0,03	0,05	0,13

**Tabel 3 Uji proksimat batubara (%adb)**

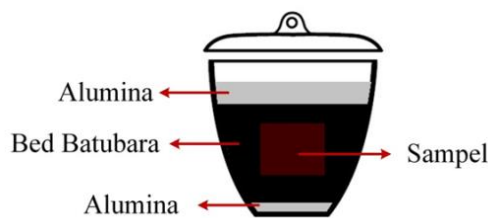
<i>Moisture</i>	<i>VM</i>	<i>Abu</i>	<i>Fixed Carbon</i>
4,72%	42.04%	10,12%	43,12%



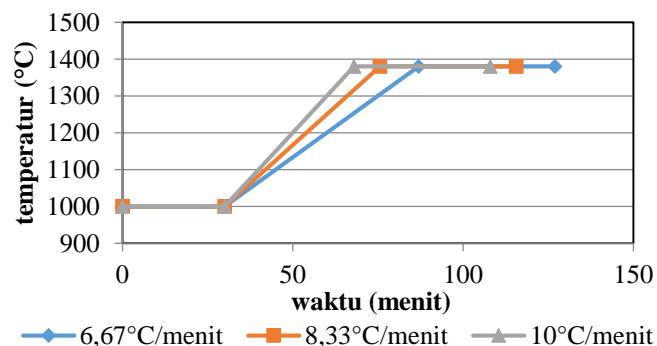
Gambar 1 Hasil analisis XRD konzentrat pasir besi

Briket komposit berbentuk silinder yang merupakan campuran konzentrat pasir dan batubara dengan komposisi 20% batubara (basis bijih). Empat gram campuran konzentrat dan batubara dimasukkan ke cetakan workshop press yang berdiameter 10 mm lalu ditekan dengan beban 5 ton selama  $\pm 2$  menit. Briket yang dihasilkan memiliki ketinggian rata-rata 9,195 mm.

Proses reduksi dilakukan di muffle furnace. Briket hasil preparasi ditimbang dengan neraca analitik dan diukur dimensi awalnya dengan jangka sorong atau vernier caliper. Kemudian briket dimasukkan ke dalam krusibel 20 mL sesuai susunan bahan pada Gambar 2. Proses reduksi meliputi 3 periode. Pertama, proses isothermal pada suhu 1000°C selama 30 menit. Kedua, suhu dinaikkan hingga 1380°C dengan laju kenaikan temperatur yang bervariasi antara 6,67°C/menit, 8,33°C/menit, dan 10°C/menit. Periode ketiga yaitu proses isothermal pada suhu akhir selama 40 menit sebelum sampel dikeluarkan dari tanur. Profil parameter temperatur terhadap waktu ditunjukkan pada Gambar 3. Hasil reduksi dianalisis dengan titrasi untuk menentukan persen metalisasi dan persen perolehan besi. Pemisahan besi dan titanium dikarakterisasi melalui analisis SEM-EDX.



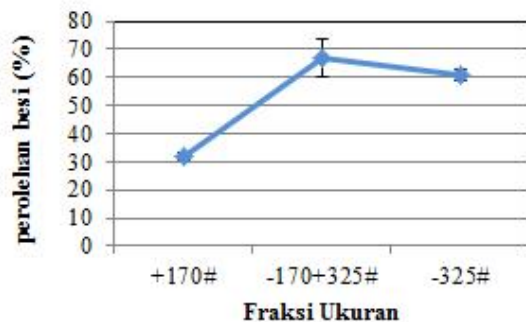
Gambar 2 Susunan bahan di dalam krusibel



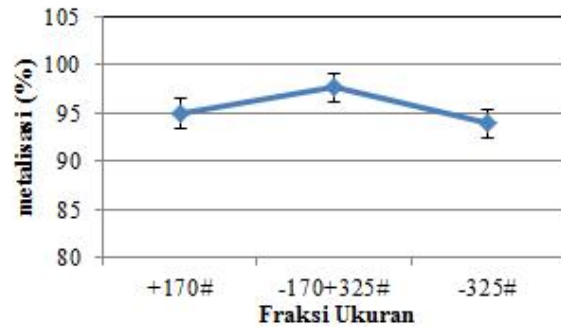
Gambar 3 Profil parameter temperatur dan waktu dari proses reduksi

## HASIL DAN PEMBAHASAN

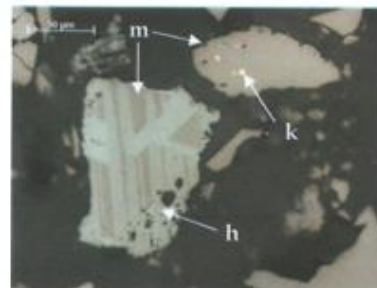
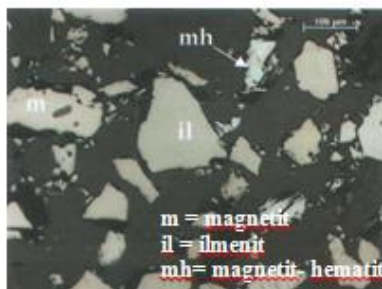
Pengaruh ukuran butiran terhadap perolehan besi ditunjukkan oleh Gambar 4. Semakin kecil ukuran butiran konsentrat, nilai persen perolehan besi tidak terus meningkat. Faktanya, persen perolehan besi tertinggi diperoleh fraksi -170+325# sebesar 66,85%, sedangkan fraksi -325# hanya menghasilkan persen perolehan besi sebesar 60,71%. Kecenderungan yang sama juga diperlihatkan oleh data persen metalisasi (Gambar 5). Fraksi -170+325# memberikan persen metalisasi tertinggi sebesar 97,642%. Penyebabnya adalah permeabilitas pada hasil kompaksi yang semakin buruk bila ukuran partikel semakin kecil. Permeabilitas adalah kemampuan suatu pori untuk mengalirkan suatu fluida. Bila lelehan besi logam tidak bermigrasi dan berakumulasi dengan baik, besi logam akan menginterupsi atau menghambat kontak antara karbon dan konsentrat [ ] selanjutnya.



Gambar 4 Hubungan %perolehan besi dengan fraksi ukuran konsentrat pasir besi



Gambar 5 Hubungan %metalisasi dengan fraksi ukuran konsentrat pasir besi



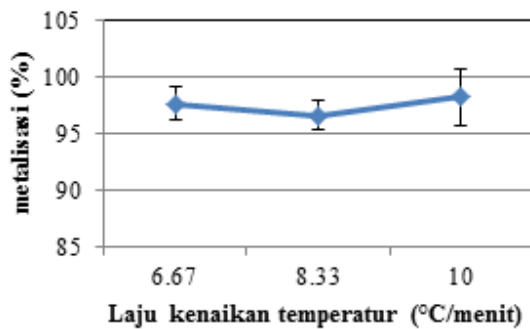
Gambar 6 Fotomikrograf sayatan poles konsentrat pasir besi asal Sukabumi

Berdasarkan uji mineragrafi, konsentrat pasir besi memiliki tekstur lamellar sebagai butiran tunggal (Gambar 6). Menurut klasifikasi geometri bijih oleh Amstutz [ ], bijih bertekstur lamellar memiliki kemampuan terliberasi yang baik. Mineral berharga mudah dipisahkan dari mineral pengotornya melalui pemisahan mekanik, contohnya peningkatan konsentrasi besi di pasir besi melalui kominusi dan magnetic separator. Craig et al [ ] juga mengemukakan bahwa semakin kecil fraksi ukuran bijih, semakin baik derajat liberasi dari senyawa magnetit. Hal ini menjadi sebuah peluang untuk melakukan proses ekstraksi konsentrat pasir besi pada fraksi ukuran halus. Akan tetapi, proses pemurnian sebaiknya tetap mempertimbangkan permeabilitas briket konsentrat butiran halus yang semakin buruk. Salah satu antisipasi yang dapat dilakukan adalah proses reduksi konsentrat tanpa aglomerasi terlebih dahulu.

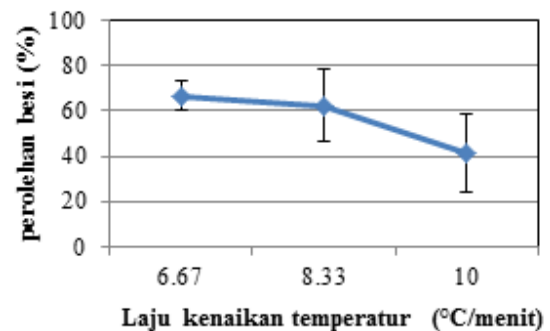
Nilai laju kenaikan temperatur yang bervariasi berpengaruh pada total waktu reduksi. Semakin tinggi nilai laju kenaikan, semakin singkat durasi proses reduksi. Proses reduksi dengan laju 6,67°C/menit memiliki total waktu reduksi 127 menit, sedangkan proses dengan laju 8,33°C/menit dan 10°C/menit memiliki waktu reduksi 116 menit

dan 108 menit. Variasi laju kenaikan tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap hasil reduksi. Gambar 7 menunjukkan tidak ada perbedaan persen metalisasi yang signifikan antara hasil reduksi dengan laju 10°C/menit (108 menit) dan 6,67°C/menit (127 menit), terdapat waktu reduksi optimum di saat persen metalisasi bersifat stabil. Hal ini selaras dengan penelitian Fu'adi[7] tentang kinetika reduksi konsentrat pasir besi. Persen metalisasi sudah stabil pada menit ke-90 hingga menit ke-150.

Tendensi yang berbeda ditunjukkan oleh data persen perolehan besi. Laju kenaikan temperatur berkorelasi negatif terhadap persen perolehan besi (Gambar 8). Semakin cepat laju kenaikan temperatur, semakin turun nilai persen perolehan besi. Hal ini terjadi karena total waktu reduksi semakin berkurang seiring dengan meningkatnya laju kenaikan temperatur. Karbon tidak mempunyai waktu yang cukup untuk mereduksi semua besi oksida.

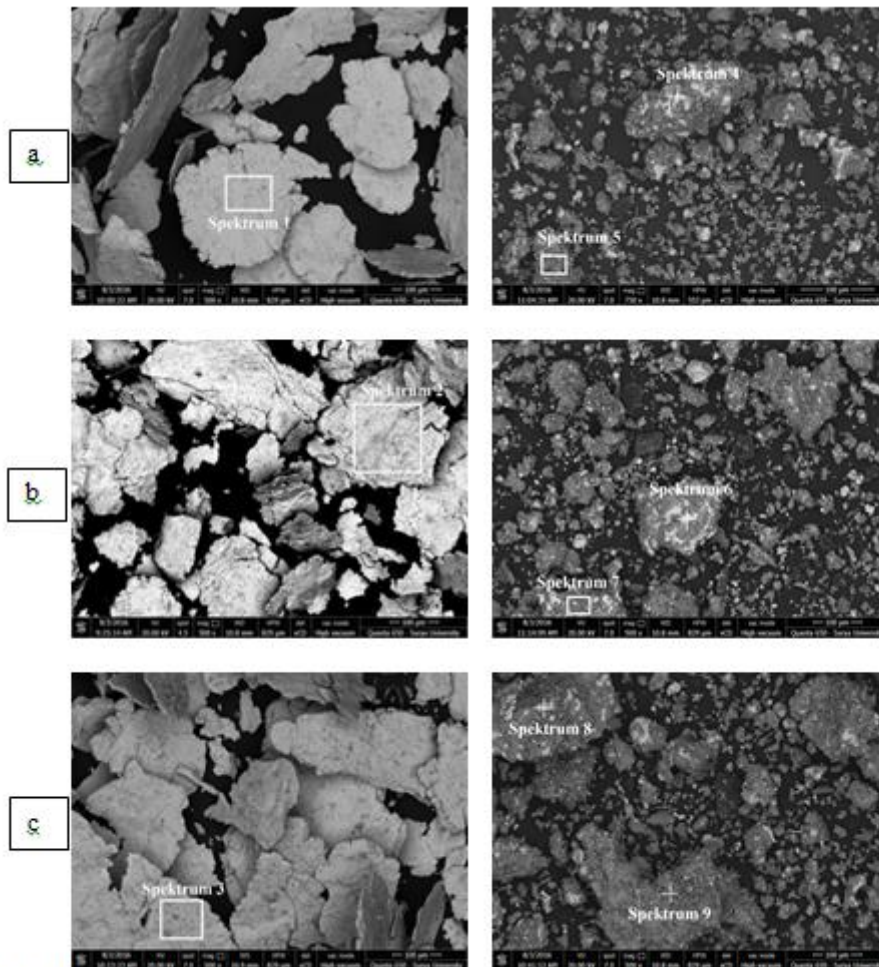


**Gambar 7 Pengaruh variasi laju kenaikan terhadap persen metalisasi**



**Gambar 8 Pengaruh laju kenaikan temperatur terhadap persen perolehan besi**

Nugget besi dan slag hasil reduksi dianalisis melalui SEM-EDX untuk menentukan komposisi unsur selain besi yang dianggap sebagai pengotor. Nugget besi berbentuk pipih karena penggerusan dengan ring mill dilakukan hanya pada 1 sumbu. Pada Gambar 9, daerah terang menunjukkan keberadaan logam seperti besi (Fe). Hasil SEM kemudian dianalisis dengan EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) untuk menentukan komposisi kimia sampel. Hasil analisis EDX ditabulasikan pada Tabel 4. Adapun hasil EDX menunjukkan bahwa semakin cepat laju kenaikan temperatur, semakin tinggi konsentrasi unsur-unsur pengotor di nugget besi. Pada slag, besi logam (warna terang) hasil pengintian masih terperangkap oleh senyawa oksida yang didominasi titanium oksida. Besi logam yang belum terliberasi dengan baik dapat direkoveri melalui proses kominusi dan proses konsentrasi lebih lanjut.



Gambar 9 Foto SEM *Back Scattered Electron* sampel nugget besi (kiri) dan slag (kanan), laju kenaikan temperatur (a) 6,67°C/menit, (b) 8,33°C/menit, dan (c) 10°C/menit

**Tabel 4 Komposisi kimia nugget besi hasil analisis EDX (dalam %)**

Unsur	Spektrum								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
C	7,15	3,50	5,47	10,37	9,87	6,19	10,07	-	1,86
O	5,36	4,22	7,69	19,98	43,41	5,59	34,59	-	28,52
Mg	0,24	0,39	1,18	7,31	4,90	0,34	2,62	0,39	1,79
Al	0,37	0,53	1,25	12,07	7,31	0,32	3,58	0,63	2,15
Si	1,91	0,98	1,25	2,03	2,16	0,67	1,84	0,67	0,71
S	1,90	3,63	3,12	0,11	-	-	0,41	-	-
Ti	0,48	1,16	2,64	7,80	25,28	2,29	34,93	2,07	55,62
V	0,42	0,51	0,75	0,23	-	-	1,41	0,13	3,45
Mn	0,42	1,23	0,57	1,19	-	-	0,63	-	0,30
Fe	81,66	83,84	75,97	38,21	6,22	84,61	9,18	96,08	4,88

## SIMPULAN

Berdasarkan serangkaian percobaan yang telah dilakukan dapat diambil simpulan sebagai berikut :

1. Variasi laju kenaikan temperatur tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap persen metalisasi, namun berkorelasi negatif terhadap persen perolehan besi. Semakin tinggi laju kenaikan temperatur, semakin turun

nilai persen perolehan besi. Persen perolehan besi tertinggi diperoleh pada laju 6,67°C/menit yaitu sebesar 66,85%, sedangkan persen perolehan besi terendah yaitu 41,50% diperoleh pada laju 10°C/menit.

2. Fraksi ukuran -170+325# menghasilkan persen metalisasi dan persen perolehan besi tertinggi yaitu sebesar 97,64% dan 66,85%. Adapun fraksi -325# menghasilkan hasil reduksi yang kurang baik. Hal ini dapat disebabkan permeabilitas briket semakin menurun seiring mengecilnya ukuran butiran konsentrat.

3. Proses reduksi isothermal-gradien temperatur pada pelet komposit menyebabkan besi terpisah dari titanium. Hasil EDX menunjukkan kadar besi tertinggi dalam nugget yaitu 85,56%, sedangkan titanium dominan pada slag dengan kadar mencapai 34,93%. Akan tetapi, slag masih banyak mengandung besi logam yang belum terliberasi. Dengan demikian proses kominusi dan konsentrasi lebih lanjut diperlukan untuk meningkatkan perolehan besi.

## **UCAPAN TERIMA KASIH**

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kemenristek Dikti yang telah mendanai penelitian ini melalui Riset Pengembangan IPTEK

## **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Tim Pemutakhiran Data Mineral, Executive Summary Pemutakhiran Data dan Neraca Sumber Daya Mineral, Pusat Sumber Daya Geologi, Kementerian Energi dan Sumber Daya, 2015
- [2] Informasi dari <http://kemenperin.go.id>, Kemenperin Pacu Kinerja Industri Baja Nasional Hadapi Tiga Negara ASEAN, diakses 13 Juli 2016
- [3] Adhiwiguna, S., Karakterisasi dan reduksi pelet tekan silinder konsentrat pasir besi pada temperatur 600-1000°C, Tugas Akhir, Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2014
- [4] Suryani, I., Reduksi Pelet Konsentrat Pasir Besi Menggunakan Reduktor Bed Batubara dan Aditif Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan Metode Isothermal - Gradien Temperatur. Tugas Akhir, Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2015.
- [5] Sasabe, T., Process For Separating Non-Molten Slag from Titanium-containing Iron Sand, United States Patent 3218152, 1965
- [6] Lo, F., Reduksi Pelet Komposit Konsentrat Pasir Besi Menggunakan Reduktor Bed Batubara dengan Metode Isothermal – Gradien Temperatur, Tugas Akhir, Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2015
- [7] Fu'adi, A., Studi Kinetika Reduksi Pelet Konsentrat Pasir Besi menggunakan Reduktor Bed Batubara pada Temperatur 800-1200°C, Tugas Akhir, Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2014
- [8] Chatterjee, A., Sponge Iron Production by Direct Reduction of Iron Oxide. New Delhi : PHI Learning Private Limited, 2012
- [9] Amstutz, G.C., Microscopy applied to mineral dressing. Colo. School Mines 56, 443-484, 1961
- [10] Craig, J.R., Yoon, R.H., Haralick, R.M., Choi, W.Z., and Pong, T.C. Mineralogical Variations During Comminution of Complex Silfida Ores in Process Mineralogy III. W. Petruk, ed., Soc of Mining Engineers, New York, pp.51-63, 1984

# PENGARUH JENIS DAN VARIASI KOMPOSISI REDUKTOR TERHADAP PEROLEHAN PERSEN METALISASI HASIL REDUKSI PASIR BESI PANDEGLANG

Richman Mulia Rocky<sup>1,a</sup>, Soesaptri Oediyani<sup>2</sup>, Anistasia Milandia<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Mahasiswa Jurusan Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

<sup>2,3</sup> Dosen Jurusan Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

[richman.siahaan3@gmail.com](mailto:richman.siahaan3@gmail.com)

## Abstrak

Indonesia diperkirakan memiliki sumber daya mineral pasir besi mencapai 1 milyar ton dan memiliki kandungan Fe sekitar 30-59%. Proses reduksi coal based menggunakan bahan baku reduktor dari gas alam, namun pembakaran gas alam menghasilkan gas rumah kaca. maka perlu dilakukan penelitian untuk mencari sumber reduktor pengganti gas alam. Salah satu sumber daya alam yang dapat dipergunakan sebagai sumber reduktor adalah batu bara dan arang tempurung kelapa yang memiliki kandungan fixed carbon yang cukup tinggi. Selain itu HDPE juga dapat digunakan sebagai sumber reduktor tambahan, karena HDPE memiliki rantai senyawa hidrogen dan karbon yang dapat bereaksi pada suhu tinggi. Penggunaan jenis dan variasi komposisi reduktor akan memberikan pengaruh terhadap perolehan persen metalisasi besi spons hasil reduksi pasir besi. Pengaruh penambahan HDPE diteliti dalam variasi komposisi dengan reduktor batu bara dan variasi komposisi dengan arang tempurung kelapa. Pengaruh variasi komposisi batu bara dengan arang tempurung kelapa juga diteliti untuk melihat pengaruhnya. Campuran pasir besi, HDPE, dengan jenis dan variasi komposisi reduktor berupa batu bara dan arang tempurung kelapa ; dibuat briket menggunakan mesin press lalu dipanaskan agar HDPE meleleh dan dapat menguatkan briket, sehingga tidak diperlukan binder lagi untuk merekatkan briket. Briket kemudian direduksi menggunakan muffle furnace dengan temperatur 1200°C dengan waktu tahan selama 120 menit, lalu dilakukan pengujian untuk mengetahui persen metalisasi dengan menggunakan analisa basah. Hasil penelitian menunjukkan bahwa persen metalisasi tertinggi adalah 96,81% diperoleh pada reduksi dengan reduktor arang tempurung kelapa dengan penambahan 3,5% HDPE.

**Kata kunci:** Reduktor, batu bara, arang tempurung kelapa, HDPE, persen metalisasi

## 1. PENDAHULUAN

Berdasarkan UU NO 4/2009 Pertambangan Mineral Dan Batu Bara dan Peraturan Menteri ESDM No. 07/2012 tentang peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian mineral, diharapkan Indonesia mampu mengolah sumber daya mineral yang dimiliki untuk dapat diolah menjadi bahan siap pakai. Indonesia diperkirakan memiliki sumber daya mineral pasir besi mencapai 1 milyar ton dan memiliki kandungan Fe sekitar 30-59%. Salah satu sumber bijih besi lokal yang berpotensi dieksplorasi adalah pasir besi di daerah Rancecet, Pandeglang. Pantai Rancecet, Kecamatan Cimanggu, Kabupaten Pandeglang yang diketahui memiliki cadangan pasir besi 7 juta ton dengan kandungan Fe 36,8%.<sup>[1]</sup>

Pemanfaatan pasir besi menjadi besi spons sulit diolah karena terdapat ikatan kimia antara oksida hematit dengan ilmenit membentuk titanohematit dan oksida magnetit dengan ulvospinel membentuk titanomagnetit.<sup>[2]</sup> Reduktor yang umum digunakan pada proses reduksi langsung umumnya adalah gas alam. Proses reduksi *gas based* yang menggunakan bahan baku reduktor dari gas alam menghasilkan gas antara lain CO<sub>2</sub>, CO, SO<sub>2</sub>, dan NO<sub>x</sub> (Nitrogen Oksida), yang digolongkan sebagai gas rumah kaca dalam konvensi PBB mengenai Perubahan Iklim (UNFCCC),<sup>[3]</sup> sehingga diupayakan teknologi lain yaitu *coal based*. Teknologi *coal based* digunakan sebagai



pengganti gas alam karena ketersediaan sumber daya batu bara di Indonesia menurut Pusat Penelitian Dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara pada tahun 2014 sekitar 161 miliar ton.<sup>[4]</sup>

Batu bara merupakan sumber bahan baku reduktor yang tidak dapat diperbarui maka dibutuhkan bahan baku reduktor dari sumber daya lain yang dapat diperbarui. Arang tempurung kelapa merupakan sumber daya alam yang dapat dijadikan sumber bahan baku reduktor yang dapat diperbarui. Tempurung kelapa memiliki komposisi kimiawi yang mirip dengan batu bara terdiri atas lignin sekitar 35-40%, selulosa sekitar 30-35% dan hemiselulosa sekitar 15-25%, dengan kandungan tersebut maka tempurung kelapa memiliki potensi sebagai material karbon untuk proses reduksi bijih besi.<sup>[5]</sup> Tempurung kelapa selama ini hanya digunakan sebagai briket arang (bahan bakar) rumah tangga, sedangkan Indonesia menghasilkan 1,1 juta ton/tahun tempurung kelapa yang merupakan salah satu biomassa yang berpotensi untuk dijadikan reduktor karena memiliki *fixed carbon* melebihi batu bara yaitu sebesar 79,6%.<sup>[6]</sup>

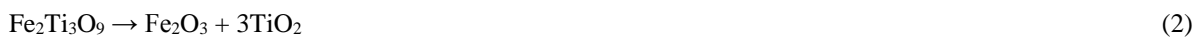
Dalam penelitiannya, Murakami (2011) menjelaskan bahwa polietilen (PE) dapat dimanfaatkan sebagai reduktor tambahan bersama batu bara pada proses reduksi. Pemanasan PE akan membentuk gas hidrogen (H<sub>2</sub>) yang dapat mereduksi bijih besi. Jadi proses reduksi akan berjalan dengan bantuan dua reduktor, yaitu gas CO dan gas H<sub>2</sub>.<sup>[7]</sup> Pada penelitian Fadhli (2013) menjelaskan penambahan komposisi polietilen pada proses reduksi mempengaruhi hasil metalisasi tapi penambahan polietilen tidak selalu meningkatkan persen metalisasi. Hal ini dikarenakan gas yang terbentuk tidak bereaksi sempurna dengan bijih besi akibat banyaknya poros yang terbentuk selama pemanasan terjadi. Penggunaan HDPE sebaiknya digunakan dengan komposisi maksimal 7,4%, sedangkan LDPE lebih baik digunakan diatas komposisi 7,4%.<sup>[8]</sup>

Secara teknis, untuk mereduksi bijih besi menjadi besi spons, tidak bisa digunakan reduktor yang seluruhnya berasal dari limbah plastik (PE), dikarenakan plastik mempunyai titik leleh sekitar 110-137°C, sedangkan pasir besi mulai tereduksi pada temperatur 876°C,<sup>[9]</sup> maka dibutuhkan reduktor tambahan berupa batubara, arang kayu, ataupun arang tempurung kelapa yang dapat menghasilkan gas CO, sehingga proses reduksi akan berjalan dengan bantuan dua reduktor, yaitu gas CO dan gas H<sub>2</sub>.

Reaksi reduksi pasir besi ilmenite dengan karbon berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh El-Hussiny & Shalabi berawal dari dekomposisi *pseudorutile* menjadi *pseudobrookite* dan *rutile* temperatur 800°C.



*Pseudorutile* juga terdekomposisi menjadi *hematite* dan *rutile*.



Kemudian *rutile* mengalami pembentukan kembali (*reformed*) oleh proses reduksi *pseudobrookite* dan *rutile* dengan reduktor karbon monoksida.



*Hematite* mengalami reduksi oleh karbon padat pada temperatur 800°C.



Lalu pada temperatur 1100°C terjadi reaksi *ilmenite* menjadi logam.<sup>[10]</sup>



Terjadi juga reduksi *hematite* hasil dekomposisi *pseudorutile* di awal menjadi logam Fe pada 1100°C.





## 2. METODE PENELITIAN

### 2.1 Preparasi Pasir Besi

Pasir besi dilakukan proses benefisi dengan melakukan pencucian dan dilakukan proses grinding dengan menggunakan disc mill untuk mendapatkan ukuran yang baik berukuran -200#. Pasir besi yang telah halus dilakukan proses pemisahan menggunakan *magnetic separator* (1100, 830 dan 600 gauss) untuk memisahkan mineral besi dengan mineral pengotor. Pasir besi yang telah halus dan terpisah dari mineral-mineral pengotornya diayak hingga ukuran -200#, lalu pasir Besi dianalisa komposisi kimianya.

### 2.2 Preparasi Batu Bara dan Arang Tempurung Kelapa

Pada preparasi Batu bara dan arang tempurung kelapa yang pertama dilakukan adalah memperkecil ukurannya menggunakan palu. Batu bara yang telah diperkecil ukurannya, dilakukan proses *grinding* dengan menggunakan *disc mill* untuk mendapatkan ukuran yang baik berukuran -200#. Batu bara dan arang tempurung kelapa yang telah halus dan terpisah dari mineral-mineral pengotornya diayak hingga ukuran -200#.

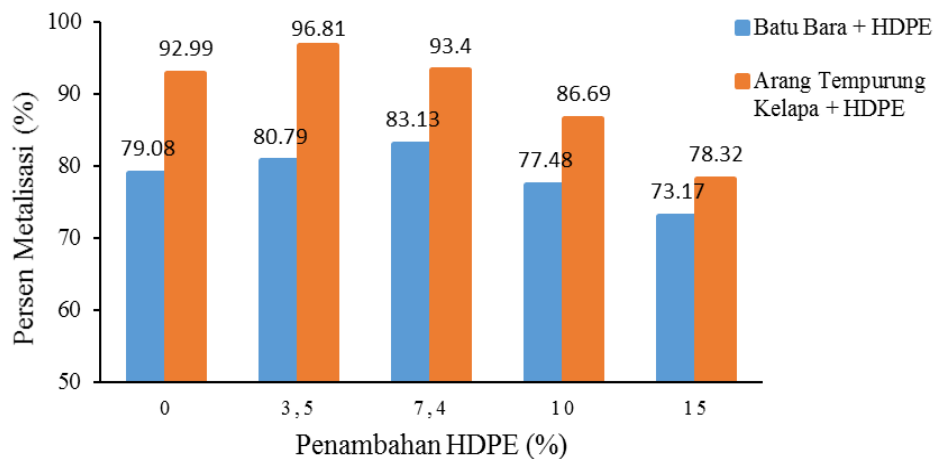
### 2.3 Proses Reduksi dengan Variasi Komposisi Reduktor

Setelah semua bahan yang diperlukan untuk penelitian sudah dipersiapkan, yaitu pasir besi, batubara, dan plastik HDPE lalu campur semua bahan menurut komposisinya hingga bersifat homogen. Komposisi campuran dapat dilihat pada tabel 1. Setelah sampel bersifat homogen, dilakukan proses *briquetting*. Setelah jadi briket, lalu direduksi pada *muffle furnace* dengan temperatur 1200°C dengan waktu proses 120 menit. Setelah 120 menit dinginkan sampel hingga mencapai suhu ruang. Briket hasil dari reduksi tersebut akan diperiksa kandungannya dengan analisa Fe metal, Fe total, karbon sisa, analisa struktur mikro dan XRF.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1 Hasil Persen Metalisasi

Variasi komposisi dengan penambahan HDPE yang digunakan untuk mereduksi pasir besi dapat mempengaruhi persen metalisasi yang dihasilkan. Gambar 2 menunjukkan pengaruh penambahan HDPE dengan reduktor utama yang berbeda terhadap hasil persen metalisasi.

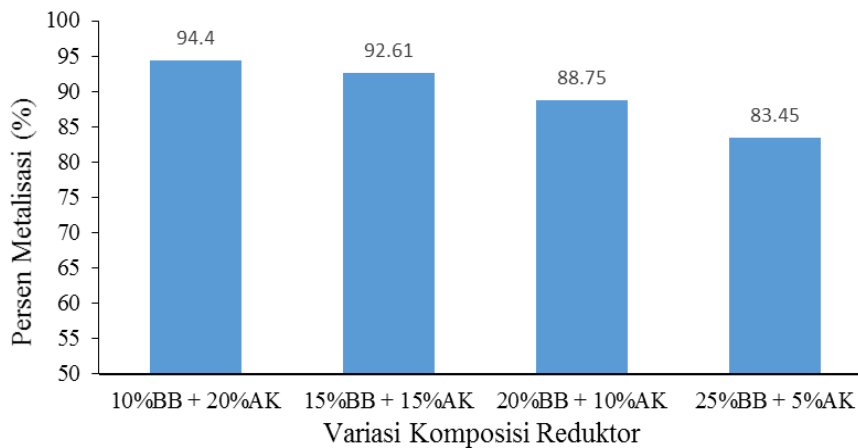


Gambar 2. Pengaruh penambahan HDPE terhadap persen metalisasi pada temperatur 1200°C dengan waktu tahan 120 menit

Grafik menunjukkan penambahan HDPE pada reduksi pasir besi dengan reduktor utama batu bara meningkatkan nilai persen metalisasi, tapi tidak secara signifikan. Nilai persen metalisasi meningkat pada penambahan 7,4% HDPE menjadi 83,13%, dan setelah penambahan di atas 7,4% HDPE nilai persen metalisasi turun. Penambahan HDPE dengan reduktor arang tempurung kelapa secara keseluruhan lebih besar nilai hasil

persen metalisasinya dibanding penambahan HDPE dengan reduktor batu bara. Nilai persen metalisasi paling tinggi dengan reduktor arang tempurung kelapa adalah pada penambahan 3,5% HDPE sebesar 96,81%.

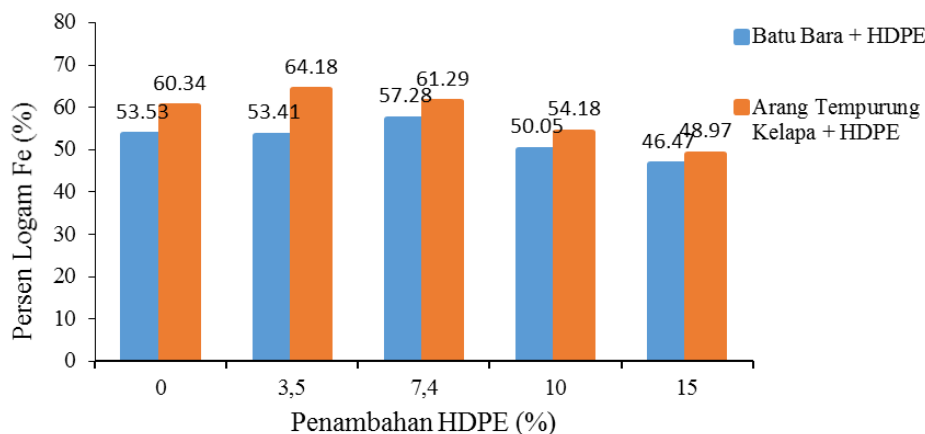
Variasi komposisi reduktor batu bara dengan arang tempurung kelapa yang digunakan untuk mereduksi pasir besi pada temperatur 1200°C dengan waktu tahan 120 menit juga dapat mempengaruhi persen metalisasi yang dihasilkan yang dapat dilihat pada Gambar 3 yang menunjukkan bahwa semakin sedikit penggunaan arang tempurung kelapa sebagai reduktor maka persen metalisasi yang dihasilkan menurun. Hal ini dikarenakan batu bara memiliki kandungan *fixed carbon* yang lebih sedikit, yaitu sebesar 36% dibandingkan arang tempurung kelapa yang memiliki kandungan *fixed carbon* sebesar 70%. Persen metalisasi tertinggi yang dihasilkan dari reduksi pasir besi didapat pada variasi komposisi reduktor 10% batu bara + 20% arang tempurung kelapa yaitu 94,4%. Persen metalisasi terendah yang dihasilkan dari reduksi pasir besi didapat pada variasi komposisi reduktor 25% batu bara + 5% arang tempurung kelapa yaitu 83,45%.



Gambar 3. Pengaruh variasi komposisi reduktor batu bara dengan arang tempurung kelapa terhadap persen metalisasi

### 3.2 Pengaruh Penambahan HDPE terhadap Hasil Persen Logam Fe

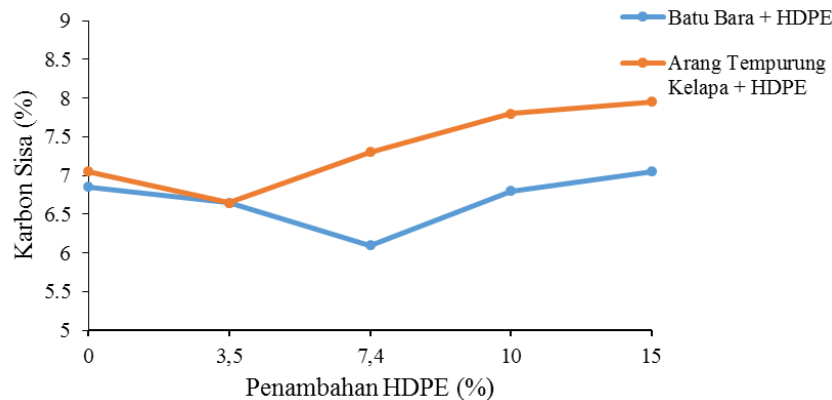
Gambar 4 adalah grafik yang menunjukkan pengaruh reduktor arang tempurung kelapa dan batu bara dengan penambahan HDPE terhadap perolehan persen logam Fe pada temperatur 1200°C dengan waktu tahan 120 menit.



Gambar 4. Pengaruh penambahan HDPE terhadap persen logam Fe pada temperatur 1200°C dengan waktu tahan 120 menit

Gambar 4 menunjukkan persen logam Fe terendah yaitu 46,47% pada penambahan HDPE sebesar 15% dengan reduktor utama batu bara. Persen logam Fe tertinggi yaitu 64,18% pada penambahan HDPE sebesar 3,5% dengan reduktor utama arang tempurung kelapa. Meningkatnya persen logam Fe dalam sampel setelah

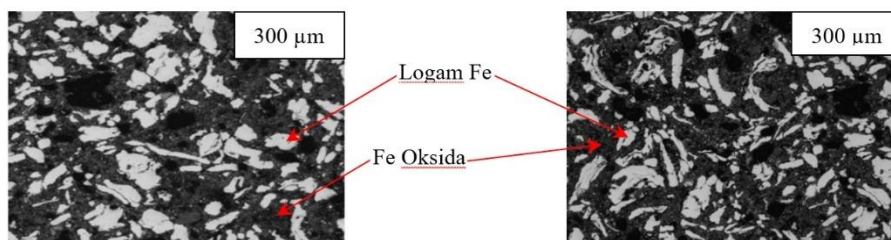
ditambahkan HDPE dikarenakan adanya reduktor tambahan berupa gas  $H_2$  yang diperoleh pada penambahan HDPE sehingga persen logam Fe yang dihasilkan juga meningkat.<sup>[11]</sup> Hal ini didukung oleh perolehan hasil analisa karbon sisa menggunakan *Carbon Determinator* yang dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Grafik hubungan antara penambahan HDPE terhadap perolehan karbon sisa

Gambar 5 menunjukkan bahwa jumlah karbon sisa akan cenderung bertambah dengan meningkatnya persen HDPE yang ditambahkan. Bertambahnya jumlah karbon sisa pada proses reduksi mengakibatkan konsentrasi gas CO sebagai reduktor menurun, membuat logam Fe semakin sedikit terbentuk. Nilai karbon sisa tertinggi didapatkan pada penambahan 15% HDPE dengan reduktor utama batu bara dan arang tempurung kelapa, dengan masing-masing nilai 6,9% dan 7,9%.

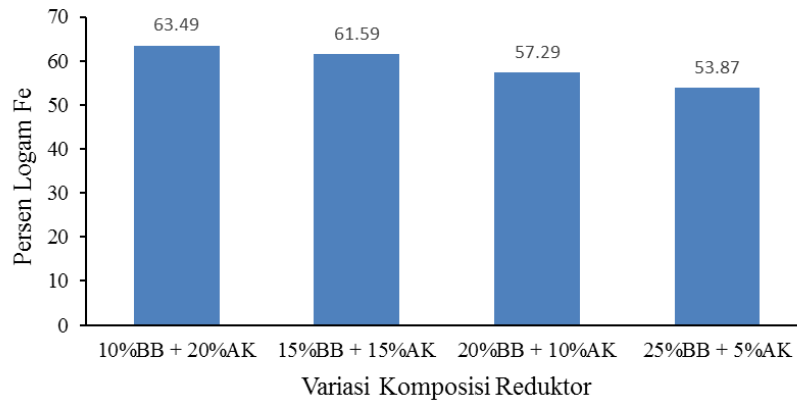
Analisa struktur mikro juga dilakukan untuk mengetahui logam Fe yang terbentuk. Gambar 6 adalah hasil struktur mikro besi spons dengan persen logam Fe tertinggi, yang diambil menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 50x. Pada besi spons dengan reduktor batu bara dan penambahan 7,4% HDPE memiliki bagian berwarna putih sebesar 38,62%, dan besi spons dengan reduktor arang tempurung kelapa dan penambahan 3,5% HDPE memiliki bagian berwarna putih sebesar 40,12%. Bagian yang berwarna putih merupakan logam Fe yang sudah tak berikatan lagi dengan oksigen, dan bagian yang berwarna abu-abu adalah Fe oksida.<sup>[12]</sup>



Gambar 6. Struktur mikro besi spons dengan reduktor 7,4% HDPE + BB (kiri) dan 3,5% HDPE + AK (kanan)

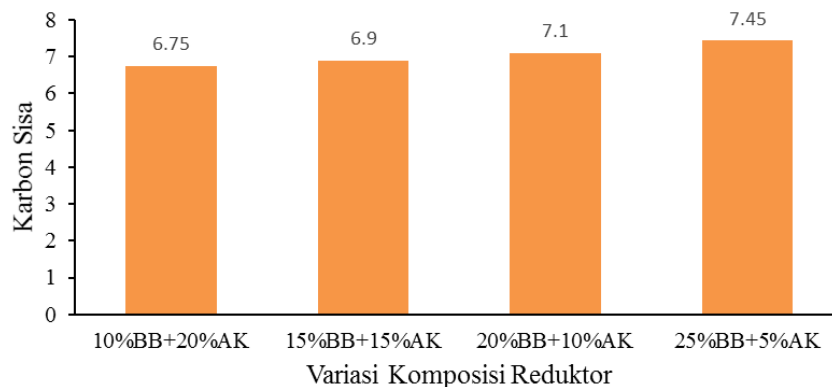
### 3.3 Pengaruh Variasi Komposisi Reduktor Batu Bara Dengan Arang Tempurung Kelapa Terhadap Hasil Persen Logam Fe

Perbedaan komposisi campuran antara pasir besi dengan reduktor batu bara dan arang tempurung kelapa akan memberikan pengaruh terhadap perolehan nilai persen logam Fe selama proses reduksi. Perolehan persen logam Fe dapat dilihat pada Gambar 7.



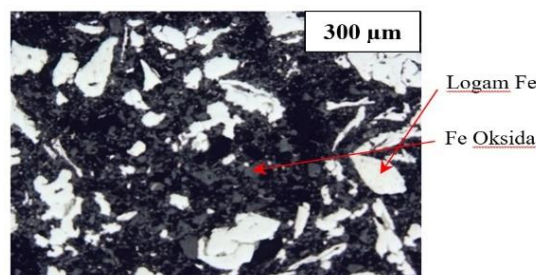
**Gambar 7. Pengaruh variasi komposisi reduktor batu bara dengan arang tempurung kelapa terhadap persen logam Fe**

Pada Gambar 7 terlihat bahwa penggunaan arang tempurung kelapa yang lebih banyak pada variasi komposisi reduktor memiliki persen logam Fe yang lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan batu bara yang lebih banyak. Pada komposisi 10% batu bara + 20% arang tempurung kelapa terlihat bahwa nilai persen logam Fe yang dihasilkan lebih optimum dibandingkan komposisi reduktor lainnya. Hal ini mengindikasikan bahwa kandungan fixed carbon pada reduktor akan membuat perolehan persen logam Fe besi spons optimal karena konsentrasi dari produk reduksi yang dihasilkan seperti CO dan CO<sub>2</sub> akan banyak, yang berdampak pada difusi. Hal ini didukung oleh analisa karbon sisa menggunakan *Carbon Determinator* yang dapat dilihat pada Gambar 8.



**Gambar 8. Grafik hubungan antara variasi komposisi reduktor terhadap perolehan karbon sisa**

Gambar 8 menunjukkan bahwa jumlah karbon sisa paling tinggi adalah pada komposisi 25% batu bara + 5% arang tempurung kelapa karena penggunaan batu bara yang paling banyak daripada yang lain sehingga jumlah abu batu bara yang dihasilkan juga paling banyak. Hal ini ditengarai akan menghambat proses difusi sehingga nilai karbon sisanya paling tinggi. Hasil analisa mikrostruktur dengan menggunakan mikroskop optik juga dapat mengindikasikan terbentuknya logam Fe yang dapat dilihat pada Gambar 9.



**Gambar 9. Struktur mikro besi spons dengan reduktor 10% batu bara + 20% arang tempurung kelapa**

Gambar 9 adalah gambar struktur mikro besi spons dengan hasil persen logam Fe tertinggi, dapat dilihat bahwa logam Fe lebih dominan terbentuk. Bagian yang berwarna putih yang merupakan logam Fe adalah sebanyak 40,37%. Komposisi 10% batu bara + 20% arang tempurung kelapa adalah komposisi reduktor yang hasil persen logam Fe nya paling tinggi dibanding variasi komposisi yang lain karena penggunaan arang tempurung kelapa yang paling banyak sehingga abu batu bara yang dihasilkan sedikit sehingga proses penetrasi gas CO untuk mereduksi pasir besi sangat baik.

#### **4. KESIMPULAN**

Penambahan HDPE tidak selalu meningkatkan persen metalisasi. Penambahan HDPE pada reduksi pasir besi dengan reduktor batu bara paling baik digunakan hingga komposisi 7,4%, sedangkan penambahan HDPE pada reduksi pasir besi dengan reduktor arang tempurung kelapa paling baik hanya digunakan pada 3,5%. Persen metalisasi dan persen logam Fe yang dihasilkan paling tinggi adalah pada besi spons dengan reduktor arang tempurung kelapa dengan penambahan 3,5% HDPE. Variasi komposisi batu bara dengan arang tempurung kelapa sebagai reduktor paling baik pada komposisi 10% batu bara + 20% arang tempurung kelapa

#### **REFERENSI**

- [1] R. Akbar, Ekstraksi TiO<sub>2</sub> Pasir Besi Rancecet-Pandeglang Melalui Proses Leaching HCl, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, 2013.
- [2] E. Park, O. Ostrovski, *Effects of Preoxidation of Titania-Ferrous Ore on the Ore Structure and Reduction Behavior*, ISIJ International, Vol 44 (2004) 74–81.
- [3] A. Sagala, Draft Petunjuk Teknis Perhitungan Emisi Gas Rumah Kaca (GRK) Di Sektor Industri, Kementerian Perindustrian, Jakarta, 2012.
- [4] B. Zulfahmi, S. Binarko, Nendaryono, dkk, Pengembangan Aplikasi Teknologi *Underground Coal Gasification* (UCG) Di Indonesia Tahap 1, Pusat Penelitian Dan Pengembangan Teknologi Mineral Dan Batubara, Bandung, 2014.
- [5] A. Irawan, R. Puspa, R. Mekawati, Material dengan Kandungan Karbon Tinggi dari Pirolisis Tempurung Kelapa untuk Reduksi Bijih Besi, ISSN: 1411-4216 (2010)
- [6] K. Willyandhika, Pengaruh Waktu Reduksi dan Ukuran Pelet Campuran Bijih Besi Lampung-Arang Tempurung Kelapa terhadap Persen Metalisasi Besi Spons Menggunakan *Rotary Kiln* UPT. BPML LIPI, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, 2013.
- [7] T. Murakami, E. Kasai, *Reduction Mechanism of Iron Oxide – Carbon Composite With Polyethylene at Lower Temperature*, ISIJ International, Vol 51 (2011) 9 -13.
- [8] U. Fadhli, Pengaruh Penambahan HDPE dan LLDPE Sebagai Reduktor Tambahan Dalam Proses Reduksi Bijih Besi, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, 2013.
- [9] Y. Zhao, F. Shadman, *Production Of Oxygen From Lunar Ilmenite*, University of Arizona, Arizona, 1990.
- [10] N.A. El-Hussiny, M.E.H. Shalabi, *Studying the Pelletization of Rosseta Ilmenite Concentrate With Coke Breeze Using Molasses and Reduction Kinetics of Produced Pellets At 800-1150°C*, Central Metallurgical Research and Development Institute, Kairo, Mesir, 2012.

- [11] T. Murakami, E. Kasai, T. Akiyama, *Reduction Behavior of Hematite Composite Containing Polyethylene and Graphite with Different Structures with Increasing Temperature*, *ISIJ International*, Vol 49 (2009) 809 - 814.
- [12] B. Huang, W. Lu, *Kinetics and Mechanisms of Reactions in Iron Ore/Coal Composites*, *Department of Materials Science and Engineering, McMaster University, Ontario, Kanada*, 1993.

**SESI PARAREL :**  
**METALURGI MANUFAKTUR**



## **Sintesis Baja Feritik ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) 20% Kromium Secara Pemaduan Mekanik Dengan *High Energy Ball Milling*: Studi Awal**

Abu Khalid Rivai<sup>1,a</sup>, Bambang Sugeng<sup>1</sup>, Deswita<sup>1</sup>, Rohmad Salam<sup>1</sup>, Agus Sudjatno<sup>1</sup>, Sumaryo<sup>1</sup>, Fauziah Amini<sup>2</sup>, Dian Fitriyani<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN - Badan Tenaga Nuklir Nasional  
Kawasan PUSPIPTEK Gedung 43, Tangerang Selatan, Banten 15314

<sup>2</sup>Jurusan Fisika, Universitas Andalas, Limau Manis, Padang, Sumatera Barat 25163

<sup>a</sup> rivai.abukhalid@batan.go.id

### **Abstrak**

*Baja ODS (Oxide Dispersion Strengthened) merupakan baja yang diperkuat dengan menyebarkan partikel oksida (keramik) ukuran nano-meter secara merata pada matriks baja. Telah dilakukan sintesis baja feritik ODS dengan menyebarkan partikel nano oksida yttrium ( $Y_2O_3$ ) sebagai partikel dispersi pada matriks baja, dan dengan kandungan kromium tinggi yaitu sejumlah 20%. Sintesis baja ODS ini dilakukan secara mekanik (mechanosynthesis) dengan teknik pemaduan mekanik (mechanical alloying) menggunakan HEM (High Energy ball Milling) dengan kecepatan 1.000 rpm selama 10 jam. Selanjutnya serbuk hasil milling tersebut secara berturut-turut dikompaksi, di-degassing, dan disinter. Proses sintering dilakukan menggunakan furnace dengan temperatur 1300°C selama 180 menit. Kemudian sampel hasil sintesis ini diuji karakteristik kekerasannya menggunakan Vickers Hardness Tester, dan ketahanan oksidasi temperatur tingginya menggunakan MSB (Magnetic Suspension Balance). Hasil karakterisasi struktur mikro menggunakan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS), dan X-ray Diffraction (XRD) menunjukkan bahwa sebagian besar matriks telah terbentuk menjadi paduan. Hasil pengujian kekerasan menunjukkan bahwa kekerasan sampel hasil sintesis ini adalah 280 HV<sub>300</sub>. Hasil pengujian oksidasi menunjukkan bahwa sampel hasil sintesis ini memiliki ketahanan oksidasi yang cukup baik pada temperatur tinggi.*

**Kata kunci:** baja, feritik, ODS, nano, yttria, pemaduan mekanik

### **Abstract**

ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) steel is strengthened by disperse homogeneously of oxide particles (ceramic) in nano-meter sized in the matrix of the steel. Synthesis of a ferritic ODS steel by dispersion of nano-particles of yttrium oxide ( $Y_2O_3$ ) as the dispersion particles, and containing high-chromium i.e. 20% has been done. Synthesis of the ODS steels was done mechanically (mechanosynthesis) by mechanical alloying technique using HEM (High Energy ball Milling) with the speed of 1,000 rpm for 10 hours. Then, the mixed powders was compacted, degassed, and sintered. The sintering process was done using a furnace at a temperature of 1300°C for 3 hours. Afterward, the samples were tested for the hardness characteristic using Vickers Hardness Tester, and for high-temperature oxidation resistant characteristic using MSB (Magnetic Suspension Balance). The results of the microstructures analyses using Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS), and X-ray Diffraction (XRD) showed that most of the matrix has been formed into alloys. Hardness test results showed that the sample hardness values was 280 HV<sub>300</sub>. High-temperature oxidation test results showed that the samples have relatively good oxidation resistant characteristic at high temperature.

**Keywords:** steel, ferritic, ODS, nano, yttria, mechanical alloying

## PENDAHULUAN

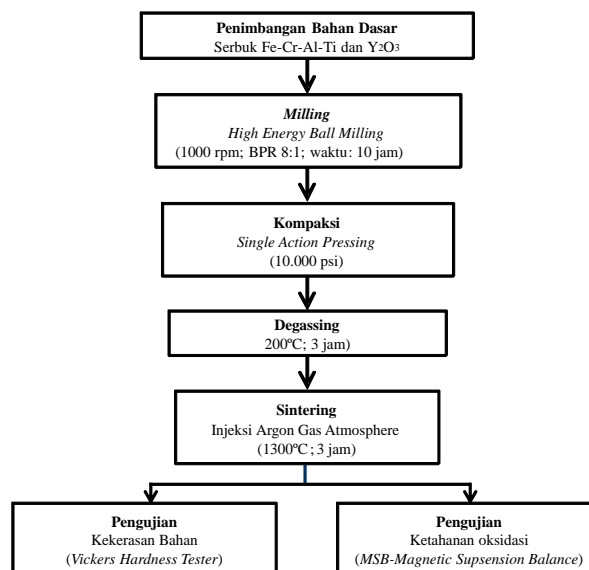
Baja merupakan bahan yang sangat penting bagi hampir segala aspek kehidupan umat manusia. Oleh sebab itu industri baja merupakan hal yang sangat strategis bagi sebuah bangsa termasuk Indonesia. Sesuai dengan perkembangan zaman, kebutuhan akan baja yang memiliki ketahanan pada kondisi temperatur tinggi terus meningkat. Baja ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) merupakan salah satu baja yang dapat memenuhi kebutuhan tersebut.<sup>[1-6]</sup> Baja ODS yang pengembangan teknologinya relatif baru ini merupakan salah satu kandidat material kelongsong bahan bakar dan struktur reaktor nuklir fisi maju (*Generation IV reactors*), dan struktur reaktor nuklir fusi karena sistem tersebut beroperasi pada temperatur tinggi (>600°C) serta paparan iradiasi yang juga tinggi (>200 dpa).<sup>[1-6]</sup> Baja ODS ini dikembangkan dengan teknik sebaran partikel-partikel oksida berukuran nano-meter secara merata pada kisi-kisi bahan yang dilakukan menggunakan teknologi metalurgi serbuk (*powder metallurgy*) dengan teknik pemaduan mekanik (*mechanical alloying*).<sup>[1-8]</sup> Namun, beberapa peneliti juga mengembangkan dengan teknik yang lain.<sup>[9-10]</sup> Pada teknik pemaduan mekanik ini terjadi penggabungan (*welding*), penghancuran (*breaking/fracturing*), penggabungan kembali (*re-welding*) yang terjadi berulang-ulang dan berkesinambungan dalam pengadukan energi tinggi (*high energy milling*).

Teknik pemaduan mekanik ini awalnya dikembangkan oleh John Benjamin dan rekan-rekannya di Paul D. Merica Penelitian Laboratorium Perusahaan International Nickel (INCO) sekitar 1966 sebagai metode untuk memproduksi dispersi oksida yang memperkuat paduan nikel (*ODS nickel-alloy*).<sup>[6]</sup> Nano-partikel oksida yang menyebar secara merata dan sangat stabil berfungsi sebagai penjepit (*pining*) untuk menahan gerak dislokasi pada struktur material yang meningkatkan properti elastisitas bahan. Nano-partikel oksida yang digunakan secara umum di dunia adalah partikel oksida itrium ( $Y_2O_3$ ) dan/atau oksida titanium ( $TiO_2$ ). Penguasaan teknologi pembuatan baja ODS memiliki nilai yang sangat strategis karena keunggulan-keunggulan serta manfaatnya. Pada perkembangan terakhir, di Amerika Serikat dan Inggris dikembangkan baja ODS untuk pengembangan instalasi pembangkit energi tenaga fosil dan instalasi industri kimia yang lebih maju yang dapat dioperasikan pada temperatur tinggi.

Dalam studi awal ini dilakukan sintesis baja feritik dengan kandungan kromium 20% menggunakan metode pemaduan mekanik menggunakan HEM (*High Energy ball Milling*). Hal yang menjadi kebaruan dalam penelitian ini adalah penggunaan HEM dengan kecepatan tinggi yaitu 1.000 rpm yang diharapkan dapat mempercepat proses pemaduan dalam waktu singkat. Selain itu, dalam studi ini dilakukan pengujian ketahanan oksidasi pada temperatur tinggi secara *in situ* menggunakan alat yang masih langka di Indonesia yaitu MSB (*Magnetic Suspension Balance*).

## METODE

Sintesis baja feritik ODS dengan kandungan 20% kromium ini dilakukan dengan pemaduan mekanik yang kemudian dilakukan pengujian baik kekerasan bahan maupun ketahanan oksidasi temperatur tinggi. Skematik prosedur percobaan ini ditunjukkan pada **Gambar 1**.

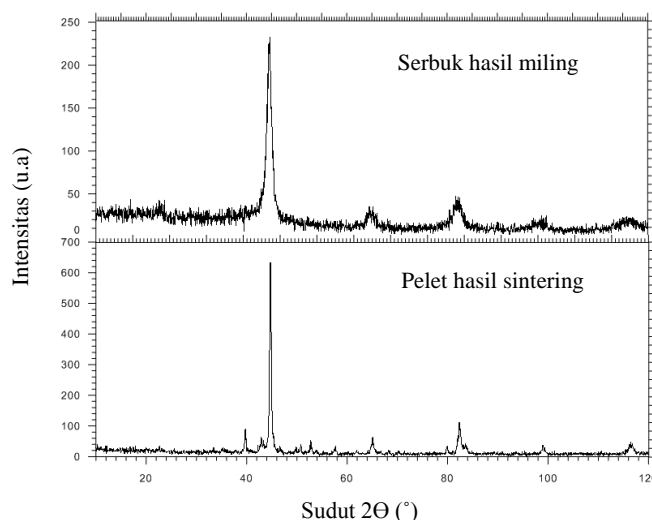


**Gambar 1. Skematik prosedur percobaan**

Serbuk bahan dasar ditimbang dengan perbandingan komposisi berat berturut-turut Fe : Cr : Al : Ti : Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu 73,5 : 20 : 5,5 : 0,5 : 0,5. Serbuk tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *vial* bersama bola-bola baja dengan BPR (*Ball to Powder mass Ratio*) sebesar 8:1. Setelah itu dimasukkan cairan toluena dengan tujuan untuk meminimalisasi oksidasi yang mungkin terjadi. Proses milling dilakukan selama 10 jam. Sampel kemudian dikompaksi yang selanjutnya di-*degassing* dengan temperatur 200°C dengan tekanan sebesar  $4 \times 10^{-1}$  torr selama 180 menit. Selanjutnya sintering dilakukan menggunakan *furnace* dengan temperatur 1300°C selama 180 menit dengan injeksi argon secara berkesinambungan. Sampel hasil sintesis baik serbuk maupun pelet dianalisis struktur mikronya menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDS), dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Selanjutnya, sampel pelet ini diuji karakteristik kekerasannya menggunakan *Vickers Hardness Tester*, dan ketahanan oksidasi temperatur tingginya menggunakan MSB (*Magnetic Suspension Balance*).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi XRD serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering ditunjukkan pada **Gambar 2**. Karakterisasi XRD ini bertujuan untuk mengidentifikasi fasa apa saja yang terbentuk dalam proses sintesis baik setelah milling maupun sintering. Hasil analisis XRD menunjukkan adanya pembesaran ukuran kristal yang ditunjukkan dari penyempitan ukuran spektrum dari hasil milling ke hasil sintering. Hal ini dapat dipahami karena terjadi proses difusi diantara butiran-butiran pada saat sintering akibat pengaruh energi panas.



**Gambar 2. Pola difraksi XRD serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering**

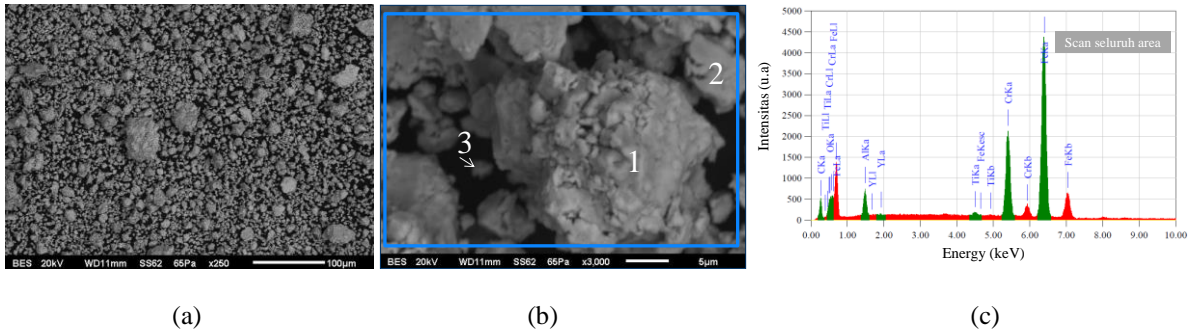
**Tabel 1. Analisis Data Puncak XRD serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering**

Serbuk			Pelet		
Puncak XRD	JCPDF	Fasa	Puncak XRD	JCPDF	Fasa
44,7	44,52	FeCr	39,87	39,87	FeCr
65,29	65,01	Fe	44,7	44,52	FeCr
82,3	82,06	FeCr	57,45	57,17	FeCr
98,5	98,57	FeCr	65,55	65,61	Fe
115,05	115,9	FeCr	82,35	82,06	FeCr
			98,95	98,57	FeCr
			116,56	116,37	Fe

Analisis lebih detail dari pola difraksi ini ditunjukkan pada **Tabel 1**. Dapat terlihat bahwa pada serbuk hasil milling secara umum teridentifikasi fasa FeCr. Namun, hasil analisis XRD juga menunjukkan adanya fasa Fe yang berdiri sendiri dengan puncak rendah di sudut 65°. Hal menunjukkan bahwa selama proses milling belum sepenuhnya terjadi pemaaduan. Hal ini tentunya dapat ditingkatkan dengan menambah waktu milling. Berkelanjutan dari hasil milling, pelet hasil sintering menunjukkan bahwa secara umum baja

ODS didominasi oleh fasa FeCr walaupun seperti halnya pada serbuk masih teridentifikasi puncak rendah dari fasa Fe.

Morfologi mikro dan analisis unsur serbuk hasil milling dan pelet hasil sintering dikarakterisasi menggunakan SEM JEOL SM-6510LA seperti ditunjukkan pada **Gambar 3** dan **4** serta **Tabel 2** dan **3**. Secara umum, serbuk hasil milling menunjukkan ukuran bahwa serbuk didominasi oleh nano-meter dan sebagian kecil berukuran beberapa puluh mikro-meter, yang terbagi menjadi bongkahan besar (1), sedang (2) dan kecil (3) seperti ditunjukkan pada **Gambar 3 (a)** dan **(b)**. Hal ini terjadi karena pada proses pepaduan mekanik melibatkan perulangan *welding*, *fracturing*, serta *re-welding*.<sup>[6]</sup>



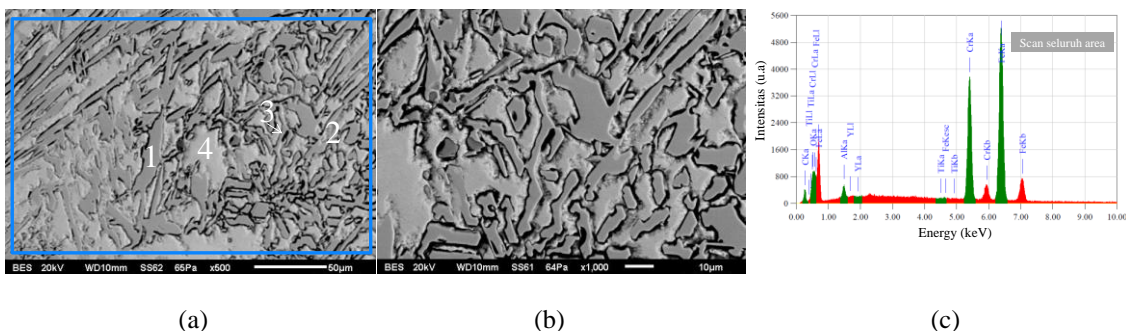
**Gambar 3.** Analisis SEM-EDS serbuk hasil milling (a) Fotomikro SEM dengan perbesaran 250 kali (b) Fotomikro SEM dengan perbesaran 3.000 kali (c) Pola spektrum EDS untuk seluruh area

**Tabel 2.** Analisis Data EDS serbuk hasil milling

Elemen	Komposisi awal (mass%)	Area Keseluruhan (mass %)	Posisi 1 (mass %)	Posisi 2 (mass %)	Posisi 3 (mass %)
Fe	73,5	66,9	66,5	67,5	68,9
Cr	20	18,8	18	16,9	19
Al	5,5	3,29	4,95	4,90	2,1
Ti	0,5	0,54	0,57	0,47	0,52
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5	0,36	0,63	0,66	0,19
O	0	1,86	2,37	2,31	1,46
C	0	8,24	7,05	7,16	7,84

Hasil analisis EDS serbuk ditunjukkan pada **Gambar 3 (c)** untuk keseluruhan area dan **Tabel 2** untuk analisis detail setiap elemen pada setiap posisi. Hasil analisis menunjukkan bahwa secara umum tidak ada perubahan yang signifikan dari masing-masing elemen pada setiap posisi walaupun terdapat presentasi unsur oksigen (O) berlebih dan karbon (C) yang diduga terjadi saat proses milling maupun sintering. Lebih lanjut lagi, pada partikel berukuran paling kecil yang mendominasi serbuk hasil milling presentasi kromium mendekati 20% yang menunjukkan bahwa sebaran pada serbuk hasil milling secara umum mendekati homogen secara merata.

**Gambar 4 (a)** dan **(b)** menunjukkan analisis SEM untuk pelet hasil sintering. Secara umum, pelet hasil sintering menunjukkan beberapa morfologi yang kemudian dianalisis menggunakan EDS seperti ditunjukkan pada **Gambar 4 (c)** untuk keseluruhan area dan **Tabel 3** untuk analisis detail setiap elemen pada setiap posisi. Hasil analisis menunjukkan bahwa pada pelet hasil sintering ada bagian butiran yang didominasi oleh paduan FeCr mendekati komposisi awal (posisi 2 dan 4) maupun paduan FeCr dengan Cr yang tinggi di atas komposisi awal (posisi 1 dan 2). Hal ini menunjukkan selama proses pepaduan mekanik maupun sintering ada sebagian besi dan kromium berpadu secara merata namun ada sebagian kromium yang mengisi lebih banyak pada paduan. Diprediksi bahwa telah terjadi proses pengisian atom kromium pada atom besi yang disebut mekanisme *solid solution* yang terjadi ketika proses milling. Peningkatan kandungan paduan dapat ditingkatkan dengan menambah waktu milling maupun meningkatkan nilai BPR.



**Gambar 4. Analisis SEM-EDS pelet hasil sintering (a) Fotomikro SEM dengan perbesaran 500 kali (b) Fotomikro SEM dengan perbesaran 1.000 kali (c) Pola spektrum EDS untuk seluruh area**

**Tabel 3. Analisis Data EDS pelet hasil sintering**

Elemen	Komposisi awal (mass%)	Area Keseluruhan (mass %)	Posisi 1 (mass %)	Posisi 2 (mass %)	Posisi 3 (mass %)	Posisi 4 (mass %)
Fe	73,5	63,7	46,5	72,2	43,1	79,01
Cr	20	27,1	45,7	16,9	34,1	17,63
Al	5,5	1,58	0,60	2,96	10,4	0,58
Ti	0,5	0,10	0,06	0,03	0,01	0,06
Y	0,5	0,05	0,07	0,26	0	0,19
O	0	2,18	0,22	4,06	8,51	0,52
C	0	5,35	6,87	3,53	3,93	2,21

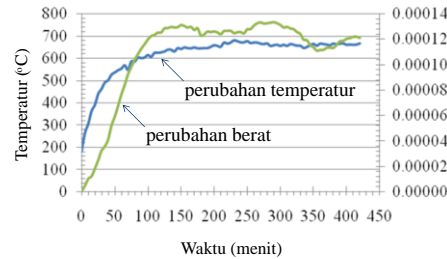
Pengujian nilai kekerasan bahan dilakukan untuk mengetahui properti mekanik dengan menggunakan *Vickers Hardness Tester*. Pelet hasil sintering diukur kekerasannya menggunakan *Micro-Vickers Hardness HV-1000* dengan beban sebesar 300 gf. Pengujian dilakukan di 5 titik yang berbeda seperti ditunjukkan pada **Tabel 4**.

**Tabel 4. Nilai kekerasan sampel hasil milling**

Pengujian	Nilai Kekerasan (VHN)
1	278
2	244
3	331
4	260
5	287
Rata-rata	280

Hasil analisis menunjukkan nilai rata-rata kekerasan bahan adalah 280 HV<sub>300</sub> yang berada di atas nilai kekerasan baja konvensional. Nilai tersebut hampir sama mendekati nilai kekerasan baja ODS komersil dengan komposisi yang hampir sama yaitu ODS PM2000 sebesar 290 HV<sub>10</sub>.<sup>[11]</sup>

Pengujian ketahanan oksidasi temperatur tinggi dilakukan dengan menggunakan *Magnetic Suspension Balance (MSB)* merk Rubotherm Präzisionsmesstechnik GmbH. Hasil pengujian ditunjukkan pada **Gambar 5**. Grafik hasil pengujian menunjukkan bahwa pengujian dilakukan pada temperatur ruang sampai dengan temperatur diantara 600-700°C. Hasil pengujian menunjukkan bahwa pada 100 menit pertama terjadi perubahan berat per-satuan luas yang meningkat, namun setelah itu cenderung stabil.



**Gambar 4. Profil perubahan berat (*weight gain*) pelet hasil sintering terhadap temperatur menggunakan MSB (*Magnetic Suspension Balance*)**

Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi pembentukan oksida logam pada seratus menit pertama yang setelah itu oksida logam tersebut menjadi lapisan pelindung untuk pembentukan oksida lebih lanjut. Hasil ini menunjukkan bahwa sampel hasil sintesis ini memiliki ketahanan oksidasi yang relatif baik pada temperatur tinggi.

## KESIMPULAN

Telah berhasil dilakukan sintesis baja feritik ODS dengan kandungan kromium tinggi yaitu sejumlah 20% secara mekanik (*mechanosynthesis*) dengan teknik pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) menggunakan HEM (*High Energy ball Milling*). Hasil analisis menunjukkan bahwa sebagian besar matriks telah terbentuk menjadi paduan dengan nilai kekerasan bahan di atas rata-rata baja konvensional serta hampir sama dengan baja ODS komersil. Lebih lanjut lagi, sampel hasil sintesis ini memiliki ketahanan oksidasi yang cukup baik pada temperatur tinggi. Sebagai perbaikan ke depannya perlu ditingkatkan waktu milling bahan agar diperoleh paduan yang lebih baik.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju PSTBM-BATAN Bapak Drs. Gunawan, M.Sc. atas dukungan dan arahnya. Penelitian ini didanai dengan anggaran DIPA PSTBM-BATAN.

## REFERENSI

- [1]. A. Hirata, T. Fujita, Y. R.Wen, et al., Atomic structure of nanoclusters in oxide-dispersion-strengthened steels *Nature Materials* 10 (2011) 922-926.
- [2]. Z. Oksiutaa, M. Lewandowska, P. Unifantowicz, et al., Influence of  $Y_2O_3$  and Fe<sub>2</sub>Y additions on the formation of nano-scale oxide particles and the mechanical properties of an ODS RAF steel, *Fusion Engineering and Design*, 86 (2011) 2417–2420.
- [3]. P. Unifantowicz, Z. Oksiuta, P. Olier, et al., Microstructure and mechanical properties of an ODS RAF steel fabricated by hot extrusion or hot isostatic pressing, *Fusion Engineering and Design* 86 (2011) 2413–2416.
- [4]. A.K. Rivai, Devi Anggarini, Arbi Dimiyati, et al., Preliminary Study of Synthesis of TiO<sub>2</sub>-Dispersed Steel by Mechanical Alloying, *Proceeding of the 3rd International Conference on Physics 2012*, ISBN: 979-95620-2-3, (2012) 235-238.
- [5]. A.K. Rivai, Devi Anggarini, Pius Sebleku, et al., Sintesa Dan Karakteristik Baja ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) dengan Kandungan Krom Tinggi, *Prosiding of Seminar Nasional Material dan Metalurgi 2012 - LIPI*, ISSN: 2085 -0492, (2012) 385-392.
- [6]. C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials Science* 46 (2001) 1-184.
- [7]. S. Ohtsuka, T. Kaito, S. Ukai, et al., High temperature reaction tests between high-Cr ODS ferritic steels and U–Zr metallic fuel, *Journal of Nuclear Materials* 441 (2013) 286–292.
- [8]. F. Yang<sup>1</sup>, Z. Guo, L. Guo, et al., Effects of  $Y_2O_3$ , Ti and Forming Processes on ODS-Iron Based Alloy, *Journal of Nanomedice and Nanotechnology* 4:1 (2013) 1-3.
- [9]. Q.X. Sun, T. Zhang, X.P. Wang, et al., Microstructure and mechanical properties of oxide dispersion strengthened ferritic steel prepared by a novel route, *Journal of Nuclear Materials*, 424 (2012) 279–284.
- [10]. S. Pasebania, A. K. Dutt, J. Burns, et al., Oxide Dispersion Strengthened Nickel Based Alloys via Spark Plasma Sintering, *Materials Science and Engineering. A* 630 (2015) 155–169.

- [11]. ODS PM 2000 *data sheet*  
([http://www.matweb.com/search/datasheet\\_print.aspx?matguid=3601ea51c9214945a63e9330afb457d3&n=1](http://www.matweb.com/search/datasheet_print.aspx?matguid=3601ea51c9214945a63e9330afb457d3&n=1))

## **Studi Penambahan Aluminium dan Pengaruh Penggunaan *Chill* terhadap Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Paduan Kuningan**

Alvian Toto<sup>1</sup>, Hosta Ardhayananta<sup>2</sup>, dan Muhammad Shena<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia*

<sup>2</sup>*Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia*

<sup>3</sup>*Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia*

### **ABSTRACT**

*Addition of alloying elements and solidification behavior on casting process influence microstructure, hardness and impact strength of alpha brass. This study was comparing microstructure, hardness and impact strength by varying 0, 1, 2, 3, 4%wt of Al and the effect of chill as solidification treatment. The alloys were characterized by Optical Emission Spectroscopy (OES), metalography, X-ray Diffraction (XRD), Brinnell hardness test and impact test. Addition of Al and Cu chill decrease grain size. Addition of Al and Cu chill increase hardness and impact strength of Cu-Zn-Al alloys.*

### **ABSTRAK**

*Penambahan unsur paduan dan perilaku solidifikasi pada proses pengecoran mempengaruhi struktur mikro, kekerasan dan kekuatan impact paduan Cu-Zn berfasa alfa. Pada penelitian ini dilakukan perbandingan sifat kekerasan, kekuatan impak dan struktur mikro dengan variasi penambahan 0,1,2,3,4 %berat Al dan penambahan chill pada cetakan sebagai perlakuan solidifikasi. Paduan ini dikarakterisasi dengan uji komposisi Optical Emission Spectroscopy (OES), uji metalografi, uji X-Ray Difraksi (XRD), uji kekerasan Brinnel, dan uji Impak Charpy. Hasilnya adalah penambahan aluminium dan penggunaan chill tembaga pada cetakan mereduksi butir paduan. Penambahan aluminium dan penggunaan chill tembaga pada cetakan meningkatkan nilai kekerasan dan nilai kekuatan impak paduan Cu-Zn-Al.*

**Keywords:** Cu-Zn-Al, Alloy, microstructure, hardness, impact strength

\* Corresponding author's email: [alvian.toto@mat-eng.its.ac.id](mailto:alvian.toto@mat-eng.its.ac.id) , [hostaa@mat-eng.its.ac.id](mailto:hostaa@mat-eng.its.ac.id), Tel +62-89-690232592

### **PENDAHULUAN**

Kuningan (Brass) merupakan paduan tembaga (Cu) sebagai logam dasar dan seng (Zn) sebagai pemadu utama. Sifat mekanik yang baik dan ketahanan korosi yang baik menyebabkan kuningan dapat diaplikasikan dalam berbagai kondisi kerja. Penggunaan kuningan sangat luas meliputi material kelongsong, proyektil dan rim peluru pada industri persenjataan. Selain itu, kuningan digunakan sebagai propeller penggerak kapal, roda gigi, poros, pipa saluran, valve penutup pipa dan pompa. [2].

Paduan kuningan (Cu – Zn) memiliki 6 fasa yaitu  $\alpha$ ,  $\gamma$ ,  $\eta$ ,  $\epsilon$ ,  $\delta$  dan  $\beta$ . Namun, fasa yang umumnya diaplikasikan adalah fasa  $\alpha$  dan fasa  $\beta$ . Fasa  $\alpha$  merupakan fasa yang lunak, mampu menerima beban kejut dan memiliki konduktivitas listrik tinggi. Fasa  $\alpha$  memiliki struktur kristal FCC. Fasa ini dapat diperoleh dari tembaga murni hingga penambahan 35% berat Zn pada tembaga. Penambahan Zn di bawah persentase



tersebut tidak menyebabkan munculnya fasa lain dalam paduan Cu. Paduan Cu melarutkan logam Zn ke dalam fasa  $\alpha$ . Fasa  $\beta$  merupakan fasa senyawa intermetalik Cu-Zn. Fasa  $\beta$  bersifat keras dan getas. Fasa  $\beta$  murni dapat dibentuk apabila terdapat paduan Cu dengan kadar Zn sebesar 45-50% berat. Penggabungan sifat antara fasa  $\alpha$  dan fasa  $\beta$  menghasilkan paduan yang memiliki kekerasan tinggi disertai kemampuan menerima beban kejut yang memadai. [4]

Peningkatan kekerasan pada kuningan dapat dilakukan melalui *solution hardening*, *precipitation hardening* dan *grain refinement*. Peningkatan kekerasan melalui *solution hardening* dilakukan dengan menambahkan unsur paduan pada Cu sehingga paduan tersebut larut dalam fasa  $\alpha$  Cu. Sedangkan peningkatan kekerasan melalui *precipitation hardening* dilakukan dengan menambahkan unsur paduan hingga terbentuk 2 fasa yaitu fasa  $\alpha$  dan fasa  $\beta$ . Kemudian, fasa  $\beta$  dilarutkan dalam fasa  $\alpha$  melalui proses *solution treatment* disertai dengan proses *aging*. Proses ini menghasilkan fasa  $\alpha$  sebagai matriks dan fasa  $\beta$  sebagai presipitat penguat. Proses penghalusan butir (*grain refinement*) juga dapat meningkatkan kekerasan kuningan. Semakin halus butir menyebabkan semakin banyak batas butir. Batas butir merupakan bagian keras pada logam. Proses penghalusan butir dilakukan dengan penambahan inokulan sebagai inti beku dan pendinginan cepat. Unsur pepadu aluminium (Al) juga berfungsi sebagai promotor terbentuknya fasa  $\beta$  dan inokulan untuk menghaluskan butir. Penggunaan chill berfungsi sebagai media untuk mempercepat pembekuan dan menghaluskan butir. [4]

## METODOLOGI

### Material

Cu murni 99% berat oleh PT. Sutindo, Zn 99,5% berat oleh PT. Kartini Utama dan Al ingot 99% berat sebagai logam paduan. Chill logam Cu murni 99% dari PT. Sutindo. Pasir silika (SiO<sub>2</sub>), Pasir bentonit (clay) dan air sebagai cetakan. Kayu sebagai rangka cetakan.

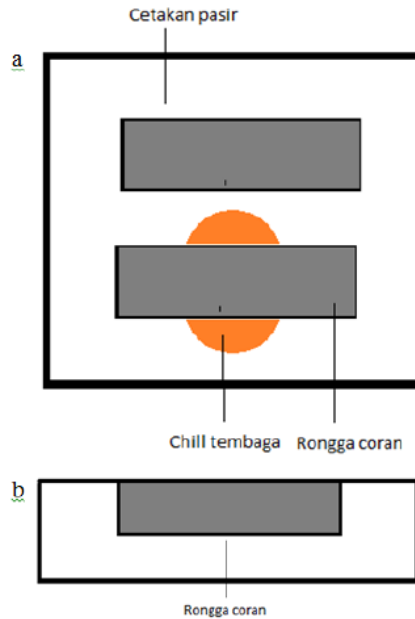
### Preparasi Paduan Cu-Zn-Al

Tabel 1. menunjukkan komposisi kimia dari bahan baku untuk menghasilkan paduan Cu-Zn-Al. Bahan baku paduan diletakkan dalam cawan lalu dimasukkan ke dalam *crucible furnace*. Proses pelelehan dalam *crucible furnace* dilakukan dengan memanfaatkan panas yang terjadi akibat reaksi pembakaran bahan bakar berbentuk gas propane/butane dan kokas dengan O<sub>2</sub>. Panas ini tertahan dalam ruang bakar tertutup tabung *crucible furnace*. Proses ini dilakukan hingga logam Cu-Zn-Al meleleh.

**Tabel 1.** Komposisi bahan baku paduan Cu-Zn-Al

Material	Zn (gr)	Al (gr)	Cu (gr)	Zn (% berat)	Al (% berat)	Cu (% berat)
Cu-Zn	95	-	415	17	-	Balance
Cu-Zn-1Al	95	5	410	17	1	Balance
Cu-Zn-2Al	95	10	405	17	2	Balance
Cu-Zn-3Al	95	15	400	17	3	Balance
Cu-Zn-4Al	95	20	395	17	4	Balance

Lelehan logam paduan dalam cawan dikeluarkan dari *crucible furnace*, kemudian dituang dalam cetakan pasir rongga terbuka. Gambar 1. menunjukkan skema cetakan pasir dalam sebuah rangka cetakan. Terdapat jenis rongga terbuka tanpa penambahan chill dan rongga terbuka dengan penambahan chill pada bagian tengah rongga.



**Gambar 1.** Skema cetakan pasir (a) tampak atas dan (b) tampak depan

**Pengukuran**

*Optical Emission Spectroscopy (OES)* digunakan untuk mengukur komposisi kimia paduan. Setiap hasil paduan dipreparasi sehingga membentuk spesimen dengan dimensi 20x20x10 mm. Kemudian dilakukan pengukuran komposisi dan dilakukan perbandingan komposisi antara sebelum dan setelah proses pemaduan. *X-ray Diffraction (XRD)* digunakan untuk menganalisa fasa yang terbentuk pada paduan. Spesimen XRD dipreparasi dengan memotong hasil pemaduan menjadi dimensi 5x5x5 mm. *Optical Microscope* digunakan untuk mengetahui morfologi struktur mikro dari fasa yang terbentuk. Setiap hasil paduan dipreparasi sehingga membentuk spesimen dengan dimensi 20x20x10 mm. *Hardness Rockwell B* digunakan untuk mengukur kekerasan paduan. Setiap hasil paduan dipreparasi sehingga membentuk spesimen dengan dimensi 20x20x10 mm. *Impact Charpy* digunakan untuk mengetahui kemampuan paduan menerima beban kejut. Hasil pemaduan dipreparasi menjadi ukuran 10x10x55 mm kemudian diberi takikan sedalam 2 mm untuk pengujian *impact*.

**HASIL**

**Komposisi Kimia Hasil Uji OES**

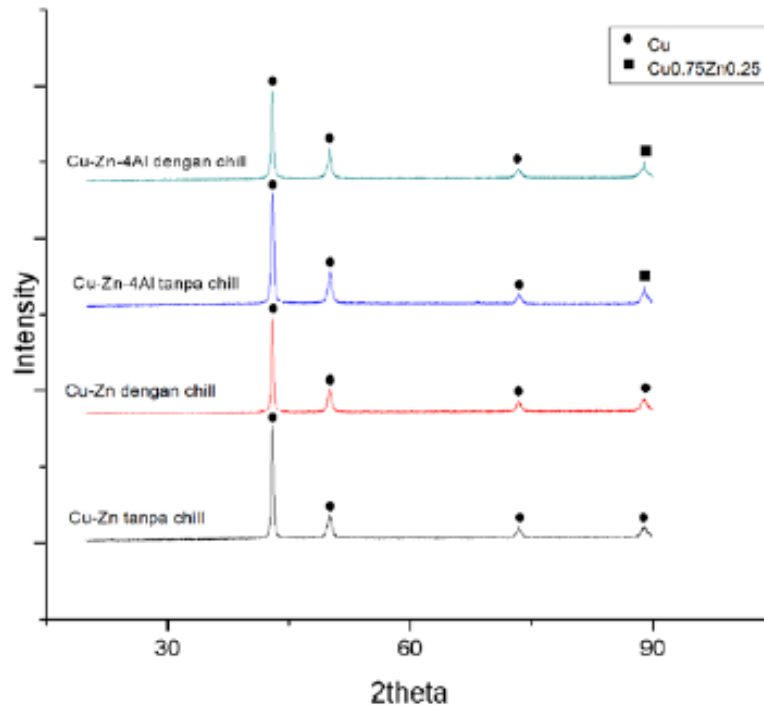
Tabel 2. menunjukkan komposisi kimia hasil proses pemaduan Cu-Zn-Al dalam *crucible furnace*. Temperatur yang tidak dapat dikontrol ketika proses pelelehan paduan menyebabkan terjadinya perubahan komposisi pada hasil coran paduan Cu-Zn-Al.

**Tabel 2.** Komposisi paduan Cu-Zn-Al hasil uji OES

Material	Zn (% berat)	Al (% berat)	Pengotor (% berat)	Cu (%berat)
Cu-Zn	16,5	0,08	< 0,2	Balance
Cu-Zn-1Al	16	1,36	< 0,3	Balance
Cu-Zn-2Al	14,3	2,76	< 0,4	Balance
Cu-Zn-3Al	14,4	3,13	< 0,2	Balance
Cu-Zn-4Al	15,2	4,39	< 0,4	Balance

### Analisa XRD Paduan Cu-Zn-Al

Gambar 2. menunjukkan pola XRD pada beberapa kondisi paduan hasil cor. Paduan Cu dengan 17% Zn yang mengalami proses pembekuan dalam cetakan pasir tanpa chill dan cetakan pasir dengan penambahan chill memiliki fasa Cu  $\alpha$ . Paduan Cu dengan 17%Zn dan 4% Al yang mengalami pembekuan dalam cetakan pasir tanpa chill dan cetakan pasir dengan chill memiliki fasa Cu  $\alpha$  dan fasa Cu<sub>0,75</sub>Zn<sub>0,25</sub>. Berdasarkan komposisi fasa Cu<sub>0,75</sub>Zn<sub>0,25</sub> diketahui bahwa fasa ini juga termasuk dalam fasa Cu  $\alpha$ . Unsur Zn yang muncul pada hasil uji merupakan fraksi Zn yang larut dalam larutan padat fasa Cu  $\alpha$ .



**Gambar 2.** Pola difraksi X-ray paduan Cu-Zn tanpa chill pada cetakan pasir, Cu-Zn dengan penambahan chill pada cetakan pasir, Cu-Zn-4Al tanpa chill pada cetakan pasir dan Cu-Zn-4Al dengan penambahan chill pada cetakan pasir.

### Struktur Mikro Paduan Cu-Zn-Al

Gambar 3. menunjukkan hasil pengujian metalografi paduan Cu-Zn-Al yang mengalami pembekuan dan pendinginan dalam cetakan pasir. Penambahan unsur Al dalam paduan menyebabkan butir fasa Cu  $\alpha$  menjadi semakin halus. Pengaruh Al dalam paduan meningkatkan inti beku selama proses solidifikasi. Inti beku dapat memperbanyak jumlah butir yang terbentuk sehingga dapat menghasilkan hasil butir yang halus.



**Gambar 3.** Foto struktur mikro paduan yang mengalami pembekuan dalam cetakan pasir (a) Cu-Zn, (b) Cu-Zn-1Al, (c) Cu-Zn-2Al, (d) Cu-Zn-3Al dan (e) Cu-Zn-4Al

Gambar 4. menunjukkan hasil pengujian metalografi paduan Cu-Zn-Al yang mengalami pembekuan dan pendinginan cepat. Proses pendinginan cepat terjadi pada bagian yang dekat dengan chill. Penambahan unsur Al dalam paduan menyebabkan butir fasa Cu  $\alpha$  menjadi semakin halus. Pengaruh Al dalam paduan meningkatkan inti beku selama proses solidifikasi. Inti beku dapat memperbanyak jumlah butir yang terbentuk sehingga dapat menghasilkan hasil butir yang halus. Penggunaan chill dalam pembekuan paduan Cu-Zn-Al membuat struktur mikro hasil pembekuan lebih halus.



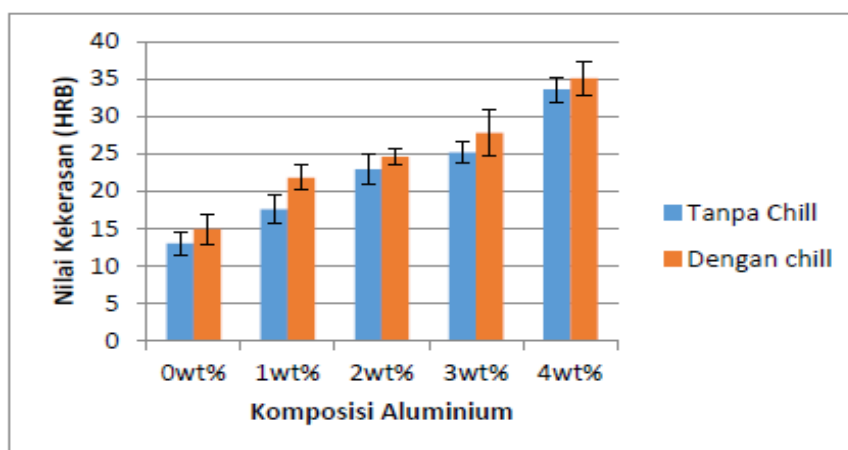
**Gambar 4.** Foto struktur mikro paduan yang mengalami pembekuan pada zona yang mendekati chill (a) Cu-Zn, (b) Cu-Zn-1Al, (c) Cu-Zn-2Al, (d) Cu-Zn-3Al dan (e) Cu-Zn-4Al

**Tabel 3.** Sifat kekerasan dan kekuatan impact paduan Cu-Zn-Al

Material	Kekerasan (HRB)	Kekuatan Impact (J/mm <sup>2</sup> )
Cu-Zn pembekuan pasir	13	0,008
Cu-Zn-1Al pembekuan pasir	17,6	0,014
Cu-Zn-2Al pembekuan pasir	22,9	0,022
Cu-Zn-3Al pembekuan pasir	25,2	0,028
Cu-Zn-4Al pembekuan pasir	33,6	0,043
Cu-Zn pembekuan chill	14,5	0,041
Cu-Zn-1Al pembekuan chill	21,8	0,051
Cu-Zn-2Al pembekuan chill	24,3	0,053
Cu-Zn-3Al pembekuan chill	26,9	0,055
Cu-Zn-4Al pembekuan chill	35,1	0,060

#### Kekerasan Paduan Cu-Zn-Al

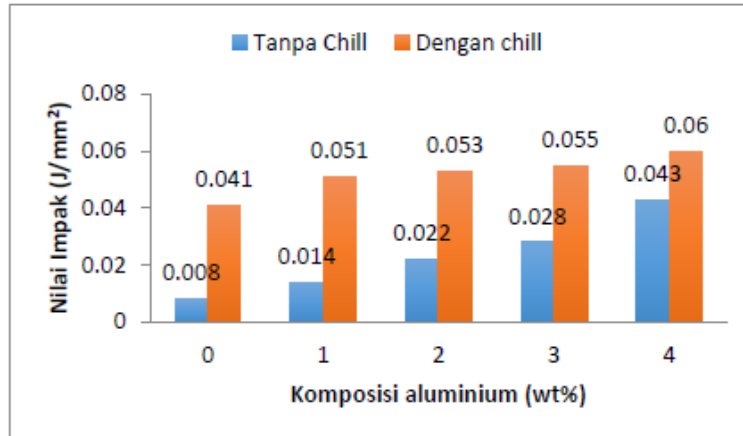
Gambar 5. menunjukkan sifat kekerasan paduan Cu-Zn-Al. Penambahan Al dalam paduan meningkatkan kekerasan dari paduan. Penggunaan chill pada proses pembekuan paduan juga meningkatkan kekerasan paduan Cu-Zn-Al.



**Gambar 5.** Sifat kekerasan paduan Cu-Zn-Al dengan pendinginan dalam cetakan pasir dan pendinginan cepat menggunakan chill

#### Kekuatan Impact Paduan Cu-Zn-Al

Gambar 6. menunjukkan sifat kekuatan impact paduan Cu-Zn-Al. Penambahan Al dalam paduan meningkatkan kekuatan impact dari paduan. Penggunaan chill pada proses pembekuan paduan juga meningkatkan kekuatan impact paduan Cu-Zn-Al.



**Gambar 6.** Sifat kekuatan impact paduan Cu-Zn-Al dengan pendinginan dalam cetakan pasir dan pendinginan cepat menggunakan chill

Tabel 3. menunjukkan pengaruh penambahan Al dan penggunaan chill terhadap kekerasan dan kekuatan impact paduan Cu-Zn-Al. Penambahan Al sebagai inoculan dan penggunaan chill sebagai pendingin dapat meningkatkan jumlah inti ketika proses pembekuan. Hal ini menyebabkan butir akhir paduan berukuran halus dan meningkatkan jumlah batas butir. Batas butir merupakan daerah yang terdapat tegangan. Sehingga menghasilkan paduan yang memiliki sifat lebih keras. Selain itu peningkatan batas butir juga meningkatkan sifat kekuatan impact paduan.

## KESIMPULAN

1. Pengaruh penambahan aluminium dan penggunaan *chill* tembaga pada cetakan membuat ukuran butir menjadi lebih halus.
2. Pengaruh penambahan aluminium dan penggunaan chill tembaga pada cetakan meningkatkan kekerasan paduan Cu-Zn-Al. Nilai kekerasan paduan Cu-Zn-Al meningkat seiring penambahan komposisi aluminium, Nilai kekerasan tertinggi terdapat pada paduan Cu-Zn-4Al dengan *chill* pada cetakan dengan nilai kekerasan 35.08 HRB.
3. Pengaruh penambahan aluminium dan penggunaan chill tembaga pada cetakan meningkatkan kekuatan impact paduan Cu-Zn-Al. Nilai kekuatan impact paduan Cu-Zn-Al meningkat seiring penambahan komposisi aluminium. Nilai kekuatan impact tertinggi terdapat pada paduan Cu-Zn-4Al dengan *chill* pada cetakan dengan nilai impact 0.06 J/mm<sup>2</sup>.

## REFERENSI

- Chastain, S.D., (2004), *Metal Casting: A Sand Casting Manual For the Small Foundry* Vol. II. USA: Chastain Publisher
- Davis, J.R., (2001), *Understanding the Basic Alloying*. ASM International. United States of America.
- Flemings, Merton C. (1974), *Solidification Processing*. USA: McGraw-Hill, Inc.
- Haq dan Khan., (2007), *Investigation on Structure and Properties of Brass Casting*. Kuala Lumpur: International Islamic University Malaysia
- Hutahaean, Gunawan dan Ardhyanta, Hosta., (2015), *Pengaruh Penambahan Seng (Zn) Terhadap Nilai Kekerasan dan Struktur Mikro Paduan Tembaga-Seng (Cu-Zn) Melalui Proses Pengecoran*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- Konečná, Radomilada Fintová, Stanislava., (2012), *Copper and Copper Alloys: Casting, Classification and Characteristic Microstructures*. University of Žilina

Pantazopoulo, G dan Vazdirvanidis, A., (2008), Characterization of the Microstructural Aspects of Machinable a-b Phase Brass. Athena: ELKEME Hellenic Research Centre for Metals  
Sadayappan, M. ,(2004), Grain Refinement of Permanent Mold cast Copper Base Alloys. USA: Materials Technology Laboratory  
Sudjana, Hadi., ( 2008), Teknik pengecoran untuk SMK. Jakarta: Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan.

## **Studi Pengaruh Temperatur Pada Zona Transisi Hasil *Furnace Brazing* Baja Karbon Rendah dengan Logam Pengisi Kuningan**

Rochim Suratman<sup>1, a</sup>, Afina Hasna Ghaida Taufik<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[rochim@material.itb.ac.id](mailto:rochim@material.itb.ac.id)

### **Abstrak**

*Brazing adalah salah satu proses penyambungan material dimana logam pengisi dicairkan dan didistribusikan dengan menggunakan gaya kapilaritas antara permukaan logam pengisi dengan permukaan logam induknya. Untuk memperoleh sambungan yang baik, metoda furnace brazing membutuhkan parameter yang perlu dikontrol. Oleh karena itu dilakukan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh parameter yang diberikan terhadap zona transisi yang dihasilkan. Variasi temperatur diberikan kepada setiap sambungan dengan parameter lain yang sama agar didapatkan kondisi yang paling optimum untuk proses brazing yang dilakukan. Semua rangkaian yang sudah melalui tahap grinding kemudian diberikan pembebanan dengan baut dan mur sebesar 25Nm. Keempat rangkaian dilakukan furnace brazing selama 2 jam dengan temperatur yang berbeda. Pembentukan ikatan metalurgi yang kuat pada sambungan hasil furnace brazing dipengaruhi oleh difusi yang terjadi antara logam pengisi dan logam induk. Identifikasi senyawa intermetalik dilakukan dengan karakterisasi unsur di zona transisi menggunakan Energy Dispersive X-ray Spectroscopy dan dikonfirmasi dengan mengukur nilai kekerasan menggunakan microvickers hardness test. Pada penelitian ini dibuktikan bahwa temperatur mempengaruhi besar zona transisi yang terbentuk juga berpengaruh terhadap pembentukan senyawa intermetalik. Semakin tinggi temperatur pemrosesan maka zona transisi semakin rendah yang disebabkan adanya pembebanan yang memengaruhi internal friction atom-atom spesimen. Selain itu semakin tinggi temperatur pemrosesan dapat menghasilkan fasa intermetalik yang terbentuk dengan jumlah yang semakin besar.*

**Kata kunci:** brazing, difusi, transisi, temperatur, intermetalik.

### **PENDAHULUAN**

*Brazing adalah salah satu proses penyambungan material dimana logam pengisi dicairkan dan didistribusikan dengan menggunakan gaya kapilaritas antara permukaan logam pengisi dengan permukaan logam induknya tanpa melibatkan proses pencairan pada logam induknya<sup>[1]</sup>. Sambungan yang dihasilkan dari proses *brazing* merupakan sambungan heterogen, yang berarti memiliki komposisi yang terdiri dari dua jenis fasa yang memiliki karakteristik fisik dan kimia yang berbeda. Proses peleburan yang sebagian (hanya pada logam pengisi) dikombinasikan dengan proses difusi yang terjadi dapat mengubah komposisi fisik dan kimia pada zona transisi yang terbentuk pada sambungan logam pengisi dengan logam induk. Oleh karena itu, zona transisi dapat dijadikan penentu kekuatan dari sambungan *brazing*. Namun, proses *brazing* dapat menyebabkan terbentuknya senyawa intermetalik pada zona transisi yang bersifat getas. Pembentukan senyawa intermetalik tersebut harus dihindari karena dapat menyebabkan terjadinya pengintian retakan pada logam pengisi. Agar mendapatkan hasil sambungan yang berkualitas baik dapat dilakukan kontrol pada*

aspek- aspek seperti: karakteristik logam induk, karakteristik logam pengisi, persiapan permukaan, desain sambungan, karakteristik penyebaran logam pengisi, paduan logam pengisi dengan logam induk, dan temperatur dan waktu pemrosesan. Pada penelitian ini peneliti ingin menentukan pengaruh temperatur terhadap besar zona transisi dan pembentukan senyawa intermetalik hasil sambungan dengan metode *furnace brazing*.

## METODE

Spesimen baja karbon rendah dan kuningan diidentifikasi komposisi terlebih dahulu menggunakan karakterisasi *Optical Emission Spectroscopy (OES)*. Kedua jenis spesimen tersebut kemudian dipotong dengan ukuran panjang x lebar x tinggi untuk logam induk baja karbon rendah sekitar 4 cm x 2.5 cm x 2.5 cm, dan untuk logam pengisi kuningan sekitar 4 cm x 2.5 cm x 0.5 cm. Spesimen yang sudah dipotong kemudian diberi lubang pada bagian tengahnya menggunakan mata bor berdiameter 7 mm. Permukaan spesimen baja karbon rendah dan kuningan yang akan bersentuhan digrinding dengan kertas ampelas grit 80. Spesimen yang telah melalui proses preparasi tersebut dirakit menjadi 4 buah rakitan dimana tiap rakitan terdiri dari 2 buah pelat baja karbon rendah sebagai logam induk dan kuningan diantara kedua pelat baja karbon rendah sebagai logam pengisi. Rakitan tersebut kemudian disambungkan dengan baut dan mur menggunakan pembebanan dari kunci momen sebesar 25 kN. Keempat buah rakitan yang sudah dipersiapkan sebelumnya diberikan pemanasan pada tungku dengan temperatur yang berbeda – beda yaitu 900°C, 950°C, 1000°C, dan 1050°C selama 2 jam. Karakterisasi untuk menentukan besar zona transisi dilakukan dengan karakterisasi metalografi. Pengamatan unsur dilakukan dengan pengujian *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS)*. Pengamatan terbentuknya senyawa intermetalik dilakukan dengan pengujian kekerasan *microvickers*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Identifikasi Material

Identifikasi material yang akan digunakan dalam penelitian dilakukan dengan menggunakan karakterisasi *Optical Emission Spectroscopy (OES)* dan poses metalografi. Pengujian OES dilakukan pada pelat baja dan kuningan yang digunakan. Hasil OES baja yang dibandingkan dengan komposisi AISI 1015 memiliki unsur dengan persentasi yang cukup sesuai. Sehingga pelat baja yang digunakan dapat dikatakan sebagai AISI 1015.

**Tabel 1. Perbandingan Komposisi Baja Spesimen dari Literatur <sup>[2]</sup>**

Sumber	Unsur (%)				
	C	S	P	Mn	Fe
Hasil OES	0,156	0,005	0,015	1,093	98,426
AISI 1015	0,13-0,18	0-0,05	0-0,04	0,3-0,6	99,13-99,57

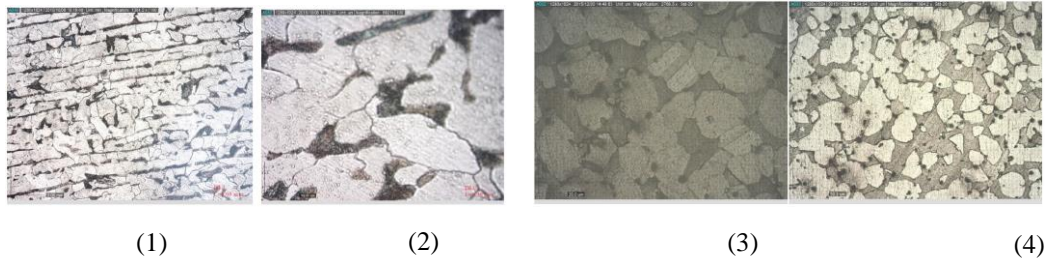
Hasil OES kuningan dibandingkan dengan komposisi UNS 28000 memiliki unsur dengan persentase yang cukup sesuai. Sehingga pelat kuningan yang digunakan dapat dikatakan sebagai UNS 28000. Paduan ini memiliki rentang titik leleh yang rendah sehingga memiliki sifat wetting yang baik dan dapat menghasilkan sambungan yang baik.

**Tabel 2. Perbandingan Komposisi Kuningan Spesimen dari Literatur <sup>[2]</sup>**

Sumber	Unsur (%)			
	Zn	Pb	Fe	Cu
Hasil OES	39,1891	3,69253	0,40077	55,6534
UNS 28000	36,3-41	0-0,3	0,070	59-63



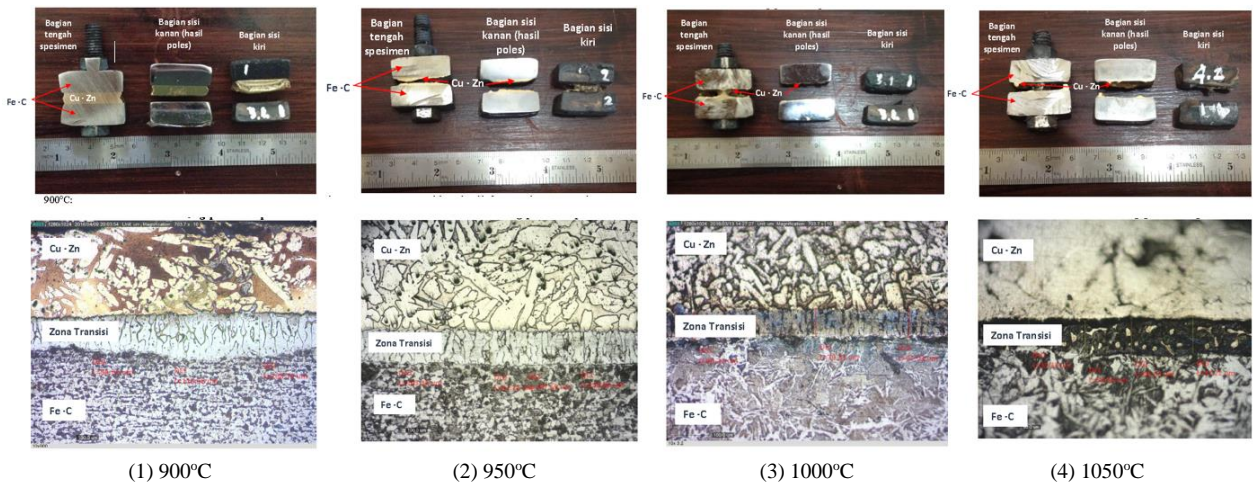
Hasil metalografi awal pelat baja yang digunakan. Pada struktur mikro baja terdapat garis-garis yang merupakan *banded structure* yang terbentuk dari hasil pengerolan. Pada struktur mikro baja terdapat butir gelap dan terang. Butir gelap merupakan perlit dan butir terang menunjukkan fasa ferit. Pada struktur mikro hasil metalografi kuningan terdapat dua buah fasa, butir yang gelap merupakan fasa  $\beta$  dan butir yang terang merupakan fasa  $\alpha$ .



**Gambar 1. (1) & (2) Hasil Metalografi Baja, (3) & (4) Hasil Metalografi Kuningan**

**2. Hasil Furnace Brazing Spesimen**

Dengan metalografi didapatkan rata-rata jarak difusi atau zona transisi yang terbentuk. Pada teori, semakin tinggi temperatur maka atom akan bergerak lebih cepat karena jumlah vakansi pada logam meningkat sehingga semakin tinggi temperatur akan didapatkan besar zona transisi yang semakin besar [3]. Tetapi hasil percobaan menunjukkan hasil yang tidak sesuai.



**Gambar 2. Pengamatan Visual dan Hasil Metalografi Keempat Spesimen**

Pada temperatur 900°C didapatkan zona transisi yang paling besar karena temperatur 900 °C laju paling cepat terjadi pada difusi Cu kedalam  $\alpha - p$  Fe. Pada baja karbon,  $\alpha$  memiliki struktur kristal BCC. Pada literature [4] dapat diketahui bahwa difusi substitusi ke Fe BCC memiliki difusivitas yang lebih tinggi, dibandingkan ke FCC. Hal ini dapat terjadi karena FCC memiliki struktur kristal yang lebih rapat dibandingkan dengan BCC. Sehingga didapatkan zona transisi yang paling besar. Kemudian pada temperatur 950°C dan 1000°C terlihat bahwa terdapat peningkatan besar zona transisi. Terjadi penurunan besar zona transisi pada temperatur 1050°C disebabkan adanya fenomena *dezincification* sehingga difusi tidak sebaik hasil *brazing* spesimen lainnya.

**Tabel 3. Besar Zona Transisi Pada Keempat Spesimen**

Temperatur	900°C	950°C	1000°C	1050°C
Tebal rata-rata ( $\mu\text{m}$ )	90	76.11	79.44	45.60

Dengan adanya data ketebalan hasil *furnace brazing* maka besar difusivitas spesimen pada percobaan dapat ditentukan. Penentuan nilai difusivitas ditentukan dengan menggunakan persamaan *Fick's Second Law* <sup>[5]</sup> (1). Untuk menggunakan persamaan ini diperlukan data konsentrasi yang didapatkan dari hasil EDS.

$$C_{(x,t)} = \frac{(C_1+C_2)}{2} + \frac{(C_1-C_2)}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (1)$$

**Tabel 4. Besar Difusivitas Pada Tiap Spesimen dari Hasil Percobaan**

Temperatur (°C)	C(x,t) (wt%)	C <sub>1</sub> (wt%)	C <sub>2</sub> (wt%)	x (m)	t (s)	D (m <sup>2</sup> /s)
900	79.82	98.426	0.40077	0.000096	7200	8.28 x 10 <sup>-13</sup>
950	89.89	98.426	0.40077	0.000076	7200	1.17 x 10 <sup>-13</sup>
1000	86.75	98.426	0.40077	7.94E-05	7200	3.144 x 10 <sup>-13</sup>
1050	97.78	98.426	0.40077	4.56E-05	7200	2.339 x 10 <sup>-14</sup>

### 3. Perbandingan nilai Difusivitas Teoritis dan Percobaan

Perhitungan difusivitas secara teoritis dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan *Arrhenius* <sup>[3]</sup> (1). Data koefisien difusi tanpa bergantung pada temperatur (D<sub>0</sub>) dan energi aktivasi (Q) didapatkan dari literatur <sup>[1]</sup>, besar konstanta gas 8,31 J/mol K dan temperatur yang digunakan adalah 900°C, 950°C, 1000°C dan 1050°C. Karena data difusivitas awal Zn ke Fe dan C ke Cu tidak ditemukan maka diasumsikan bahwa difusi yang terjadi pada masing-masing paduan hanya melibatkan satu elemen.

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

Dengan bantuan *Einstein's Mathematical Studies* <sup>[3]</sup> (2) maka besar zona transisi yang akan didapatkan dapat diketahui pula (dengan t: 2 jam).

$$x = \sqrt{2Dt} \quad (2)$$

Pada temperatur 900°C, nilai koefisien difusi Cu dalam α - p Fe memiliki nilai yang lebih besar dibandingkan Fe dalam Cu. Maka pada temperatur 900°C kelarutan Cu dalam α - p Fe berperan dominan dalam pembentukan zona transisi. Sedangkan pada temperatur 950°C, 1000°C dan 1050°C didapatkan koefisien difusi paling besar adalah difusi γ-Fe dalam Cu sehingga difusi tersebut yang berperan dominan pada pembentukan zona transisi.

Bila hasil perhitungan difusivitas secara teoritis dan hasil percobaan dibandingkan maka terlihat bahwa hasil difusivitas percobaan memiliki nilai yang lebih kecil dibandingkan dengan difusivitas pada perhitungan. Hal ini membuktikan bahwa pada kenyataannya apabila rakitan diberikan pembebanan tekan, maka atom - atom dalam material akan lebih tertekan dan akan menghalangi pergerakan atomnya. Penurunan koefisien yang terjadi diakibatkan oleh gaya penekanan yang diberikan sehingga dapat memperkecil *interatomic distance* dan menahan gerakan dari atom. Karena saat gaya penekanan diberikan, atom-atom akan cenderung saling mendekat dan akan mengurangi tempat kosong yang menjadi lokasi perpindahan atom.

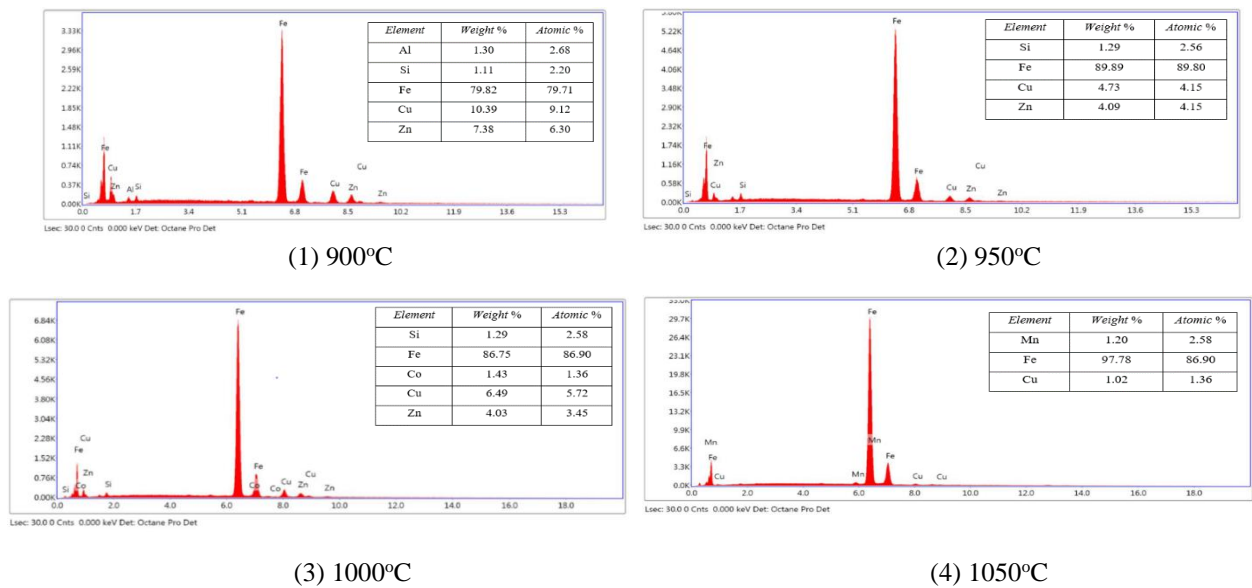
**Tabel 5. Besar Difusivitas Spesimen Dari Perhitungan Teoritis**

Temperatur	Difusi Material		D <sub>0</sub> (m <sup>2</sup> /s)	Q (J/mol)	D (m <sup>2</sup> /s)	x (m)
900°C	Fe	In Cu	0.000101	213300	3.17E-14	2.14E-05
	Cu	In α - p Fe	0.03	283900	6.73E-11	9.84742E-05
950°C	γ-Fe	In Cu	0.00014	216900	7.54E-13	3.30E-05
	Cu	In γ-Fe	0.000019	272600	4.26E-17	7.84E-07

1000°C	$\gamma$ -Fe	In Cu	0.00014	216900	1.74E-13	5.01E-05
	Cu	In $\gamma$ -Fe	0.000019	272600	1.22E-16	1.33E-06
1050°C	$\gamma$ -Fe	In Cu	0.00014	216900	3.78E-13	7.38E-05
	Cu	In $\gamma$ -Fe	0.000019	272600	3.24E-16	2.16E-06

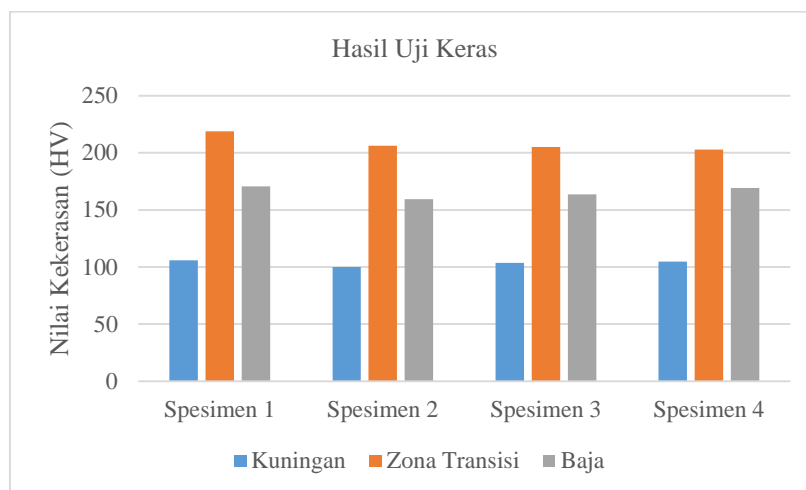
4. Analisa Pembentukan Senyawa Intermetalik dari Hasil EDS dan Hasil Uji Microvickers

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui unsur-unsur yang terdapat pada zona transisi. Dari hasil EDS terlihat bahwa unsur yang dominan dan selalu ada pada tiap spesimen adalah Fe, Cu dan Zn kecuali pada temperatur 1050°C. Keberadaan unsur-unsur tersebut membuktikan bahwa difusi yang dominan adalah difusi Fe ke Cu atau Cu ke Fe. Selain itu terlihat juga bahwa terdapat penurunan kadar Zn pada tiap spesimen. Hal ini disebabkan oleh adanya fenomena *dezincfication*. Dengan memperhatikan aspek keelektronegatifan dari tiap unsur maka perkiraan fasa intermetalik yang terbentuk adalah Fe-Cu, Cu-Zn dan Fe-Zn.



**Gambar 3. Kurva Hasil Pengujian EDS Pada Keempat Spesimen**

Keberadaan fasa intermetalik dibuktikan dengan pengujian kekerasan pada zona transisi, logam induk dan logam pengisi. Hasil dari pengujian kekerasan menggunakan metode Microvickers tersebut adalah terdapat kenaikan kekerasan pada bagian zona transisi dari tiap spesimen. Maka dapat disimpulkan bahwa terbentuk fasa intermetalik pada zona transisi.



**Gambar 4. Grafik Hasil Pengujian Kekerasan Pada Keempat Spesimen**

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka didapatkan kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan sebagai berikut:

1. Besar ketebalan zona transisi hasil furnace brazing pada sambungan baja karbon rendah dan kuningan UNS 28000 pada temperatur 900°C adalah 90  $\mu\text{m}$ , pada temperatur 950°C adalah 76.11  $\mu\text{m}$ , pada temperatur 1000°C adalah 79.44  $\mu\text{m}$ , dan pada temperatur 1050°C adalah 45,6  $\mu\text{m}$ .
2. Semakin tinggi temperatur maka kemungkinan terbentuknya senyawa intermetalik yang terbentuk semakin besar. Nilai pengujian kekerasan *microvickers* pada temperatur 900°C adalah 218.75 HV, pada temperatur 950°C adalah 206.25 HV, pada temperatur 1000°C adalah 205 HV, dan pada temperatur 1050°C adalah 202.75 HV.
3. Senyawa intermetalik yang mungkin terbentuk diantaranya adalah Fe-Cu, Cu-Zn, dan Fe-Zn.

## REFERENSI

- [1] M. P. Groover, *Fundamentals of Modern Manufacturing – Materials, Processes, and Systems* 4<sup>th</sup> Edition, USA, 2010.
- [2] F. C. Campbell, *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*, USA, 2008.
- [3] K. E. Thelning, *Steel and its Heat Treatment*, India, 1984.
- [4] E. A. Brandes, G. B. Brook, *Smithells Metals References Book*, seventh ed, Oxford, 1992.
- [5] P. G. Shewmon, *Transformations in Metals*, New York, 1969.

## **Pengaruh penambahan Molibdenum (Mo) pada paduan Fe-Cr-Mo (*Chromolly steel*) terhadap struktur mikro dan sifat mekaniknya** **Ayu Pratiwi Hanidah Satriyo Putri**

Ayu Pratiwi Hanidah Satriyo Putri<sup>1,a</sup>, Sri Bimo Pratomo<sup>2</sup>, dan Pawawoi<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi, Universitas Jenderal Achmad Yani, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup>Balai Besar Logam dan Mesin, Kementerian Perindustrian, Bandung, Indonesia

[aphsatriyop@yahoo.com](mailto:aphsatriyop@yahoo.com)

### **Abstrak**

*Baja paduan Cr-Mo digunakan karena memiliki sifat yang keras tetapi tangguh. Molibdenum sebagai bainite promotor akan meningkatkan kecenderungan terbentuknya bainite, sehingga akan meningkatkan kekerasan serta kekuatan tarik. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh kadar molibdenum terhadap perubahan struktur mikro serta perubahan sifat mekaniknya yaitu kekerasan, ketahanan aus, kekuatan dan ketahanan impak baja paduan CrMo. Penambahan molibdenum akan menyebabkan bainite island yang terbentuk semakin halus dan merata sehingga kekerasan, ketahanan aus dan kekuatan tarik meningkat, sedangkan elongasi menurun. Terlihat bahwa kekuatan impak tidak berubah secara signifikan.*

**Kata kunci:** molibdenum, bainite promotor, bainite island

### **PENDAHULUAN**

Molibdenum merupakan unsur paduan yang penting pada baja paduan karena dapat menghasilkan kombinasi kekuatan, ketangguhan dan ketahanan aus yang sangat baik sesuai dengan mekanisme pembentukan fasa yang terjadi yang tergantung kepada konsentrasi unsur pepaduan serta parameter perlakuan panas yang dilakukan<sup>[1]</sup>. Salah satunya melalui mekanisme pembentukan mikrostruktur bainit (*bainite*)<sup>[2]</sup>. Bainit memiliki kekerasan dan ketahanan aus yang lebih tinggi dibandingkan perlit (*pearlite*)<sup>[3]</sup>. Molibdenum dapat ditambahkan untuk menghasilkan berbagai tipe paduan, antara lain untuk baja paduan struktur, baja tahan karat, baja perkakas, baja tahan panas dan baja paduan lainnya<sup>[4]</sup>. Baja paduan *Chromium-Molibdenum* (Fe-Cr-Mo) atau *chromolly steel* merupakan salah satu baja paduan struktur yang banyak diaplikasikan pada komponen otomotif yang diberi beban besar<sup>[5]</sup>, sehingga diperlukan konsentrasi molibdenum yang akan menghasilkan kombinasi sifat mekanik yang optimal.

Banyak penelitian yang meneliti tentang pengaruh molibdenum terhadap struktur mikro dan sifat mekanis baja. Tetapi belum banyak penelitian yang meneliti tentang pengaruh molibdenum pada baja Cr-Mo. Berdasarkan hal tersebut maka penelitian ini dilakukan untuk melihat pengaruh penambahan molibdenum terhadap struktur mikro dan sifat mekanis baja Cr-Mo.

### **METODE**

Kegiatan penelitian dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu tahap pembuatan sampel, tahap perlakuan panas dan tahapan pengujian. Tahap pembuatan sampel dilakukan dengan cara pengecoran yang dimulai dari pembuatan pola, pembuatan cetakan pasir, proses peleburan, proses pengambilan sampel uji komposisi dan proses penuangan logam cair ke dalam cetakan pasir. Proses peleburan ini menggunakan tungku induksi. Sampel yang dibuat adalah empat jenis baja paduan CrMo dengan target 0.4% C, 0.4% Si, 1% Mn, 0.9% Cr serta variasi konsentrasi Mo sebesar 0%, 0.4%, 0.8% dan 1.2%. Berdasarkan target tersebut kemudian dibuat neraca massa sebagai dasar proses pemaduan dan peleburan paduan.

Sebelum proses penuangan sampel, dilakukan pengujian komposisi kimia dengan menggunakan spektrometer sehingga dapat dipastikan bahwa komposisi kimia logam cair sesuai dengan target cor dan dapat dilanjutkan ke proses penuangan logam cair. Proses penuangan logam cair dilakukan pada temperatur 1659°C selama 5-7 detik. Sampel kemudian dipotong dengan mesin bubut.

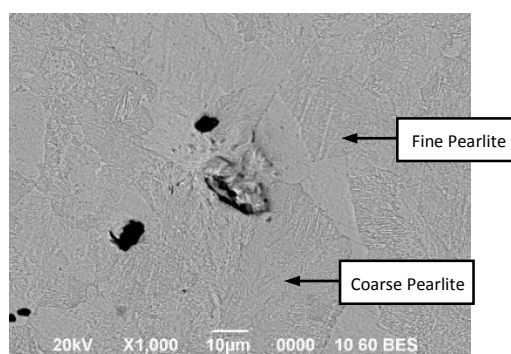
Tahap perlakuan panas dilakukan dengan proses *normalizing* pada temperatur penahanan 920°C selama 30 menit di dalam tungku kemudian dibiarkan mendingin di udara terbuka. Tahap pengujian yang dilakukan yaitu pengujian sifat mekanik yang terdiri dari pengujian kekerasan dengan menggunakan alat uji keras Rockwell C dan micro Vickers, pengujian ketahanan aus, pengujian ketangguhan dengan alat uji *impact* Charpy dan pengujian tarik serta pengujian struktur mikro dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Komposisi Mo pada masing-masing sampel ditargetkan sebesar 0%, 0.4%, 0.8% dan 1.2%. Hasil dari pengujian komposisi kimia dengan spektrometer sesuai dengan target cor tersebut.

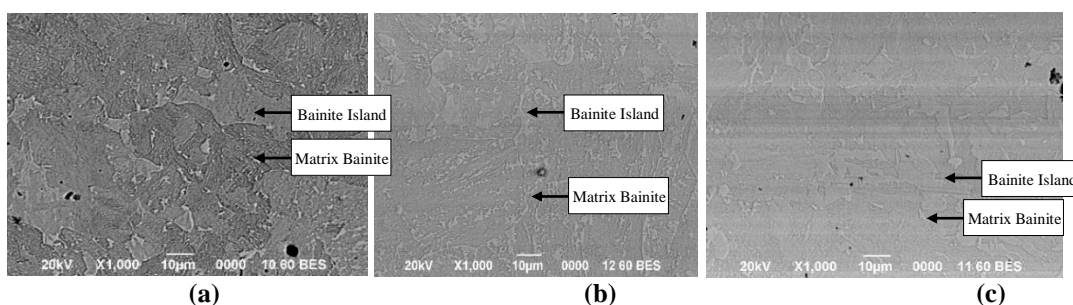
Untuk mengetahui struktur mikro baja paduan CrMo tersebut maka dilakukan pemeriksaan struktur mikro menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan larutan etsa Nital 3%. Hasil pemeriksaan struktur mikro sampel 0% Mo dapat dilihat pada gambar 1 yang menunjukkan bahwa spesimen 0% Mo memiliki fasa *fully pearlite* dengan *fine pearlite* pada bagian yang lebih halus dan *coarse pearlite* pada bagian yang lebih kasar. Hal ini dapat diperkirakan dengan melihat bahwa kandungan karbon pada spesimen tersebut melebihi batas kelarutan karbon pada fasa *ferrite* sehingga karbon tidak terlarut di dalam fasa *ferrite* tetapi mengendap sebagai karbida (*cementite*) di dalam fasa *ferrite*.

*Fine pearlite* memiliki kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan *coarse pearlite* karena jarak antar lamel pada *fine pearlite* lebih kecil dibandingkan *coarse pearlite*. Jarak antar lamel yang lebih kecil akan meningkatkan kerapatan antar lamel, kerapatan tersebut akan meningkatkan densitas dislokasi, sehingga meningkatkan kekuatan luluh.<sup>[6]</sup> Jarak antar lamel dan densitas dislokasi pun berpengaruh terhadap peningkatan kekerasan<sup>[7]</sup>. Hal ini sesuai dengan hasil pemeriksaan kekerasan fasa *fine pearlite* dan *coarse pearlite* yang memiliki kekerasan masing-masing sebesar 25.7 HRc dan 21.5 HRc.



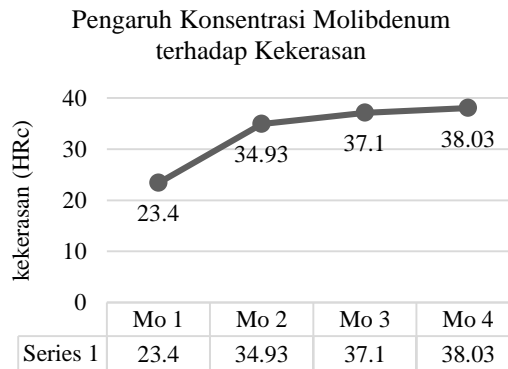
**Gambar 1 Struktur mikro spesimen 0% Mo**

Pada gambar 2 terlihat bahwa struktur mikro spesimen 0.4% Mo, 0.8% Mo dan 1.2% Mo adalah *fully bainite* yang terdiri dari *bainite island* pada bagian yang lebih terang dan *matrix bainite* pada bagian yang lebih gelap. Fasa *bainite* terbentuk atas penambahan unsur Mo yang menyebabkan tertahannya pembentukan *pearlite* dan meningkatnya pembentukan *bainite* pada diagram *continuous cooling temperature* (CCT)<sup>[1]</sup>. Dari gambar 2 terlihat bahwa semakin tinggi komposisi Mo pada suatu spesimen, maka semakin kecil ukuran *bainite island* yang terbentuk tetapi semakin tersebar merata.



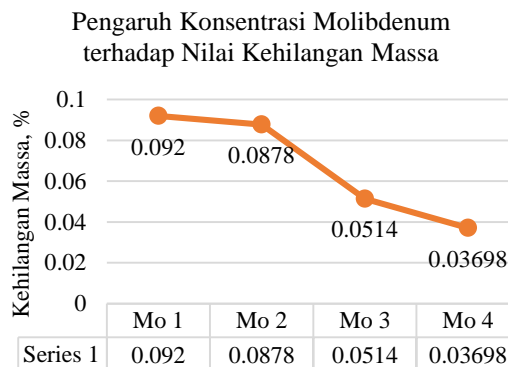
**Gambar 2 Struktur mikro (a) spesimen 0.4% Mo; (b) spesimen 0.8% Mo; (c) spesimen 1.2% Mo**

Terbentuknya fasa *bainite* menyebabkan peningkatan kekerasan sampel karena difusi Mo dengan mekanisme substitusi dengan unsur Fe pada fasa austenite<sup>[8]</sup>. Atom Mo sebagai atom yang lebih besar akan menyebabkan tegangan tekan pada kisi logam induk dan akan berasosiasi dengan dislokasi pada bagian atasnya. Tegangan tekan ini yang menyebabkan spesimen ini menjadi lebih keras. Semakin banyak unsur paduan yang ditambahkan, maka semakin keras paduan tersebut<sup>[9]</sup>. Kekerasan *bainite island* lebih tinggi dibandingkan *matrix bainite*, karena ukuran butir *bainite island* lebih halus dibandingkan *matrix bainite*.



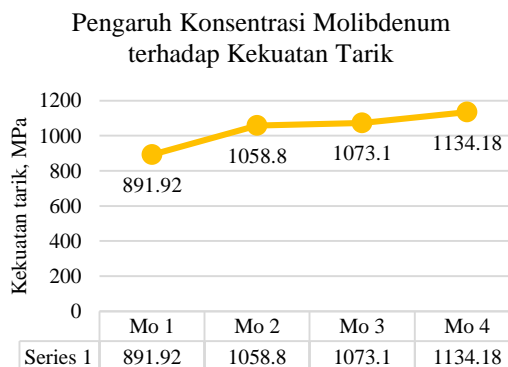
**Gambar 3 Pengaruh konsentrasi Mo terhadap kekerasan sampel**

Pada gambar 3, dapat dilihat bahwa semakin besar kandungan Mo, maka semakin tinggi kekerasan sampel. Hal ini diakibatkan oleh terbentuknya fasa *bainite* yang memiliki kekerasan lebih tinggi dibandingkan fasa *pearlite*<sup>[3]</sup> serta *bainite island* yang terbentuk semakin kecil tetapi semakin tersebar merata sehingga meningkatkan kekerasan sampel.

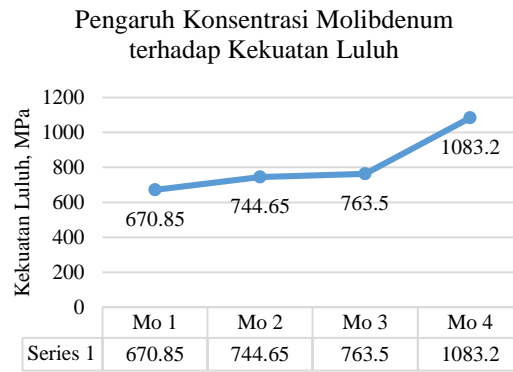


**Gambar 4 Pengaruh konsentrasi Mo terhadap nilai kehilangan massa sampel**

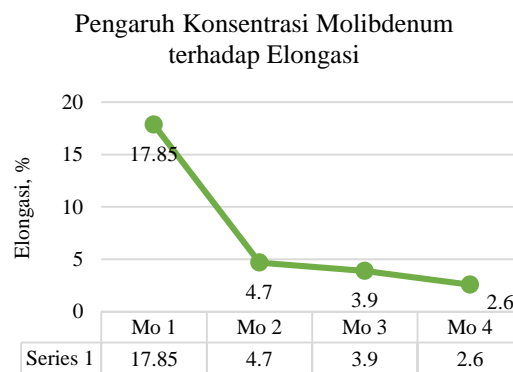
Pada gambar 4, dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi Mo, maka semakin rendah persentase kehilangan massa atau semakin tinggi ketahanan aus material tersebut. Hal tersebut dikarenakan peningkatan kekerasan sampel uji berpengaruh terhadap peningkatan ketahanan aus sampel<sup>[3]</sup>.



**Gambar 5 Pengaruh konsentrasi Molibdenum terhadap kekuatan tarik**

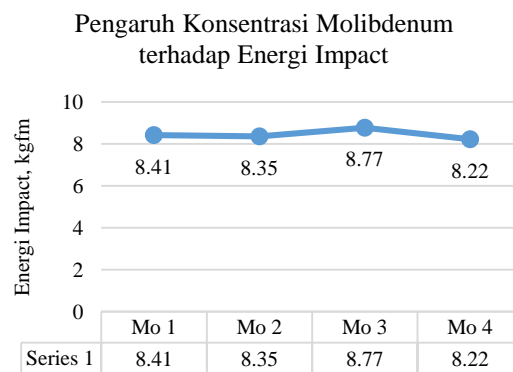


**Gambar 6 Pengaruh konsentrasi Molibdenum terhadap kekuatan luluh**



**Gambar 7 Pengaruh konsentrasi Molibdenum terhadap elongasi**

Pada gambar 5, dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi Mo maka semakin tinggi kekuatan tariknya. Hal ini dikarenakan peningkatan konsentrasi Mo akan meningkatkan massa jenis dislokasi sehingga kekuatan tarik meningkat<sup>[10]</sup>. Gambar 6 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi Mo maka semakin tinggi kekuatan luluhnya. Gambar 7 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi Mo, maka semakin rendah persentasi elongasinya.



**Gambar 8 Pengaruh konsentrasi Mo terhadap energi impact**

Secara teoritis, nilai kekerasan berbanding terbalik dengan energi *impact*. Karena semakin tinggi nilai kekerasan, maka material akan semakin getas dan energi yang terserap akan menurun. Namun, pada gambar 5 menunjukkan bahwa kandungan Mo mampu menahan energi *impact* agar tidak berubah secara signifikan.



Berdasarkan hasil perbandingan sifat mekanik masing-masing sampel, maka sampel dengan kombinasi sifat mekanik yang paling optimal adalah sampel dengan 0.4% Mo, karena spesimen tersebut memiliki kekerasan, ketahanan aus dan kekuatan yang baik, tetapi tetap memiliki ketangguhan yang cukup baik dibandingkan dengan sampel lain.

## **KESIMPULAN**

Penambahan unsur Molibdenum menyebabkan terbentuknya fasa *fully bainite* (*matrix bainite* dan *bainite island*) sehingga menyebabkan terjadinya peningkatan kekerasan yang berbanding lurus dengan ketahanan aus, kekuatan tarik dan kekuatan luluh. Semakin tinggi penambahan unsur Molibdenum juga menyebabkan fasa *bainite island* yang terbentuk semakin kecil tetapi tersebar merata sehingga semakin tinggi kekerasan, ketahanan aus dan kekuatan sampel. Penambahan unsur Molibdenum mampu menahan energi *impact* agar tidak berubah secara signifikan. Baja paduan Cr-Mo dengan kombinasi sifat mekanik paling optimal adalah baja paduan Cr-MO dengan 0.4% Molibdenum dengan nilai kekerasan sebesar 34.93 HRC, nilai kehilangan massa sebesar 0.0878%, nilai kekuatan tarik sebesar 1058.8 MPa, nilai kekuatan luluh sebesar 744.65 dan nilai elongasi sebesar 4.7%.

## **REFERENSI**

- [1] G. Krauss, "Heat Treated Low-Alloy Carbon Steels: The Benefits of Molybdenum," in *International Seminar on Applications of Mo in Steels*, Beijing, 2010.
- [2] H. Mochrbacher, "Principal Effects of Mo in HSLA Steels and Cross Effect with Microalloying Elements," in *International Seminar in Applications of Mo in Steels*, Beijing, 2010.
- [3] U.S. Department of Transportation, "Steel Alloys with Lower Bainite Microstructure for Use in Railroad Cars and Track," National Technical Information Service, Springfield, 2002.
- [4] H. Dong, "Effect and Applications of Mo in Alloy Steels," in *International Seminar on Applications of Mo in Steels*, Beijing, 2010.
- [5] G.-z. Quan, "A Characterization for the Constitutive Relationships of 42CrMo High Strength Steel by Artificial Neural Network and Its Application In Isothermal Deformation," in *School of Material Science and Engineering*, Chongqing, 2014.
- [6] J. J. W Morris, "The Influence of Grain Size on the Mechanical Properties of Steel," in *Lawrence Berkeley National Laboratory*, Berkeley, 2001.
- [7] P. Clayton, "Wear Behavior of Bainitic Steels," in *International Conference on Wear of Materials*, Houston, 1987.
- [8] H. K. D. H. Bhadeshia, *Bainite in Steels: Transformations, Microstructure and Properties*, London: IOM Communications Ltd, 2001.
- [9] B. T. Sofyan, *Pengantar Material Teknik*, Jakarta: Salemba Teknik, 2010.
- [10] H. E. Boyer and T. L. G. , *Metals Handbook*, Ohio: ASM International, 1985.

## AUSTEMPERING PADA BAJA COR 0,29C-2,22Si-1,02Mn

Kusmono<sup>a</sup>, M. N. Ilman, dan Y.S. Samosir

Departemen Teknik Mesin dan Industri, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta  
Jln. Grafika No. 2 Yogyakarta

[kusmono@ugm.ac.id](mailto:kusmono@ugm.ac.id)

### Abstrak

Baja bainitik memiliki keunggulan dibanding baja martensitik yakni lebih ulet dan lebih tangguh akibat struktur bainit. Baja bainitik dapat diperoleh dengan menerapkan perlakuan panas austempering pada baja. Austempering sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain suhu, waktu penahanan, dan jenis media pendingin. Pengaruh suhu dan waktu penahanan austempering terhadap struktur mikro dan sifat mekanis baja cor 0,29%C; 2,22%Si; dan 1,02%Mn dipelajari pada penelitian ini. Baja dipanaskan sampai suhu 900°C dan ditahan selama 20 menit. Selanjutnya didinginkan di dalam larutan campuran garam KNO<sub>3</sub> (80%) dan NaNO<sub>3</sub> (20%) pada suhu 350, dan 375°C selama waktu penahanan masing-masing 15, 30, 60, dan 90 menit. Perubahan struktur mikro diamati menggunakan mikroskop optik sedangkan sifat mekanis dipelajari melalui uji tarik, kekerasan, dan impact. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kenaikan suhu austempering menurunkan kekuatan tarik dan kekerasan tetapi menaikkan keuletan dan ketangguhan impact. Hal ini disebabkan karena terjadi pengasaran struktur bainit ketika kenaikan suhu austempering. Waktu penahanan yang paling optimal untuk mendapatkan kekuatan tarik tertinggi dicapai pada 15 menit sedangkan kenaikan waktu penahanan selanjutnya menyebabkan penurunan kekuatan tarik.

**Kata kunci:** baja cor, bainit, austempering

### PENDAHULUAN

*Quenching* dan *tempering* merupakan jenis perlakuan panas yang sering diterapkan pada baja untuk meningkatkan kekuatan dan kekerasan karena adanya struktur martensit temper. Namun demikian, baja hasil *quenching* dan *tempering* memiliki beberapa kelemahan antara lain keuletan dan ketangguhannya rendah, rentan retak dan distorsi. *Austempering* telah didokumentasikan sebagai jenis perlakuan panas yang tepat untuk mendapatkan kombinasi sifat kuat, keras, dan ulet sebagai akibat dari struktur bainit konvensional. Struktur bainit konvensional terdiri dari agregat ferit dan sementit berukuran pendek. Namun demikian, baja bainit konvensional mempunyai kelemahan yang cukup fundamental yaitu adanya sementit Fe<sub>3</sub>C yang memicu timbulnya retak awal sehingga menurunkan ketangguhan bahan<sup>[1]</sup>. Permasalahan ini telah mendorong pengembangan baja mutakhir, salah satu kandidatnya adalah baja bainit nir karbida atau *carbide-free bainite (CFB) steel*. Baja CFB memiliki keseimbangan sifat yang sangat kuat, ulet, dan tangguh akibat strukturnya terdiri bainit tanpa sementit dan austenit sisa. Pengembangan baja CFB dilakukan dengan mengganti fasa sementit F<sub>3</sub>C yang getas dengan fasa yang lebih ulet dan tangguh seperti austenit sisa (*retained austenite*) yang kaya dengan unsur C melalui penambahan unsur seperti Si atau Al yang dapat mencegah terbentuknya F<sub>3</sub>C<sup>[2]</sup>. Dilaporkan oleh Chang et al.<sup>[3]</sup> bahwa penambahan Si lebih besar 1,5 wt% dapat menghasilkan baja CFB.

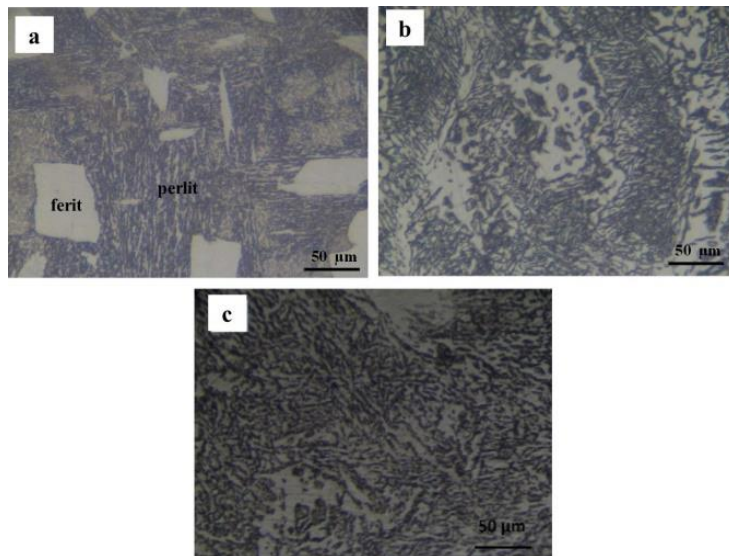
Pada penelitian ini, *austempering* diterapkan pada baja coran dengan komposisi 0,29%C-2,22%Si-1,02%Mn. Proses *austempering* sangat dipengaruhi oleh berbagai faktor antara lain suhu *austempering*, waktu penahanan, dan jenis larutan garam yang digunakan. Pengaruh *austempering* terhadap struktur mikro dan sifat mekanis dikaji pada penelitian ini. Selain itu, pengaruh suhu dan waktu penahanan *austempering* terhadap struktur mikro dan sifat mekanis juga dipelajari.

## **METODE**

Baja cor 0,29%C-2,22%Si-1,02%Mn dibuat melalui peleburan menggunakan dapur induksi. Spesimen uji tarik, impact, dan kekerasan dipotong dari baja cor tersebut. Spesimen tersebut selanjutnya diperlakukan *austempering* dengan cara memanaskan spesimen pada suhu 900°C dan ditahan selama 20 menit, dan dicelupkan ke larutan campuran garam KNO<sub>3</sub> (80%) dan NaNO<sub>3</sub> (20%) pada suhu 350 dan 375°C. Spesimen ditahan secara *isothermal* pada suhu tersebut selama variasi waktu penahanan 15, 30, 45, dan 60 menit serta diikuti dengan pendinginan di udara. Pengaruh parameter *austempering* (suhu dan waktu) terhadap struktur mikro dan sifat mekanis dipelajari pada penelitian ini.

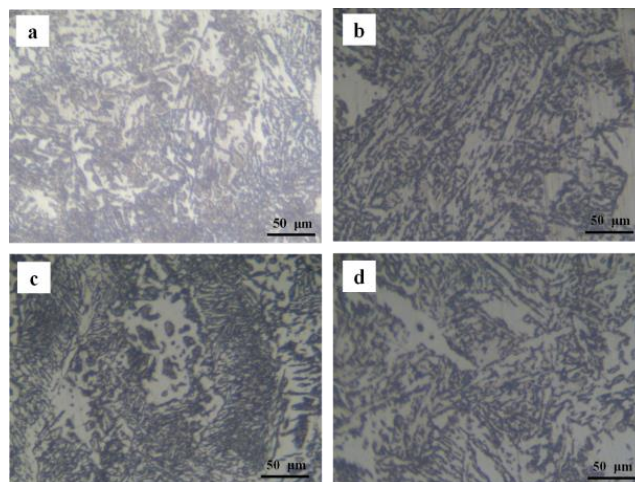
## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Gambar 1. menunjukkan struktur mikro baja kondisi *as cast* dan setelah *austempering* 350, 375°C dengan waktu penahanan yang sama 45 menit. Dari Gambar 1a dapat diamati bahwa untuk kondisi *as cast* (sebelum *austempering*), struktur mikro terdiri dari ferit (warna terang) dan perlit (warna hitam) di mana perlit lebih dominan. Struktur setelah *austempering* (Gambar 1b dan 1c) menunjukkan struktur bainit (warna hitam) dan austenit sisa (warna terang). Jadi dapat diamati bahwa proses *austempering* telah mengubah struktur dari ferit dan perlit menjadi struktur bainit tanpa sementit dan austenit sisa. Ini berarti baja CFB dapat dibuat pada penelitian ini. Selama proses *austempering*, pembentukan sementit terhalang akibat kandungan Si yang tinggi (2,22%) sehingga menghasilkan struktur bainit dan austenite sisa. Dapat diamati juga bahwa struktur bainit sebagian besar memiliki morfologi bilah (*lath*) dan lainnya nodular. Pada suhu 350°C, struktur bainit tampak lebih halus dan arahnya acak (Gambar 1b) dibanding suhu 375°C (Gambar 1c). Kenaikan suhu *austempering* memberikan pengaruh pada kenaikan ketebalan struktur bainit. Dalam arti lain, kenaikan suhu *austempering* menyebabkan pengasaran struktur bainit. Struktur mikro akan mempengaruhi sifat mekanis baja dan akan dibahas pada bagian berikutnya.



**Gambar 1. Struktur mikro: a. *as cast*    b. *austempering* 350°C, 45 menit    c. *austempering* 375°C, 45 menit**

Gambar 2. menunjukkan struktur mikro setelah *austempering* 350°C dengan variasi waktu penahanan 15, 30, 45, dan 60 menit. Struktur mikro setelah *austempering* dengan variasi waktu penahanan menunjukkan struktur yang sama yakni struktur bainit dan austenite sisa. Perbedaan yang signifikan dalam hal struktur mikro di antara variasi waktu penahanan tidak diamati secara jelas. Dibanding dengan waktu penahanan lainnya, penahanan 45 menit menghasilkan struktur bainit yang lebih halus dan lebih merata dibanding lainnya. Hal ini akan mempengaruhi sifat mekanis baja.

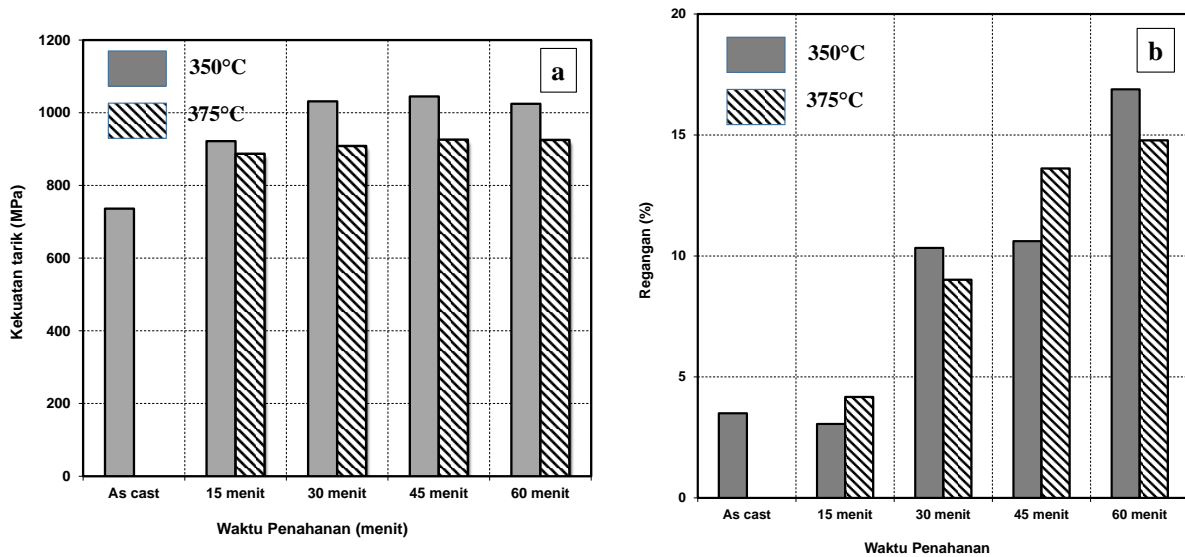


**Gambar 2. Struktur mikro hasil austempering 350°C pada variasi waktu penahanan:**  
a. 15 menit      b. 30 menit      c. 45 menit      d. 60 menit

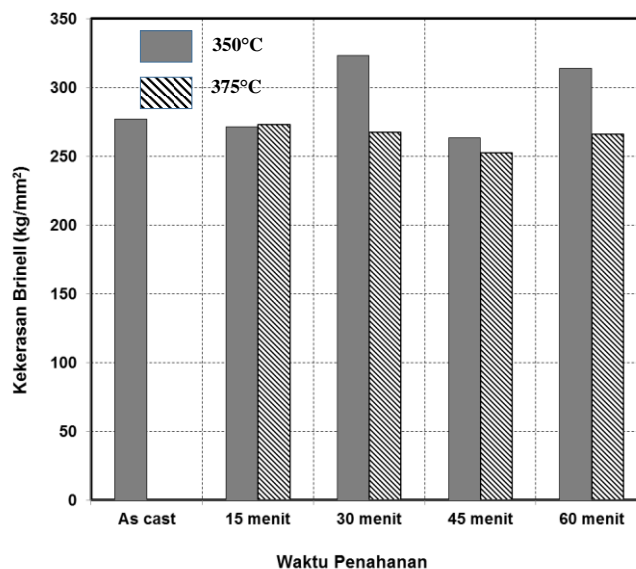
Pengaruh suhu dan waktu penahanan *austempering* terhadap kekuatan tarik dan regangan ditunjukkan seperti pada Gambar 3. Gambar 3a menunjukkan pengaruh suhu dan waktu penahanan *austempering* terhadap kekuatan tarik. Dari Gambar 3a dapat diketahui bahwa secara garis besar, proses *austempering* meningkatkan kekuatan tarik secara signifikan dibanding baja kondisi *as cast*. Peningkatan ini disebabkan karena terbentuknya struktur bainit setelah *austempering*. Tampak juga bahwa kekuatan tarik suhu *austempering* 350°C lebih tinggi dari pada suhu 375°C. Ini berarti bahwa kenaikan suhu *austempering* menyebabkan penurunan kekuatan tarik. Hal ini berkaitan dengan pengasaran struktur bainit dan austenit sisa pada suhu *austempering* lebih tinggi. Menurut Putatunda dkk.,<sup>[4]</sup> kekuatan tarik yang lebih tinggi pada suhu austempering yang lebih rendah disebabkan oleh dua faktor. Faktor pertama, pada suhu *austempering* yang lebih rendah, struktur bainit dan austenit sisa lebih halus yang selanjutnya meningkatkan kekuatan tarik. Kedua, pada suhu *austempering* lebih rendah, kandungan austenit lebih sedikit sedangkan austenit merupakan struktur yang bersifat relatif lunak. Selain itu, Mandal dkk.<sup>[5]</sup> mengatakan bahwa ada beberapa faktor yang mempengaruhi kenaikan kekuatan akibat austempering meliputi struktur bainit, austenit sisa dan densitas dislokasi yang tinggi. Selanjutnya, pada kedua suhu *austempering*, kenaikan waktu penahanan juga memberikan pengaruh terhadap kekuatan tarik. Kenaikan waktu penahanan sampai 45 menit menyebabkan peningkatan kekuatan tarik sedangkan waktu penahanan lebih dari 45 menit memberikan efek sebaliknya yakni menurunkan. Pada suhu austempering 350°C, untuk penahanan 30, 40, dan 60 menit, kekuatan tarik menunjukkan nilai yang hampir sama. Hasil ini juga didukung dengan hasil pengamatan struktur mikro di mana secara garis besar untuk ketiga waktu penahanan tidak menunjukkan perbedaan struktur mikro yang signifikan. Kekuatan tarik tertinggi dicapai pada suhu *austempering* 350°C dengan waktu penahanan 45 menit. Kekuatan tarik tertinggi ini terkait dengan struktur bainit yang paling halus dan tersebar secara merata di dalam austenit sisa seperti ditunjukkan struktur mikro pada Gambar 2a.

Pengasaran bainit pada waktu penahanan lebih dari 45 menit mungkin bertanggung jawab pada penurunan kekuatan tarik. Gambar 3b menunjukkan regangan sebagai fungsi dari suhu dan waktu penahanan *austempering*. Terlihat bahwa regangan baja setelah *austempering* lebih tinggi dari sebelum austempering. Ini berarti bahwa austempering meningkatkan keuletan baja. Kenaikan suhu austempering memberikan efek berbeda untuk waktu penahanan yang berbeda. Untuk waktu penahanan 45 menit, kenaikan suhu *austempering* menaikkan regangan sedangkan untuk waktu penahanan 60 menit, kenaikan suhu austempering justru menurunkan regangan. Selanjutnya, kenaikan waktu penahanan menyebabkan kenaikan nilai regangan. Kenaikan keuletan seiring dengan kenaikan waktu penahanan austempering disebabkan karena pengasaran bainit.

Pengaruh suhu dan waktu penahanan *austempering* terhadap kekerasan Brinell ditunjukkan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 terlihat bahwa pada untuk waktu penahanan 30, 45, dan 60 menit, nilai kekerasan Brinell untuk suhu *austempering* 350°C lebih tinggi daripada 375°C. Ini berarti kenaikan suhu *austempering* menurunkan kekerasan Brinell. Ini disebabkan karena kenaikan suhu *austempering* menyebabkan pengerasan bainit yang memberikan efek pada penurunan kekerasan Brinell. Untuk suhu *austempering* 375°C, kenaikan waktu penahanan tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap kekerasan Brinell.

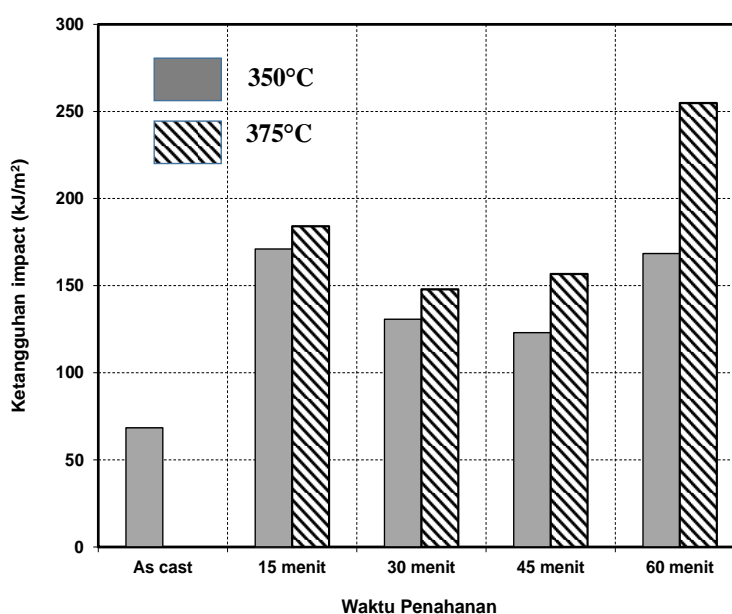


**Gambar 3. a. Pengaruh suhu dan waktu penahanan *austempering* terhadap kekuatan tarik  
b. Pengaruh suhu dan waktu penahanan *austempering* terhadap regangan**



**Gambar 4. Pengaruh suhu dan waktu penahanan *austempering* terhadap kekerasan Brinell**

Gambar 5. menunjukkan ketangguhan *impact* sebagai fungsi dari suhu dan waktu penahanan *austempering*. Dari Gambar 5 dapat diketahui bahwa proses *austempering* telah meningkatkan ketangguhan *impact* yang sangat signifikan. Peningkatan ini berkaitan dengan struktur bainit dan austenit sisa setelah *austempering*. Struktur sementit pada baja kondisi *as cast* rentan terhadap retak sehingga menghasilkan nilai ketangguhan yang rendah. Dari Gambar 5 juga terlihat bahwa nilai ketangguhan *impact* pada suhu *austempering* 375°C lebih tinggi dari pada 350°C. Ini juga berarti bahwa kenaikan suhu *austempering* meningkatkan ketangguhan *impact*. Hal ini juga berkaitan dengan pengasaran struktur bainit dan austenit sisa pada kenaikan suhu *austempering*. Selanjutnya, kenaikan waktu penahanan sampai 45 menit menyebabkan penurunan ketangguhan *impact* tetapi pada waktu penahanan 60 menit justru menaikkan ketangguhan *impact*. Kekuatan *impact* tertinggi dicapai pada suhu *austempering* 375°C untuk waktu penahanan 60 menit. Ini juga selaras dengan hasil nilai regangan seperti pada Gambar 3b di mana nilai regangan tertinggi juga dicapai pada waktu penahanan 60 menit. Dapat dipahami bahwa regangan juga menunjukkan ketangguhan dan keuletan pada material.



**Gambar 5. Pengaruh suhu dan waktu penahanan austempering terhadap ketangguhan impact**

## **KESIMPULAN**

Berdasarkan dari hasil dan pembahasan maka dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

- Austempering meningkatkan kekuatan tarik, regangan, dan ketangguhan *impact* secara signifikan. Hal ini disebabkan karena terbentuknya struktur bainit setelah austempering.
- Kenaikan suhu austempering menurunkan kekuatan tarik dan kekerasan tetapi meningkatkan keuletan dan ketangguhan *impact*. Struktur bainit dan austenit sisa mengalami pengasaran ketika suhu austempering naik
- Kekuatan tarik dan regangan meningkat seiring dengan kenaikan waktu penahanan austempering. Kekuatan tarik tertinggi dicapai pada waktu penahanan 45 menit sedangkan ketangguhan *impact* tertinggi dicapai pada 60 menit.

## **UCAPAN TERIMA KASIH**

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kemristekdikti RI atas dukungan dana melalui hibah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi UGM No. 951/UN1-P.III/LT/DIT-LIT/2016 tanggal 1 Maret 2016.

**REFERENSI**

- [1] F.G. Caballero, M.J. Santofimia, C. Capdevila, C.C. Mateo, and C.G.D. Andres, Design of advanced bainitic steels by optimisation of TTT diagrams and to curves, *ISIJ International*. 46 (2006) 1479-1488
- [2] S. Sharma, S. Sangal, and K. Mondal, Development of new high-strength carbide-free bainitic steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 42A (2011) 3921-3933.
- [3] L.C. Chang and H.K.D.H. Bhadeshia. *Materials Science and Engineering A*. 184(1994) L17-L19.
- [4] S.K. Putatunda, C. Martis, and J. Boileau, Influence of austempering temperature on the mechanical properties of a low carbon low alloy steel. *Materials Science and Engineering A*, 528(2011) 5053-5059.
- [5] D. Mandal, M. Ghosh, J. Pal, S.G. Chowdhury, G. Das, S.K. Das, S. Ghosh, Evolution of microstructure and mechanical properties under different austempering holding time of cast Fe-1.5Si-1.5Mn-V steels, *Materials and Design*, 54(2014) 831-837.

**Pengaruh *tempering* terhadap struktur mikro dan kekuatan impact  
pada baja karbon sedang 0,45 C - 0,238 Si - 0,704 Mn - 0,942 Cr  
Fathan Bahfie, M. Yunus, Fajar Nurjaman**

*Balai Penelitian Teknologi Mineral, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Lampung Selatan, Indonesia*

fathanbahfie@gmail.com

**Abstrak**

*Dalam penelitian ini telah dipelajari pengaruh proses perlakuan panas dari baja karbon sedang, dengan komposisi 0,45 C - 0,238 Si - 0,704 Mn - 0,942 Cr, terhadap struktur mikro dan kekuatan impact. Proses perlakuan panas yang dilakukan terhadap material baja karbon sedang adalah berupa thermal hardening, yaitu dipanaskan hingga temperatur austenisasi 910 °C selama 30 menit, kemudian didinginkan secara cepat dengan menggunakan oli sebagai media pendingin. Proses tempering dilakukan pada temperatur 300°C hingga 600°C dengan waktu tahan selama 60 menit. Analisa struktur mikro dan uji impact dilakukan terhadap material baja tersebut dengan menggunakan mikroskop optik dan alat uji impact Charpy. Dari hasil penelitian, nilai kekuatan impact tertinggi diperoleh pada proses tempering 600 °C, yaitu 1.249 J/mm<sup>2</sup> dengan struktur mikro terdiri dari ferrit dan perlit. Semakin tinggi temperatur tempering, maka semakin banyak struktur ferrit dan semakin halus ukuran butir ferite yang terbentuk.*

**Kata kunci:** baja karbon sedang, perlakuan panas, struktur mikro, kekuatan impact

**PENDAHULUAN**

Seiring dengan perkembangan jaman dan teknologi, banyak kalangan dunia industri yang menggunakan logam sebagai bahan utama operasional atau sebagai bahan baku produksinya. Baja karbon banyak digunakan terutama untuk membuat alat-alat perkakas, alat-alat pertanian, komponen-komponen otomotif dan kebutuhan rumah tangga. Dalam aplikasi penggunaannya, logam akan terkena pengaruh beban kejut sehingga menimbulkan deformasi atau perubahan bentuk. Usaha menjaga agar logam lebih tahan terhadap beban kejut atau impact adalah dengan cara memberikan proses perlakuan panas pada material baja, hal ini memegang peranan penting dalam upaya meningkatkan ketangguhan baja sesuai kebutuhan. Proses ini meliputi pemanasan baja pada suhu tertentu, dipertahankan pada waktu tertentu dan didinginkan pada media tertentu pula. Perlakuan panas mempunyai tujuan untuk meningkatkan ketangguhan dan keuletan, menghilangkan tegangan internal, menghaluskan struktur/butir kristal, dan sebagainya. Misalnya, pada industri otomotif proses perlakuan panas yang dilakukan terhadap baja digunakan untuk mendapatkan kualitas baja yang keras dan kuat agar mudah dibentuk pada saat proses pengerjaan mesin berlangsung dalam pembuatan komponen-komponen suatu mesin. Tujuan ini akan tercapai seperti apa yang diinginkan jika memperhatikan faktor yang mempengaruhinya, seperti suhu pemanasan dan media pendingin yang digunakan.

Salah satu proses perlakuan panas pada baja adalah pengerasan (*hardening*), yaitu proses pemanasan baja sampai suhu di daerah atau diatas daerah kritis disusul dengan pendinginan yang cepat dinamakan *quench*, Akibat proses *hardening* pada baja, maka timbulnya tegangan dalam (*internal stresses*), dan rapuh (*britles*), sehingga baja tersebut belum dapat digunakan. Oleh karena itu pada baja tersebut perlu dilakukan proses lanjut yaitu *temper*. Dengan proses *temper* kekerasan dapat diturunkan sampai memenuhi syarat penggunaan, kekuatan tarik akan turun sedangkan keuletan dan ketangguhan akan meningkat. Namun yang menjadi permasalahan sejauh mana sifat -sifat yang memenuhi syarat yang diinginkan ini dapat dicapai



melalui proses *temper*. Dalam penelitian ini akan dipelajari pengaruh proses temper terhadap ketahanan impact dari material baja karbon sedang dengan komposisi 0,45 C - 0,238 Si - 0,704 Mn - 0,942 Cr.

#### **METODE PENELITIAN**

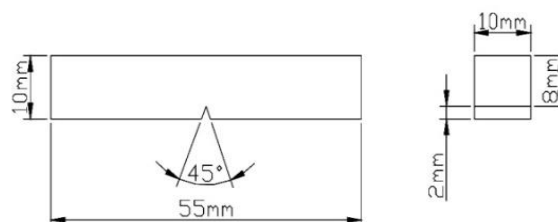
Dalam penelitian ini, baja karbon sedang diberi perlakuan panas dengan cara dipanaskan hingga temperatur austenisasi, yaitu 950°C, selama 30 menit yang dilanjutkan dengan proses pendinginan cepat (*quench*) menggunakan media oli. Material dipanaskan kembali (*tempering*) pada temperatur 300, 400, 500, dan 600°C selama 60 menit. Komposisi dari baja karbon sedang tampak pada Tabel 1.

Material yang digunakan sebagai spesimen uji baja karbon sedang berbentuk batang sebanyak 18 buah (tabel 1) ukuran standar ASTM E-23 panjang 55 mm, lebar 10 mm, tebal 10 mm, diberi takik pada bagian tengah spesimen kedalaman 2 mm dan sudut 45° seperti gambar 1.

Pengujian impact dilakukan dengan menggunakan alat uji impact jenis *Charpy*. Uji impact dilakukan untuk mengetahui ketangguhan atau keuletan suatu bahan (*specimen*) yang akan diuji dengan cara pembebanan secara tiba-tiba atau dengan pembebanan secara kejut terhadap benda yang akan diuji secara statik. Benda uji dibuat takikan terlebih dahulu sesuai dengan standar ASTM E-2323 dengan dimensi ukuran: panjang 55 mm, lebar 10 mm, tebal 10 mm, dan diberi takik pada bagian tengah spesimen kedalaman 2 mm dan sudut 45°, seperti tampak pada Gambar 1.

**Tabel 1. Hasil Uji Komposisi Baja Karbon Sedang**

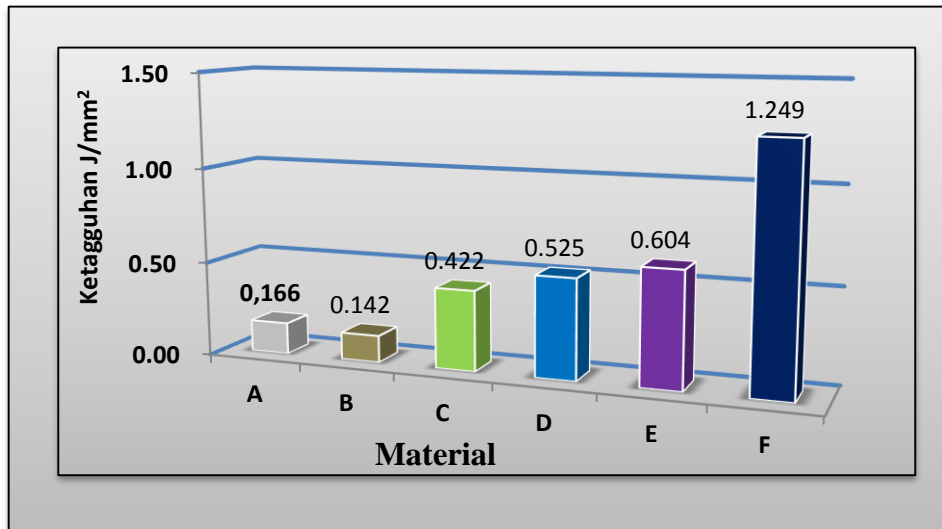
Unsur	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	S	P
% Berat	0,455	0,238	0,704	0,942	0,299	0,235	0,013	0,013



**Gambar 1. Skema Spesimen Uji Impact Standar ASTM E-23**

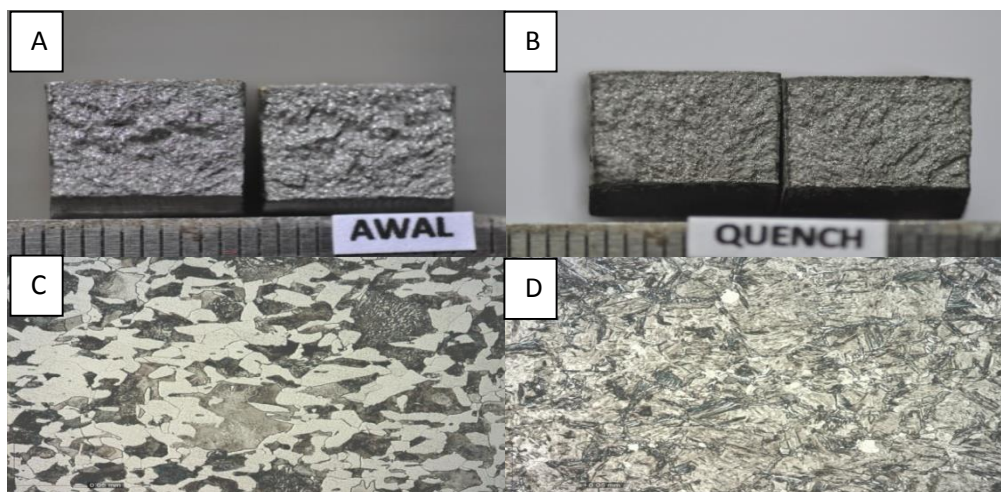
#### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dari hasil uji impact, seperti tampak pada Gambar 2, didapatkan nilai ketangguhan tertinggi dihasilkan dari baja karbon sedang yang diberikan proses perlakuan *tempering* 600°C selama 60 menit, yaitu sebesar 1,249 J/mm<sup>2</sup>. Dari Gambar 2, tampak bahwa nilai impact akan semakin meningkat seiring dengan semakin tingginya temperatur tempering.



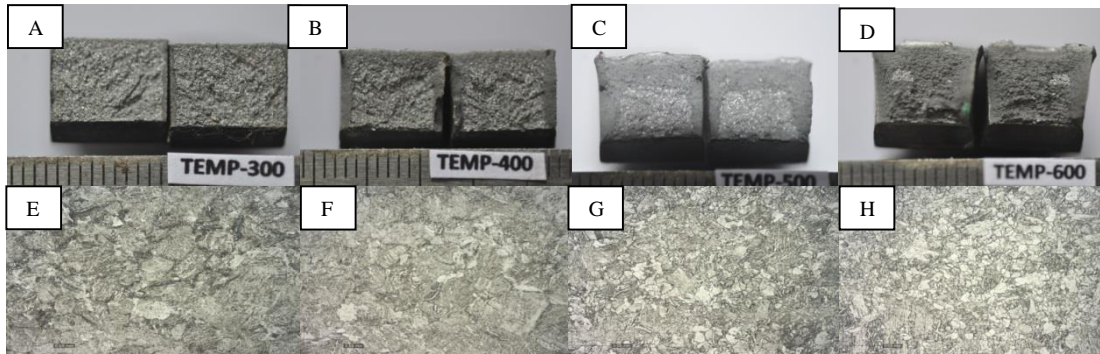
Gambar 2. Grafik nilai ketangguhan rata-rata (A) raw materials, (B) quenching, (C) tempering 300°C, (D) tempering 400°C, (E) tempering 500°C, (F) tempering 600°C

Baja karbon sedang tanpa perlakuan panas (*raw material*) memiliki nilai uji impak yang rendah, yaitu sebesar (0,166 J/mm<sup>2</sup>). Hal ini disebabkan pada saat proses solidifikasi (pembekuan) melalui pendinginan udara akan membentuk butiran kristal logam yang besar (Gambar 3a) sehingga ikatan antara butirannya lemah dan mudah patah dan getas. Jenis patahan termasuk getas dengan ciri deformasinya paling kecil (diperlihatkan dengan permukaan patah yang rata), seperti tampak pada Gambar 3c.



Gambar 3. Penampakan makro patahan (A) raw material, (B) quenching dan struktur mikro perbesaran 200x (C) raw material, (D) quenching.

Baja karbon sedang dengan proses perlakuan panas berupa austenisasi  $g$  950°C yang dilanjutkan dengan pendinginan cepat menggunakan media oli, diperoleh nilai ketangguhan sebesar 0,142 J/mm<sup>2</sup>, memiliki struktur mikro berupa fasa martensit dengan kekerasan yang tinggi akibat proses pendinginan yang cepat. Kemudian patahan yang dihasilkan bersifat getas, seperti tampak pada Gambar 3b dan 3d.



**Gambar 4. Penampakan makro patahan pada tempering (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C dan struktur mikro perbesaran 200x pada tempering (e) 300°C, (f) 400°C, (g) 500°C, (h) 600°C**

Baja karbon dengan proses perlakuan panas berupa *tempering* pada 300°C diperoleh nilai ketangguhan sebesar 0,422 J/mm<sup>2</sup> dengan struktur mikro berupa fasa martensit temper yang tangguh. Hal ini disebabkan ukuran butir-butir yang lebih kecil sehingga menyebabkan ikatan logam semakin kuat. Hal tersebut menghasilkan jenis patahan termasuk liat/ulet, seperti tampak pada Gambar 4a dan 4e. Baja karbon dengan proses perlakuan panas berupa *tempering* pada 400°C memiliki nilai ketangguhan sebesar 0,525 J/mm<sup>2</sup> lebih besar dari spesimen *tempering* 300°C dikarenakan adanya fasa bainit dengan dispersi karbida yang halus sehingga menunjukkan adanya deformasi plastis yang tinggi, seperti tampak pada Gambar 4b dan 4f. Baja karbon dengan proses perlakuan panas berupa *tempering* pada 500°C dengan nilai ketangguhan sebesar 0.604 J/mm. Tingginya temperatur tempering menyebabkan terjadinya perubahan struktur martensit menjadi perlit, sehingga dihasilkan patahan bersifat ulet/liat, seperti tampak pada Gambar 4c dan 4g. Baja karbon dengan proses perlakuan panas berupa *tempering* pada 600°C memiliki nilai impak sebesar 1,249 J/mm<sup>2</sup> dikarenakan terbentuknya butiran perlit paling halus, sehingga diperoleh patahan bersifat ulet/liat dengan bentuk memiliki banyak sudu, tajam, suram dan berserat, seperti tampak pada Gambar 4d dan 4h.

Proses perlakuan panas berupa austenisasi yang dilanjutkan dengan *quenching*, menunjukkan bahwa hasil patahan dari material tersebut memiliki nilai kekerasan yang sangat tinggi tetapi ketangguhannya menurun. Bentuk patahan yang rata tanpa pengecilan penampang, tekstur dengan butiran sangat halus dan berserat menandakan bahan ini mempunyai kekerasan yang tinggi bersifat getas. Tingginya nilai kekerasan ditunjukkan dengan terbentuknya struktur martensit. Struktur martensit bersifat getas, sehingga perlu dilakukan proses perlakuan panas berupa *tempering* untuk memperbaiki sifat ketangguhan agar material tersebut dapat dipakai dalam peralatan maupun konstruksi mesin. Dari penelitian ini, proses *tempering* merubah struktur martensit menjadi struktur ferit dan sementit atau perlit. Perlit memiliki kekerasan yang lebih rendah dibandingkan martensit, namun memiliki ketangguhan yang lebih baik. Semakin tinggi temperatur tempering, maka ketangguhan atau nilai kekuatan impaknya semakin meningkat. Hal tersebut diakibatkan oleh semakin kecilnya ukuran butir perlit yang terbentuk.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian diatas diperoleh bahwa proses perlakuan panas *tempering* yang telah dilakukan terhadap baja karbon sedang dapat meningkatkan ketangguhan atau kekuatan impak dari material baja tersebut. Semakin tinggi temperatur tempering, maka semakin baik nilai kekuatan impak dari material baja karbon rendah. Proses perlakuan panas berupa austenisasi pada temperatur 950 °C selama 30 menit yang dilanjutkan dengan *tempering* pada 600°C dengan selama 60 menit memiliki harga impak yang paling besar yaitu sebesar 1,249 J/mm<sup>2</sup>, hal tersebut dikarenakan terbentuknya struktur perlit dengan ukuran butir yang kecil.

**DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Verhoeven D. John. *Steel metallurgy for the non-metallurgist*. ASM International .2007. Hal 99-105.
- [2] Blair Malcolm and Stevens L. Thomas. *Steel castings handbook*. Steel Founders' Society of America and ASM International. Hal 24.
- [3] Dossett L. Jon and Boyer E. Howard. *Practical heat treating*. ASM International. 2006. Hal 112
- [4] Todd Bridigum . *How To Weld* By Motorbook. 2008. halaman 37.
- [5] *Practical Blacksmithing and Metalworking* By Percy W. Blandford - TAB Books 1988 Page 74-75
- [6] *Knife Talk II: The High Performance Blade* By Ed Fowler - Krause Publications 2003 Page 114

## **Uji Kekuatan Tarik Baja Karbon pada Temperatur Tinggi**

Yayah Yuliah<sup>1, a</sup>, Cukup Mulyana<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran,  
Bandung, Indonesia

[y.yuliah@phys.unpad.ac.id](mailto:y.yuliah@phys.unpad.ac.id)

### **Abstrak**

Baja karbon banyak digunakan sebagai komponen mesin diberbagai industri yang dioperasikan pada temperatur tinggi. Kekuatan tarik baja karbon tergantung pada temperatur, semakin tinggi temperatur operasi kekuatan tarik baja karbon akan menurun dan penurunan dengan tajam akan terjadi pada rentang temperatur tertentu sehingga informasi tentang kekuatan tarik bahan sebagai fungsi temperatur sangat diperlukan. Pada penelitian ini dilakukan uji tarik terhadap baja karbon *Ferritic SA-213 T22* pada rentang temperatur kamar dan temperature tinggi (sampai 650°C). Dari hasil yang diperoleh diketahui bahwa nilai kekuatan tarik UTS (ultimate tensile strength) dan YS (yield strength) bahan keduanya menurun dengan gradien yang kecil sampai temperatur 520°C. Diatas temperatur 520°C, proses penurunan yang sama terjadi untuk kekuatan tarik YS sedangkan pada kekuatan tarik UTS terjadi kondisi kritis, penurunan gradien temperature mengalami peningkatan yang cukup besar sehingga nilai UTS menurun dengan drastis. Dari kondisi kritis nilai UTS tersebut dapat diketahui bahwa mesin yang menggunakan baja karbon SA-213 T22 sebagai bahan utama komponen pendukungnya dapat dioperasikan dengan aman sampai temperatur 520°C.

**Kata kunci:** feritik, kekuatan tarik, kondisi kritis, tensile gradien.

### **PENDAHULUAN**

Penggunaan komponen mesin bersuhu tinggi di berbagai industri saat ini terus meningkat. Pada pembangkit daya berbahan bakar fosil, peningkatan efisiensi dan daya listrik dilakukan dengan menaikkan temperatur boiler[1]. Demikian pula pada *chemical plant* dan pengilangan migas, untuk proses *hydrocracking* atau *catalytic reforming* diperlukan temperatur operasi diatas 500°C dan tekanan operasi diatas 1000 psi [2].

Komponen utama yang paling sering mengalami kegagalan pada pembangkit berbahan bahan bakar fosil adalah boiler. *Secondary super heater outlet header tube* adalah komponen boiler yang paling sering mengalami kegagalan. Komponen ini sering menggunakan pipa yang terbuat dari baja karbon rendah berjenis *ferritic* seperti SA-213 T22 (2,25Cr-1Mo). Material ini dipakai karena memiliki resistensi termal yang tinggi dan tahan terhadap korosi suhu tinggi [3] serta pertimbangan ekonomis [4]. Dalam aplikasinya berbagai modus kegagalan berperan, seperti akibat korosi suhu tinggi, kelebihan tekanan operasi, pemanasan berlebih, faktor manusia akibat kesalahan prosedur pengoperasian alat, dll. Dari kajian analisa kegagalan penyebab kegagalan terjadi karena pipa mendapatkan paparan suhu dan tekanan tinggi dalam jangka waktu yang lama [5].

Kegagalan komponen material yang beroperasi pada suhu tinggi memiliki ciri khusus. Ketahanan mekanik menurun, sampai pada saat tertentu terjadi keretakan. Jika hal ini terjadi pada pipa mulai terjadi pengelembungan yang berakhir dengan kegagalan. Mengetahui karakteristik sifat mekanik bahan baja karbon pada rentang temperatur dimana ia akan dioperasikan sangat berguna untuk mengetahui batas aman temperatur operasional suatu mesin industri yang menggunakan bahan ini sebagai komponen utamanya.

Selain sebagai data pendukung bagi spesifikasi bahan, uji tarik sering dipergunakan untuk melengkapi informasi dasar ketahanan suatu bahan. Pengujian tarik dilakukan dengan cara menarik sampel uji terus menerus atau memberikan pembebanan yang terus meningkat sampai putus. Informasi yang dapat diperoleh dengan menarik sampel uji adalah reaksi sampel terhadap tenaga tarikan (profil tarikan) dan perubahan panjang dari material uji tersebut [6].

Tegangan yang dialami diperoleh dengan cara membagi beban dengan luas awal penampang benda uji, dapat dinyatakan dengan persamaan,

$$S = \frac{P}{A_0} \quad (1)$$

Dimana :

$S$  = Tegangan, psi (lb/in<sup>2</sup>) atau pa (N/m<sup>2</sup>)

$P$  = Beban, kg

$A_0$  = Luas penampang awal, mm<sup>2</sup>

Regangan dihitung dengan membagi perpanjangan benda uji dengan panjang awal dinyatakan dengan persamaan,

$$E_1 = \frac{h-h_0}{h_0} \quad (2)$$

Dimana :

$E_1$  = Regangan, % perpanjangan

$h$  = Panjang ukur benda uji setelah patah, mm

$h_0$  = Panjang awal benda uji, mm

Bentuk dan besaran pada kurva tegangan-regangan suatu logam tergantung pada komposisi, perlakuan panas, deformasi plastis yang pernah dialami, laju regangan, suhu dan keadaan tegangan yang menentukan selama pengujian.

Parameter-parameter yang digunakan untuk menggambarkan kurva tegangan-regangan logam adalah sebagai berikut [7]:

1. Kekuatan tarik (*tensile strength*).

Kekuatan tarik maksimum (*Ultimate tensile strength/UTS*) adalah beban maksimum dibagi luas penampang awal benda uji, persamaannya adalah:

$$\sigma_u = \frac{P_{maks}}{A_0} \quad (3)$$

Dimana :

$\sigma_u$  = Tegangan maksimum, pascal atau psi

$P_{maks}$  = Beban maksimum, kg atau KN

2. Kekuatan luluh (*yield strength*)

Kekuatan luluh atau *yield strength* (YS) adalah tegangan yang dibutuhkan untuk menghasilkan sejumlah kecil deformasi plastis yang ditetapkan. Besarnya kekuatan luluh biasanya ditentukan sebagai regangan 0,2 atau 0,1 persen, dapat ditentukan melalui persamaan:

$$\sigma_y = \frac{P_{yield}}{A_0} \quad (4)$$

Dimana :

$\sigma_y$  = Tegangan luluh, pascal atau psi

$P_{yield}$  = Beban pada titik luluh (*yield point*), kg.

### 3. Perpanjangan (*elongation*)

Perpanjangan adalah regangan pada saat patah,  $E_l$ . Dinyatakan dalam persamaan:

$$E_l = \frac{h_f - h_0}{h_0} \quad (5)$$

Dimana :

$E_l$  = Regangan pada saat patah, %

$h_f$  = Panjang ukur benda uji setelah patah, mm

### 4. Pengurangan luas penampang (kontraksi)

Pengurangan luas penampang adalah besarnya penyusutan penampang benda uji pada patahan ditentukan melalui persamaan:

$$R = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \quad (6)$$

Dimana :

R = Besarnya penyusutan penampang, %

$A_f$  = Luas benda uji setelah patah, mm<sup>2</sup>

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengamati pengaruh temperatur terhadap karakteristik sifat mekanik bahan baja karbon *Ferritic SA-213 T22* sehingga dapat diketahui batas aman temperatur operasional suatu mesin industri yang komponen utamanya menggunakan bahan dasar material ini.

## METODE

### Bahan

Pipa baja karbon SA-213 T22 merupakan contoh bahan uji yang digunakan dalam penelitian ini. Dipasaran tersedia dalam bentuk pipa khusus untuk digunakan pada sistem *boiler* dan *heat exanger*. Bahan ini sama seperti yang digunakan *secondary superheater (SH) outlet header* pada Boiler Unit 3 PT. Indonesia Power UBP Suralaya.

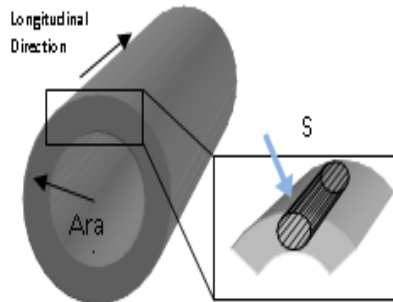
Bahan ini berupa *ferritic low carbon steel* dengan komposisi 2,25 Cr-1Mo, berdasarkan standard ASTM memiliki komposisi kimia seperti pada Tabel.1[8].

**Tabel 1.** Komposisi Kimia SA-213 T22

Unsur Kimia	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Komposisi (wt %)	0,05-0,15	≤ 0,50	0,30-0,60	≤ 0,025	1,90-2,60	0,87-1,13	0,05-0,15

### Preparasi Sampel

Untuk dilakukan uji tarik dibuat sampel dari pipa baja karbon SA-213 T22. Geometri pipa terlebih dahulu diukur untuk mengetahui diameter dalam, luar dan ketebalannya. Selanjutnya dilakukan irisan dalam arah longitudinal dan dari irisan tersebut dibentuk batang-batang silinder seperti pada Gambar 1.



**Gambar. 1. Metode Preparasi Sampel untuk Uji Tarik**

### Uji Tarik

Uji tarik temperatur tinggi dilakukan di B2TKS-Laboratorium Uji Konstruksi (LUK) Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi - Pusat Penelitian Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (BPPT-Puspipstek) Serpong, dengan menggunakan alat nama. Dengan alat ini dapat ditentukan UTS dan *Yield Strength* sebagai fungsi temperatur.

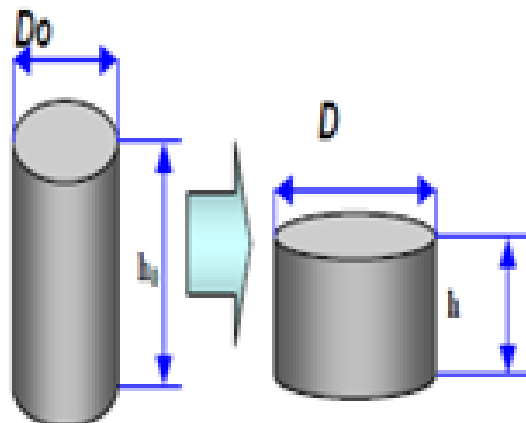
Pengujian terlebih dahulu dilakukan pada temperatur kamar (30 °C). Uji tarik temperatur tinggi dimulai dari 150 °C sampai rentang temperatur operasional PLTU (650°C) dengan tegangan antara 152 MPa – 240 MPa. Mulai temperatur 400°C pengujian dilakukan dalam interval yang rapat untuk mengantisipasi terjadinya penurunan nilai UTS secara signifikan.

Pengujian tarik dilakukan dengan cara menarik sampel uji terus menerus atau memberikan pembebanan yang terus meningkat sampai putus. Informasi yang dapat diperoleh dengan menarik sampel uji adalah reaksi sampel terhadap tenaga tarikan (profil tarikan) dan perubahan panjang dari material uji tersebut. Kekuatan bahan dapat dilihat dari kemampuan maksimum spesimen uji dalam menahan beban yang dinyatakan dalam besarnya UTS.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sampel Uji

Bentuk geometri sampel uji ditunjukkan pada Gambar 2 dengan dimensi masing-masing seperti pada Tabel 2. Ukuran penampang awal sedikit berbeda karena proses pembubutan.



**Gambar 2. Geometri Benda Uji Material SA 213-T22**



**Tabel 2. Dimensi Sampel Uji SA 213-T22**

No Sampel Uji	Panjang Awal $h_0$ [mm]	Luas Penampang Awal $A_0$ [mm <sup>2</sup> ]
1	42	19,7
2	42	19,8
3	42	19,6
4	42	19,2
5	42	19,5
6	42	19,6
7	42	19,2
8	42	19,2
9	42	19,3
10	42	19,5
11	42	19,6

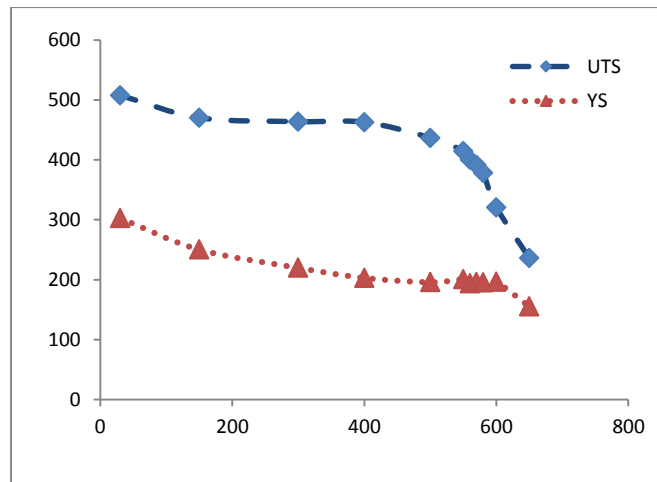
### **Hasil Uji Tarik**

Dari uji tarik diketahui besarnya tegangan ultimate ( $\sigma_u$ ) dan tegangan luluh ( $\sigma_y$ ), beserta persentase elongasi (%El) dan persentase penyusutan luas penampang (%R) pada temperature yang bervariasi, seperti pada Tabel 3. Grafik kekuatan tarik maksimum (UTS) dan kekuatan luluh (YS) pada temperatur kamar dan pada rentang temperatur tinggi dapat dilihat pada Gambar 4.

**Tabel 3. Hasil Uji Tarik Material SA 213-T22 Pada Temperatur Kamar dan Temperatur Tinggi**

No. Sampel	Temperatur Uji (°C)	Tegangan Ultimate $\sigma_u$ [Mpa]	Tegangan Yield $\sigma_y$ [Mpa]	% El	% R
1	30	507,5	302,7	19,5	50,9
2	150	470,1	250,3	20,2	60,6
3	300	463,7	219,9	21,4	66,1
4	400	462,7	203,1	22,1	82,3
5	500	436,6	195,9	24,5	76,8
6	550	414,4	200,9	25,7	76,7
7	560	400,3	193,9	26,7	71,8
8	570	391,5	195,8	34,0	66,7
9	580	378,0	195,5	35,9	89,5
10	600	320,7	196,4	36,9	91,5
11	650	235,9	155,4	38,2	93,0

Bahan SA 213-T22 dapat menahan beban maksimum tertinggi sebesar 507,5 Mpa pada temperature kamar. Pada temperatur tinggi kekuatan bahan menurun sekitar 7% menjadi 470 Mpa pada 150°C. Penurunan terus terjadi dengan ketika temperature bahan terus dinaikan sampai 400°C tetapi dengan tensile gradien sekitar 0,14 Mpa/°C. Penurunan secara signifikan terjadi ketika temperatur bahan berada pada 560°C dimana kekuatan tarik turun sampai 400Mpa dan persen pertambahan panjang terjadi disekitar 560°C.



**Gambar 4.** Hasil Uji Tarik Material SA-213 T22.

Hasil pengujian kekuatan tarik material SA-213 T22 di atas temperatur 500°C, memperlihatkan harga UTS yang menurun secara signifikan, hal ini menunjukkan terjadinya penurunan ketahanan mekanik dari material SA-213 T22, kenaikan temperatur yang hanya sedikit saja akan menurunkan ketahanan mekanik dalam jumlah yang besar, terlebih lagi jika pemanasan terjadi dalam waktu yang lama, sehingga sangat rentan untuk mengalami kegagalan akibat temperatur tinggi.

## KESIMPULAN

Ketahanan mekanik baja karbon SA-213 T22 mengalami penurunan terhadap temperatur. Kondisi kritis terjadi pada temperatur di atas 520°C, nilai UTS tampak menurun dengan drastis. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa komponen mesin yang menggunakan baja karbon SA-213 T22 sebagai bahan utama komponen pendukungnya dapat dioperasikan dengan aman sampai temperatur 520°C.

## REFERENSI

- [1] Moran M.J. and Howard N. Shapiro. 2006. *Fundamentals of Engineering Thermodynamics* (5<sup>th</sup> ed). England : John Wiley & Sons. Inc.
- [2] Viswanathan, R. 1995. *Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Components* (3rd ed). Metals Park, Ohio: ASM International.
- [3] Fujio Abe, Torsten Ulf-Kern, and R. Viswanathan. 2008. *Creep-resistant Steel*. United States of America: CRC Press LLC.
- [4] Cocks C. F. and Leckie F. A. 1975. Deformation Bounds for Cyclically Loaded Shell Structures Operating Under Creep Conditions. *Transaction of the ASME, Journal of Applied Mechanics*, Vol. 55.
- [5] J. Rösler, H. Harders, and M. Bäker. 2007. *Mechanical Behaviour of Engineering Materials*. New York : Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [6] Marc Andre Meyers and Krishan Kumar Chawla. 2009. *Mechanical Behavior of Materials*. United States of America: Cambridge University Press.
- [7] Dieter, E. George. 1988. *Mechanical Metallurgy*, SI Metric ed. Singapore: McGraw Hill Book Co.
- [8] [Http://www.sunnysteel.com](http://www.sunnysteel.com).

## **Studi pengaruh kekasaran permukaan pada penyambungan baja karbon rendah dengan logam pengisi kuningan terhadap besar zona transisi hasil *furnace brazing* pada temperatur 1050°C**

Rochim Suratman<sup>1, a</sup>, Rita Debora Uli<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[<sup>a</sup>rochim@material.itb.ac.id](mailto:<sup>a</sup>rochim@material.itb.ac.id)

### **Abstrak**

*Penelitian ini akan mengkaji pengaruh kekasaran permukaan pada rakitan baja karbon rendah dengan logam pengisi kuningan terhadap besar zona transisi dan pembentukan senyawa intermetalik yang mempengaruhi kualitas sambungan yang dihasilkan. Furnace brazing dilakukan selama 2 jam pada temperatur 1050°C dengan menggunakan 3 rakitan yang diberi variasi kekasaran permukaan pada tahap preparasi menggunakan kertas ampelas 80 grit, 220 grit, dan 360 grit. Pengamatan dilakukan menggunakan pengamatan fisik, karakterisasi metalografi, Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), dan pengujian microvickers. Gambaran fisik hasil rakitan menunjukkan keberhasilan penyambungan hanya terdapat pada rakitan yang menggunakan kertas ampelas grit 220. Hasil metalografi menunjukkan semakin besar grit pada kertas ampelas yang digunakan maka semakin tipis ketebalan zona transisi yang dihasilkan. Hasil EDS menunjukkan bahwa difusi antar atom Fe ke Cu paling berkontribusi ke dalam pembentukan zona transisi. Pengujian microvickers menunjukkan semakin kasar permukaan kontak menghasilkan terbentuknya senyawa intermetalik yang lebih keras.*

**Kata kunci** : kekasaran permukaan, *furnace brazing*, zona transisi, difusi, senyawa intermetalik,

### **PENDAHULUAN**

*Furnace brazing* merupakan metode penyambungan dua atau lebih logam induk pada temperatur di atas temperatur leleh logam pengisi tanpa mencapai temperatur leleh logam induk yang digunakan. Penyambungan ini memanfaatkan ikatan metalurgis yang dihasilkan oleh gaya kapilaritas yang terjadi pada lelehan logam pengisi yang berkontak langsung dengan logam induk yang hendak disambungkan<sup>[1]</sup>. Pada dasarnya, *brazing* melibatkan proses difusi yang dapat menyebabkan perbedaan karakteristik fisik dan kimia pada hasil sambungan yang diwakilkan sebagai zona transisi. Zona transisi dapat menentukan kekuatan dari sambungan yang dihasilkan. Akan tetapi, proses *brazing* juga dapat menyebabkan terbentuknya senyawa intermetalik pada zona transisi yang dihasilkan. Pembentukan senyawa intermetalik yang bersifat getas ini perlu dihindari karena dapat menjadi penyebab pengintian retakan pada logam pengisi. Kualitas sambungan yang baik dapat dihasilkan dengan memperhatikan beberapa parameter seperti aliran fluida, *wetting angle*, kekasaran permukaan, temperatur dan waktu, dan karakteristik logam pengisi dan logam induk. Pada percobaan ini, penulis membahas pengaruh kekasaran permukaan antara logam dasar dan logam pengisi terhadap hasil penyambungan dengan metode *furnace brazing*. Pengaruh dari parameter kekasaran ini dapat dinyatakan dalam daerah transisi/ difusi dan senyawa intermetalik yang dihasilkan.

## METODE

Masing- masing 1 buah pelat kuningan dan 1 buah pelat baja karbon terlebih dahulu dikarakterisasi meliputi karakterisasi OES (*Optical Emission Spectroscopy*) untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung di dalamnya dan karakterisasi metalografi untuk mengetahui kesesuaian struktur mikro yang didapatkan dengan struktur mikro referensi. Setelah itu, spesimen terlebih dahulu dipotong menggunakan gergaji besi dimana spesimen baja karbon rendah berukuran sekitar 4 cm (panjang) x 2.5 cm (lebar) x 1 cm (tinggi), sedangkan spesimen kuningan berukuran sekitar 4 cm (panjang) x 2.5 cm (lebar) x 0.5 cm (tinggi). Kedua jenis spesimen tersebut kemudian dilubangi dengan mata bor berdiameter 7 mm dan kemudian dihaluskan sisi permukaan yang nantinya berkontak langsung dengan variasi kertas ampelas grit 80, 220, dan 360. Spesimen selanjutnya dirakit menjadi 3 buah rakitan dimana setiap rakitan tersusun atas 2 pelat baja karbon rendah dan 1 pelat kuningan yang terletak diantaranya. Setiap rakitan tersebut dikencangkan dengan baut dan mur menggunakan pembebanan dari kunci momen sebesar 25 kN. Spesimen yang telah dikencangkan tersebut dimasukkan ke dalam *furnace* pada temperature 1050°C selama 2 jam. Kemudian, spesimen didinginkan dengan laju pendinginan yang rendah yaitu di udara selama waktu tertentu. Selanjutnya, spesimen hasil *furnace brazing* tersebut dikarakterisasi dengan metalografi untuk melihat struktur mikro dan daerah transisi dan dikarakterisasi dengan EDS dan pengujian kekerasan *microvickers* untuk melihat ada atau tidaknya senyawa intermetalik yang terbentuk. Dari data- data yang diperoleh tersebut kemudian dilakukan analisis dan ditarik kesimpulan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

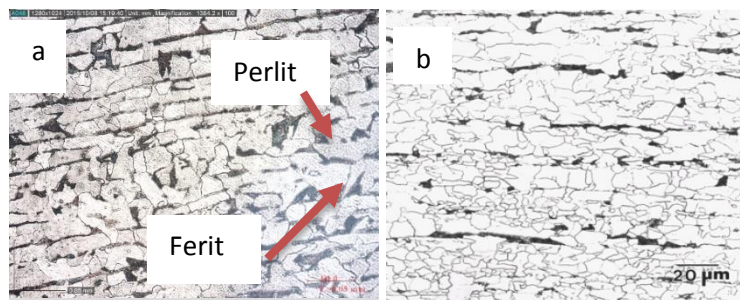
### 1. Identifikasi Material

Pada penelitian ini, identifikasi material dilakukan dengan metode karakterisasi *Optical Emission Spectroscopy* (OES) dan metalografi. Spesimen awal yang diidentifikasi adalah 1 pelat baja karbon dan 1 pelat kuningan. Hasil OES dan metalografi baja karbon rendah menghasilkan kemiripan antara data komposisi unsur yang terkandung dan gambar struktur mikro dengan literatur dari baja karbon rendah AISI 1015. Sehingga, pelat baja karbon rendah yang digunakan dapat dikategorikan sebagai baja karbon rendah AISI 1015.

**Tabel 1. Perbandingan Komposisi Baja Karbon Rendah Hasil OES dengan Literatur<sup>[2]</sup>**

Sumber	C	Mn	S	P	Fe
Hasil OES	0.13 – 0.18	0.30 – 0.60	≤ 0.050	≤ 0.040	99.13 – 99.57
Literatur	0.156	1.093	0.005	0.015	98.426

Pada struktur mikro hasil metalografi awal baja karbon rendah, baja karbon rendah terdiri atas fasa Ferit yang berwarna terang dan fasa Perlit yang berwarna gelap. Perbedaan dari hasil metalografi dan literatur terdapat pada *banded structure* yang terlihat pada mikrostruktur hasil metalografi spesimen berupa garis hitam memanjang. Struktur tersebut menandakan bahwa baja karbon rendah yang digunakan pada proses *furnace brazing* telah mengalami proses *hot working* berupa rolling pada perlakuan sebelumnya.



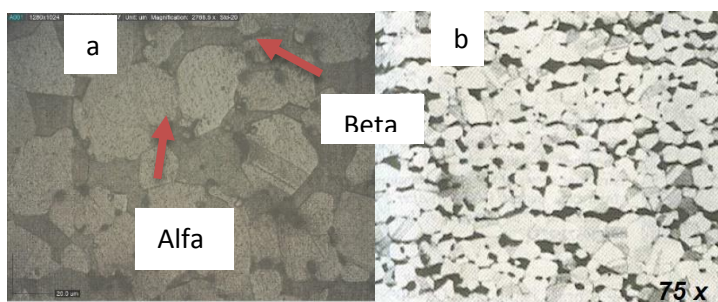
**Gambar 1. Hasil Metalografi Baja Karbon Rendah (a) Hasil OES (b) Hasil Literatur<sup>[3]</sup>**

Hasil identifikasi OES dan metalografi kuningan menunjukkan kemiripan antara data komposisi unsur yang terkandung dan gambar struktur mikro dengan literatur dari kuningan UNS 28000. Sehingga, material kuningan yang digunakan dapat dikategorikan sebagai kuningan UNS 28000.

**Tabel 2. Perbandingan Komposisi Kuningan Hasil OES dengan Literatur<sup>[4]</sup>**

Sumber	Zn	Cu	Fe	Pb
Hasil OES	39.19	55.65	0.40	3.69
Literatur	36,3-41	59 - 63	0.070	0-0,3

Dari struktur mikro kuningan yang dihasilkan terlihat bahwa material kuningan pada komposisi tersebut terdiri atas fasa alfa yang berwarna terang dan fasa beta yang berwarna gelap dan memiliki garis twin yang menjadi ciri khas dari kuningan. Kuningan jenis ini memiliki rentang titik leleh yang rendah sehingga memiliki sifat *wetting* yang baik dan mencegah terjadinya segregasi pada sambungan.



**Gambar 1. Hasil Metalografi Kuningan (a) Hasil OES (b) Hasil Literatur<sup>[5]</sup>**

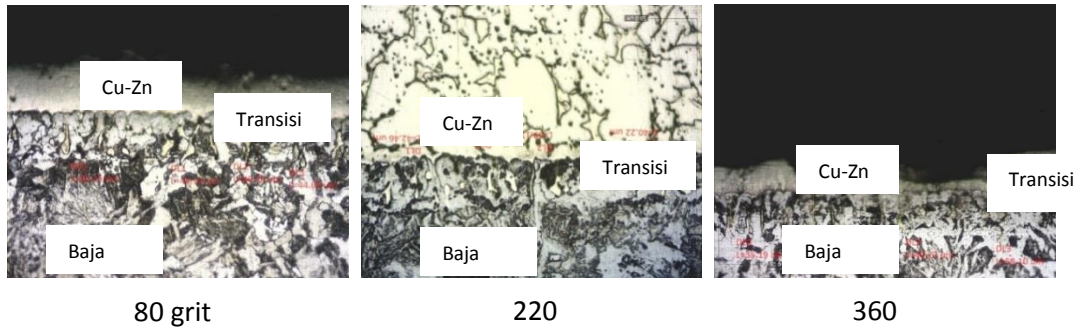
## 2. Hasil Furnace Brazing

Spesimen yang telah mengalami proses *brazing* kemudian dipotong untuk selanjutnya dilakukan pengamatan secara visual dan karakterisasi metalografi. Hasil pengamatan visual ketiga rakitan menunjukkan hasil yang kurang memuaskan karena hanya spesimen yang dihaluskan permukaannya dengan kertas ampelas grit 220 saja yang menghasilkan sambungan. Kegagalan sambungan ini dapat disebabkan oleh kesalahan akibat tidak mengkalibrasi *furnace* sehingga keberadaan spesimen yang berbeda dalam tungku yang memiliki distribusi panas tidak homogen mengakibatkan hasil sambungan yang berbeda pula.



**Gambar 2. Pengamatan Visual**

Karakterisasi metalografi dilakukan untuk mendapatkan jarak difusi pada zona transisi. Menurut teori, semakin kasar suatu permukaan maka semakin luas permukaan area kontak antara komponen logam induk dan logam pengisi sehingga menyebabkan area yang berdifusi menjadi lebih banyak atau dapat dikatakan semakin mudah kecenderungannya untuk berdifusi. Hasil jarak difusi yang dihasilkan sesuai dengan teori dimana semakin kasar permukaan kontak maka semakin tebal zona transisi yang dihasilkan.



**Gambar 3. Hasil Metalografi Spesimen**

**Tabel 3. Besar Zona Transisi Spesimen**

Kekasaran permukaan	80 grit	220 grit	360 grit
Tebal rata-rata (µm)	43.363125	40.714375	39.2625

### 3. Perbandingan Nilai Difusivitas Percobaan dan Teoritis

Perhitungan difusivitas hasil percobaan didapatkan dengan menggunakan persamaan *Fick's Second Law*<sup>[6]</sup> (1).

$$C_{(x,t)} = \frac{(C_1+C_2)}{2} + \frac{(C_1-C_2)}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (1)$$

Data untuk setiap konstanta diambil dari hasil EDS data rakitan permukaan yang dihaluskan dengan kertas ampelas 80 grit karena diharapkan data yang didapat dan diolah merupakan data yang dinilai paling optimal untuk mengetahui parameter kekasaran terhadap hasil difusi. Perhitungan teoritis didapatkan dengan menggunakan persamaan *Arrhenius* (2), sedangkan besar zona transisi yang akan didapatkan dapat diketahui dengan menggunakan persamaan *Einstein's Mathematical Studies*<sup>[7]</sup> (3)

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

$$x = \sqrt{2Dt} \quad (3)$$

Untuk mendapatkan data difusivitas, perlu ditinjau elemen penting yang terkandung dalam material penyusun. Seperti yang kita ketahui, baja karbon rendah tersusun atas elemen utama yaitu Fe dan C, sedangkan kuningan tersusun atas elemen utama yaitu Cu dan Zn. Akibat perbedaan konsentrasi antara keduanya maka akan terjadi difusi baik Fe- C ke Cu- Zn dan sebaliknya. Berdasarkan kelengkapan data dan keoptimalan besar difusivitas yang dihasilkan, difusi terjadi dengan asumsi bahwa elemen yang berpindah hanyalah elemen *host* atom yaitu Fe pada baja karbon rendah dengan elemen Cu pada kuningan.

**Tabel 4. Perbandingan Besar Difusivitas dan Jarak Difusi Percobaan dan Teoritis**

Kekasaran Permukaan	Difusi Material		D (m <sup>2</sup> /s)	x (µm)
80 grit (Percobaan)	Fe	In Cu	2.12E-14	4.34E-05
80 grit (Teoritis)	γ-Fe	In Cu	3.78E-13	7.38E-05

Dari perbandingan hasil perhitungan difusivitas teoritis dan percobaan terlihat bahwa hasil koefisien difusi yang dihasilkan tanpa tegangan (teoritis) lebih besar dibandingkan koefisien difusi yang dihasilkan dengan pembebanan (percobaan). Hal ini sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa pembebanan yang dikenakan pada rakitan dapat menyebabkan *interatomic spacing* semakin mengecil sehingga atom yang tadinya ingin bergerak menjadi terhambat pergerakannya dan cenderung untuk berdekatan/ menempel (akibat ditekan) sehingga proses difusi terhambat. Terhambatnya proses difusi dinyatakan dalam besar koefisien difusivitas yang semakin berkurang. Selain itu, karena koefisien difusi berbanding lurus dengan jarak difusi maka semakin berkurangnya difusivitas maka semakin kecil jarak difusi yang dihasilkan.

#### 4. Perbandingan Difusivitas dan Zona Transisi Hasil *Furnace Brazing* pada Temperatur 950°C dengan Temperatur 1050°C

Pada penelitian kali ini, penulis membandingkan difusivitas dan zona transisi hasil furnace brazing pada temperatur tinggi (1050°C) dan pada temperatur rendah (950°C) yang didapatkan dari percobaan lain<sup>[8]</sup>.

**Tabel 5. Perbandingan Difusivitas dan Tebal Zona Transisi antara Temperatur 950°C dengan Temperatur 1050°C**

Variabel		Temperatur 950°C	Temperatur 1050°C
D teoritis (m <sup>2</sup> /s)		7.54189E-14	3.78E-13
x teoritis		3.2955E-05	7.38261E-05
D percobaan (m <sup>2</sup> /s)		3.09204E-13	2.12E-14
x	80 grit	90.7177778	43.363125
	220 grit	83.8766667	40.714375
	360 grit	62.89	39.2625

Terlihat bahwa besar D dan x teoritis pada temperatur 1050°C lebih besar dibandingkan pada temperatur 950°C. Hal ini sesuai rumus (2) menyatakan bahwa semakin tingginya temperatur pemrosesan menyebabkan  $\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$  menjadi semakin besar sehingga D yang dihasilkan menjadi semakin bertambah besar. Besar x yang berbanding lurus dengan D yang dihasilkan akan menyebabkan tebal zona transisi/ jarak difusi yang semakin besar. Namun, terdapat kerancuan pada nilai D dan x pada temperatur 950°C yang lebih besar dibandingkan pada temperatur 1050°C. Hal ini disebabkan karena difusi pada temperatur 1050°C tidak terjadi secara optimal akibat hilangnya kadar *Zinc* yang seharusnya berkontribusi terhadap difusivitas dan zona transisi yang dihasilkan. Fenomena hilangnya kadar *Zinc* disebut sebagai fenomena *dezincification* ini lebih banyak terjadi pada temperatur yang lebih tinggi yaitu pada temperatur 1050°C dikarenakan pada temperatur tersebut akan menyebabkan kemungkinan penguapan *Zinc* yang lebih besar. Akibat *substitutional alloy element* tersebut tidak ikut berdifusi maka zona transisi yang dihasilkan menjadi semakin kecil atau proses difusi dikatakan kurang optimal.

#### 5. Analisa Pembentukan Senyawa Intermetalik dari Hasil EDS dan Hasil Uji Microvickers dan Perbandingan dengan Hasil *Furnace Brazing* pada Temperatur 950°C

Karakterisasi EDS dilakukan untuk mengetahui unsur- unsur yang terkandung pada zona transisi. Dari hasil EDS rakitan yang dihaluskan permukaannya dengan menggunakan kertas ampelas 80 grit, terlihat bahwa spesimen pada *selected area* mengandung unsur Fe, Mn., dan Cu. Maka dari itu, dapat disimpulkan bahwa senyawa yang terkandung bisa berupa interaksi antara Fe-Cu, Fe- Mn, atau Mn- Cu. Berdasarkan keelektronegatifan dari elemen penyusun, senyawa yang paling mungkin terbentuk adalah senyawa antara Fe-Cu atau Cu-Mn. Berdasarkan perbandingan dengan hasil EDS percobaan lain<sup>[8]</sup>, terbukti bahwa fenomena *dezincification* yang menyebabkan ketidak optimalan proses difusi pada temperatur tinggi benar adanya. Fenomena inilah yang menyebabkan kerancuan nilai besar difusivitas dan tebal zona transisi.

Pada percobaan kali ini, perlu untuk mengetahui apakah senyawa yang terbentuk bersifat keras atau tidak. Berdasarkan data pengujian kekerasan *microvickers*, didapatkan bahwa kenaikan besar kekerasan pada zona transisi jika dibandingkan kedua jenis logam penyusunnya. Hal ini mengindikasikan bahwa pada sambungan terbentuk senyawa intermetalik yang bersifat getas. Berdasarkan perbandingan dengan hasil *furnace brazing* pada temperatur 950°C, didapatkan bahwa nilai kekerasan yang didapatkan memiliki kemiripan sehingga melalui pendekatan yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa senyawa yang mungkin terbentuk dikatakan sama yaitu antara antara elemen Fe-Cu.

**Tabel 6. Elemen yang Terkandung pada *Selected Area* beserta Perbandingan**

Elemen	%weight	
	950 <sup>0</sup> C	1050 <sup>0</sup> C
Si	1.29	-
Fe	89.89	97.78
Cu	4.73	1.02
Zn	4.09	-
Mn	-	1.20

**Tabel 7. Data Hasil Pengujian Kekerasan *Microvickers***

	(80 grit) (HV)			Mean	(220 grit) (HV)			Mean	(360 grit) (HV)			Mean
	Baja	175	170	158	167.7	172	167	177	172	151	152	163
Zona Transisi	224	228	230	227.3	219	198	201	206	197	213	191	200.3
Kuningan	95	91	90	92	93	94	87	91.3	131	128	118	125.7

**Tabel 8. Data Perbandingan Hasil Pengujian Kekerasan *Microvickers***

Percobaan	Kekerasan <i>Microvickers</i> (HV)	
Pengaruh kekasaran permukaan terhadap besar zona transisi hasil <i>furnace brazing</i> pada temperatur 950 <sup>0</sup> C	80 grit	218.25
	220 grit	207.25
	360 grit	181.5
Pengaruh kekasaran permukaan terhadap besar zona transisi hasil <i>furnace brazing</i> pada temperatur 1050 <sup>0</sup> C	80 grit	227.3
	220 grit	206
	360 grit	200.3

## KESIMPULAN

1. Besar ketebalan zona transisi hasil *furnace brazing* pada sambungan baja karbon rendah AISI 1015 dan kuningan UNS 28000 pada permukaan yang dihaluskan dengan kertas ampelas 80 grit adalah 43.36  $\mu$ m, dengan kertas ampelas 220 grit adalah 40.71  $\mu$ m, dan dengan kertas ampelas 80 grit adalah 39.26  $\mu$ m.
2. Variasi kekasaran permukaan berpengaruh terhadap pembentukan senyawa intermetalik. Berdasarkan pengujian kekerasan *microvickers*, permukaan yang dihaluskan dengan kertas ampelas 80 grit memiliki nilai kekerasan 227.3 HV, permukaan yang dihaluskan dengan kertas ampelas 220 grit memiliki nilai



kekerasan 206 HV, dan permukaan yang dihaluskan dengan kertas ampelas 360 grit memiliki nilai kekerasan 200.3 HV.

3. Senyawa intermetalik yang terbentuk adalah antara elemen Fe-Cu.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] D. M. Jacobson, G. Humpston, Principles of Brazing, Ohio, 2005.
- [2] Information on <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=6579>.
- [3] J. M. Radzikowska, Metallography and Microstructures, ninth ed, Poland, 2004.
- [4] F. C. Campbell, Elements of Metallurgy and Engineering Alloys, USA, 2008.
- [5] W. F. Smith, Structure and Properties of Engineering Alloys, second ed, 1993.
- [6] P. G. Shewmon, Transformations in Metals, New York, 1969.
- [7] K. E. Thelning, Steel and its Heat Treatment, India, 1984.
- [8] P. Kristanti, Studi Pengaruh Kekasaran Permukaan pada *assembly* Baja Karbon Rendah dengan Logam Pengisi Kuningan terhadap Besar Zona Transisi Hasil Furnace Brazing pada Temperatur 950<sup>0</sup>C, 99 (2016).

## **Pengaruh Perlakuan Panas dan Penempaan terhadap Sifat Kekerasan dan Struktur Mikro pada Baja Laterit.**

Satrio Herbirowo<sup>a</sup>, Dedi Irawan

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI, Tangerang Selatan, Indonesia

<sup>a</sup>satr006@lipi.go.id

### **Abstrak**

*Indonesia memiliki sumber bijih nikel laterit dan batubara yang melimpah. Walaupun begitu, sumber daya ini belum dipertimbangkan sebagai bahan baku utama dalam industri baja Indonesia. Oleh karena itu, penelitian ini untuk mengetahui keunggulan yang dimiliki oleh baja laterit melalui proses perlakuan panas dan pembentukan logam serta potensinya. Baja nikel laterit dapat digunakan untuk aplikasi pada baja konstruksi jembatan dan bangunan karena memiliki kandungan nikel tinggi. Perilaku baja nikel laterit ini dapat ditingkatkan dengan cara perlakuan panas dan pembentukan logam. Penelitian ini disampaikan untuk mengetahui perilaku perlakuan panas terhadap perubahan struktur mikro dan nilai kekerasan yang terjadi pada baja nikel laterit. Perlakuan panas yang dilakukan meliputi pemanasan austenitasi pada suhu 1100 °C kemudian dilakukan variasi pembentukan logam secara forging 1 dan 2 pass serta reduksi secara rolling. Karakterisasi sampel dengan pengujian metalografi menggunakan mikroskop optik dan pengujian kekuatan mekanik dilakukan dengan kekerasan permukaan. Hasil yang didapat menunjukkan perubahan struktur mikro pada baja nikel laterit setelah dilakukan perlakuan panas dan penempaan menuju sifat keuletan tinggi. Struktur mikro yang terbentuk terdiri dari austenit dan perlit dan bentuk setelah pembentukan logam semakin kecil dan pipih. Nilai kekerasan dapat meningkat saat dilakukan proses tempa dan menurun saat proses pengerolan jika dibandingkan dengan sampel as-cast dan peningkatan nilai kekerasan tertinggi pada sampel baja laterit A dengan 2 pass tempa sebesar 201,6 HB.*

**Kata kunci:** baja nikel laterit, struktur mikro, kekerasan, tempa

### **PENDAHULUAN**

Perkembangan dunia industri saat ini terus berkembang, termasuk juga perkembangan industri otomotif. Baja sebagai material utama dalam menunjang berbagai keperluan industri terus meningkat, maka tuntutan akan pemenuhan kebutuhan material baja dengan sifat-sifat mekanis tertentu terus meningkat pula. Dengan keadaan ini, dunia industri maupun lembaga penelitian terus melakukan riset untuk mencari kualitas baja yang baik dan sesuai dengan kebutuhan. Perlakuan panas (*heat treatment*) merupakan salah satu alternatif untuk merekayasa struktur mikro sehingga dapat merubah sifat mekanis dari suatu baja. Dengan perlakuan panas yang tepat terhadap suatu baja akan didapatkan sifat-sifat mekanis tertentu yang diharapkan. <sup>[1]</sup>.

Indonesia memiliki sumber bijih nikel laterit dan batubara yang melimpah. Walaupun begitu, sumber daya ini belum dipertimbangkan sebagai bahan baku utama dalam industri baja Indonesia. Oleh karena itu, penelitian ini untuk mengetahui keunggulan yang dimiliki oleh baja laterit melalui proses perlakuan panas dan pembentukan logam serta potensinya. Baja nikel laterit dapat digunakan untuk aplikasi pada baja konstruksi jembatan dan bangunan karena memiliki kandungan nikel tinggi. Perilaku baja nikel laterit ini dapat ditingkatkan dengan cara perlakuan panas dan pembentukan logam. Penelitian ini

disampaikan untuk mengetahui perilaku perlakuan panas terhadap perubahan struktur mikro dan nilai kekerasan yang terjadi pada baja nikel laterit <sup>[2]</sup>.

Peningkatan mutu ditinjau dari sifat mekanik perlu dilakukan suatu analisa dan studi lebih lanjut untuk mendapatkan performance baja armour buatan dalam negeri yang mampu bersaing dengan baja armour buatan negara lain, sehingga baja armour dalam negeri dapat digunakan sebagai pengganti baja armour yang masih harus di impor dari negara lain. Pada penelitian ini akan mengkaji beberapa sifat mekanis bahan armour, adapun langkah dalam penelitian dilakukan urutan sesuai dengan langkah sebagai berikut studi literature, hipotesis, pengumpulan data dan kesimpulan.

## **METODE**

Bahan awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja laterit produk hasil peleburan BPML LIPI Lampung berbentuk billet dengan ketebalan 10 mm yang pada awal dilakukan pengujian komposisi kimia. Specimen awal dibentuk dengan dimensi 10mm x 10 mm x 50mm dilanjutkan dengan pemanasan pada temperatur austenisasi 1100°C dengan lama penahanan pemanasan selama 45 menit, kemudian dilakukan proses penempaan dengan variasi 1 dan 2 pass dan reduksi pengerolan serta pendinginan normalising di udara.

Pengujian kimia dilakukan di laboratorium P2MM-LIPI, pengujian kekerasan dilakukan laboratorium terpadu B2TKS metode yang digunakan metode Brinell hardnes tester, dan untuk pengujian struktur mikro juga dilakukan di LUK-BPPT dengan menggunakan mikroskop optik Olympuss U-MSSP4.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Pengujian Komposisi Kimia**

Hasil pengujian komposisi kimia baja armour ditunjukkan pada tabel 1.

**Tabel 1. Komposisi kimia baja laterit**

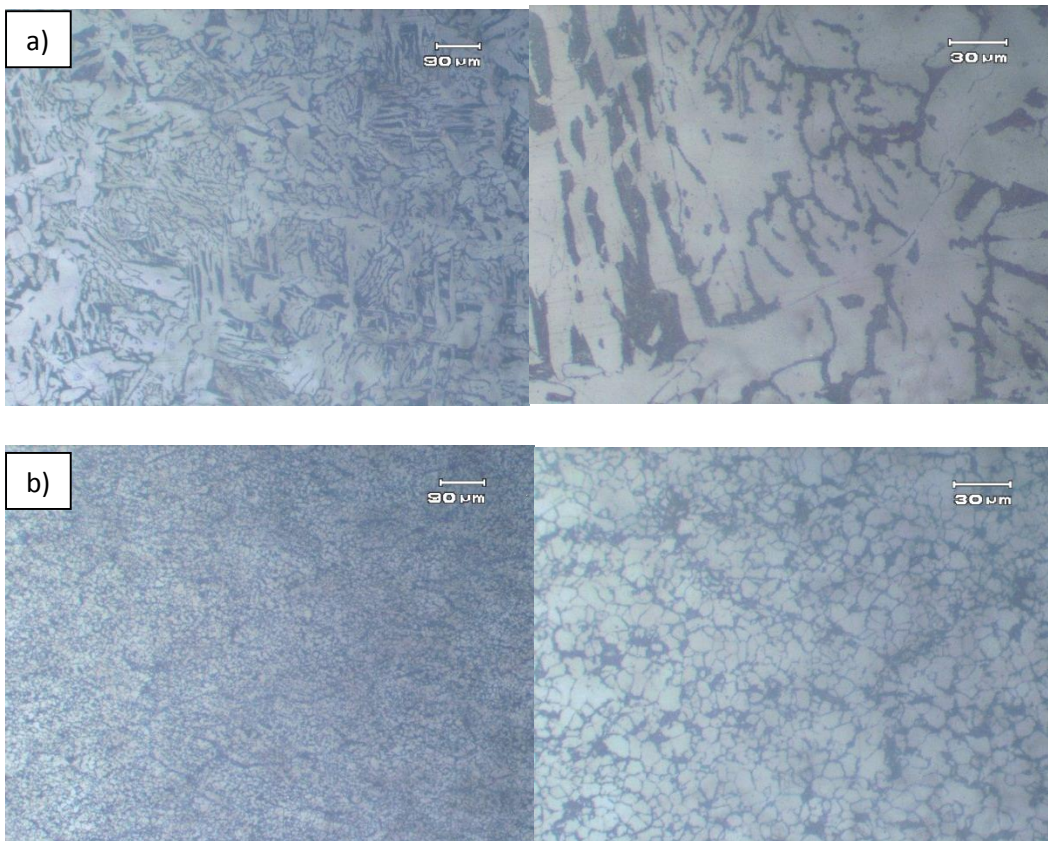
Unsur	Komposisi Kimia (%)
C	0,79
Si	0,045
Cr	0,016
Mn	0,0047
Mo	0,0104
Ni	3,61
P	Max 0,041
S	Max 0,152

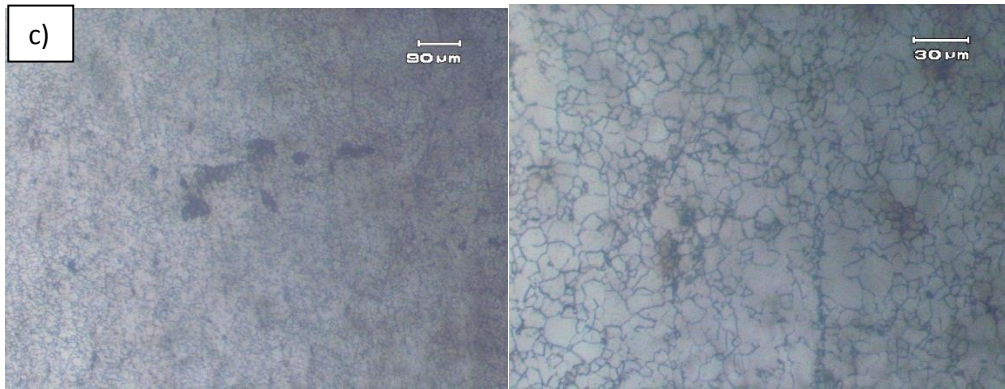
Dilihat dari tabel komposisi kimia baja laterit diatas, baja laterit tersebut dapat digolongkan kedalam low alloy steel. Dengan melihat syarat bahwa baja dapat digolongkan kedalam Low alloy steel jika unsur paduannya  $\leq 8\%$  dan unsur yang menarik perhatian adalah unsur krom yang cukup

tinggi yang memiliki kelebihan dalam ketahanan korosi. Di samping kandungan Ni dan Fe, baja laterit juga mengandung unsur lain, yaitu Cr dan Mn dimana kedua unsur tersebut akan berdampak pada sifat *weldability steel* serta kekerasan permukaan dan ketahanan korosi. Untuk menghasilkan suatu produk yang menuntut keuletan dan tahan terhadap gesekan perlu dilakukan pemanasan ulang atau temper. Tujuan dari proses tempering adalah untuk meningkatkan keuletan dan mengurangi kerapuhan<sup>[3]</sup>.

#### Pengujian Struktur Mikro

Pada gambar 1 menunjukkan berbagai foto struktur mikro baja armour hasil proses quenching dengan variasi temperatur austenisasi, gambar 1a struktur mikro baja armour tanpa treatment menunjukkan struktur mikro ferrite dan pearlite sedangkan untuk gambar 1b, 1c dan 1d yang mengalami treatment kemudian dilakukan proses quenching akan terbentuk struktur martensite yang berbentuk bilah atau lath <sup>[4]</sup>.





**Gambar 1. (a) as-cast (b) Rolling (c) Forging**

**Pengujian Kekerasan**

Pengujian kekerasan Vickers ditunjukkan sebagai berikut :

**Tabel 2. Data Pengujian Kekerasan Baja Laterit**

No Uji	Kekerasan Brinnell (HB)			
	As-Cast	Forging 1 Pass	Forging 2 Pass	Rolling
1	161,7	196,4	197,6	196,4
2	170,9	197,6	197,6	203,8
3	174,2	193,2	199,6	205,6
4	170,9	190,8	201,6	203,8
5	167,6	191,2	194,4	204,2
6	170,0	196,0	194,8	188,6
7	173,6	194,8	196,0	206,0
8	176,7	194,0	198,4	206,9
9	179,1	196,0	201,6	204,2
10	166,7	188,6	179,1	206,0
<b>AVG</b>	171,1	193,9	196,1	202,6

Dari hasil penelitian pengujian nilai kekerasan baja armour di dapatkan bahwa nilai kekerasan tertinggi adalah 206 HB dimana nilai kekerasan ini didapatkan dari proses austenisasi pada temperatur 1100°C dan setelah proses rolling. Maka dengan hasil sifat mekanik tersebut dapat diproyeksikan untuk baja kekuatan tinggi untuk penelitian selanjutnya <sup>[5]</sup>.

**KESIMPULAN**

Dari penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Komposisi kimia baja laterit adalah baja paduan rendah ( low alloy steel ) dengan kandungan Carbon 0,79 %.
2. Struktur mikro yang terbentuk dari proses austenisasi adalah martensite, dimana struktur ferit dan perlit ini akan mempengaruhi nilai kekerasan dari material.

3. Nilai kekerasan material mengalami peningkatan kekerasan yang sangat besar dengan dilakukannya proses forging sebesar 193,9 HB dan setelah rolling berubah menjadi 202,6 HB.

#### **REFERENSI**

- [1] Wibawa, Samdan. 2013. "Analisis Struktur Mikro Dan Sifat Mekanik Baja Karbon Rendah Fasa Ganda Pada Proses Intercritical Annealing Dengan Pendinginan Cepat." Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.
- [2] Desiana. 2008. "Pengaruh Temperatur Terhadap Laju Korosi Baja Laterit Pada Lingkungan Air."
- [3] Haryadi, Gunawan Dwi. 2014. "Pengaruh Suhu Tempering Terhadap Kekerasan, Kekuatan Tarik dan Struktur Mikro pada Baja K-460," 1–8.
- [4] Jena PK, Mishra B, Ramesbabu M, Babu A, Singh AK, Sivakumar K. *Effect Of Heat Treatment On Mechanical And Ballistic Properties Of High Strength Armour Steel*. International Journal Of Impact Engineering 2009;37:242-249.
- [5] F., Wahid, U., & Semarang, H. (2014). Prosiding SNST ke-5 Tahun 2014 Fakultas Teknik Universitas Wahid Hasyim Semarang 13, 13–18.

## **Pengaruh Deformasi Plastis dan Temperatur Terhadap Ketahanan Korosi Sumuran Material UNS N08825 Berdasarkan ASTM G48**

**Annisa Amalia Martiano<sup>1,a</sup>, Slameto Wiryolukito<sup>1,b</sup>**

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[<sup>a</sup>annisa.martiano@gmail.com](mailto:annisa.martiano@gmail.com)

[<sup>b</sup>swmetallurgist@yahoo.com](mailto:swmetallurgist@yahoo.com)

### **Abstrak**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh deformasi plastis berupa pemberian regangan tarik dan juga temperatur terhadap Critical Pitting Temperature (CPT) material UNS N08825 dan bentuk korosi sumuran. Critical Pitting Temperature (CPT) ini menunjukkan temperatur dimana material rentan terserang korosi sumuran. Metode pengujian yang digunakan berdasarkan ASTM G48 Metode C. Pengujian dilakukan pada temperatur 35°C, 55°C, dan 65°C dengan regangan yang diberikan pada sampel sebesar 0%, 15%, dan 25%. Larutan yang digunakan adalah ferric chloride ( $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ) dengan kecepatan pengadukan 250rpm. Pengujian dilakukan selama 72 jam untuk tiap sampel. Pengukuran kedalaman pit yang terbentuk menggunakan Needle Micrometer Mitutoyo dan pengukuran diameter pit menggunakan mikroskop stereo. Pengamatan bentuk serangan korosi yang ada menggunakan pengamatan mikrostruktur, dan SEM. Dari hasil pengujian didapatkan nilai Critical Pitting Temperature (CPT) sampel dalam kondisi annealed adalah 35,7°C dan 38,3°C yang memiliki perbedaan 6,9°C dan 4,2°C dengan perhitungan teoritis yang memiliki nilai 42,5°C. Critical Pitting Temperature (CPT) hasil pengujian memiliki perbedaan 1,3°C dan 3,9°C dengan angka PREN yang nilainya 34,4°C. Temperatur sangat berpengaruh pada ketahanan korosi sumuran sampel. Dengan semakin tinggi temperature dan regangan yang diberikan, serangan korosi yang terbentuk cenderung menyerang ke arah tebal sampel. Pemberian regangan, ternyata tidak menyebabkan perubahan nilai Critical Pitting Temperature (CPT) yang signifikan. Bentuk serangan korosi yang terjadi pada sampel dengan regangan yang berbeda menunjukkan bentuk serangan yang menyerang permukaan butir.

**Kata kunci:** ASTM-G48, Critical Pitting Temperature (CPT), Korosi Sumuran, UNS N08825

### **PENDAHULUAN**

Material UNS N08825 merupakan salah satu nikel-iron base superalloy yang banyak digunakan pada industri minyak dan gas, terutama digunakan sebagai bahan sadar seawater piping dan heat exchanger baffle. Material jenis ini memiliki ketahanan korosi yang tinggi. Pada proses fabrikasi material UNS N08825 melalui proses deformasi plastis. Deformasi dapat menurunkan ketahanan akan korosi, terutama korosi sumuran. Penelitian ini dilakukan untuk menentukan pengaruh deformasi plastis terhadap ketahanan korosi sumuran material UNS N08825 yang dinyatakan dengan Critical Pitting Temperature (CPT), menentukan pengaruh temperature terhadap ketahanan korosi sumuran, dan bentuk serangan korosi sumuran yang terjadi. Korosi merupakan perusakan atau penurunan performa material karena bereaksi dengan lingkungan <sup>[1]</sup>. Korosi sumuran merupakan korosi lokal yang hanya terjadi pada material yang memiliki lapisan pasif. Korosi ini terjadikarena terhambatnya proses repassivasi pada permukaan logam. Hal ini disebabkan oleh terdapatnya unsur-unsur yang memiliki ukuran yang kecil seperti Cl yang

menyebabkan terjadinya reaksi autokatalitik. Korosi sumuran dianggap berbahaya karena lubang-lubang yang terbentuk dipermukaannya sulit untuk dideteksi dan dapat menjadi sumber tegangan. Pada dasarnya ada 2 macam mekanisme korosi sumuran, yakni mekanisme *breakdown passivity* dan *pit growth* [2]. Dimana pada mekanisme *breakdown of passivity* kerusakan lapisan *passive* dapat diakibatkan oleh adanya ketidak sempurnaan lapisan *passive* yang terbentuk atau juga karena adanya anion berukuran kecil yang menghambat proses *repassivasi*. Akibatnya, tercipta perbedaan potensial dimana bagian anoda memiliki ukuran yang jauh lebih kecil dibandingkan katoda. Hal ini yang menimbulkan munculnya lubang (*pit*). Pada bagian *pit* terjadi proses hidrolisis yang menyebabkan penurunan pH pada bagian dalamnya. Selain itu, terjadi pula reaksi autokatalitik yang menyebabkan terjadinya *pit growth*. Perhitungan nilai CPT teoritis berdasarkan standar ASTM G48 dengan mengacu komposisi kimiayang didapatkan dari hasil OES. Dimana, nilai CPT yang didapat sebesar 42,5°C.

## METODE

Regangan yang diberikan pada sampel berada dibawah nilai regangan ultimatenya (45%). Besarnya regangan yang diberikan mengacu pada deformasi yang dilaukan pada industri yaitu sebesar 10%. Namun, diberikan regangan yang memiliki nilai yang lebih tinggi, yakni 15% dan 25%. Sampel diberikan deformasi plastis melalui penarikan dingin dengan regangan sebesar 0%, 15%, dan 25%. Ukuran sampel yang digunakan ialah 50 mm × 25 mm × 3 mm. Dilakukan pengujian korosi menggunakan metode immersi sesuai ASTM G 48 Metode C. Larutan yang digunakan adalah campuran 10% FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, 88% reagent water, dan 2% HCl konsentrasi 37%. Karena asulit mendapatkan ukuran sampel yang identik, maka volume larutan yang digunakan disesuaikan dengan luas permukaan tiap sampel. Sampel diuji selama 72 jam, dan dilakukan agitasi menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 250 rpm. Penggunaan *magnetic stirrer* ini agar kondisi larutan homogen. Pengujian dilakukan pada temperatur 35°C, 55°C, dan 65°C. Temperatur ini diambil menyesuaikan dengan CPT teoritis yang didapat, dimana diambil untuk mengantisipasi fluktuasi temperature. *Drifting* temperatur penelitian ini adalah sebesar 3°C berbeda dengan ASTM, dimana *drifting* temperature yang ada besarnya 1°C. Perbedaan ini disebabkan karena keterbatasan alat yang digunakan pada penelitian. Setelah produk korosi dihilangkan pada sampel hasil pengujian dilakukan penimbangan massa akhir sampel. Selain itu, dilakukan juga perhitungan jumlah *pit*, pengukuran diameter *pit* yang terbentuk menggunakan mikroskop stereo. Pengukuran kedalaman *pit* yang terbentuk menggunakan *needle micrometer mitutoyo*. *Pit* dikategorikan apabila lubang yang terbentuk memiliki kedalaman minimal 0,0025mm. Pengamatan bentuk serangan korosi menggunakan metode *metallography* dan SEM.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada pengujian ini juga dihitung perubahan massa sampel, volume tembereng, dan diameter maksimum *pit*. Namun, karena adanya efek dari korosi lain yang timbul selain korosi sumuran, data ini tidak digunakan, kerana dianggap tidak *representative*.

### 1. Optical Emission Spectroscopy (OES)

Hasil yang didapat dari karakterisasi menggunakan OES dibandingkan dengan standar ASTM B163 untuk menganalisa kesesuaian unsur oada material dengan standar. Dari **Tabel 1** dapat dilihat bahwa material yang digunakan benar UNS N08825. Dari hasil karakterisasi menggnakna OES tersebut, data kuantitatif kandungan unsur yang ada digunakan untuk perhitungan CPT Teoritis berdasarkan ASTM G48.

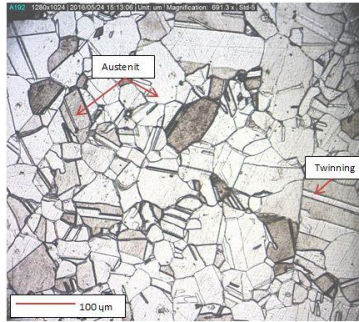
**Tabel 1. Perbandingan Komposisi Unsur Material UNS N08825**

Kriteria	Ni	Fe	Cr	Mo	Ti	Al	C	Mn
Hasil OES	40,33	29,22	23,28	3,33	0,639	0,06	0,023	0,40
ASTM B 163	38,00- 46,00	22,00 (min)	19,50- 23,50	2,50- 3,50	0,60- 1,20	0,20 (max)	0,05 (max)	1,00 (max)



## 2. Struktur Mikro UNS N08825

Pada **Gambar 1** dapat dilihat struktur mikro pada UNS N08825. Dari hasil *metallography* yang dilakukan pada sampel struktur mikro yang ada menunjukkan fasa austenit pada area yang berwarna terang (putih) dan gelap (kehitaman).



**Gambar 1. Struktur Mikro UNS N08825**

Perbedaan warna yang nampak pada sampel walaupun memiliki fasa yang sama disebabkan oleh adanya perbedaan orientasi kristal yang menyebabkan pantulan cahaya dari mikroskop optik berbeda pada butirnya. Selain itu, pada gambar juga dilihat dengan jelas adanya *twinning* yang terbentuk. Kemungkinan jenis *twinning* yang ada adalah *annealing twin*. *Annealing twin* merupakan ciri dari material yang memiliki struktur kristal FCC seperti halnya nikel-iron base superalloy. Pada sampel yang telah diberikan regangan, butir fasa yang tampak pada sampel akan berbentuk lebih memanjang dan memipih.

## 3. PENGUJIAN MEKANIK

Untuk memastikan material ini adalah UNS N08825 maka dilakukan pengujian mekanik pada material sampel melalui pengujian tarik dan uji keras. Dari data yang didapatkan dapat disimpulkan material yang adalah adalah UNS N08825 karena memiliki nilai sifat mekanik yang sesuai dengan standar. Setelah diberikan regangan, material yang ada diuji nilai kekerasannya menggunakan pengujian keras *microvickers*.

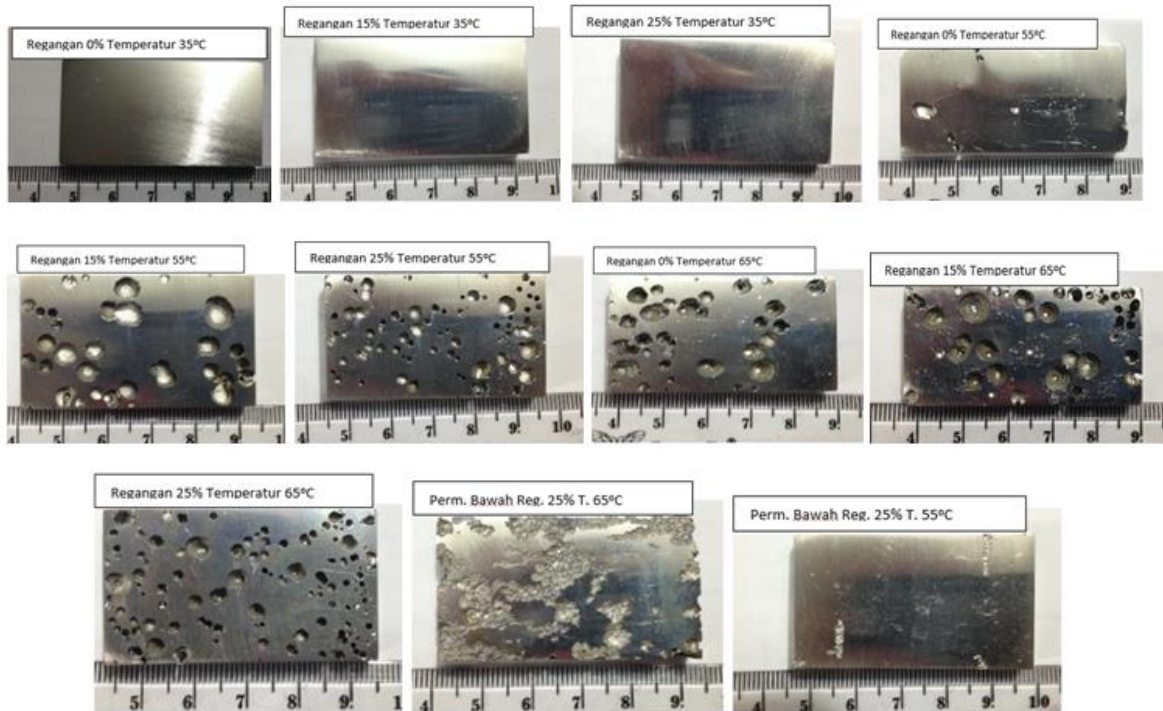
**Tabel 2. Nilai Kekerasan Material Pasca Peregangan**

%elongasi	Kekerasan (HV 55)					Rerata (HV 55)
	1	2	3	4	5	
0	138	137	135	139	139	137,6
15	174	187	168	161	180	174
25	202	203	192	196	183	195,2

Peningkatan nilai kekerasan sampel yang telah diberi regangan karena adanya efek mutipikasi dislokasi ketika sampel mengalami deformasi.

## 4. PENGAMATAN VISUAL

Pada **Gambar 2** sampel hasil pengujian korosi dapat dilihat terdapat lubang- lubang kecil di permukaan sampel. Lubang-lubang ini adalah hasil korosi sumuran (*pit*). Bentuk *pit* yang ada cenderung berbentuk bulat sempurna. *Pit* yang terbentuk juga semakin banyak jumlahnya dengan semakin besarnya regangan dan juga temperatur yang digunakan. Pada penelitian ini, permukaan bagian bawah sampel dianggap tidak *representaive*, karena adanya korosi lain yang terdapat pada sampel yakni, korosi erosi dan korosi celah seperti yang ditunjukkan **Gambar 2**. Korosi erosi akibat adanya aliran fluida, korosi celah akibat kontak sampel dengan cradle.



**Gambar 2. Permukaan Atas Sampel Hasil Pengujian Korosi**

### 5. PENGARUH REGANGAN DAN TEMPERATUR TERHADAP JUMLAH PIT

**Tabel 3. Data Jumlah Pit**

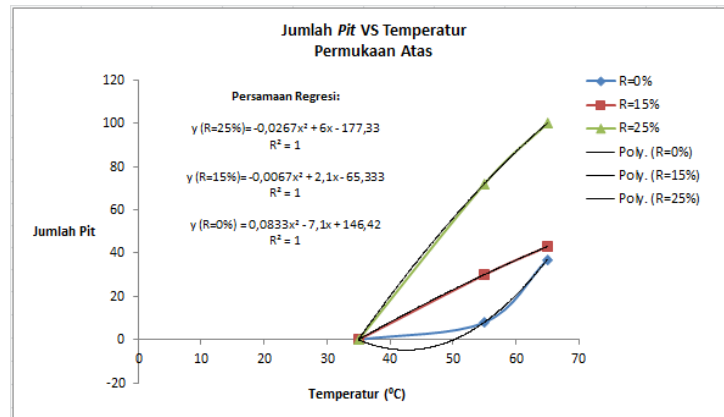
Regangan	0%			15%			25%		
Temperatur (°C)	35	55	65	35	55	65	35	55	65
Jumlah Pit	0	3	20	0	6	24	0	7	8

Pada **Tabel 3** dapat dilihat dengan semakin tinggi regangan dan temperatur maka akan semakin banyak jumlah *pit* yang terbentuk. Dengan semakin tingginya temperatur, maka molekul akan semakin mudah untuk bergerak dan menyebabkan reaksi yang terjadi di permukaan sampel akan semakin cepat untuk terjadi. Akibatnya, proses autokatalitik yang terjadi pada sampel akan semakin mudah. Hal ini sesuai dengan prinsip Arrhenius yang ditunjukkan oleh Eq.1.

$$k = A e^{\frac{-E_a}{RT}} \quad (1)$$

Pada persamaan ini dijelaskan dengan semakin tinggi temperatur ( $T$ ), maka energi *barrier* yang dimiliki oleh material akan semakin rendah. Sehingga, energi aktivasi ( $E_a$ ) yang dibutuhkan akan semakin kecil untuk melewatinya. Akibatnya, reaksi ( $k$ ) akan semakin cepat, dan *pit* yang terbentuk akibat reaksi korosi akan semakin banyak. Korosi sumuran juga cenderung untuk tumbuh searah dengan arah *gravitasi* dan kondisi yang stagnan seperti kondisi permukaan atas sampel ini. Pengaruh regangan temperatur terhadap jumlah *pit* sampel ditunjukkan oleh **Gambar 3**. Dengan semakin tinggi regangan yang diberikan, maka jumlah *pit* yang terbentuk akan semakin banyak jumlahnya. Hal ini diakibatkan oleh adanya dislokasi dan tegangan sisa yang muncul pada permukaan sampel akibat dari pemberian regangan pada sampel. Adanya dislokasi dan juga tegangan sisa pada logam akan menyebabkan adanya perbedaan potensial yang ada pada permukaan logam. Perbedaan potensial ini akan menyebabkan semakin mudahnya terjadi korosi. Semakin besar regangan yang diberikan maka kerapatan dislokasi yang ada semakin meningkat dan semakin banyaknya bagian yang memiliki perbedaan potensial. Hal ini disebabkan terjadinya multiplikasi dislokasi. Multiplikasi dislokasi yang terjadi dapat dibuktikan dengan adanya kenaikan kekerasan yang terjadi pada sampel yang

telah mengalami regangan, seperti yang ditunjukkan oleh **Tabel 2**. Pada penelitian ini, sebenarnya dilihat juga permukaan sampel bagian bawah, namun pada bagian bawah ini dapat dianggap tidak *representative*. Hal ini disebabkan, karena pada percobaan digunakan agitasi dengan magnetic stirrer terjadinya korosi erosi pada bagian permukaan bawah sampel.



**Gambar 3. Grafik Pengaruh Temperatur dan Regangan Terhadap Jumlah Pit**

**6. PENGARUH REGANGAN DAN TEMPERATUR TERHADAP DATA H50**

H50 merupakan distribusi komulatif dari kedalaman seluruh *pit* yang terbentuk dipermukaan sampel. Pada pengujian ini sebenarnya dilakukan juga pengukuran kedalaman maksimum *pit*, namun karena *pit* yang terbentuk cenderung menembus ketebalan sampel pada kondisi uji 65°C yang dapat mempengaruhi data, maka dipilih menggunakan data H50 yang lebih *representative*. Data H50 ditunjukkan oleh **Tabel 4**.

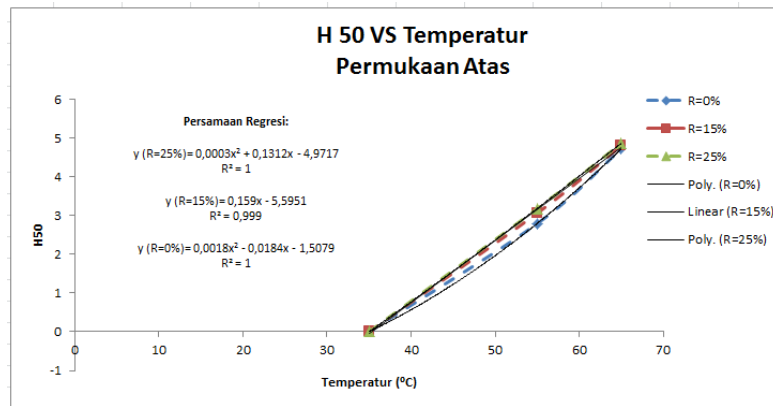
**Tabel 4. Data H50**

Regangan	0%			15%			25%		
Temperatur (°C)	35	55	65	35	55	65	35	55	65
H50 (mm)	0,000	2,974	4,718	0,000	3,062	4,800	0,000	3,180	4,863

Pada data dapat dilihat dengan semakin tingginya temperatur dan regangan maka H50 sampel akan semakin besar. Hal ini ditunjukkan juga oleh grafik yang terbentuk pada Gambar 4. Dengan semakin tingginya temperatur menyebabkan reaksi korosi semakin cepat sehingga menyebabkan kedalaman *pit* yang terbentuk semakin dalam. Dengan adanya reaksi laju reaksi anoda dan katoda yang semakin cepat, menciptakan daerah yang kaya akan ion positif. Maka untuk menyeimbangkan reaksi, ion Cl<sup>-</sup> semakin aktif bereaksi dan menghasilkan HCl sebagai produknya yang membuat adanya penurunan pH di daerah *pit* yang telah terinisiasi. Hal ini yang menyebabkan kedalaman *pit* semakin dalam, akibat pH di daerah dalam *pit* yang rendah dan sulit terjadinya *repassivasi* dan proses autokatalitik semakin tinggi. Dengan semakin tingginya regangan menyebabkan nilai H50 juga semakin tinggi, karena pemberian tegangan ini akan menyebabkan munculnya tegangan sisa dan juga meningkatkan densitas dislokasi yang menyebabkan adanya perbedaan potensial yang menyebabkan semakin rentan untuk terserang korosi.

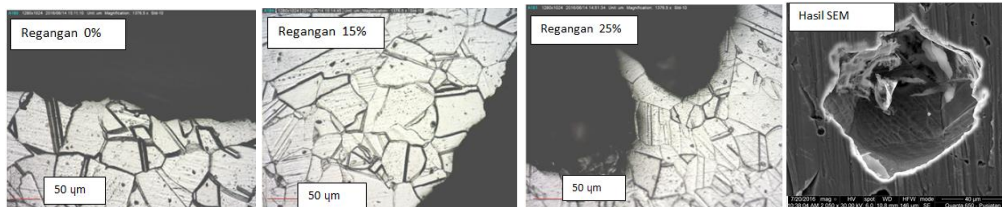
Bentuk serangan korosi yang terjadi pada tiap regangan ditunjukkan oleh Gambar 5. Bentuk serangan korosi yang ada untuk tiap regangan memiliki bentuk yang menyerang permukaan butir. Hal ini diakibatkan oleh karena agresivitas larutan yang digunakan pada permukaan cenderung kurang agresif. Hal ini menyebabkan area *pit* yang menjadi anoda harus mendistribusikan elektron ke bagian katoda yang memiliki luas permukaan yang tinggi. Sehingga, untuk memenuhi kebutuhan ini *pit* akan tumbuh di permukaan butir agar dapat terdistribusikan elektron ke seluruh permukaan katoda. Bentuk ini juga memiliki kesamaan dengan

permukaan yang ditinjau menggunakan SEM. Dimana, bentuk korosi menyerang permukaan butir, dan dapat dilihat juga sudah terjadinya *pit initiation*. Namun, dari gambar hasil SEM menunjukkan *pit* yang terbentuk tidak bular sempurna.



**Gambar 4. Grafik Pengaruh Temperatur dan Regangan Terhadap Data H50 Sampel**

**BENTUK SERANGAN KOROSI**



**Gambar 5. Bentuk Serangan Korosi**

**8. PERHITUNGAN NILAI CPT**

Dari hasil regresi yang ada pada grafik **Gambar 3** dan **Gambar 4**, dihitung nilai CPT yang ada. Pada data H50 nilai y diasumsikan 0,025 karena nilai minimum kedalaman adalah 0,025 mm. Sedangkan nilai variabel y pada data jumlah *pit* adalah 0. Nilai CPT yang didapatkan ditunjukkan oleh Tabel 5.

**Tabel 5. Nilai CPT Hasil Pengujian**

Regangan (%)	Jumlah Pit			H50		
	0	15	25	0	15	25
CPT (°C)	38,3	34,8	35	35,1	35,3	34,5

**KESIMPULAN**

Nilai *Critical Pitting Temperature* sampel yang didapat dari pengujian dengan kondisi *full annealed* yang didapat dari hasil pengujian sebesar 35,7°C dan 38,3°C yang memiliki perbedaan 6,9°C dan 4,3°C dengan CPT teoritis yang memiliki nilai 42,5°C. Nilai *Critical Pitting Temperature* hasil pengujian memiliki perbedaan 1,3°C dan 3,9°C dengan PREN yang nilainya 34,4°C. Dengan semakin tingginya temperatur dan regangan, korosi sumuran yang terbentuk cenderung menyerang kearah ketebalan sampel. Bentuk korosi sumuran yang terbentuk menyerang permukaan sampel.

**REFERENSI**

- [1] Mars G. Fontana, *Corrosion Engineering*, Sanjeev Rao, Ed. Singapore: McGraw-Hill Book Company, 987.
- [2] J.Oudar P. Marcus, *Corrosion Mechanisms in Theory and Practice*,.New York, United States of America: Marcel Dekker, Inc., 1995
- [3] "ASTM G48 - 03 Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by use of Ferric Chloride Solution," vol. 03.02, no. Wear and Erosion; Metal Corrosion, 2003.

## **ANTIOKSIDAN BERBASIS KUNIR PUTIH DARI PANDEGLANG DENGAN METODE EKSTRAKSI DIGESTI**

Nufus Kanani, Agus Rochmat, Syah Reza Pahlevi, Fitri Yuyu Rohani

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

[nufuskanani@yahoo.com](mailto:nufuskanani@yahoo.com)

### **Abstrak**

Kunir Putih (*Curcuma mangga*) merupakan salah satu tumbuhan yang belum banyak dimanfaatkan di daerah Pandeglang Banten. Kunir Putih mempunyai potensi sebagai antioksidan sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan Tabir Surya. Beberapa senyawa aktif pada kunir putih yang memiliki aktivitas sebagai antioksidan diantaranya xanton, flavonoid, dan alkaloid. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui aktivitas antioksidan dilakukan dengan menggunakan metode DPPH, serta untuk mengetahui potensi kunir putih untuk dijadikan bahan pembuatan tabir surya. Penelitian diawali dengan pemilihan rimpang kunir putih kemudian dipotong dan dilakukan proses *blanching* dengan media asam sitrat 0,05%. Setelah itu, dilakukan ekstraksi digesti pada temperatur 30°C selama 2 jam. Selanjutnya ekstrak yang dihasilkan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *water bath* pada temperatur 40-45°C selama 4 jam dan dilanjutkan dengan pengovenan pada temperatur 37°C selama 8 jam. Ekstrak kental yang diperoleh dilakukan pengujian aktivitas antioksidan dengan metode DPPH (2,2-difenil-1-pikrilhidrazil). Hasil uji aktivitas antioksidan menunjukkan bahwa ekstrak etil asetat dan methanol dari kunir putih memiliki aktivitas sebagai antioksidan, dengan nilai IC<sub>50</sub> berturut-turut yaitu 36,318 µg/mL dan 63,420 µg/mL.

Kata Kunci : Anti Oksidan, DPPH, Kunir putih

### **PENDAHULUAN**

Matahari merupakan sumber cahaya alami yang memiliki peranan sangat penting dalam keberlangsungan kehidupan. Sinar matahari merupakan gelombang elektromagnetik yang menjadi sumber semua jenis sinar. Dipermukaan bumi sinar matahari terdiri dari beberapa spektrum yaitu sinar infra merah (>760 nm), sinar tampak (400-760 nm), sinar ultra violet (UV) A (315-400 nm), sinar UVB (290-315 nm), dan sinar UVC (100-290 nm) yang sangat berbahaya, memiliki energi yang sangat tinggi dan bersifat karsinogenik [1]. Banyaknya pengaruh lingkungan secara cepat maupun lambat dapat merusak jaringan kulit manusia, salah satunya yaitu pengaruh sinar UV dari sinar matahari. Efek buruk dari radiasi sinar matahari pada kulit manusia dapat menyebabkan kulit terbakar, pigmentasi kulit, penuaan dini, dan dapat menyebabkan kanker pada kulit manusia [2]. Oleh karena itu dibutuhkan tabir surya yang dapat melindungi kulit dari bahaya radiasi sinar matahari. Tabir surya alami di alam, pada umumnya senyawa fenolik atau polifenolik yang berperan untuk mencegah efek yang merugikan akibat radiasi UV pada kulit karena antioksidan sebagai fotoprotektif [3].

Menurut Lobo (2009), tanaman kunir putih ini mengandung senyawa kimia seperti kurkuminoid, minyak atsiri, astringensia, flavonoid, sulfur, gum, resin, tepung, sedikit lemak. Selain itu kunir putih mengandung alkaloid, phenol, saponin, glikosida, steroid, terpenoid, dan kandungan lain yang diduga dapat digunakan sebagai antimikroba, antifungal, antikanker, antialergi, antioksidan, dan analgesik [4]. Indonesia merupakan negara yang terletak didaerah tropis memiliki keunikan dan kekayaan hayati yang sangat luar biasa, tercatat tidak kurang dari 30.000 jenis tanaman obat yang tumbuh di Indonesia. Tanaman-tanaman obat ini juga berfungsi sebagai bahan untuk pembuatan kosmetik alami. Salah satu daerah di Indonesia dengan keanekaragaman hayati yang beragam adalah Kabupaten Pandeglang, yang terletak di Provinsi Banten. Pandeglang, dengan kondisi tanah yang subur ditumbuhi berbagai jenis tumbuhan yang berpotensi sebagai obat-obatan dan bahan kosmetik diantaranya adalah kunir putih atau biasa disebut *koneng leuweung*. Kunir

putih ini tumbuh liar dipekarangan, kebun, dan di hutan yang tentunya belum dimanfaatkan secara maksimal. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui aktivitas antioksidan kunir putih dengan menggunakan metode DPPH, serta untuk mengetahui potensi kunir putih untuk dijadikan bahan pembuatan tabir surya.

## **METODE**

Bahan yang dipakai pada penelitian ini antara lain: rimpang kunir putih, asam sitrat, ethanol dengan kadar 96%, etil asetat dan larutan 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH).

Penelitian diawali dengan pemilihan rimpang kunir putih kemudian dipotong dan dilakukan proses *blanching* dengan media asam sitrat 0,05%. Setelah itu, dilakukan ekstraksi digesti pada temperatur 30 °C selama 2 jam. Selanjutnya ekstrak yang dihasilkan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *water bath* pada temperatur 40-45°C selama 4 jam dan dilanjutkan dengan pengovenan pada temperatur 37°C selama 8 jam. Ekstrak kental yang diperoleh dilakukan pengujian aktivitas antioksidan dengan metode DPPH (2,2-difenil-1-pikrilhidrazil)

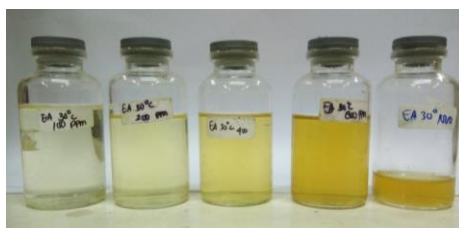
## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Uji Aktivitas Antioksidan Secara Kuantitatif**

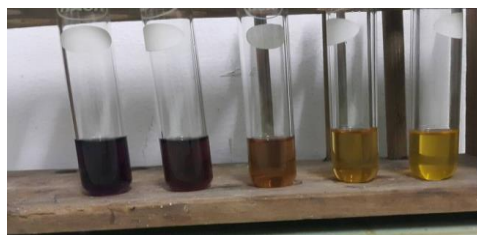
Uji aktivitas antioksidan yang dilakukan menggunakan metode pengukuran serapan radikal DPPH tereduksi pada panjang gelombang 517 nm yang menggambarkan besar aktivitas suatu antioksidan dalam meredam radikal bebas. Metode ini dipilih karena secara teknis memerlukan sedikit sampel, sederhana, mudah, cepat dan peka untuk mendeteksi senyawa antioksidan yang terdapat dalam bahan alam.

Pengukuran aktivitas antioksidan dengan metode DPPH menggunakan prinsip spektrofotometri. Senyawa yang memiliki aktivitas antioksidan akan mendonorkan atom hidrogennya untuk berikatan dengan DPPH membentuk DPPH tereduksi yang ditandai dengan kehilangan warna ungu pada senyawa DPPH menjadi kuning pucat disertai penurunan nilai absorbansi [5].

Pada pengujiannya digunakan sampel dengan lima konsentrasi yang meningkat yaitu 100, 200, 400, 800 dan 1000 ppm. Penggunaan konsentrasi tersebut didasarkan pada penggunaan metode regresi dalam membuat persamaan garis yang didasarkan pada nilai absorbansi dan konsentrasi standar yang dibuat paling sedikit menggunakan lima rentang konsentrasi yang meningkat agar dapat memberikan serapan linier. Gambar 1 menunjukkan sampel dengan konsentrasi 100, 200, 400, 800 dan 1000 ppm sebelum penambahan DPPH dan Gambar 2 menunjukkan sampel setelah penambahan DPPH.



**Gambar 1. Ekstrak Kunir Putih sebelum penambahan DPPH**

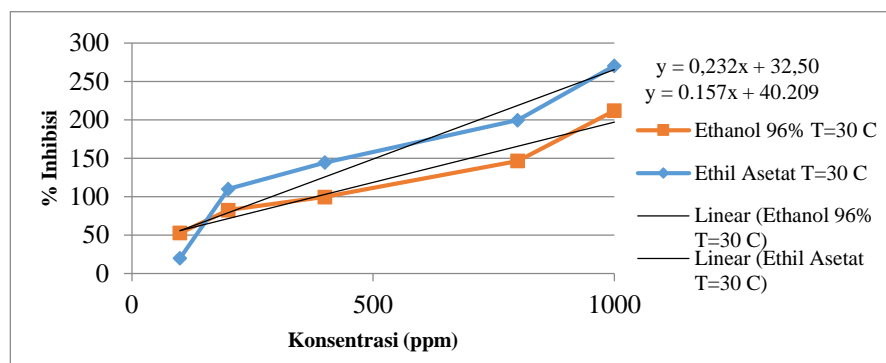


**Gambar 2 Ekstrak Kunir Putih setelah penambahan DPPH**

Gambar 1 menunjukkan sampel ekstrak kunir putih dengan warna dasar kuning sebelum dilakukan penambahan DPPH. Gambar 2 menunjukkan sampel ekstrak kunir putih setelah penambahan DPPH dan proses inkubasi selama 30 menit. Hal ini menunjukkan perubahan warna ungu menjadi warna kekuningan pada sampel yang menandakan adanya aktivitas antioksidan. Terjadinya perubahan warna tersebut disebabkan terjadinya penurunan konsentrasi DPPH akibat adanya pendonoran pasangan elektron bebas dari senyawa antioksidan ke senyawa DPPH.

### **Pengaruh Jenis Pelarut terhadap Aktivitas Antioksidan**

Berikut Gambar 3 menunjukkan hubungan konsentrasi terhadap aktivitas antioksidan. Dimana aktivitas antioksidan ditunjukkan dengan % inhibisi.



**Gambar 3. Grafik Hubungan Konsentrasi terhadap % Inhibisi dalam Pengaruh Jenis Pelarut**

Gambar 3 menunjukkan hubungan antara konsentrasi sampel terhadap % inhibisi dalam pengaruh jenis pelarut, dimana dapat dilihat terjadinya kenaikan % inhibisi seiring dengan kenaikan konsentrasi sampel. Hal ini menunjukkan semakin tinggi konsentrasi maka aktivitas antioksidan semakin tinggi pula aktivitas antioksidan yang terdapat didalamnya. Hasil uji aktivitas antioksidan pada Gambar 3 menunjukkan persamaan regresi untuk ekstrak pada fraksi ethanol adalah  $y = 0,157x + 40,20$  sehingga diperoleh  $IC_{50}$  sebesar  $62,420 \mu\text{g/mL}$ . Sedangkan persamaan regresi untuk ekstrak pada fraksi ethil asetat adalah  $y = 0,232x + 32,50$  sehingga diperoleh  $IC_{50}$  sebesar  $36,318 \mu\text{g/mL}$ . Senyawa dikatakan memiliki aktivitas antioksidan sangat kuat apabila nilai  $IC_{50}$  kurang dari  $50 \mu\text{g/mL}$ , kuat apabila nilai  $IC_{50}$  antara  $50-100 \mu\text{g/mL}$ , sedang apabila nilai  $IC_{50}$  antara  $100-150 \mu\text{g/mL}$ , dan lemah apabila nilai  $IC_{50}$  antara  $150-200 \mu\text{g/mL}$ . Nilai  $IC_{50}$   $200-1000 \mu\text{g/mL}$  dinyatakan masih berpotensi sebagai antioksidan [5]. Berdasarkan  $IC_{50}$  yang diperoleh, maka fraksi ethanol memiliki aktivitas antioksidan kuat dan fraksi ethil asetat memiliki aktivitas antioksidan sangat kuat. Pada kontrol positif sebagai pembanding yaitu vitamin C memiliki nilai  $IC_{50}$   $1,86 \mu\text{g/mL}$ .

Berdasarkan hasil uji tersebut, terlihat bahwa ekstrak pada fraksi ethil asetat memiliki aktivitas antioksidan yang lebih kuat dibandingkan fraksi ethanol. Hal ini diduga karena kandungan senyawa aktif pada rimpang kunir putih lebih banyak yang bersifat semipolar dibandingkan dengan senyawa yang bersifat polar. Sebagai pembanding, aktivitas antioksidan pada vitamin C 19 kali lebih kuat dibandingkan ekstrak pada fraksi ethil asetat. Hal ini disebabkan karena vitamin C merupakan senyawa murni, sedangkan ekstrak yang diperoleh masih berupa campuran berbagai senyawa.

## **SIMPULAN DAN SARAN**

### **SIMPULAN**

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa nilai aktivitas antioksidan tertinggi dari kunir putih diperoleh dengan menggunakan ekstrak etil asetat dengan  $IC_{50}$  sebesar  $36,318 \mu\text{g/mL}$ .

### **SARAN**

Untuk mendapatkan aktivitas antioksidan yang lebih baik disarankan agar melakukan perlakuan dengan metode ekstraksi yang lain dengan waktu ekstrak yang lebih lama.



**REFERENSI**

- [1] Kaur, C. D dan S. Saraf, *In Vitro Sun Protection Faktor Determination of Herbal Oils Used in Cosmetic*, Pharmacognosy Research, (2009) 2:22-23.
- [2] Wang, S.Q., Stanfield, M.S., Osterwalder, U. *In Vitro Assessment of UV A Protection by Populer Sunscreen Available in the United States*, J Am Dermatol 59: 934, (2008)
- [3] Svobodova, A., Psotova, J., Walterova, D, *Natural Phenolics in the Prevention of UV-Induced Skin Damage*, Biomed, Pap., Hal 137-147 (2003)
- [4] Putri, Muflikha Sofiana, *White Tumeric (Curcuma Zedoaria) : Chemical Substance and the Pharmacological Benefits*, J Majority Volume 3 No.7, (2014)
- [5] Pambayun, R., Gardjito, M., Sudarmadji, S., Kuswanto, K.R, *Kandungan Fenol dan Sifat Antibakteri Dari Berbagai Jenis Ekstrak Produk Gambir*, Majalah Farmasi Indonesia, 18(3), 141-146, (2007)

## Studi Oksidasi Sambungan Las Baja Feritik SA 213 – T22 akibat Lapisan $\text{Na}_2\text{SO}_4$ pada Temperatur 550 dan 650°C.

Husaini Ardy<sup>1, a</sup>, Mohammad Hamdani<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[husaini@material.itb.ac.id](mailto:husaini@material.itb.ac.id)

### Abstrak

Penelitian ini melakukan kajian terhadap fenomena korosi temperatur tinggi pada sambungan las baja feritik SA213-T22. Korosi temperatur tinggi terjadi akibat keberadaan lapisan garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang menyebabkan laju oksidasi semakin cepat. Pengujian oksidasi dilakukan secara isothermal pada temperatur 550 dan 650°C dan waktu pemanasan 2, 4, 6 dan 8 hari. Laju oksidasi diukur dengan perubahan berat spesimen. Perilaku oksidasi diamati juga dengan pengujian XRD, analisis struktur mikro, pengujian SEM/EDS. Hasil pengujian menunjukkan laju oksidasi lebih cepat pada temperatur 650°C serta laju oksidasi yang rendah terjadi pada temperatur 550°C selama 2 hingga 4 hari. Lapisan oksida mengelupas (spalling) pada semua pengujian yang dilakukan pada temperatur 550°C, sedangkan pada temperatur 650°C hanya terjadi pada spesimen yang dipanaskan selama 2 hari. Hasil metalografi menunjukkan ketebalan lapisan oksida dan jumlah karbida yang terbentuk semakin meningkat seiring bertambahnya waktu dan temperatur pemanasan. Hasil SEM/EDS menunjukkan pada temperatur 550 dan 650°C teramati fenomena hot corrosion melalui mekanisme Gas-Phase Induced Acidic Fluxing.

**Kata kunci** : baja feritik, oksidasi, hot corrosion, difusi, lapisan oksida.

### PENDAHULUAN

Material SA213 – T22 merupakan salah satu material yang digunakan untuk komponen *superheater boiler tube* yang beroperasi pada rentang temperatur 550 - 650°C. Pada daerah sambungan las komponen tersebut sering terjadi fenomena korosi temperatur tinggi yang berbeda dengan logam induk. Lapisan Natrium Sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) terbentuk akibat reaksi antara ion natrium dari garam NaCl yang berada di atmosfer (PLTU umumnya berada didekat pantai) dengan ion sulfat hasil pembakaran batu bara<sup>[1]</sup>. Adanya lapisan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  pada permukaan komponen dapat mempercepat laju korosi dan menimbulkan perilaku lain selain korosi temperatur tinggi yang dapat menyebabkan kerusakan pada komponen *boiler tube* yang sedang digunakan.

Makalah ini akan menampilkan hasil penelitian pengaruh temperature dan waktu pemaparan terhadap laju oksidasi pada logam induk dan logam las. Mekanisme *Hot Corrosion* terjadi secara dua tahap yaitu tahap inisiasi dimana laju oksidasi lambat dan setara dengan laju oksidasi pada permukaan tanpa lapisan garam, kemudian dilanjutkan dengan tahap propagasi yang ditandai dengan laju oksidasi lebih cepat. Modus tahap propagasi terjadi melalui dua kemungkinan, yaitu fluks basa (terjadi pada temperatur diatas 900°C) dan fluks asam (terjadi pada temperatur dibawah 900°C) yang bergantung pada jenis logam atau paduan dan kondisi lingkungan<sup>[2]</sup>. Ciri utamanya adalah laju korosi yang lebih tinggi pada temperatur yang lebih rendah (650-750°C) dibandingkan dengan temperatur yang lebih tinggi (950-1000°C).

### METODE

Proses pengelasan spesimen menggunakan metode *Tungsten Inert Gas (TIG) Welding* dan diberi perlakuan *Post Weld Heat Treatment (PWHT)* pada temperatur 700°C selama satu jam dengan pendinginan lambat.

Garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang dicampur dengan air dan telah dipanaskan sehingga membentuk pasta dilapiskan pada spesimen yang berukuran 25 mm x 10mm x 3mm dan dikeringkan selama 24 jam diudara. Pengujian oksidasi dilakukan secara isothermal dan pendinginan didalam tungku. Spesimen yang teroksidasi dilepaskan dari garamnya dengan cara dilarutkan dalam air. Penentuan kinetika oksidasi melalui metode perhitungan perubahan berat untuk setiap waktu pemanasan (*Weight Gain Measurement Method*). Karakterisasi terhadap perubahan struktur mikro yang terjadi dilakukan melalui metode metalografi. Penentuan senyawa produk oksidasi dilakukan melalui pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)* terhadap spesimen dengan waktu pemanasan paling lama. Morfologi dan distribusi unsur pada lapisan oksida ditentukan dengan pengujian *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS)*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Optical Emission Spectroscopy (OES)

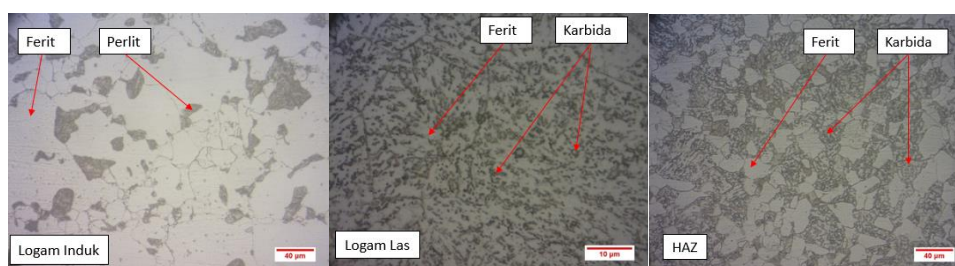
Hasil yang didapatkan dari pengujian OES dibandingkan dengan standar ASTM A213 untuk mengetahui kesesuaiannya dengan standar. Selain itu hasil OES juga berguna untuk penentuan nilai karbon, nikel dan krom ekivalen.

**Tabel 1. Komposisi Kimia (% berat) Baja Feritik A213-T22**

Kriteria	Unsur							
	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	Fe
Pengujian OES	0,12	0,442	0,013	0,004	0,243	2,55	0,894	Sisa
ASTM T22	0,05-0,15	0,30-0,60	0,025 maks	0,025 maks	0,50-1,00	1,90-2,60	0,87-1,13	Sisa

Berdasarkan hasil OES yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa komposisi unsur pada spesimen boiler tube SA213-T22 sesuai dengan standar ASTM A213.

### 2. Analisis Struktur Mikro Awal

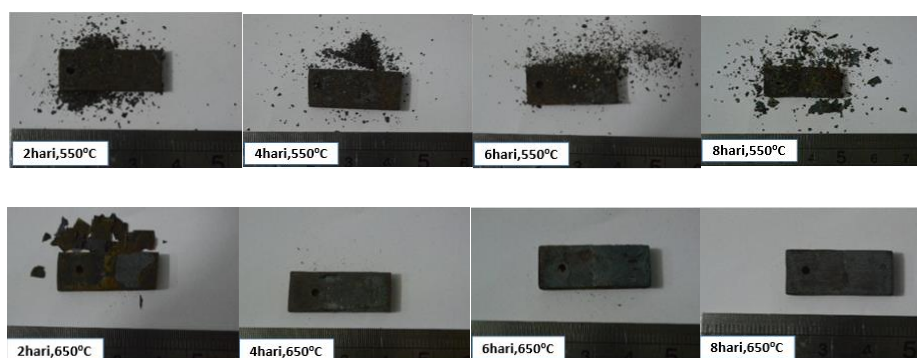


**Gambar 1. Struktur mikro awal baja feritik SA 213 – T22**

Hasil metalografi awal pada Gambar 1 menunjukkan bahwa logam induk memiliki struktur mikro ferit dan perlit, karena kandungan karbon dalam baja adalah 0,12%. Daerah HAZ merupakan daerah yang terkena panas pada saat pengelasan, sehingga struktur mikro daerah HAZ berbeda dengan logam induk. Fasa yang terbentuk pada daerah tersebut adalah ferit dan karbida. Perlakuan PWHT yang telah diterima menyebabkan struktur mikro di daerah lasan mengandung fasa ferit dan karbida sebagai hasil transformasi fasa martensit setelah proses pengelasan. Karbida di daerah HAZ dan logam las merupakan Krom-Karbida dan Molibdenum-Karbida yang mengalami presipitasi akibat proses pemanasan yang diterima.

### 3. Pengamatan Visual

Lapisan oksida pada semua spesimen pengujian pada temperatur 550°C mengelupas (*spalling*) dari substrat. Lapisan oksida spesimen yang dioksidasi pada temperatur 650°C tidak mengalami *spalling*, kecuali spesimen dengan waktu pemanasan 2 hari. Lapisan oksida yang pertama kali terbentuk dari substrat baja feritik pada temperatur 550°C adalah Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, kemudian Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terbentuk diantara substrat Fe dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>[2]</sup>. Oksigen disediakan oleh ion SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> sehingga ketika terjadi reaksi pembentukan besi-oksida akan dihasilkan SO<sub>3</sub> yang stabil dan tidak berikatan dengan ion apapun. Pada temperatur pemanasan yang tinggi SO<sub>3</sub> akan berdifusi sehingga menimbulkan retak antara lapisan oksida dengan substrat yang dapat menimbulkan *spalling* pada lapisan oksida tersebut. Penyebab lain terjadinya fenomena *spalling* adalah adanya tegangan pada oksida akibat perbedaan koefisien muai termal antara substrat dan lapisan oksida yang terbentuk. Semakin besar perbedaannya maka oksida akan lebih mudah mengalami *spalling*. Pada temperatur diatas 570°C senyawa FeO akan terbentuk selain Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

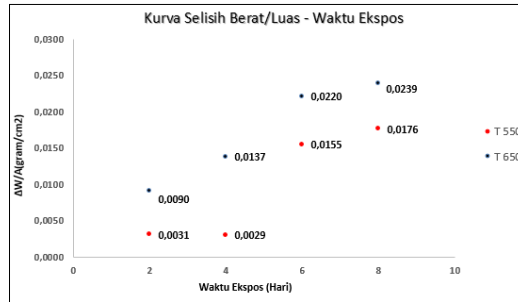


**Gambar 2. Pengamatan visual spesimen hasil oksidasi**

Menurut A.S Khana<sup>[5]</sup>, gaya adhesi yang rendah pada lapisan oksida yang tidak stabil karena terbentuk pada waktu pemanasan yang rendah juga bisa menyebabkan *spalling*, sehingga fenomena *spalling* pada spesimen yang dipanaskan pada temperatur 650°C selama 2 hari kemungkinan karena lapisan oksida yang terbentuk tidak stabil dan gaya adhesinya dengan substrat yang rendah.

### 4. Kinetika Oksidasi

Laju reaksi dihitung setelah reaksi memasuki tahap propagasi. Garis putus-putus pada kurva kinetika oksidasi yang ditunjukkan oleh Gambar 3 merupakan batas tahap inisiasi untuk mekanisme *hot corrosion* baja feritik T22. Berdasarkan literatur<sup>[2,3]</sup> penentuan batas tahap inisiasi dan propagasi pada baja paduan rendah yang tidak memiliki lapisan protektif (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) didasarkan pada kenaikan berat per satuan luas yang signifikan. Oleh karena itu batas tahap inisiasi untuk baja feritik T22 adalah saat nilai kenaikan berat per satuan luas sebesar 0,003. Laju reaksi dari waktu pemanasan 4 – 8 hari untuk pengujian 550°C dan pengujian 650°C mengikuti hukum parabolik, yang ditandai dengan perubahan berat per satuan luas yang semakin kecil seiring bertambahnya waktu pemanasan, serta temperatur pemanasan yang memungkinkan untuk terjadinya oksidasi yang mengikuti hukum kinetika parabolik<sup>[8]</sup>.

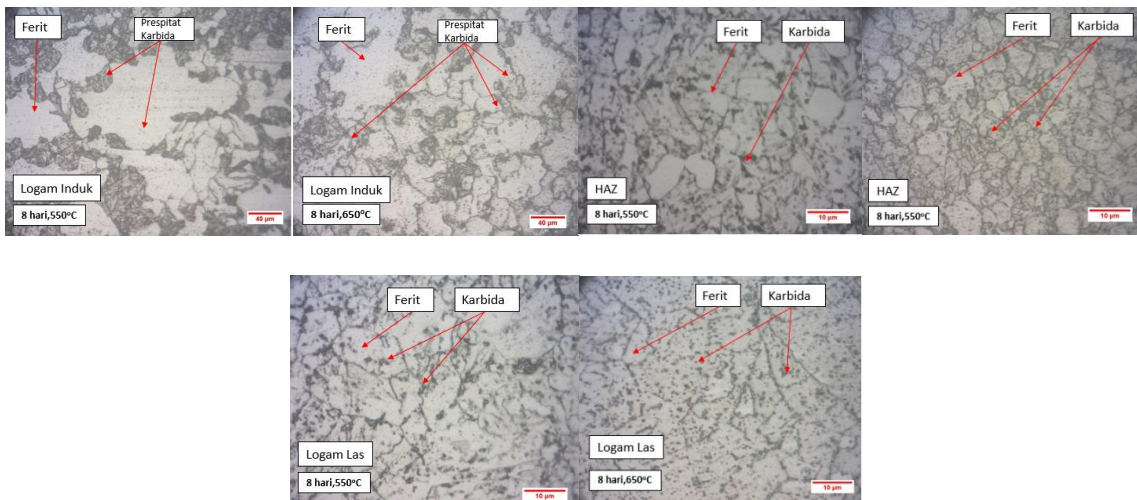


**Gambar 3. Kurva perubahan berat specimen setelah dioksidasi**

Pada temperatur 650°C, tahap inisiasi berlangsung sangat cepat sebelum waktu pemanasan 2 hari, hal tersebut ditandai dengan perubahan berat yang signifikan sehingga batas tahap inisiasi dan propagasi tidak teramati pada kurva kinetika oksidasi. Untuk mengetahui laju reaksi dari oksidasi pada kedua temperatur, maka dicari nilai konstanta laju reaksi dari data perubahan berat per satuan luas terhadap waktu pemanasan. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan (1), dapat diketahui bahwa konstanta laju parabolik untuk oksidasi pada temperatur 550°C pada waktu pemanasan 4 hingga 8 hari dan temperatur 650°C secara berturut-turut adalah  $8,0 \times 10^{-10}$  dan  $9,0 \times 10^{-10} \text{g}^2 \text{cm}^{-4} \text{s}^{-1}$ . Perbandingan nilai konstanta laju reaksi menunjukkan seberapa cepat laju reaksinya, sehingga dapat disimpulkan bahwa laju reaksi pada temperatur 650°C lebih cepat 1,125 kali dari reaksi pada temperatur 550°C.

$$(\Delta W/A)^2 = kp \times t \tag{1}$$

**5. Struktur mikro setelah pengujian**

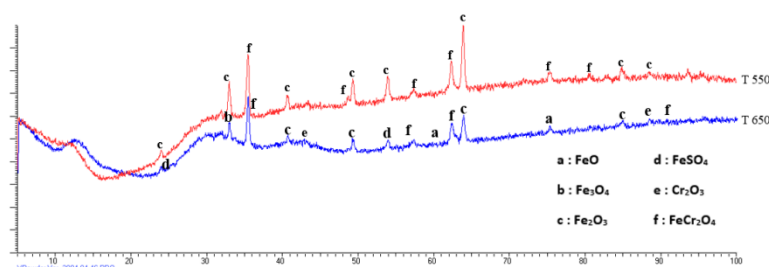


**Gambar 4. Struktur mikro setelah pengujian**

Hasil metalografi setelah pengujian menunjukkan bahwa fasa karbida terbentuk semakin banyak pada setiap spesimen. Pendinginan lambat yang diterima saat PWHT kemungkinan menyebabkan atom kedua unsur tersebut larut jenuh pada atom Fe (membentuk sistem *ferrite supersaturated solid solution*). Unsur krom dan molibdenum sebagai pembentuk karbida yang kuat akan berikatan dengan atom karbon dan mengalami presipitasi membentuk karbida. Krom dan molibdenum digunakan pada baja feritik untuk mencegah terjadinya sperodisasi dan grafitisasi. Sperodisasi dan grafitisasi akan terjadi ketika pemanasan berlangsung, dimana fasa sementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) akan terurai menjadi Fe dan Grafit yang dapat menyebabkan penurunan ketahanan korosi.

## 6. XRD

Pengujian XRD dilakukan pada spesimen yang dioksidasi pada waktu pemanasan 8 hari agar dapat diketahui keseluruhan senyawa yang terbentuk. Hasil XRD pada gambar 5 menunjukkan bahwa kedua temperatur pengujian menghasilkan produk oksidasi yang berbeda. Pengujian pada temperatur 550°C menghasilkan senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ , sedangkan pada temperatur 650°C dihasilkan senyawa  $\text{FeO}$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  dan  $\text{FeSO}_4$ . Senyawa  $\text{FeSO}_4$  merupakan produk mekanisme *Gas Phase Induced Acidic Fluxing* yang akan dijelaskan pada bagian berikutnya.



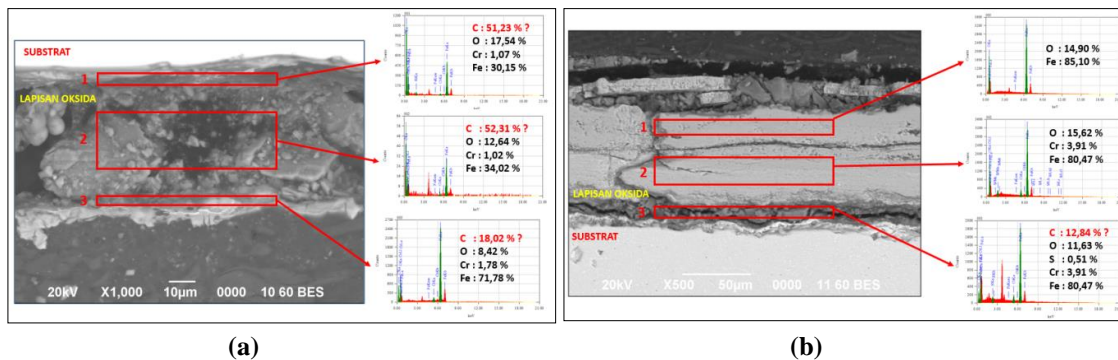
**Gambar 5. Difraktogram pengujian oksidasi temperatur 550 dan 650°C**

## 7. SEM/EDS

Hasil SEM untuk lapisan oksida dapat dilihat pada gambar 6. Lapisan oksida dari kedua temperatur menunjukkan adanya pori. Oksida berpori disebabkan karena mekanisme difusi  $\text{SO}_4^{2-}$  dari lapisan menuju substrat. Ion oksigen dari  $\text{SO}_4^{2-}$  akan bereaksi dengan ion Fe untuk membentuk lapisan oksida, sehingga molekul  $\text{SO}_3$  akan tertinggal dan pada temperatur tinggi akan berdifusi keluar oksida, akibatnya akan menghasilkan retakan dibatas antara substrat dan lapisan oksida. Void pada lapisan oksida dihasilkan akibat mekanisme difusi ion Fe dari substrat dan oksigen dari udara menyebabkan adanya cacat titik untuk berdifusi dan berkumpul menjadi void. Cacat titik pada lapisan oksida disebabkan senyawa oksida yang terbentuk merupakan senyawa non-stoikiometri.

Hasil EDS spesimen oksidasi 550°C menunjukkan adanya unsur besi (Fe), Kromium (Cr), Karbon (C) dan Oksigen (O) pada ketiga lapisan. Berdasarkan hasil pengujian XRD, adanya unsur kromium menunjukkan adanya senyawa  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$  pada ketiga lapisan. Berdasarkan literatur [2], pada daerah 1 senyawa besi-oksida yang terbentuk adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , yang selalu terbentuk didekat substrat pada temperatur dibawah 570°C. Pada daerah 2 senyawa besi-oksida yang terbentuk adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , serta  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang merupakan hasil reaksi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan oksigen.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada daerah 2 akan terus meningkat ketebalannya sampai mencapai daerah 3. Pada lapisan oksida spesimen oksidasi 650°C menunjukkan bahwa pada daerah 1, hanya ada dua unsur yaitu Fe dan O, sehingga senyawa yang terbentuk adalah senyawa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sesuai dengan literatur [2], bahwa oksida besi yang terbentuk paling luar adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Adanya unsur Cr pada daerah 2 menunjukkan kemungkinan senyawa yang terbentuk adalah Spinel  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ . Kadar Kromium yang hanya sedikit menunjukkan bahwa Spinel tersebut jumlahnya juga sedikit dan lapisan kedua ini didominasi oleh besi-oksida yaitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{FeO}$ . Keberadaan  $\text{FeO}$  pada lapisan kedua ini sangat mungkin terjadi karena berdasarkan literatur [2], senyawa  $\text{FeO}$  akan mendominasi oksida yang terbentuk hingga 90% dari ketebalan total lapisan oksida. Hasil EDS pada daerah ke 3 menunjukkan adanya unsur C dan S selain Fe, Cr dan O. Keberadaan unsur C pada kedua spesimen berasal dari mounting bakelit yang mengandung karbon, yang ikut tergerus ketika proses *grinding* dan *polishing*. Keberadaan unsur kromium menunjukkan adanya senyawa  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  dimana ion Cr tersebut berasal dari substrat, dan berdifusi keluar lalu bereaksi dengan ion oksigen. Keberadaan unsur sulfur (S) menandakan senyawa  $\text{FeSO}_4$  yang terdeteksi dari hasil XRD terdapat didaerah 3.  $\text{FeSO}_4$  tersebut berasal dari sistem  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ - $\text{FeSO}_4$  yang berada diantara lapisan oksida dengan lapisan garam, yang berfungsi untuk menghancurkan lapisan oksida hasil tahap inisiasi.  $\text{FeSO}_4$  juga merupakan salah satu bukti

mekanisme *hot corrosion* terjadi melalui mekanisme *Gas-Phase Induce Acidic Fluxing*, yang akan dijelaskan lebih lanjut pada subbab selanjutnya.



Gambar 6. Hasil SEM/EDS pengujian oksidasi temperatur 550 dan 650°C

Hasil XRD pada spesimen pengujian oksidasi temperatur 650°C menunjukkan adanya senyawa  $\text{FeSO}_4$ . Senyawa tersebut merupakan produk mekanisme *Gas-Phase Induce Acidic Fluxing*. Pada saat memasuki tahap propagasi, terbentuk sistem  $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-FeSO}_4$  dalam bentuk lelehan yang menghancurkan lapisan hasil tahap inisiasi. Akibat hancurnya lapisan tersebut, ion Fe yang berdifusi keluar semakin banyak dan kemudian bereaksi dengan ion oksigen untuk membentuk besi oksida. Ion Natrium tidak terdeteksi karena mengalami difusi keluar ketika pertumbuhan lapisan oksida berlangsung. Sedangkan  $\text{FeSO}_4$  tertahan di lapisan paling dalam karena tidak sempat berdifusi akibat laju difusi ion Fe dari substrat yang cepat untuk proses pembentukan  $\text{FeO}$ , yang laju pembentukannya paling cepat jika dibanding laju pembentukan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ataupun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ <sup>[2]</sup>. Berdasarkan penjelasan pada subbab 4.3 tentang kinetika oksidasi, pada temperatur pemanasan 550°C juga menunjukkan terjadinya tahap propagasi karena terjadi perubahan berat yang signifikan, namun tidak ditemukan  $\text{FeSO}_4$  seperti pada temperatur pemanasan 650°C. Berdasarkan literatur<sup>[3]</sup>, produk korosi yang dihasilkan melalui mekanisme *Gas Phase-Induce Acidic Fluxing* adalah oksida logam. Perubahan berat yang signifikan pada kedua temperatur pemanasan menunjukkan semakin banyaknya ion logam dari substrat yang berdifusi dan membentuk lapisan oksida. Unsur sulfur tidak terdeteksi pada hasil oksidasi temperatur 550°C karena ion  $\text{SO}_3$  yang sudah stabil tidak akan bereaksi dengan ion logam dan akan berdifusi kembali keluar dan menjadi penyebab terjadinya *spalling*.

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka didapatkan kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Laju oksidasi pada temperatur 650°C sebesar  $9,0 \times 10^{-10} \text{g}^2 \text{cm}^{-4} \text{s}^{-1}$  lebih cepat 1,125 kali dibanding temperatur 550°C sebesar  $8,0 \times 10^{-10} \text{g}^2 \text{cm}^{-4} \text{s}^{-1}$ .
2. Tahap inisiasi yang cukup lama terjadi pada temperatur pemanasan 550°C yaitu selama 4 hari, sedangkan tahap inisiasi pada temperatur pemanasan 650°C berlangsung kurang dari 2 hari.
3. Lapisan oksida pada temperatur 550°C mengalami *spalling* sedangkan pada temperatur 650°C *spalling* terjadi pada waktu pemanasan 2 hari.
4. Senyawa hasil oksidasi temperatur 550°C adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$  sedangkan senyawa hasil oksidasi temperatur 650°C adalah  $\text{FeO}$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$  dan  $\text{FeSO}_4$ .
5. Fenomena *Hot Corrosion* melalui mekanisme *Gas-Phase Induced Acidic Fluxing* terjadi pada kedua temperatur pemanasan.

**REFERENSI**

- [1] Sedifilt, [http://www.sedifilt.com/technical\\_library/boiler\\_feedwater\\_treatment\\_part\\_ii\\_water\\_treatment\\_fundamentals.html](http://www.sedifilt.com/technical_library/boiler_feedwater_treatment_part_ii_water_treatment_fundamentals.html)
- [2] N. Birks, G.H. Meier dan F. S, Petit. High Temperatur Oxidation of Metals Second Edition, 2006, Cambridge University, United Kingdom
- [3] V. Prakash D, Hot Corrosion Behaviour of Pt-modified Ni- and Co-based Alloys and Coatings, 2007, Iowa State University.
- [4] Effect of Alloying Element, 2002, ASM International.
- [5] A.S. Khanna, Introduction to High Temperatur Oxidation and Corrosion. 2002, ASM International.
- [6] Power piping, ASME Code for Pressure Piping, 2007, ASME 31.1.
- [7] M. Takeda, T. Onishi, S. Nakakubo, dan S. Fujimoto. Materials Transactions, Vol. 50, No. 9 , page 2242 to 2246, 2009.
- [8] George Y. Lai, High Temperatur Corrosion And Materials Applications. 2007, ASM Internasional.



## **Studi Pengaruh Proses Pengelasan terhadap Ketahanan Korosi Baja Tahan Korosi Cuaca Tipe A (BTKC A)**

Hanna Zakiyya<sup>a</sup>, Rini Riastuti, dan Muhammad Anis

Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok, Indonesia

[<sup>a</sup>\*hannazakiyya@gmail.com\*](mailto:hannazakiyya@gmail.com)

### **Abstrak**

*Penggunaan baja tahan korosi cuaca pada aplikasi struktural tidak lepas dari proses penyambungan terutama pengelasan. Penelitian ini membahas perubahan sifat ketahanan korosi cuaca pada Baja Tahan Korosi Cuaca Tipe A (BTKC A) akibat aplikasi pengelasan. Analisa penelitian dilakukan pada data hasil perlakuan sembur garam (NaCl 5%) dan polarisasi terhadap material yang telah dilas dengan metode GTAW. Variasi pengelasan, didapat dari modifikasi arus untuk memperoleh masukan panas yang berbeda sehingga struktur pada area pengelasan juga menunjukkan perbedaan. Perlakuan sembur garam dilakukan dengan dua metode yaitu kontinu selama 96 jam (ASTM B 117) dan siklus basah kering 1:2 dengan durasi perlakuan yang sama. Setelah perlakuan, dilakukan pengukuran perubahan berat berdasarkan ASTM G 31-72 pada material uji. Hasil penelitian menunjukkan bahwa daerah lebur memiliki laju korosi paling tinggi. Daerah ini juga memiliki potensial korosi yang paling negatif diikuti oleh daerah terpengaruh panas dan logam induk. Hal ini memungkinkan terjadinya efek galvanis pada saat material terekspos lingkungan. Peningkatan masukan panas memperlihatkan ferit Widmanstatten yang lebih dominan. Ferit Widmanstatten dapat mempercepat terjadinya reaksi katodik. Pada percobaan, peningkatan laju reaksi katodik diperlihatkan oleh pergeseran kurva polarisasi menjadi lebih negatif. Namun demikian, pengamatan visual pada pengujian sembur garam tidak memperlihatkan perbedaan produk korosi pada material yang dilas. Peningkatan masukan panas menyebabkan pergeseran potensial korosi kearah yang lebih negatif. Sebaliknya, rapat arus korosi mengalami penurunan akibat peningkatan masukan panas.*

**Kata kunci:** BTKC, korosi atmosferik, pengelasan.

### **PENDAHULUAN**

Baja tahan korosi cuaca (BTKC) merupakan hasil modifikasi komposisi kimia dengan penambahan sejumlah elemen sehingga menghasilkan ketahanan korosi atmosferik yang lebih baik. Beberapa elemen yang ditambahkan pada BTKC adalah tembaga (Cu), nikel (Ni), fosfor (P) dan krom (Cr) untuk menghasilkan ketahanan korosi cuaca empat kali lebih baik dari baja karbon biasa atau dua kali lebih baik pada baja karbon dengan paduan Cu<sup>[1]</sup>. Elemen tambahan pada BTKC berfungsi sebagai pembentuk lapisan pasif yang disebut "patina" yang menghambat difusi oksigen pada permukaan logam sehingga pertumbuhan oksida lanjutan dapat dihindari.

Pada aplikasi struktural beberapa metode penyambungan dilakukan untuk memenuhi kebutuhan disain. Begitu pula pada BTKC, metode penyambungan yang paling umum dilakukan adalah pengelasan. Saat pengelasan berlangsung akan terjadi pendinginan cepat pada logam hasil lasan. Hal ini tentu akan berpengaruh struktural mikro logam hasil las, ketahanan korosi serta sifat mekaniknya. Kandungan elemen pemuatan pada logam juga sangat mempengaruhi struktur yang terbentuk setelah proses pengelasan. Kandungan P yang tinggi (lebih dari 0,03%) akan cenderung membentuk segregasi sehingga dapat menyebabkan berkurangnya kemampuan bentuk material<sup>[2]</sup>. Selain itu peristiwa segregasi ini juga akan mengakibatkan ketidakteraturan komposisi mikro yang akan berpengaruh pada ketahanan oksida protektif pada permukaan logam. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui perubahan sifat ketahanan korosi baja BTKC tipe A akibat aplikasi pengelasan.

## METODE

Material yang digunakan pada penelitian ini adalah baja tahan cuaca tipe A (BTKC A). Komposisi sampel baja yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Komposisi kimia (wt %) BTKC A

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
0.083	0.466	0.256	0.096	< 0.003	0.768	0.009	0.203
Al	Cu	Nb	Ti	V	Fe		
0.030	0.292	< 0.002	< 0.002	0.006	Bal		

Pengelasan material uji dilakukan dengan metode *autogenous* (tanpa logam pengisi). Proses pengelasan yang dilakukan adalah pengelasan manual menggunakan *Gas Tungsten Arc Welding* dengan parameter las pada Tabel 2:

**Tabel 2.** Parameter pengelasan yang dilakukan pada penelitian

Volt (V)	Current	V.A	Panjang (cm)	Waktu (det)	mm/det	HI (J/mm)	HI.80%
± 12	80	960	12 cm	71	1.6901	568.013	454.410
± 12	80	960	11 cm	68	1.6176	593.471	474.777
± 12	80	960	11.5 cm	59	1.9492	492.509	394.007
<b>Rata-rata</b>						551.331	441.065
± 12	70	840	10 cm	74	1.3514	621.577	497.262
± 12	70	840	11 cm	79	1.3924	603.274	482.619
± 12	70	840	9 cm	74	1.2162	690.676	441.541
<b>Rata-rata</b>						638.509	510.807

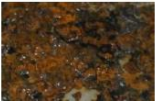

Pengelasan dilakukan menggunakan polarisasi *direct current straight polarity* (DCSP), dengan sudut las 45°, diameter elektroda 1,4 mm dan gas argon murni (98%). Efisiensi pada pengelasan GTAW manual ±80 %. Pengujian radiografi menggunakan mesin sinar X merk Rigaku model 300 EGM2 dengan sumber X-ray berkekuatan 300 kV, 5 mA dilakukan sebagai usaha untuk menganalisa cacat pada lasan, sebelum dilakukan pengujian selanjutnya.

Pengujian ketahanan korosi atmosferik dilakukan menggunakan elektrolit 5% NaCl selama 96 jam sesuai standar ASTM B 117 untuk melihat ketahanan korosi baja melalui pengurangan berat dan pengamatan visual pada daerah lasan. Perlakuan sembur garam juga dilakukan dengan siklus basah kering 1:2 (8 jam sembur garam dan 16 jam pengeringan di lingkungan laboratorium 25°C RH 50 ± 5 %). Setelah perlakuan, dilakukan pengukuran perubahan berat berdasarkan ASTM G 31-72 dan pengamatan komposisi produk korosi. Pengukuran laju korosi pada masing-masing area pengelasan dilakukan menggunakan standar ASTM-G3, G5, G59 dan G102.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Perbedaan produk korosi yang diperlihatkan pada Tabel 3, disebabkan oleh perbedaan konsentrasi oksigen pada kedua variasi perlakuan. Paparan oksigen pada material yang terekspos kontinyu lebih sedikit dibanding material yang terekspos udara pada lingkungan laboratorium (keadaan siklik).

**Tabel 3.** Perbandingan produk korosi permukaan pada keadaan siklik dan kontinyu setelah uji sembur garam

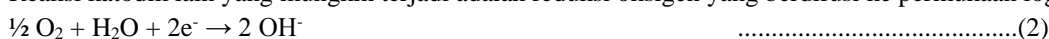
Elemen (%)	Siklik	Kontinyu
		
O	39.69	41.05
Na	2.73	3.84
Mg	2.82	5.91

Cl	2.81	-
Fe	51.95	49.21
<b>Kehilangan berat rata-rata (g)</b>		
Tanpa pengelasan	0,0692	0,0498
HI = 511 J/mm	0,0745	0,0497
HI = 441 J/mm	0,0803	0,0509

Pada keadaan siklik, konsentrasi oksigen di udara saat pengeringan berlangsung cenderung lebih besar. Maka reaksi katodik yang mungkin terjadi tidak hanya reduksi ion hidrogen seperti Reaksi:



Reaksi katodik lain yang mungkin terjadi adalah reduksi oksigen yang berdifusi ke permukaan logam.



Efek kapiler dari deposit yang terbentuk dipermukaan logam akan menahan *moisture* pada permukaan, serta berperan dalam absorpsi *moisture* dari lingkungan. Saat dilakukan pelakuan siklik terjadi perubahan suplai *moisture* (keadaan basah) dan oksigen (kering) secara bergantian yang mempengaruhi pertumbuhan oksida di permukaan logam. Dalam keadaan basah pertumbuhan oksida cenderung menuju permukaan, dimana difusi kation (Si, Cr, Cu, Ni) akan meningkatkan suplai hidrogen ke permukaan. Kebalikannya pada saat pengeringan berlangsung pertumbuhan oksida terjadi di bagian dalam. Pengulangan siklus basah kering akan meningkatkan densitas oksida dipermukaan yang akan mengurangi difusi  $\text{Fe}^{2+}$  menuju permukaan sehingga sifat protektif oksida bertambah baik.

Produk korosi pada daerah antarmuka logam dan oksida memperlihatkan perbedaan komposisi akibat variasi lingkungan (Tabel 4 dan 5). Pada kondisi siklik logam BTKC A dengan pengelasan 511 J/mm, Si dan Cr ditemukan di daerah antarmuka, tanpa keberadaan Cl. Sebaliknya pada kondisi kontinu Cl ditemukan pada daerah antarmuka sedangkan Si dan Cr tidak. Krom dan silikon membentuk lapisan intermediet pada produk korosi bagian dalam material. Ini mengindikasikan bahwa kandungan krom dan silikon pada baja akan berkonversi menjadi senyawa oksida yang dapat meningkatkan ketahanan korosi.

**Tabel 4.** Perbandingan produk korosi pada daerah antarmuka logam-oksida, kondisi siklus dan kontinu (511 J/mm)

Elemen (%)	511 J/mm (Siklik)		511 J/mm (Kontinu)	
	Lasan	Base	Lasan	Base
<i>SiK</i>	00.32	00.96	-	-
<i>CrK</i>	00.52	00.84	-	-
<i>ClK</i>	-	-	01.90	01.75

**Tabel 5.** Perbandingan produk korosi pada daerah antarmuka logam-oksida, kondisi siklus dan kontinu (441 J/mm)

Elemen (%)	441 J/mm (Siklik)		441 J/mm (Kontinu)	
	Lasan	Base	Lasan	Base
<i>SiK</i>	02.87	07.10	00.87	02.47
<i>CrK</i>	00.54	00.83	-	-
<i>ClK</i>	-	-	-	-

Ion klorida akan mempengaruhi ketahanan korosi logam pada rentang pH yang luas. Keberadaan ion klorida akan menyebabkan lapisan oksida yang telah terbentuk mengalami *break down*. Jika kerusakan pada lapisan oksida terjadi area lokal akan menyebabkan pelarutan aktif pada permukaan yang terbuka akibat ion klorida yang beradsorpsi ke permukaan logam dan berpenetrasi ke produk korosi. Akibatnya akan terbentuk senyawa kompleks metal klorida pada antarmuka logam dan oksida sebagai reaksi ion klorida dan kation logam.

Silikon ditemukan pada produk korosi bagian dalam atau daerah antarmuka antara logam ( $\pm 0,5 - 7,1$  % berat) pada sampel BTKC A baik tanpa pengelasan atau tidak. Dapat dikatakan bahwa ion Si memacu

terbentuknya kristal goetit (oksida stabil) dengan ukuran partikel yang cukup kecil, sehingga dapat menahan difusi ion Cl menuju permukaan logam dan memodifikasi sifat antarmuka logam-oksida. Perbedaan lainnya yang dapat diamati adalah berkurangnya kadar Si pada oksida yang berada di permukaan daerah lebur. Ini merupakan salah satu alasan mengapa laju korosi daerah lebur lebih tinggi dibandingkan logam induk (laju korosi dapat dilihat dari hasil polarisasi).

Kandungan Cr pada daerah antarmuka logam oksida hanya dapat diamati pada keadaan siklik. Jumlah Cr yang terdeteksi merepresentasikan terbentuknya lapisan oksida Cr ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) atau oksihidrid Cr ( $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Cr}(\text{OH})\text{O}$ ). Keadaan ini menunjukkan bahwa lapisan oksida Cr terbentuk pada BTKC A dengan kandungan 0,805 % berat Cr, pada kondisi ekspos siklik. Dapat dikatakan bahwa Cr pada produk korosi bertindak sebagai *barrier* dari proses korosi pada keadaan siklik. Karena Fe oksida yang terbentuk memiliki kelarutan yang lebih rendah dari pada Cr oksida, sehingga oksida Fe lebih mungkin terlarut atau terbawa aliran. Beberapa literatur mengungkapkan bahwa kandungan 0,1% berat Cr dapat mengurangi kerusakan akibat korosi atmosferik<sup>11</sup>.

Tidak ditemukan elemen Cl ataupun Na pada kondisi ini. Keberadaan Na pada beberapa hasil pengujian membuktikan sifat selektif kation pada lapisan oksida yang dapat melindungi logam dari korosi. Senyawa besi dengan muatan negatif akan menghasilkan sifat selektif permeabilitas kation terhadap sifat korosif anion Cl.

Masukan panas pada proses pengelasan akan mengakibatkan perubahan fasa padat menjadi fasa cair yang dikenal sebagai peleburan. Setelah proses peleburan, daerah yang mengalami peleburan akan mengalami solidifikasi yang melibatkan perubahan fasa *liquid* menjadi delta ferit, austenit dan ferit. Pada baja paduan rendah struktur mikro akhir logam las biasanya terdiri dari *acicular ferrite*, *grain boundary ferrite*, *side plate ferrite* dan *bainite*.

Dari pengamatan potensial korosi, diketahui bahwa terjadi perubahan potensial pada daerah lebur dan daerah terpengaruh panas. Rasio potensial daerah lebur dan daerah terpengaruh panas terhadap logam induk dapat memicu terjadinya efek galvanis, dimana logam las bersifat lebih anodik dibanding logam induk. Hal ini dapat mempercepat terjadinya korosi pada daerah las, karena area anodik dapat bereaksi lebih cepat dibanding area katodik pada kondisi ekspos yang sama. Selain itu luas area lasan yang cenderung lebih sempit dari pada logam induk juga dapat memicu reaksi anodik yang lebih cepat akibat peningkatan rasio luas katodik dan anodik.

Dari pengamatan struktur mikro logam, terlihat bahwa material BTKC A tanpa perlakuan pengelasan memiliki struktur yang didominasi oleh struktur ferit dengan sedikit perlit di beberapa daerah. Struktur mikro ferit-perlit pada baja tahan cuaca sering kali mengindikasikan rendahnya kekuatan baja. Selain itu, struktur perlit yang cenderung lebih tahan korosi dibanding ferit akan mengakibatkan terjadinya efek galvanis antara fasa ferit dan perlit. Namun hasil pengujian laju korosi menggunakan metode polarisasi menunjukkan bahwa laju korosi material BTKC A tanpa pengelasan masih berada pada skala *good*. Hal ini disebabkan karena material BTKC A memiliki besar butir yang halus (hasil proses TMCP) sehingga korosi yang cenderung terjadi adalah *general corrosion* bukan korosi lokal akibat efek galvanis. Hasil perhitungan besar butir menggunakan metode *intercept* Heyn menunjukkan bahwa besar butir rata-rata sebelum pengelasan adalah  $\pm 84,5 \mu\text{m}^2$ .

Struktur mikro pada daerah terpengaruh panas secara umum memperlihatkan bahwa daerah terpengaruh panas mengalami perbesaran butir. Dengan variasi struktur ferit, meliputi struktur alotriomorf (*grain boundary ferrite*) dan ferit Widmanstätten pada area intragranular. Ini sesuai dengan transformasi austenit-ferit yang menunjukkan bahwa butir ferit alotriomorf mula-mula akan tumbuh pada batas butir austenit kemudian struktur Widmanstätten sekunder akan tumbuh dari struktur alotriomorf.

Selain mengalami pengerasan butir daerah terpengaruh panas juga mengalami penurunan nilai kekerasan jika dibandingkan dengan material sebelum aplikasi pengelasan. Siklus panas yang terjadi pada proses pengelasan akan menjadi *driving force* pada pengerasan butir dan pelarutan sebagian atau keseluruhan presipitat sehingga nilai kekerasan daerah terpengaruh panas cenderung lebih kecil dibanding material yang tidak di las.

Daerah lebur memperlihatkan nilai kekerasan yang paling tinggi dibanding daerah terpengaruh panas dan logam dasar. Nilai kekerasan pada daerah lebur yang cenderung tinggi ini dapat disebabkan oleh struktur

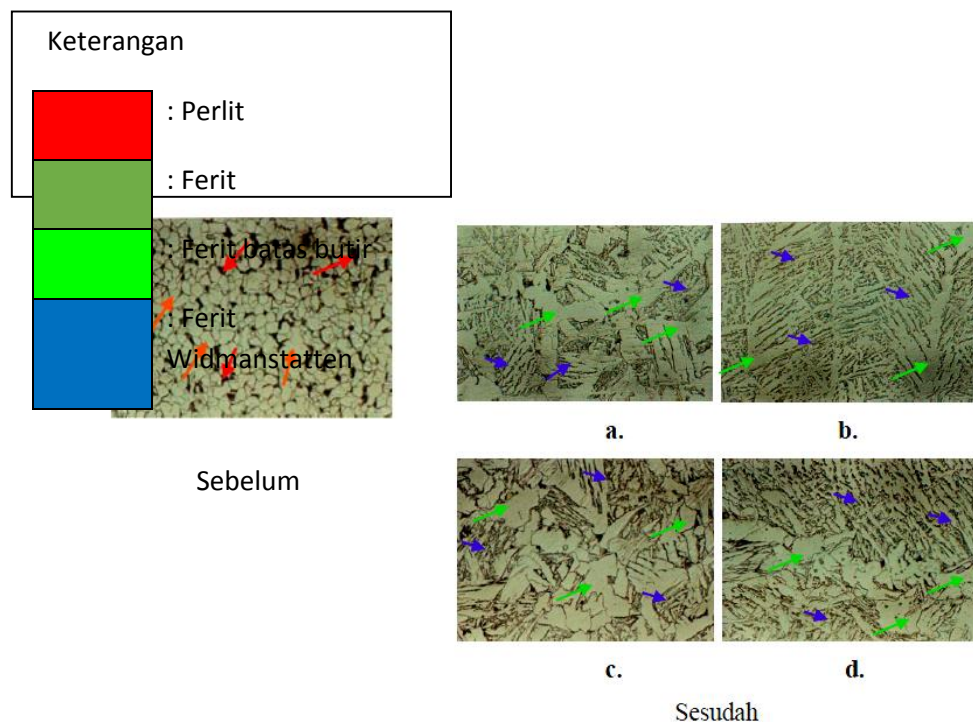
dominan yang menyusun fasa ini adalah struktur ferrit Widmanstatten yang berbentuk menjarum. Deformasi plastis dan tegangan sisa pada daerah kampu juga meningkatkan kekerasan daerah kampu. Deformasi plastis pada daerah ini akan meningkatkan kerapatan dislokasi pada daerah kampu. Perbedaan masukan panas juga menghasilkan nilai kekerasan yang berbeda pada daerah kampu.

Daerah terpengaruh panas yang memiliki nilai masukan panas lebih besar memperlihatkan, nilai potensial korosi yang lebih negatif dibanding logam dengan masukan panas yang lebih kecil. Reaksi korosi yang terjadi pada logam dipengaruhi oleh transfer elektron dan ion antara logam dan larutan, kecepatan transfer elektron dan ion ini ekuivalen terhadap arus yang dihasilkan selama reaksi. Kecepatan transfer elektron dan ion sangat tergantung pada perbedaan potensial antara logam dan larutan. Semakin positif potensial logam akan mengakibatkan peningkatan laju reaksi anodik, sementara itu laju reaksi katodik akan berkurang. Sebaliknya jika potensial logam semakin negatif maka laju reaksi katodik akan semakin meningkat.

Sesuai dengan hasil penelitian Huang dkk, penelitian ini memperlihatkan bahwa laju korosi daerah terpengaruh panas sedikit lebih besar pada masukan panas yang lebih tinggi. Hal ini dapat disebabkan karena meningkatnya jumlah ferit Widmanstatten yang mengakibatkan peningkatan laju reaksi katodik akibat film oksida yang tidak seragam. Peningkatan reaksi katodik diperlihatkan dengan pergeseran nilai potensial korosi ke arah yang lebih negatif pada logam dengan masukan panas lebih tinggi.

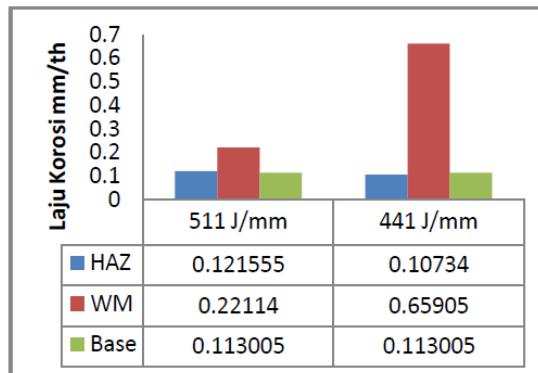
Daerah lebur masing-masing logam hasil lasan juga memperlihatkan kecenderungan  $I_{Corr}$  yang sama sedangkan potensial korosi, berbeda. Sama seperti daerah terpengaruh panas, pada daerah lebur potensial korosi juga bergeser ke arah yang lebih negatif dengan peningkatan masukan panas. Ini artinya kampu las dengan masukan panas paling tinggi mengalami peningkatan laju reaksi katodik sedangkan peningkatan laju reaksi anodik dialami oleh kampu las dengan masukan panas lebih rendah.

Hasil pengamatan struktur mikro pada Gambar 1 memperlihatkan bahwa kampu las dengan masukan panas lebih tinggi memiliki struktur Widmanstten yang dominan dibanding dengan masukan panas yang lebih rendah. Namun demikian ferit alotriomorf pada kampu las 511 J/mm terlihat lebih banyak dan tersebar di antara sekumpulan ferit Widmanstatten. Sementara pada kampu las 441 J/mm ferit alotriomorf cenderung tumbuh menjadi ferit poligonal yang lebih rentan korosi.



**Gambar 1.** Perbandingan struktur mikro sebelum dan sesudah pengelasan, Gambar a dan b adalah gambar daerah terpengaruh panas dan daerah lebur pada pengelasan 511 J/mm sedangkan c dan d pada pengelasan 441 J/mm.

Gambar 2 memperlihatkan bahwa laju korosi kampuh las 441 J/mm lebih cepat dibandingkan dengan kampuh las 511 J/mm. Hal ini disebabkan oleh Widmanstatten pada kampuh 441 J/mm cenderung bersifat katodik terhadap ferit poligonal sehingga mempercepat terjadinya reaksi pelarutan anoda pada kampuh las. Sementara pada kampuh 511 J/mm ferit Widmanstatten yang cenderung lebih panjang-panjang dengan komposisi alotriorf yang hampir sebanding menghasilkan korosi yang cenderung merata karena jarak antara anoda dan katoda yang lebih rapat.



**Gambar 2.** Grafik perbandingan laju korosi material hasil las dan tanpa lasan

Struktur Widmanstatten yang cenderung lebih panjang pada pengelasan 511 J/mm dari pada lasan 441 J/mm. Hal ini disebabkan oleh masukan panas yang lebih tinggi akan menghasilkan kecepatan pendinginan yang lebih lambat sehingga menghasilkan struktur yang lebih panjang. Sebaliknya pada masukan panas lebih rendah kecepatan pendinginan akan lebih tinggi. Proporsi ferit alotriomorf terhadap ferit Widmanstatten pada lasan 511 J/mm terlihat lebih besar dibanding 441 J/mm. Hal ini menjelaskan Gambar 2 dimana daerah lasan 441 J/mm memiliki laju korosi yang lebih besar dibanding lasan 511 J/mm. Selain proporsi ferit alotriomorf yang lebih besar pada Gambar 1, Gambar ini juga memperlihatkan bahwa pada lasan 441 J/mm ferit alotriomorf cenderung membentuk struktur poligon yang lebih rentan terhadap serangan korosi.

Kecilnya nilai tahanan polarisasi pada daerah kampuh disebabkan karena jumlah ferit alotriomorf yang lebih kecil dibandingkan ferit Widmanstatten yang memiliki kerapatan dislokasi tinggi sehingga tegangan pada daerah ini tinggi pula.

Jika dibandingkan dengan laju korosi material pada Gambar 2 terlihat bahwa laju korosi paling baik diperoleh pada daerah material induk atau yang tidak mengalami pengelasan. Material hasil proses TMCP memiliki struktur mikro yang cenderung seragam dan butir yang halus baik ferit maupun perlit, sehingga perbedaan luas area antara anoda dan katoda lokal dapat diminimalisir. Selain itu aplikasi BTKC yang cenderung mengutamakan ketahanan permukaan juga didukung oleh butir yang halus pada material ini. Butir yang halus akan meningkatkan jumlah batas butir di permukaan sehingga lapisan oksida pada permukaan lebih cepat terbentuk.

## KESIMPULAN

Perubahan struktur mikro yang terjadi akibat proses pengelasan memperlihatkan bahwa struktur mikro BTKC A sebelum proses pengelasan didominasi oleh ferit dengan beberapa struktur perlit. Struktur mikro setelah pengelasan memperlihatkan daerah kampuh terdiri dari dari ferit *Widmanstatten* dan beberapa *grain boundary ferrite*. Peningkatan masukan panas akan mengurangi kecepatan pendinginan sehingga proporsi *grain boundary ferrite* berkurang. Perubahan struktur mikro daerah terpengaruh panas memperlihatkan pengkasaran butir yang signifikan. Tidak terlihat adanya pembentukan struktur asikular ferit baik pada daerah terpengaruh panas ataupun daerah kampuh. Masukan panas yang lebih besar akan menghasilkan

struktur Widmanstatten yang lebih dominan akibatnya laju reaksi katodik akan meningkat. Terbukti dengan pergeseran kurva polarisasi kearah yang lebih negatif.

Daerah kampu memiliki kecenderungan korosi lebih besar dibanding daerah terpengaruh panas dan logam induk. Terlihat dari potensial korosi paling negatif dan rapat arus yang paling tinggi berada pada daerah ini. Keadaan ekspos siklus basah-kering menunjukkan partum-buhan film Cr dan Si oksida pada daerah interfasa logam oksida, sedangkan pada keadaan kontinu film oksida ini tidak terbentuk. Terjadi penurunan jumlah Cr dan Si pada oksida daerah pengelasan. Perbedaan arus pengelasan tidak menunjukkan perbedaan oksida Cr pada daerah yang dilas dan logam induk. Namun demikian, terjadi peningkatan Si pada daerah lasan.

#### **REFERENSI**

- [1] Park. Kyunkha, "Corrosion Resistance of Weathering Steels" *Master thesis of University of Maryland*, 2004.
- [2] A. Chen, J. Xu, R. Li, and H. Li, "Corrosion Resistance of High Performance Weathering Steel for Bridge Building Applications," *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 19, no. 6, pp. 59–63, Jun. 2012.
- [3] Brown, I. H., "The role of microsegregation in centreline cold cracking of high strength low alloy steel weldments," *Scripta Materialia*, vol. 54, pp. 489–492, 2006.
- [4] L. Hao, S. Zhang, J. Dong, and W. Ke, "Atmospheric corrosion resistance of MnCuP weathering steel in simulated environments," *Corrosion Science*, vol. 53, no. 12, pp. 4187–4192, Dec. 2011.
- [5] Y.-S. Choi, J.-J. Shim, and J.-G. Kim, "Corrosion behavior of low alloy steels containing Cr, Co and W in synthetic potable water," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 385, no. 1–2, pp. 148–156, Nov. 2004.
- [6] Yamashita, M., "Structure and protective performance of atmospheric corrosion product of Fe – Cr alloy € ssbauer spectroscopy film analyzed by M o and with synchrotron radiation X-rays," *Corrosion Science*, vol. 45, pp. 381–394, 2003.
- [7] Anonymos, available at [http://www.csc.com.tw/csc\\_e/pd/spec/mlg\\_std1\\_21.pdf](http://www.csc.com.tw/csc_e/pd/spec/mlg_std1_21.pdf) online at. 14/1/2013
- [8] Zhou, G, P, dkk, "The improvement of weathering resistance by increasing P contents in cast strips of low carbon steels", *Material and Design*, 30, pp. (4342-4347), 2009.

## **Pengaruh penguatan penuaan pada 540 °C dan 570 °C terhadap kekerasan, mikrostruktur, dan ketahanan korosi dari *stainless steel* 17-4 PH**

Bambang Suharno<sup>1</sup>, Sugeng Supriadi<sup>2</sup>, Muhammad Luthfan Togar<sup>1</sup>, Husain Abdullah<sup>1</sup>, Tjokro Prasetyadi<sup>3</sup>, Hantoro Restucondro Saputro<sup>1, a</sup>, dan Lingga Pradinda Suharno<sup>1, b</sup>

<sup>1</sup> Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok, Indonesia

<sup>2</sup> Departemen Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok, Indonesia

<sup>3</sup> Departemen Kedokteran Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Indonesia, Jakarta Pusat, Indonesia

<sup>a</sup>[hantoro.restucondro@ui.ac.id](mailto:hantoro.restucondro@ui.ac.id), <sup>b</sup>[lingga.pradinda31@ui.ac.id](mailto:lingga.pradinda31@ui.ac.id)

### **Abstrak**

*Baja tahan karat 17-4 PH merupakan salah satu jenis braket ortodontik yang digunakan dalam kedokteran gigi karena memiliki sifat mekanik yang baik, ekonomis, dan biokompatibel. Namun sifat mekanik dan fisiknya dapat beragam sesuai dengan temperatur perlakuan panas yang dilakukan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penuaan di suhu 540 °C dan 570 °C terhadap kekerasan, mikrostruktur, dan ketahanan korosi. Hasil percobaan dianalisis sebelum dan setelah perlakuan panas menggunakan mikroskop optik untuk melihat perubahan mikrostruktur, EDS-SEM untuk membuktikan terbentuknya presipitat, metode polarisasi untuk mengetahui perubahan laju korosi material, dan uji kekerasan dengan metode Rockwell. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel mengalami peningkatan kekerasan sebesar 16% pada 540 °C dan 10% pada 570 °C, yaitu dari kekerasan awal 35 HRC menjadi 41 HRC dan 39 HRC. Laju korosi material menurun setelah perlakuan panas dari 0,26072 mm/year menjadi 0,020012 mm/tahun pada 540 °C dan 0,01799 mm/tahun pada 570 °C. Optical microscope menunjukkan perubahan mikrostruktur menjadi martensite temper dan  $\delta$ -ferrite, serta tumbuhnya presipitat di sekitar batas butir. Analisis dengan EDS-SEM menunjukkan presipitat Cu terbentuk setelah proses pemanasan dan memicu terbentuknya fasa Ni-rich di sekitar presipitat Cu.*

**Kata kunci:** *stainless steel* 17-4 PH, perlakuan panas, kekerasan, mikrostruktur, laju korosi.

### **PENDAHULUAN**

Penelitian ini merupakan riset kolaborasi di antara tiga departemen di Universitas Indonesia, yaitu Fakultas Kedokteran Gigi, Departemen Teknik Mesin, dan Departemen Teknik Metalurgi dan Material yang di mulai sejak awal tahun 2014. Penelitian ini terdiri dari pemilihan material yang cocok dan fabrikasi material dengan desain braket yang tepat sesuai dengan karakter gigi masyarakat Indonesia. Indonesia saat ini memiliki latar belakang jumlah penduduk sebesar lebih dari 210 juta jiwa dengan kasus maloklusi atau gigi berdesakan sebesar 90%, yang mana merupakan pasar yang potensial untuk industri peralatan medis akan peningkatan kebutuhan braket ortodontik di Indonesia. Namun kebutuhan ini masih dipenuhi dari impor yang tertera pada Surat Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia nomor 1415/MENKES/SK/X/2005.<sup>[1]</sup>

Pada pemilihan material dalam dunia ortodontik yang baik untuk digunakan pada pembuatan braket, faktor – faktor seperti sifat fisik dan sifat mekanik sangat berpengaruh.<sup>[2]</sup> Dalam perkembangan aplikasinya, baja



tahan karat adalah material yang paling sering digunakan untuk manufaktur braket, di antaranya AISI tipe 304L, 316L, dan 317. Rata – rata material jenis tersebut mengandung Nikel di atas 8% dan Kromium di atas 17%. Walaupun secara fisik dan mekanik material – material tersebut dapat memenuhi standar material braket, akan tetapi berpotensi besar untuk menimbulkan efek alergi terhadap sel hidup di dalam mulut dan menjadi masalah yang sulit dihindari.<sup>[3]</sup> Perkembangan material yang lebih biokompatibel menghasilkan material baja tahan karat bebas Nikel di mana kandungan Nikel-nya di bawah 5%.<sup>[4]</sup> Salah satu baja tahan karat bebas Nikel adalah 17-4 *precipitation hardening (stainless steel 17-4 PH)* atau juga bisa disebut AISI 630. Material ini memiliki sifat mekanik yang sangat baik, mikrostrukturnya martensitik, dan ketahanan korosi yang tinggi. Sifat dari 17-4 PH masih dapat ditingkatkan dengan perlakuan panas, yaitu dengan penuaan.<sup>[5]</sup> Braket ortodontik merupakan salah satu komponen utama dalam perawatan ortodontik cekat yang berfungsi untuk menghantarkan gaya yang diperlukan gigi. Oleh karena itu braket yang digunakan harus diproduksi dengan akurat, baik dari segi bentuk, tingkat kekuatan, tingkat ketahanan korosi, serta biokompabilitas. Penelitian ini difokuskan pada variasi temperatur penuaan terhadap sifat mekanik dan laju korosi material.

## METODE

Penelitian ini menggunakan material *stainless steel* 17-4 PH dengan komposisi kimia yang ditampilkan pada Tabel 1. Sampel berbentuk kubus dengan ukuran 0,5 cm x 0,5 cm x 0,5 cm, dengan pemotongan sampel menggunakan gerinda dan *handsaw*. Untuk meningkatkan sifat mekanik dan ketahanan korosi, maka sampel diberi perlakuan panas. Perlakuan panas diawali dengan melakukan *pre-heating* pada *overn furnace* pada suhu 624 °C, kemudian *solution treatment* di suhu 1080 °C selama 1,5 jam, dan dinginkan secara cepat (*quenching*) dengan media oli hingga temperatur ruang. Proses selanjutnya adalah penuaan di suhu 540 °C dan 570 °C dengan waktu tahan selama 4 jam dan *quenching* ke suhu ruang dengan media oli.

**Tabel 1. Komposisi Kimia *Stainless Steel* 17-4 PH**

C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Mo (%)	Ni (%)	Cu (%)	Fe (%)
0,017	0,538	0,538	0,030	0,007	15,5	0,284	4,52	3,22	bal.

Sampel hasil percobaan selanjutnya dilakukan beberapa pengujian, di antaranya kekerasan, metalografi, *Emission Dispersive Spectroscopy* (EDS), dan pengujian laju korosi. Pengamatan metalografi dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu melakukan *mounting* pada sampel hasil percobaan dengan memasukkan sampel ke dalam resin dan *hardener*, kemudian dilakukan pengamplasan dan pemolesan. Metode elektroetsa dengan zat etsa medium asam oksalat dipilih untuk mengetsa sampel sebelum dan setelah percobaan, setelah itu dilakukan pengamatan dengan mikroskop optik untuk melihat mikrostruktur. Pengujian kekerasan makro pada penelitian ini dilakukan pada sampel sebelum dan setelah percobaan menggunakan metode Rockwell. Pengujian untuk membuktikan adanya presipitat Tembaga dilakukan dengan menggunakan sampel metalografi dan diuji EDS untuk melihat persebaran presipitat Tembaga yang terbentuk. Pengujian korosi dilakukan dengan menggunakan instrumen potensiostat Autolab PGSTAT302N yang dilengkapi dengan *software* NOVA 1.1. Pengujian ini menggunakan grafit sebagai *counter electrode*, elektroda standar Ag/AgCl sebagai *reference electrode*, dan sampel baja sebagai *working electrode*. Sebelum dilakukan pengujian, sampel hasil percobaan direndam di dalam larutan saliva selama ± 1 jam sebagai kondisi *pre-corroding*, kemudian diuji dengan menggunakan metode linier polarisasi untuk mendapatkan nilai laju korosi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Penuaan terhadap Kekerasan *Stainless Steel* 17-4 PH

Hasil dari penelitian menunjukkan bahwa terjadi perubahan pada mikrostruktur, sifat mekanik, dan laju korosi dari *stainless steel* 17-4 PH.

**Tabel 2. Kekerasan *Stainless Steel* 17-4 PH Sebelum dan Setelah Percobaan**



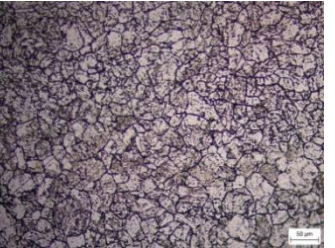
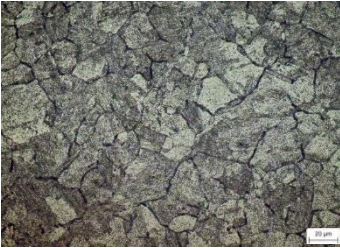
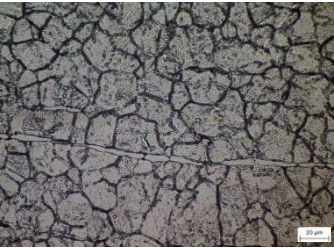
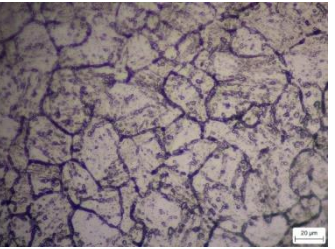
No.	Kekerasan Tanpa Penuaan (HRC)	Kekerasan Penuaan pada 540 °C (HRC)	Kekerasan Penuaan pada 570 °C (HRC)
1	35	42	39
2	35	40	39
3	35	41	38
<b>Rataan</b>	<b>35</b>	<b>41</b>	<b>38,67 ~ 39</b>

Pada pengujian kekerasan dengan metode Rockwell, terdapat kenaikan nilai kekerasan dari kekerasan awal yang bernilai 35 HRC. Nilai kekerasan *stainless steel* 17-4 PH hasil penuaan pada 540 °C sebesar 41 HRC dan pada 570 °C sebesar 39 HRC. Berdasarkan Tabel 2, penuaan yang dilakukan pada temperatur 540 °C mengalami peningkatan kekerasan sebesar 16% dan pada 570 °C sebesar 10%. Hasil dari perlakuan panas menjadikan material memiliki nilai kekuatan luluh yang tinggi, sehingga material *stainless steel* 17-4 PH mampu menahan beban yang diberikan oleh braket sebesar 0,2 lbs. Pada proses penuaan pada 570 °C, persebaran presipitat material sudah memasuki kondisi yang lebih inkoheren dibandingkan dengan penuaan pada 540 °C sehingga terjadi penurunan persentase peningkatan kekerasan. Hal ini menunjukkan penuaan pada 540 °C memiliki nilai kekerasan yang lebih tinggi karena persebaran presipitat lebih efektif dalam menghalangi dislokasi kisi.<sup>[6]</sup>

### Pengaruh Penuaan terhadap Kekerasan *Stainless Steel* 17-4 PH

Analisis hasil uji metalografi pada *stainless steel* 17-4 PH sebelum dan setelah percobaan menggunakan elektroetsa dengan medium asam oksalat menunjukkan hasil yang berbeda. Berdasarkan Tabel 3, mikrostruktur sebelum perlakuan panas memiliki fasa martensitik *stressed* yang ditunjukkan oleh butir yang lebih gelap dan tajam. Selain itu, ditemukan fasa  $\delta$ -ferrite yang ditunjukkan dengan warna putih.

**Tabel 3. Mikrostruktur *Stainless Steel* 17-4 PH Dilihat dengan Mikroskop Optik**

Perbesaran	Tanpa Perlakuan Panas	Perlakuan Panas 540 °C	Perlakuan Panas 570 °C
200 kali			
500 kali			

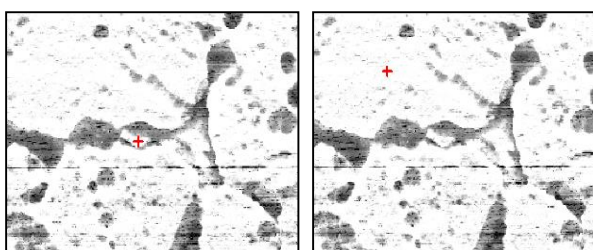
Pengamatan mikrostruktur pada sampel hasil percobaan memiliki gambar yang lebih terang. Fasa martensit setelah dilakukan penuaan pada suhu 540 °C menjadi fasa martensit *temper*, dengan struktur batas butir dan fasa  $\delta$ -ferrite yang lebih jelas. Selain itu, terbentuk presipitat bila dibandingkan dengan keadaan sebelum perlakuan panas. Pada mikrostruktur 570 °C, terjadi pembentukan fasa martensit *temper* yang lebih banyak, terbentuknya presipitat yang lebih inkoheren, dan adanya fasa austenitik *reverted* pada daerah di dekat batas butir.<sup>[7]</sup> Hal ini membuktikan bahwa peningkatan temperatur penuaan menyebabkan terbentuknya fasa martensit *temper* menjadi lebih cepat. Fasa martensit telah berubah menjadi martensit *temper* karena terjadi pelepasan tegangan residual di dalam fasa martensit sehingga fasa menjadi lebih stabil. Dengan demikian, material telah mengalami peningkatan ketangguhan, keuletan, serta ketahanan terhadap korosi.

**Analisis Presipitat Tembaga dengan Menggunakan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS)**

Dari hasil pengujian, didapatkan bahwa endapan yang ditunjukkan dengan warna gelap memiliki kandungan Tembaga yang sangat tinggi yaitu sebesar 10,92%. Sementara jika ditembakkan di bagian yang berwarna terang (putih), kandungan Tembaga yang terbentuk hanya 3,6%. Hal ini membuktikan bahwa presipitat Tembaga memang benar terbentuk di dalam matriks martensit yang menyebabkan peningkatan kekuatan dan kekerasan material *stainless steel* 17-4 PH.

**Tabel 4. Hasil EDS pada *Stainless Steel* 17-4 PH Sebelum dan Setelah Percobaan**

Sebelum Perlakuan panas			Setelah Perlakuan panas di Daerah Endapan (Gelap)		Setelah Perlakuan panas di Daerah Terang	
Elemen	wt%	At%	wt%	At%	wt%	At%
<b>CK</b>	04.41	17.35	08.32	29.78	04.19	16.56
<b>SiK</b>	01.58	02.66	01.21	01.85	01.84	03.11
<b>CrK</b>	15.69	14.25	07.08	05.86	16.39	14.96
<b>MnK</b>	-	-	00.40	00.32	00.76	00.66
<b>FeK</b>	70.69	59.79	53.91	41.51	68.98	58.61
<b>NiK</b>	04.43	03.56	18.15	13.29	04.17	03.37
<b>CuK</b>	03.20	02.38	10.92	07.39	03.67	02.74



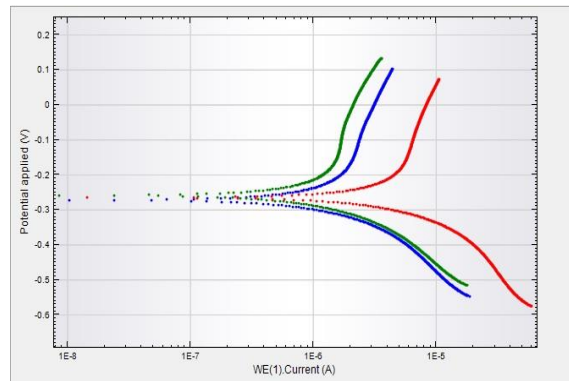
**Gambar 9. Pengujian Analisis Presipitat Tembaga dengan Menggunakan EDS**

Martensit yang terbentuk selama pendinginan setelah *solution treatment* dan terdistribusinya endapan Tembaga yang koheren menyebabkan tingginya kekuatan dari *stainless steel* 17-4 PH. *Enrichment* dari Nikel dan Mangan juga ditemukan pada antar muka antara presipitat Tembaga dengan matriks (di sekitar

presipitat Tembaga). Berdasarkan literatur, fasa Ni-rich terbentuk namun tidak bersatu dengan presipitat Tembaga. Fasa Ni-rich tersebut diidentifikasi sebagai fasa G yang isotropik dengan  $\text{Th}_6\text{Mn}_{23}$ . Penelitian menunjukkan bahwa presipitat Tembaga pada matriks martensit bekerja sebagai tempat nukleasi heterogen lebih lanjut dari presipitasi fasa G.<sup>[8]</sup>

**Pengaruh Perlakuan Panas pada Laju Korosi dengan Metode Linear Polarisasi**

Pengujian laju korosi dengan menggunakan metode polarisasi linear pada penelitian ini bertujuan untuk melihat seberapa besar pengaruh penuaan perlakuan panas pada suhu 540 °C dan 570 °C terhadap laju korosi *stainless steel* 17-4 PH. Gambar 2 merupakan kurva hasil polarisasi, yang mana dari grafik tersebut dapat dilakukan penghitungan laju korosi dengan menarik garis *slope* linear pada garis beta anodik dan katodik. Data hasil pengujian tafel linier ditampilkan oleh Tabel 5.



**Gambar 10. Kurva Polarisasi *Stainless Steel* 17-4 PH dengan Tanpa Perlakuan Penuaan (Merah), Perlakuan Penuaan pada 540 °C (Biru), dan Perlakuan Penuaan pada 570 °C (Hijau)**

**Tabel 5. Data Hasil Pengujian Tafel Linier**

Sampel	$\beta_a$ (mV/dec)	$\beta_c$ (mV/dec)	$R_p$ ( $\Omega$ )	Laju korosi (mm/tahun)
Tanpa perlakuan penuaan	110	149	$12 \times 10^3$	0,26072
Penuaan pada 540 °C	81	118	$48 \times 10^3$	0,020012
Penuaan pada 570 °C	108	142	$49 \times 10^3$	0,01799

Berdasarkan Tabel 5, pada pengujian ini didapatkan nilai laju korosi *stainless steel* 17-4 PH sebelum perlakuan panas adalah 0,26072 mm/tahun. Setelah perlakuan panas pada suhu 540 °C dan 570 °C, nilai laju korosi *stainless steel* 17-4 PH adalah sebesar 0,020012 mm/tahun dan 0,01799 mm/tahun. Pada saat dilakukan *tempering*, presipitat yang terperangkap di dalam fasa martensit membesar dan membulat di mana kondisi mikrostruktur yang didapatkan bebas tegangan sisa, sehingga meningkatkan ketahanan korosi *stainless steel* 17-4 PH.<sup>[9]</sup>

**KESIMPULAN**

Temperatur penuaan *stainless steel* 17-4 PH pada 540 °C akan meningkatkan menjadi 41 HRC dan menurunkan nilai laju korosi menjadi 0,020012 mm/tahun. Sedangkan pada 570 °C, kekerasan meningkat menjadi 39 HRC dan laju korosi menurun menjadi 0,01799 mm/tahun. Sebelum perlakuan panas diberikan,

presipitat pada matriks martensit belum terbentuk dan fasa didominasi oleh martensit *stress* dan  $\delta$ -ferrite. Setelah perlakuan panas diberikan, mikrostruktur menunjukkan adanya fasa martensit *temper* dan  $\delta$ -ferrite dengan presipitat. Hal ini menandakan bahwa sebagian fasa martensit *stress* mengalami pelepasan tegangan residual dan berubah menjadi martensit *temper*. Presipitat yang terbentuk adalah presipitat Tembaga dan dibuktikan melalui pengujian EDS-SEM serta dianalisis pada endapan yang terbentuk. Kandungan Tembaga yang tinggi (hingga 11,83 wt%) menandakan bahwa endapan tersebut merupakan presipitat Tembaga. Selain itu, ditemukan fasa *enrichment* dari Nikel hingga 22,49 wt% dan Mangan di sekitar presipitat Tembaga. Data yang didapat menunjukkan temperatur penuaan pada 540 °C memiliki sifat mekanik yang lebih tinggi dan ketahanan korosi yang hampir sama baik dibandingkan dengan penuaan pada 570 °C. Penuaan pada 540 °C memiliki kombinasi sifat mekanik dan ketahanan korosi yang optimum sehingga baik digunakan sebagai perlakuan panas pada braket ortodontik *stainless steel* 17-4 PH.

## REFERENSI

- [1] Menteri Kesehatan Republik Indonesia, *Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia no. 1415/MENKES/SK/X/2005 tentang Kebijakan Pelayanan Dokter Gigi Keluarga*. Indonesia, 2005.
- [2] D. A. Flores, L. K. Choi, J. M. Caruso, J. L. Tomlinson, G. E. Scott, and M. T. Jeiroudi, "Deformation of Metal Brackets: a Comparative Study," *Angle Orthodontist*, vol. 64, pp. 283–290, 1994.
- [3] O. Mockers, D. Deroze, and J. Camps, "Cytotoxicity of Orthodontic Bands, Brackets and Archwires in Vitro," *Dental Materials*, vol. 18, pp. 311–317, 2002.
- [4] T. Ma, P. Wan, Y. Cui, G. Zhang, J. Li, and J. Liu, "Cytocompatibility of High Nitrogen Nickel-free Stainless Steel for Orthopedic Implants," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 28, no. 7, pp. 647–653, 2012.
- [5] C. N. Hsiao, C. S. Chiou, and J. R. Yang, "Aging Reactions in a 17-4 PH Stainless Steel," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 74, pp. 134–142, 2002.
- [6] H. Mirzadeh and A. Najafizadeh, "Aging Kinetics of 17-4 PH Stainless Steel," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 116, pp. 119–124, 2009.
- [7] R. Bhambroo, S. Roychowdhury, V. Kain, and V. S. Raja, "Effect of Reverted Austenite on Mechanical Properties of Precipitation Hardenable 17-4 Stainless Steel," *Materials Science & Engineering A*, vol. 568, pp. 127–133, 2013.
- [8] M. Murayama, Y. Katayama, K. Hono, and H. Apparatus, "Phase Separation and Precipitation in a Stainless Steel by Prolonged Aging at 400 °C," *National Research Institute for Metals*, vol. 5, no. 1974, pp. 3–4, 1989.
- [9] J. A. Platt, D. W. Thornburg, and B. K. Moore, "Corrosion Behavior of 2205 Duplex Stainless Steel," *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, vol. 112, pp. 69–79, 1997.

## **STUDI PENGARUH DEFORMASI PLASTIS TERHADAP KETAHANAN KOROSI CELAH PADA MATERIAL BAJA TAHAN KARAT DUPLEX UNS S32760 BERDASARKAN ASTM G48**

Slameto Wiryolukito<sup>1,a</sup>, Esa Trisaputra Sidiq<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup> Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[swmetallurgist@yahoo.com](mailto:swmetallurgist@yahoo.com)

### **Abstrak**

*Baja tahan karat UNS S32760 termasuk dalam kategori baja tahan karat duplex karena memiliki mikrostruktur yang terdiri dari dua fasa yang berbeda yaitu fasa feritik dan austenitik. Kandungan nikel pada baja tahan karat duplex tidak cukup untuk menghasilkan susunan austenitik secara penuh sehingga menghasilkan kombinasi dari kedua susunan tersebut. Baja tahan karat duplex dirancang untuk digunakan dalam lingkungan korosif agresif. Parameter ketahanan korosi lokal dapat dilihat dari temperatur kritis korosi lokal, baik korosi sumuran maupun korosi celah. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh deformasi plastis terhadap perubahan temperatur kritis korosi celah/critical crevice temperature (CCT) baja tahan karat duplex UNS S32760. Metode pengujian yang digunakan adalah berdasarkan ASTM G48 Metode F. Temperatur pengujian dilakukan dengan menentukan beberapa titik di atas dan di bawah temperatur kritis teoritik berdasarkan perhitungan dari ASTM G48. Deformasi plastis yang diberikan merupakan hasil proses penarikan dengan regangan sebesar 3,5% dan 7%. Pada penelitian ini juga dilakukan pengujian pada sampel yang tidak dilakukan proses penarikan (regangan 0%) sebagai nilai acuan untuk CCT. Larutan yang digunakan pada penelitian ini adalah sesuai ASTM G48 yaitu ferric chloride ( $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ) dengan kecepatan pengadukan 250 rpm. Pengujian dilakukan selama 24 jam untuk tiap sampel. Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin tinggi regangan yang diberikan, nilai CCT yang dimiliki sampe 3,5% dan 7 % semakin turun 1,6°C dan 3,2°C. Penurunan nilai CCT disinyalir merupakan akibat dari peningkatan densitas dislokasi serta makin banyaknya tegangan sisa yang terdapat pada spesimen. Meningkatnya densitas dislokasi dapat dapat menyebabkan potensial kimia pada logam makin rendah sehingga makin mudah untuk terjadinya reaksi korosi.*

**Keyword:** Baja Tahan Karat Duplex, UNS S32760, Korosi Celah, *Critical Crevice Temperature*, ASTM G48 Merode F.

### **PENDAHULUAN**

Tiga alasan utama untuk pentingnya pencegahan dan penanggulangan korosi adalah: ekonomi, keamanan, dan konservasi. Dampak secara ekonomi adalah *material loss* dari fenomena korosi tersebut. Selain itu, kontaminasi dan kebocoran produk industri juga dapat terjadi akibat fenomena korosi pada peralatan operasional logam yang digunakan di industri seperti pipa, tangki, tabung bertekanan, turbin, dan sebagainya. Korosi didefinisikan sebagai degradasi material akibat bereaksi dengan lingkungan. Penggunaan baja tahan karat di industri masih banyak mengalami masalah korosi seperti korosi sumuran dan korosi celah. Oleh karena itu, pada pengujian ini dilakukan penelitian mengenai ketahanan korosi celah baja tahan karat.

Baja tahan karat yang digunakan pada penelitian ini adalah baja tahan karat duplex UNS S32760. Baja tahan karat ini berbeda dengan baja tahan karat austenitik dimana fasa austenit merupakan fasa dominan sehingga sifatnya secara keseluruhan dipengaruhi fasa austenit. Baja tahan karat duplex tidak memiliki kandungan nikel yang cukup untuk membentuk fasa austenit secara keseluruhan, sehingga baja tahan karat duplex memiliki kombinasi dari dua fasa yaitu fasa austenit dan ferit. Oleh karena itu, sifat yang dimiliki baja tahan karat ini merupakan kombinasi dari sifat kedua fasa tersebut.

Korosi celah merupakan masalah yang kerap terjadi tanpa terduga di industri minyak dan gas. Pada industri, terdapat banyak peralatan yang dibuat dengan dilakukan pengerjaan dingin (*cold forming*)

umumnya hingga regangan 10%. Adanya proses pengerjaan dingin pada logam dapat menurunkan ketahanan korosi celah. Penurunan ketahanan korosi dapat ditandai dengan penurunan nilai CCT (*critical crevice temperature*). Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh deformasi plastis dibawah 10% terhadap ketahanan korosi celah material UNS S32760 yang dilakukan dengan penarikan spesimen hingga regangan plastis 3,5% dan 7% berdasarkan ASTM G48.

## METODE

Spesimen yang sudah melalui proses karakterisasi OES terbukti merupakan material UNS S32760. Material tersebut kemudian diberikan penarikan supaya menghasilkan regangan sebesar 3,5% dan 7%. Besar regangan ditentukan dari kurva tarik hasil karakterisasi mekanik spesimen UNS S32760. Spesimen pada mulanya berbentuk pipa lalu dipotong sehingga memiliki bentuk spesimen yang mengacu pada standar ASTM E08 *Sheet Type*. Supaya dapat mengakomodasi spesimen uji korosi, maka dilakukan modifikasi terhadap ukuran spesimen uji tarik. Berdasarkan ASTM G48<sup>[4]</sup>, spesimen uji korosi diharuskan memiliki ukuran minimal 50mm x 25mm x 3mm, sehingga dilakukan modifikasi pada *gage length* supaya masing-masing spesimen uji tarik dapat digunakan untuk 3 spesimen uji korosi. Namun karena keterbatasan spesimen, spesimen uji korosi dibuat dengan dimensi 40mm x 20mm x 3mm. Setelah spesimen diregangkan, *gage length* kemudian dipotong menjadi 3 spesimen korosi. Pengujian korosi untuk material berbasis nikel menggunakan standar ASTM G48 Metode F. Larutan pengujian imersi yang digunakan sesuai ASTM G48 adalah  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebesar 6% dan HCl 1%. Berikut adalah foto instalasi *crevice washer* dan foto pengujian.



**Gambar 1** foto instalasi *crevice washer* pada spesimen dan foto pengujian

Langkah selanjutnya adalah melekatkan 2 buah *crevice washer* kepada spesimen uji dengan memasang baut dan mur, *crevice washer* dan spesimen diantara mur. Kemudian dilakukan pengencangan menggunakan torsiometer dengan torsi yang diberikan sebesar 1,58 Nm. Nilai CCT spesimen UNS S32760 didapatkan dari perhitungan komposisi hasil OES sesuai ASTM G48 sebagai berikut :

$$\begin{aligned}CCT &= (3,2 \times \%Cr) + (7,6 \times \%Mo) + (10,5 \times \%N) - 81 \\CCT &= (3,2 \times 25,39) + (7,6 \times 3,671) + (10,5 \times 0,3) - 81 \\CCT \text{ spesimen uji (celcius)} &= 31,29 \text{ } ^\circ\text{C}\end{aligned}$$

Temperatur pengujian berada di bawah dan di atas temperatur CCT teoritis agar didapat nilai CCT percobaan dengan menggunakan regresi linier data korosi. Temperatur pengujian yaitu 27°C, 30°C, 35°C, dan 40°C. Pengujian dilakukan selama 24 jam sesuai ASTM G48 sambil dilakukan pengadukan agar tidak terdapat endapan larutan. Setelah pengujian selesai, dilakukan metode eksaminasi supaya korosi yang didapatkan dapat diimplementasikan dalam bentuk data. Berikut merupakan metode eksaminasi yang digunakan :

1. Pengukuran Kedalaman Crevice  
Pengukuran kedalaman dilakukan menggunakan *needle* mikrometer. Celah terjadi pada permukaan spesimen yang mengalami kontak dengan *crevice washer*, pada masing-masing celah yang ada akan diukur kedalaman beberapa kali untuk memastikan nilai kedalaman tertinggi, dan rata-rata. *Needle point micrometer* yang digunakan merupakan produk Mitutoyo dengan ketelitian 0.001 mm.
2. Pengukuran *Mass Loss*  
Pengukuran *mass loss* menggunakan timbangan dengan ketelitian 0.0001. Timbangan merupakan produk *Sartorius*, nilai massa hilang diperoleh dengan mengurangi masa awal sebelum dilakukan pengujian korosi.

3. Bentuk Serangan Korosi  
Metalografi akhir dilakukan untuk melihat bentuk serangan korosi spesimen. Bentuk serangan kepada butir dapat berbentuk intergranular atau transgranular.
4. Kandungan Unsur Kimia Pada *Crevice*  
Pemeriksaan kandungan unsur kimia dalam *pit* dilakukan menggunakan alat *Energy Dispersive Spevrometer* (EDS) yang ada di. EDS sendiri merupakan bagian dari alat SEM.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Validasi Material
  - a. Komposisi Unsur  
Berikut adalah komposisi kimia hasil pengujian OES. Hasil tersebut kemudian dibandingkan dengan ASTM A 182 untuk memastikan bahwa material tersebut adalah UNS S32760.

**Tabel 6** Komposisi kimia UNS S32760

Komposisi	UNS S32760 (%)	Hasil OES (%)
Carbon (C)	0.03 max	<b>0.033</b>
Chromium (Cr)	24.0 - 26.0	<b>25.39</b>
Copper (Cu)	0.5 - 1.0	<b>0.551</b>
Manganese (Mn)	1.0 max	<b>0.65</b>
Molybdenum (Mo)	3.0 - 4.0	<b>3.671</b>
Nickel (Ni)	6.0 - 8.0	<b>6.93</b>
Phosphorus (P)	0.03 max	<b>0.031</b>
Sulfur (S)	0.01 max	<b>0.008</b>
Silicon (Si)	1.0 max	<b>0.39</b>
Nitrogen (N)	0.2 - 0.3	-
Wolfram (W)	0.5 - 1.0	<b>0.71</b>
Titanium (Ti)		<b>0.001</b>
Vanadium (V)		<b>0.05</b>
Tin (Sn)		<b>0.006</b>
Aluminium (Al)		<b>0.002</b>
Niobium (Nb)		<b>0.013</b>
Ferro/Iron (Fe)		<b>61.57</b>

- b. Uji mekanik  
Uji mekanik yang dilakukan adalah uji tarik dan uji keras. Hasil pengujian selanjutnya dibandingkan dengan literatur untuk memastikan sifat material UNS S32760 sesuai ASTM A 182

**Tabel 7** Sifat mekanik UNS S32760<sup>[3]</sup>

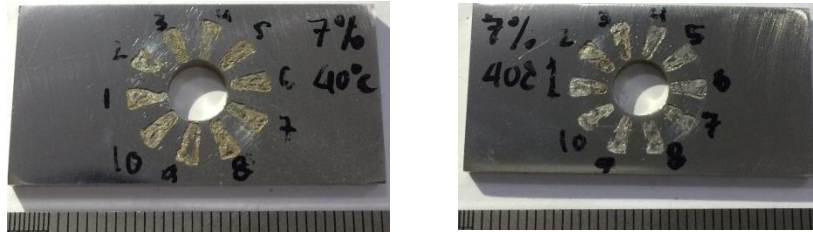
Sifat Mekanik	Hasil Uji	Standar UNS S32760
UTS (Mpa)	804.4	750-895
Beban Yield (N)	25345.75	-
Yield Strength (Mpa)	665	550 min
Strain (% elongation)	26%	25% min
Kekerasan (HV1)	299,1	285 min

Hasil pengujian mekanik tersebut telah membuktikan bahwa material yang digunakan adalah UNS S32760.

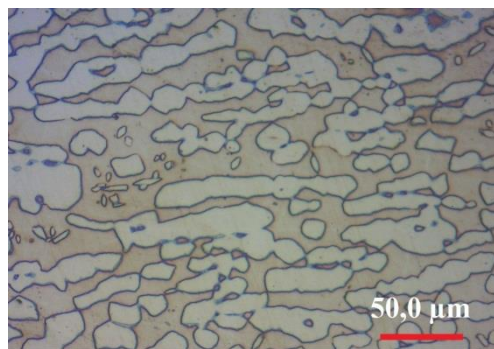


2. Pengamatan Visual dan Metalografi

**Gambar 2** merupakan foto spesimen setelah pengujian imersi. Sedangkan **Gambar 3** merupakan struktur mikro spesimen.



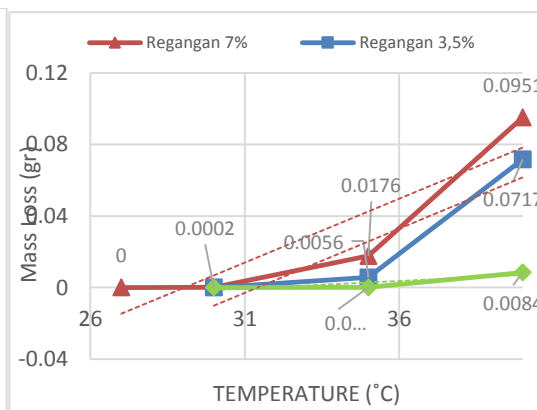
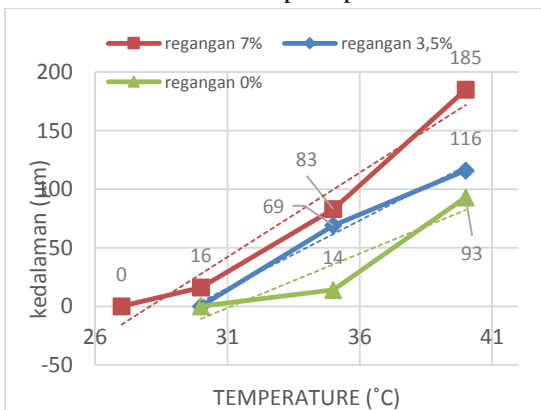
**Gambar 2** Pengamatan visual spesimen setelah pengujian tampak atas (kiri) dan tampak bawah (kanan)



**Gambar 3** Struktur mikro spesimen

3. Kurva Data Pengujian

Jumlah masa hilang pada korosi celah didapatkan dari pengurangan masa awal sebelum pengujian dengan masa akhir setelah pengujian menggunakan timbangan. Berdasarkan ASTM G48, laju masa hilang yang diindikasikan terjadi korosi celah adalah lebih dari 0.0001 gr/cm<sup>3</sup>. Namun pada pengujian ini, laju masa hilang korosi celah ditentukan minimal 0,0001 gr/spesimen karena temperatur pengujian dibuat sangat dekat dengan CCT teoritis. Hal ini dilakukan untuk menghasilkan prediksi nilai CCT percobaan yang lebih akurat. Berikut adalah kurva masa hilang dan kedalaman maksimum terhadap temperatur



**Gambar 4** Kurva massa hilang terhadap temperature

**Gambar 5** Kurva kedalaman maksimum terhadap temperatur

Jika diamati **gambar 4**, kurva masa hilang terhadap temperatur, terjadi kenaikan jumlah massa hilang ketika temperatur uji naik dari 30°C, 35°C, dan 40°C. Sedangkan pada temperatur 27

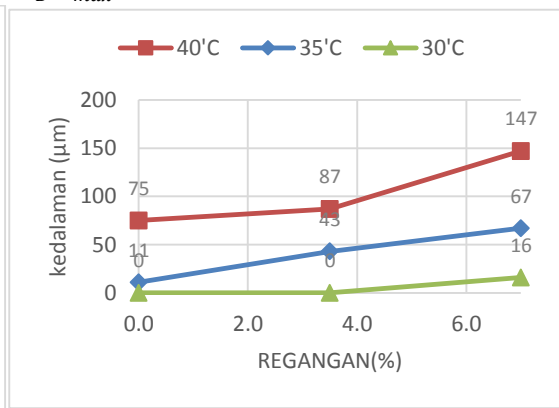
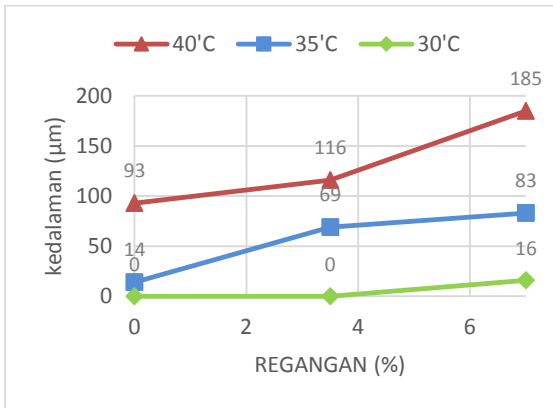
°C, tidak terdapat kehilangan masa akibat korosi celah. Fenomena ini dapat membuktikan perhitungan CCT teoritis (31,3°C) sudah cukup akurat. Kenaikan temperatur kerja spesimen dapat mengakibatkan kenaikan jumlah masa yang hilang akibat korosi celah. Pengaruh ini dapat dijelaskan melalui persamaan Arrhenius mengenai pengaruh temperatur terhadap kecepatan reaksi. Berikut merupakan persamaan laju reaksi korosi teori Arrhenius.

$$k = Ae^{-\frac{E_a}{RT}} \text{ or } \ln k = -\frac{E_a}{RT} + \ln A$$

Where:  
 k = Chemical Reaction Rate  
 A = Pre-exponential Factor  
 E<sub>a</sub> = Activation Energy  
 R = Gas Constant  
 T = Temperature in Kelvin

Selain pengaruh temperatur kerja pengujian, naiknya regangan juga menghasilkan kehilangan masa korosi yang makin besar. Fenomena ini dijelaskan dengan teori *Gutman's mechanochemical interactions* dimana semakin tinggi *dislocation density*, maka potensial logam tersebut akan turun, sehingga logam dengan regangan semakin tinggi akan semakin mudah terkorosi. Kurva kenaikan kedalaman korosi terhadap regangan dapat dilihat pada **gambar 5 dan 6**. Dilihat dari kurva tersebut, pengujian ini telah membuktikan *Gutman's mechanochemical interactions theory* dimana kenaikan regangan plastis dapat menurunkan *electrochemical corrosion potential*. Formulasi teori tersebut adalah sebagai berikut. [Gutman,1998]

$$\Delta\phi_p^0 = -\frac{n_d \Delta\tau R}{\alpha k_B N_{max} z F}$$



**Gambar 11** Kurva kedalaman maksimum terhadap regangan

**Gambar 12** Kurva H50 terhadap regangan

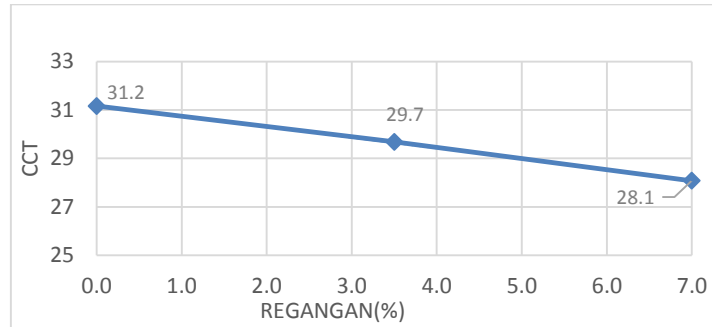
#### 4. Perbandingan Nilai CCT Teoritis dan Nilai CCT Prediksi

**Tabel 3** Tabel nilai CCT

jenis data	regangan	CCT (°C) atas	CCT (°C) bawah
Teoritis	0%	<b>31,3</b>	
kehilangan masa	0%	33,3	
	3,5%	31,3	
	7%	29,2	
Hmax	0%	<b>31,2</b>	30,8
	3,5%	<b>29,7</b>	29,5
	7%	<b>28,1</b>	28,6
H50	0%	<b>31,2</b>	30,7
	3,5%	<b>30</b>	30,1
	7%	<b>27,9</b>	28,2

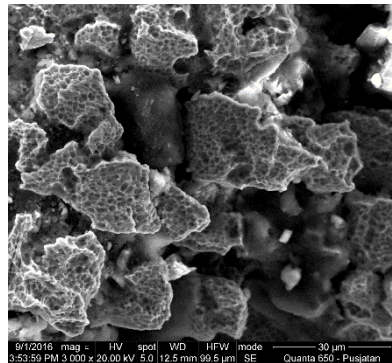
Nilai CCT dihitung melalui persamaan garis regresi data korosi dengan mencari nilai temperatur saat data korosi bernilai nol. Perhitungan akhir CCT yang digunakan adalah korosi celah di bagian atas spesimen

karena bagian bawah terdapat faktor lain yaitu fluida yang mengalir akibat dari *magnetic stirrer* yang dapat memengaruhi fenomena korosi.

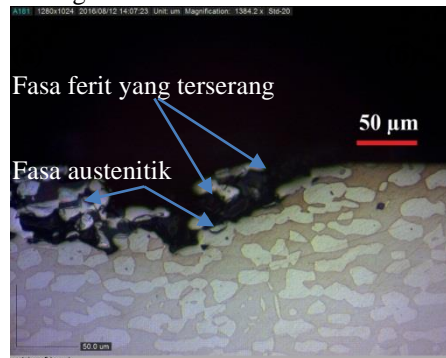


Gambar 7 kurva CCT terhadap regangan

## 5. Bentuk



## Serangan Korosi



Gambar 8 Hasil SEM daerah terkorosi (a)

Hasil metalografi bentuk serangan (b)

Pada **gambar 7**, dari hasil SEM dan metalografi terlihat bahwa bentuk serangan korosi adalah korosi transgranular yang menyerang fasa ferit sebagai matriks.

## KESIMPULAN

1. Perhitungan CCT teoritis menghasilkan nilai CCT yang cukup akurat yaitu 31.3°C, terbukti di pengujian dengan temperatur 27°C dan 30°C pada sampel regangan 0% tidak terjadi korosi, sedangkan pada temperatur 35°C dan 40°C terjadi korosi.
2. Terjadi penurunan nilai *critical crevice temperature* (CCT) akibat peregangan dari 3,5% dan 7% yang diperoleh dari data kedalaman maksimum adalah sebesar 1,6°C dan 3,2°C. Sedangkan penurunan nilai CCT dari data H50 adalah sebesar 1,3°C dan 3,4°C
3. Berdasarkan metode analisis ekstrapolasi grafik kedalaman maksimum, perubahan nilai CCT akibat regangan dibawah regangan saat *ultimate tensile stress* dapat dihitung melalui persamaan :  $CCT = -0,4411 * (\% \text{ regangan}) + 31,186$
4. Bentuk serangan korosi yang terjadi adalah *transgranular* yang menyerang fasa ferit.

## REFERENSI

- [1] ASM International, *ASM Speciality Handbook : Nickel, Cobalt and Their Alloys*, J. R. Davis, Ed. United States of America: ASM International, 2000.
- [2] Mars G Fontana, *Corrosion Engineering*, Third Edition ed., Sanjeev Rao, Ed. Ohio, United States of America: McGraw Hill, 1986.
- [3] ASTM International, "Standard Specification for Ni-Fe-Cr-Mo-Cu Alloy (UNS N08825 and UNS N08221)\* Plate, Sheet, and Strip," *ASTM B 424*, vol. 05, 2009.
- [4] ASTM International, "Standard Test Methods for Pitting and Crevice Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution," *ASTM G48*, vol. 03, 2003.
- [5] Y. Frank Cheng, "Stress Corrosion Cracking of Pipelines"- Wiley Series In Corrosion, New Jersey 2013

## **STUDI PENGARUH DEFORMASI PLASTIS DAN TEMPERATUR TERHADAP KETAHANAN KOROSI CELAH PADA MATERIAL UNS N08825 BERDASARKAN ASTM G48**

Slameto Wiryolukito<sup>1, a</sup>, Mohammad Mersa Bayu Wibisono<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup> Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[aswmetallurgist@yahoo.com](mailto:aswmetallurgist@yahoo.com)

### **Abstrak**

Umumnya, sambungan logam sering mengalami masalah, salah satunya adalah korosi celah, yang tidak dapat dideteksi secara langsung oleh mata. Paduan nikel banyak digunakan untuk peralatan industri karena memiliki kekuatan mekanik dan ketahanan korosi yang baik yang tinggi. Salah satu paduan nikel sering digunakan untuk memenuhi persyaratan ini adalah tempat superalloy nikel-besi, terutama UNS N08825. Logam ini memiliki sifat mekanik yang baik dan ketahanan korosi, terutama ketahanan korosi lokal, yang baik bahkan pada oleh suhu kerja yang tinggi. Namun, deformasi logam dapat menyebabkan sifat ketahanan korosi lokal lebih rendah, khususnya korosi celah pada suhu tinggi. Dengan demikian, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh regangan plastic tarik di Temperatur Kritis Korosi Celah (CCT) nilai kritis dari UNS N08825. metode pengujian yang digunakan mengacu pada ASTM G48 Metode D. Pengujian korosi celah dilakukan pada suhu 0°C, 15°C dan 27°C dengan regangan tarik diberikan kepada sampel adalah 0%, 15% dan 25%. Solusi yang digunakan dalam penelitian ini adalah besi klorida (FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O) dengan kecepatan pengadukan 250 rpm. Pengujian dilakukan selama 72 jam untuk masing-masing sampel. Ada perubahan nilai temperatur celah kritis (CCT) dari peregang 15%, dan 25% turun - 3.1°C diamati pada permukaan atas, menurun -1°C diamati di permukaan sampel bawah. korosi diamati oleh metalografi dan metode SEM, menyerang permukaan butir.

**Keyword:** UNS N08825, Korosi Celah, Temperatur Kritis Korosi Celah, ASTM G48 Metode D.

### **PENDAHULUAN**

Korosi adalah permasalahan utama yang dihadapi oleh industri, utamanya yang bersinggungan dengan fluida. Korosi didefinisikan sebagai penurunan performa material akibat bereaksi dengan lingkungan yang korosif. Fluida dalam kasus ini dapat berbentuk gas maupun cairan dengan tingkat keasaman tertentu. Syarat terjadinya korosi yakni adanya komponen yakni anoda, katoda, elektrolit dan konduktor. Contoh kasus korosi adalah kasus *seawater reserve osmosis*, pembuatan air bersih dari air laut, di Saudi Arab terjadi kebocoran pada pipa akibat korosi *crevice* pada sambungannya. Paduan super nikel dipilih karena memiliki potensial yang lebih tinggi dibandingkan dengan besi, sehingga lebih tahan terhadap reaksi korosi. Pada paduan super nikel biasanya memiliki kandungan kromium yang tinggi untuk membantu ketahanan terhadap reaksi korosi dengan membentuk *passive layer* pada permukaan logam. Ketahanan paduan super nikel terhadap korosi celah dapat digambarkan melalui *critical crevice temperature* (CCT). Pada penelitian ini digunakan paduan super nikel-besi UNS N08825 dengan kondisi *full annealed*. Dalam penelitian ini akan dijelaskan pengaruh besar deformasi terhadap perubahan nilai CCT yang dimiliki UNS N8825 berdasarkan ASTM G48.

### **METODE**

Spesimen yang sudah melalui proses karakterisasi dan terbukti merupakan UNS N08825 kemudian diberikan penarikan supaya menghasilkan regangan. Besar regangan ditentukan dari kurva tarik hasil karakterisasi mekanik spesimen UNS N08825. Diketahui besar regangan maksimum adalah 45% sehingga untuk memastikan spesimen uji mengalami deformasi plastis ditentukan besar regangan adalah 15% dan 25%. Umumnya deformasi yang diberikan untuk proses pembentukan adalah 10%, diberikan regangan 15% dan 25% bertujuan untuk memastikan adanya korosi yang terjadi. Spesimen pada mulanya berbentuk plat dipotong sehingga memiliki bentuk spesimen yang mengacu pada standar ASTM E08 *Sheet Type*. Supaya

dapat mengakomodasi spesimen uji korosi, maka dilakukan modifikasi terhadap ukuran spesimen uji tarik. Berdasarkan ASTM G48<sup>[4]</sup>, spesimen uji korosi diharuskan memiliki ukuran minimal 50mm x 25mm x 3mm, sehingga dilakukan modifikasi pada *gage length* supaya masing-masing spesimen uji tarik dapat digunakan untuk 3 spesimen uji korosi. Setelah spesimen diregangkan, *gage length* kemudian dipotong menjadi 3 spesimen korosi. Pengujian korosi untuk material berbasis nikel menggunakan standar ASTM G48 Metode D. Menggunakan susunan komposisi larutan berdasar standard, maka akan didapatkan kandungan FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O sebesar 6% dan HCl 1%. Spesimen yang digunakan dalam percobaan ini tidak menggunakan ukuran minimum, melainkan dengan ketebalan yang berbeda karena proses permesinan yang membutuhkan biaya lebih mahal untuk melakukan penipisan. Sehingga, komposisi larutan yang digunakan untuk menghasilkan produk korosi akan semakin banyak disesuaikan dengan luas permukaan spesimen. Larutan kemudian dicampurkan dan diaduk dengan batasan waktu 1 jam. Setelah dilakukan proses pengadukan, larutan kemudian disaring supaya tidak terdapat endapan yang mengakibatkan perbedaan konsentrasi ketika bereaksi dengan spesimen.

Langkah selanjutnya adalah melekatkan 2 buah *crevice washer* kepada spesimen uji dengan memasang baut dan mur, *crevice washer* dan spesimen diantara mur. Kemudian dilakukan pengencangan menggunakan torsiometer, dengan torsi yang diberikan sebesar 0.28 Nm. Pengujian imersi dilakukan pada temperatur 0°C, 15°C, dan 27°C. Penentuan temperatur kerja paling rendah adalah 0°C karena alat yang digunakan terbatas dan tidak bisa mencapai temperatur -5.6°C. Sedangkan temperatur 27°C ditentukan untuk memastikan terjadinya reaksi berdasarkan temperatur teoritis. Nilai CCT spesimen UNS N08825 didapatkan dari kalkulasi % komposisi hasil OES sebagai berikut :

$$\begin{aligned}CCT &= (1.5 \times \%Cr) + (1.9 \times \%Mo) + (4.9 \times \%Nb) + (8.6 \times \%W) - 36.2 \\CCT &= (1.5 \times 23.28) + (1.9 \times 3.33) + (4.9 \times 0.022) + (8.6 \times 0.056) - 36.2 \\CCT &= 34.92 + 6.327 + 0.1078 + 0.4816 - 36.2 \\CCT \text{ spesimen uji (celcius)} &= 5.6^\circ C\end{aligned}$$

Larutan uji yang sudah jadi kemudian dilakukan proses pengondisian temperatur dengan diberikan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* supaya larutan tetap homogen. Untuk memastikan larutan tidak mengendap, dilakukan pengadukan selama pengujian berlangsung, yakni 72 jam. Setelah durasi pengujian berakhir spesimen dibilas dengan air mengalir dan disikat menggunakan sikat berbahan nilon. Standar pengujian yang digunakan merupakan ASTM G-48 Metode D. Setelah pengujian selesai, dilakukan metode eksaminasi supaya korosi yang didapatkan dapat diimplementasikan dalam bentuk data. Berikut merupakan metode eksaminasi yang digunakan :

5. Pengukuran Kedalaman Crevice  
Pengukuran kedalaman dilakukan menggunakan *needle* mikrometer. Celah terjadi pada permukaan spesimen yang mengalami kontak dengan *crevice washer*, pada masing-masing celah yang ada akan diukur kedalaman beberapa kali untuk memastikan nilai kedalaman tertinggi, dan rata-rata. *Needle point micrometer* yang digunakan merupakan produk Mitutoyo dengan ketelitian 0.001 mm.
6. Pengukuran Diameter Crevice  
Pengukuran diameter crevice menggunakan mikroskop stereo. Celah memiliki ukuran tertentu yang digunakan untuk menentukan volume tembereng produk korosi. Pengukuran dilakukan menggunakan perbesaran 16 kali.
7. Pengukuran *Mass Loss*  
Pengukuran *mass loss* menggunakan timbangan dengan ketelitian 0.0001. Timbangan merupakan produk *Sartorius*, nilai massa hilang diperoleh dengan mengurangi masa awal sebelum dilakukan pengujian korosi.
8. Bentuk Serangan Korosi  
Metalografi akhir dilakukan untuk melihat bentuk serangan korosi spesimen. Bentuk serangan kepada butir dapat berbentuk intergranular atau transgranular.
9. Kandungan Unsur Kimia Pada *Crevice*  
Pemeriksaan kandungan unsur kimia dalam *pit* dilakukan menggunakan alat *Energy Dispersive Spevrometer* (EDS) yang ada di. EDS sendiri merupakan bagian dari alat SEM.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

- 6. Validasi Material
  - a. Komposisi

Dari hasil karakterisasi komposisi kimia, OES diperoleh kandungan nikel sebesar 40.33%, kromium 23.28% dan besi 29.22%. Berdasarkan komposisi kimia aktual pengujian lalu dibandingkan dengan standar komposisi kimia UNS N08825 berdasarkan ASTM B 424, disimpulkan bahwamaterial uji adalah UNS N08825.

**Tabel 8** Komposisi kimia UNS N08825

Hasil Karakterisasi OES			ASTM B 424	
No	Unsur	Berat (%)	Berat Min (%)	Berat Max (%)
1	Nickel (Ni)	40.33	38	46
2	Copper (Cu)	2.457	1.5	3.0
3	Molybdenum (Mo)	3.33	2.5	3.5
4	Iron (Fe)	29.22	22	-
5	Manganese (Mn)	0.395	-	1
6	Carbon (C)	0.023	-	0.05
7	Silicon (Si)	0.12	-	0.5
8	Sulfur (S)	0.004	-	0.03
9	Chromium (Cr)	23.28	19.5	23.5
	Sifat Mekanik	Hasil Pengujian	ASTM B 424 (Annealed)	
10	Aluminium (Al)	0.06		0.02
11	Kekuatan Tarik Titanium (Ti)	641 MPa 0.639	586 MPa min 0.6	1.2
12	Kekuatan Luluh Tungsten (W)	280.2 MPa 0.056	241 MPa min	-
13	% elongasi Niobium (Nb)	52.9 % 0.022	30% min	-

- b. Uji tarik

Setelah diamati, nilai kekuatan tarik, kekuatan luluh dan % elongasi material uji memiliki nilai lebih besar dari standar material UNS N08825 berbentuk pelat yang ditentukan oleh standar ASTM B 424. Nilai ini masih termasuk dalam persyaratan minimal yang dicantumkan ASTM B 424, sehingga dapat disimpulkan bahwa material yang digunakan adalah UNS N08825. Nilai yang lebih tinggi diakibatkan oleh bentuk butir yang akan dijelaskan pada analisa data hasil metalografi pra peregangan.

**Tabel 9** Sifat mekanik UNS N08825<sup>[3]</sup>

Nilai % elongasi hasil pengujian menandakan nilai yang lebih besar dibandingkan material standard, namun masih termasuk di dalam rentang sifat mekanik UNS N08825. % Elongasi menunjukkan kemampuan material untuk menahan pembebanan hingga patah. % Elongasi spesimen merupakan sifat yang dipengaruhi oleh dimensi spesimen. Sifat yang diperoleh bisa jadi berbeda karena ukuran luas penampang

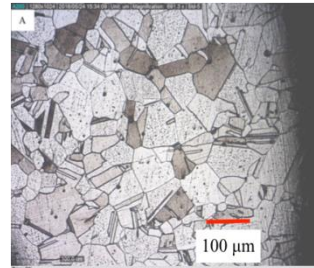
spesimen yang digunakan berbeda dengan standar literatur. Ukuran *gage length* yang digunakan tidak sesuai dengan literatur untuk mengakomodasi spesimen uji korosi. Sehingga dari data *Ultimate Tensile Strength*, *Yield Strength* dan % elongasi dapat disimpulkan bahwa spesimen yang dilakukan pengujian tarik merupakan UNS N08825.

7. Pengamatan Visual dan Metalografi

Didapati hasil pengujian seperti pada **Gambar 1**. Sedangkan pada **Gambar 2** menunjukkan struktur mikro specimen sebelum diberikan proses peregangkan, bentuk butir masih *equiaxial*.

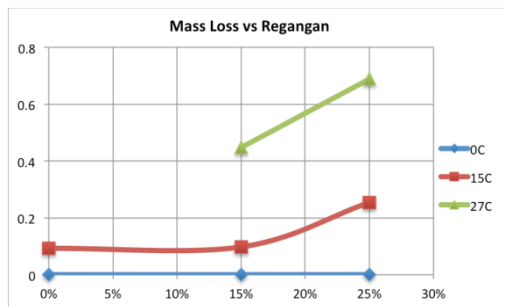


**Gambar 13** Pengamatan visual spesimen setelah pengujian

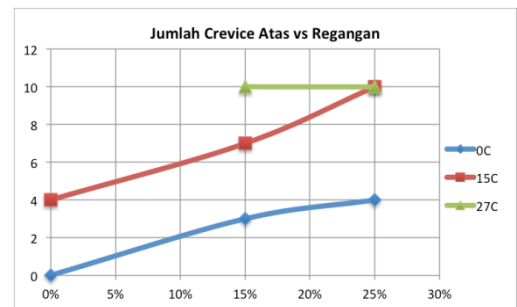


**Gambar 14** Struktur mikro spesimen peregangkan 0%

8. Kurva Data Pengujian



**Gambar 15** Kurva massa hilang terhadap regangan

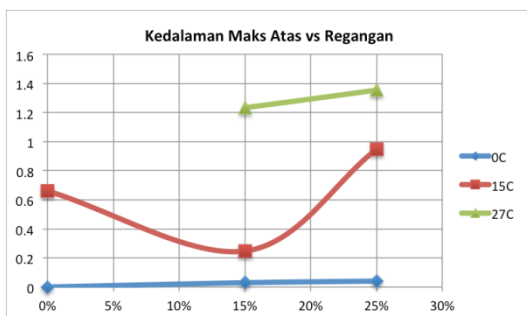


**Gambar 16** Kurva jumlah korosi terhadap regangan

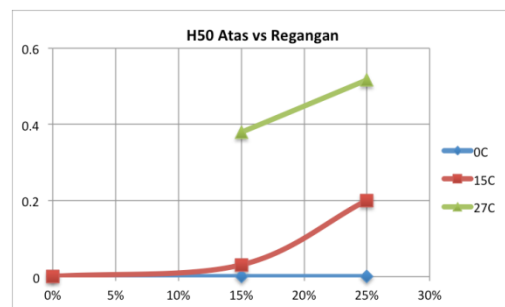
Pada kurva didapatkan kenaikan masa hilang ketika specimen diberi perlakuan berupa kenaikan regangan. Regangan mengakibatkan naiknya energi bebas yang dimiliki oleh specimen uji yang kemudian dijelaskan oleh pergerakan dislokasi yang kemudian akan menumpuk pada batas butir. Selain pergerakan dislokasi akibat deformasi slip, terbentuknya dislokasi baru meningkatkan densitas dislokasi. Ketika terjadi proses deformasi, maka akan terjadi strain hardening sehingga regangan plastis yang dibutuhkan akan meningkat pula. Ketika terjadi deformasi, maka akan terjadi perubahan potensial elektrokimia korosi,  $\Delta\phi_p^0$ , dalam deformasi plastis dijelaskan melalui persamaan berikut: [Gutman,1998]

$$\Delta\phi_p^0 = -\frac{n_a \Delta\tau R}{\alpha k_B N_{max} z F}$$

Didapati pola kenaikan serupa pada kurva jumlah korosi pada specimen ketika specimen mengalami kenaikan regangan. Bagian logam utama yang akan mengalami reaksi korosi terlebih dahulu adalah yang memiliki densitas dislokasi paling banyak.

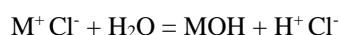


**Gambar 17** Kurva kedalaman maksimum terhadap regangan



**Gambar 18** Kurva H50 terhadap regangan

Pada kurva kedalaman maksimum didapati kenaikan, namun terjadi penurunan pada specimen 150C ketika diberi regangan 15% karena terjadi kesalahan pengujian. Namun secara umum terjadi kenaikan nilai kedalaman ketika specimen diberikan proses regangan, hal ini diakibatkan oleh faktor reaksi autokatalitik di dalam celah. Reaksi autokatalitik merupakan reaksi yang lajunya meningkat akibat adanya katalis yang dengan sendirinya terdapat di dalam celah akibat kandungan klorida larutan stagnan. Jika kita tinjau secara reaksi kimia sel korosi akan mereduksi O<sub>2</sub>, merupakan reaksi yang hampir pasti terjadi, mengakibatkan kekurangan kadar oksigen di dalam celah. Oksigen dari lingkungan tidak dapat masuk ke dalam celah karena laju konveksi yang dibatasi oleh *crevice washer*. Setelah oksigen habis, tidak ada lagi reaksi reduksi di dalam celah, namun disosiasi logam M menjadi M<sup>+</sup> terus terjadi. Kejadian ini mengakibatkan peningkatan konsentrasi M<sup>+</sup> di dalam celah. Ion logam yang sangat reaktif akan sangat mudah untuk bereaksi, sehingga dibutuhkan penyeimbang reaksi dengan melakukan reaksi dengan H<sub>2</sub>O. Kecuali logam alkali, garam logam termasuk klorida dan sulfat, akan menghidrolisis air kemudian membentuk reaksi berikut : <sup>[2]</sup>



Produk reaksi yang dihasilkan berupa hidroksida logam yang tidak larut dan asam yang bebas. Reaksi tersebut menghasilkan HCl yang menyebabkan pH di dalam celah menjadi turun sehingga meningkatkan aktifitas korosi. Rangkaian reaksi tersebut disebut pula sebagai reaksi autokatalitik. Reaksi autokatalitik ini akan semakin cepat dengan peningkatan temperatur kerja larutan dan specimen. Pada kurva H50 terhadap regangan didapati pola kenaikan nilai H50 ketika diberi perlakuan berupa regangan yang naik sampai 25%. H50 merupakan nilai distribusi kedalaman kumulatif specimen. Data ini diambil untuk memastikan kedalaman yang terjadi pada specimen tidak hanya pada satu celah saja, namun kenaikan kedalaman terjadi pada seluruh celah.

9. Bandingkan Nilai CCT Teoritis dan Nilai CCT Prediksi

Dengan menggunakan rumus pendekatan nilai CCT berdasarkan ASTM G48 Metode D, maka diperoleh perkiraan nilai *critical crevice temperature* dari specimen 5.6°C Kemudian dilakukan pendekatan nilai *Critical Crevice Temperature* (CCT) hasil pengujian tidak berbeda jauh dengan nilai teoritis utamanya data H50 dan massa hilang Namun pendekatan nilai CCT pada data kedaaman maksimum dan jumlah *crevice* berbeda jauh dengan nilai teoritis.

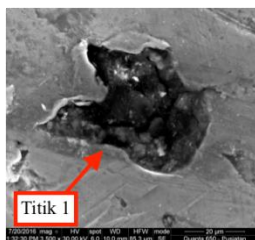
**Gambar 19** Tabel nilai CCT

Jenis Data	Regangan	CCT	
		Atas (°C)	Bawah (°C)
Nilai Teoritis	0%	5.6	
H50	0%	-	-
	15%	5.77	6.19
	25%	2.67	5.15

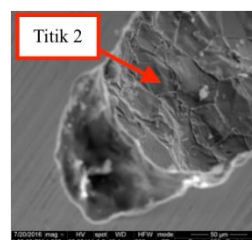
Dari data diatas dapat disimpulkan bahwa pengaruh deformasi plastis terbukti dapat menurunkan nilai CCT specimen uji. Nilai CCT specimen tanpa peregangan hasil perhitungan dari persamaan berdasarkan ASTM G48 adalah 5.6°C. Diamati nilai H50 permukaan atas specimen ketika diberi peregangan 15% adalah 5.77°C, kemudian setelah peregangan 25% menjadi 2.67°C. Nilai CCT setelah diberi peregangan 25% menjadi turun sebesar -3.1°C. Hal serupa terjadi pada permukaan bagian bawah. Sedangkan pada pendekatan nilai CCT massa hilang terjadi penurunan ketika tidak diberi peregangan 4.3°C, kemudian diberi peregangan 15% dan 25% menjadi 2.7°C dan 1.4°C. Penurunan nilai CCT ini menjadi indikasi bahwa deformasi plastis meningkatkan keaktifan korosi specimen uji.



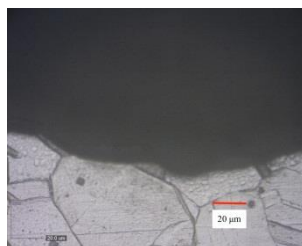
#### 10. Bentuk Serangan Korosi



**Gambar 20** Hasil SEM permukaan luar lubang



**Gambar 21** Hasil SEM permukaan dalam lubang



**Gambar 22** Hasil metalografi bentuk serangan

Dari gambar hasil *metallography* sampel hasil pengujian korosi regangan 25% pada temperatur 27°C didapati korosi menyerang butir logam utama atau dapat disebut juga *transgranular*. Pada fasa pertumbuhan korosi, luas katoda sangat mengontrol laju oksidasi. Sehingga agresifitas larutan yang mengandung Fe meningkatkan kebutuhan spesimen untuk mentransfer elektron dari anoda ke katoda, untuk mengakomodasi kondisi tersebut maka reaksi oksidasi terjadi tidak hanya pada batas butir namun juga menyerang butir.

Pada struktu mikro hasil *metallography* tidak didapati *slip line*, hal ini dapat disebabkan oleh proses deformasi yang kurang tinggi. Faktor ini juga mempengaruhi bagian spesimen yang mengalami korosi, karena jika deformasi yang tinggi akan membentuk *slip line* sehingga ion klorida akan terlebih dahulu menyerang daerah tersebut. Hal ini disebabkan karena pada *slip line* energi ikatan antar atom yang ada sangatlah tinggi sehingga energi *barrier* yang dibutuhkan untuk berikatan lebih rendah. Dilakukan pengamatan melalui metode SEM dan EDS untuk mengetahui bentuk serangan dan kandungan unsur korosi pada celah spesimen uji. Hasil pengujian SEM dan EDS didapati pada **Gambar 9**. Dari hasil EDS didapatkan kandungan klorida sebesar 0.14% yang menandakan terjadinya reaksi korosi oleh Cl pada permukaan hasil korosi celah.

#### KESIMPULAN

- Perhitungan nilai CCT menurut ASTM G48 yaitu 5.6°C cukup akurat untuk memprediksi CCT pada material UNS N08825. Terbukti uji korosi di 0°C tidak terjadi korosi pada kondisi 0% regangan; pada uji di 15°C dan bahkan di 27°C spesimen sudah mengalami korosi.
- Efek regangan plastis pada spesimen sangat sensitif terhadap penurunan CCT material UNS N08825. Terbukti pada uji 0°C, ketika spesimen diberi regangan 15% atau bahkan 25% sudah mengalami korosi.
- Perubahan nilai *critical crevice temperature* (CCT) akibat peregangan dari 0%, 15%, dan 25% data H50 permukaan atas turun sebesar -3.1°C, H50 dari regangan 15% ke 25% permukaan bawah turun sebesar -1°C.
- Berdasarkan metode analisis ekstrapolasi grafik kedalaman maksimum dan dari data percobaan yang tidak sangat banyak maka dapat diperkirakan pengaruh regangan terhadap perubahan nilai CCT, melalui persamaan :

Permukaan atas :

$$\text{CCT (}^\circ\text{C)} = -238.51 * (\% \text{Regangan})^2 + 51.843 * (\% \text{Regangan}) + 0.56$$

Permukaan bawah :

$$\text{CCT (}^\circ\text{C)} = 126.48 * (\% \text{Regangan})^2 - 63.592 * (\% \text{Regangan}) + 1.453$$

Dari penganatan metalografi dan SEM ternyata bentuk serangan korosi yang terjadi adalah menyerang butir.

## **REFERENSI**

- [1] ASM International, *ASM Speciality Handbook : Nickel, Cobalt and Their Alloys*, J. R. Davis, Ed. United States of America: ASM International, 2000.
- [2] Mars G Fontana, *Corrosion Engineering*, Third Edition ed., Sanjeev Rao, Ed. Ohio, United States of America: McGraw Hill, 1986.
- [3] ASTM International, "Standard Specification for Ni-Fe-Cr-Mo-Cu Alloy (UNS N08825 and UNS N08221)\* Plate, Sheet, and Strip," *ASTM B 424*, vol. 05, 2009.
- [4] ASTM International, "Standard Test Methods for Pitting and Crevice Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution," *ASTM G48*, vol. 03, 2003.

## **Modifikasi Alat Ekstrak Metode Soxhletasi untuk Produksi Industry Skala Menengah**

**Tubagus Noor Rohmanudin, Sulistijono, Agung Purniawan, Bayu Zen Ahmad**

Jurusan teknik material dan metalurgi,FTI, ITS, Indonesia

Jurusan teknik material dan metalurgi,FTI, ITS, Indonesia

Jurusan teknik material dan metalurgi,FTI, ITS, Indonesia

Jurusan teknik material dan metalurgi,FTI, ITS, Indonesia

### **Abstrak**

Ekstraksi adalah pemisahan suatu zat atau beberapa dari suatu padatan atau cairan dengan bantuan pelarut, pemisahan terjadi atas dasar kemampuan larutan yang berbeda-beda dari komponen campuran tersebut. Terdapat berbagai macam proses dalam melakukan ekstraksi salah satunya yaitu soxhletasi. Soxhletasi adalah salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengisolasi minyak lemak .Soxhletasi merupakan ekstraksi padat-cair berkesinambungan, disebut ekstraksi padat-cair karena substansi yang diekstrak terdapat di dalam campuran yang berbentuk padat, sedangkan disebut berkesinambungan karena pelarut yang sama dipakai berulang-ulang sampai proses ekstraksi selesai. Namun metode ini juga memiliki beberapa kelemahan antara lain, tidak dapat digunakan pada bahan yang mempunyai tekstur yang keras, pengerjaannya rumit dan agak lama karena harus diuapkan di rotavapor untuk memperoleh ekstrak kental. Berdasarkan hal tersebut penulis mengembangkan alat metode soxhletasi agar alat tersebut dapat mempercepat proses ekstraksi dan juga dapat digunakan pada bahan yang memiliki tekstur yang keras sehingga alat tersebut dapat digunakan dalam skala industry.

**Kata Kunci:** Inhibitor Korosi, Metode Ekstrak dan Laju Korosi, soxhletasi

## PENDAHULUAN

### A. LATAR BELAKANG

Ekstraksi adalah pemisahan suatu zat atau beberapa dari suatu padatan atau cairan dengan bantuan pelarut, pemisahan terjadi atas dasar kemampuan larutan yang berbeda-beda dari komponen campuran tersebut ( Geancoplis, 1998 ). Tujuan ekstraksi yaitu untuk menarik semua komponen kimia yang terdapat dalam simplisia. Ekstraksi ini didasarkan pada perpindahan massa komponen zat padat ke dalam pelarut di mana perpindahan mulai terjadi pada lapisan antar muka, kemudian berdifusi masuk ke dalam pelarut.

Terdapat berbagai macam proses dalam melakukan ekstraksi salah satunya yaitu soxhletasi. Soxhletasi adalah salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengisolasi minyak lemak .Soxhletasi merupakan ekstraksi padat-cair berkesinambungan, disebut ekstraksi padat-cair karena substansi yang diekstrak terdapat di dalam campuran yang berbentuk padat, sedangkan disebut berkesinambungan karena pelarut yang sama dipakai berulang-ulang sampai proses ekstraksi selesai. Keuntungan dari metode ini antara lain menggunakan pelarut yang lebih sedikit karena pelarut tersebut akan dipakai untuk mengulang ekstraksi dan uap panas tidak melalui serbuk simplisia, tetapi melalui pipa samping. Namun metode ini juga memiliki beberapa kelemahan antara lain, tidak dapat digunakan pada bahan yang mempunyai tekstur yang keras, pengerjaannya rumit dan agak lama karena harus diuapkan di rotavapor untuk memperoleh ekstrak kental.

Berdasarkan hal tersebut penulis mengembangkan alat metode soxhletasi agar alat tersebut dapat mempercepat proses ekstraksi dan juga dapat digunakan pada bahan yang memiliki tekstur yang keras sehingga alat tersebut dapat digunakan dalam skala industry.

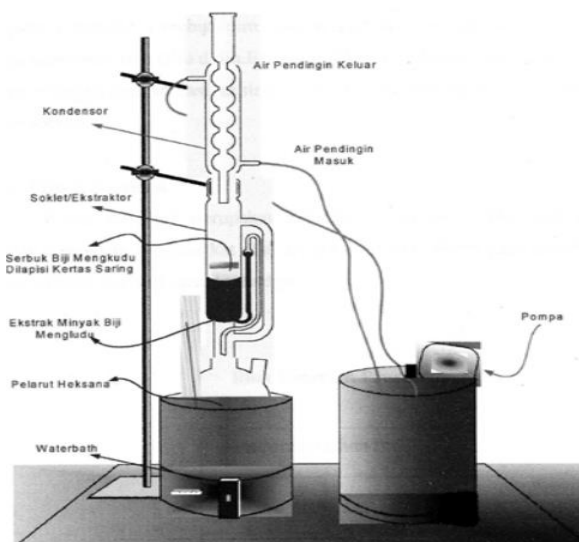
### B. TUJUAN PENELITIAN

Adapun tujuan dalam penelitian ini yaitu:

1. Untuk mengetahui bagaimana mekanisme kerja alat metode seklotasi yang telah penulis buat.
2. Untuk mengetahui apa kelebihan alat tersebut dibandingkan dengan alat metode soxhletasi yang sudah ada sebelumnya.

### C. KAJIAN PUSTAKA

#### 1. Soxhletasi



(H. M. Faizal Karimatul Huda. 2010 )

Prinsip *Soxhletasi* adalah penyaringan yang berulang-ulang sehingga hasil yang didapat sempurna dan pelarut yang digunakan relatif sedikit. Pelarut organik dapat menarik senyawa organik dalam bahan alam secara berulang-ulang. Kadji (2013) menyatakan, ekstraksi cara *Soxhlet* menghasilkan rendemen yang lebih besar jika

dibandingkan dengan maserasi. Hal ini disebabkan karena dengan adanya perlakuan panas yang dapat meningkatkan kemampuan pelarut untuk mengekstraksi senyawa-senyawa yang tidak larut didalam kondisi suhu kamar, serta terjadinya penarikan senyawa yang lebih maksimal oleh pelarut yang selalu bersirkulasi dalam proses kontak dengan simplisia sehingga memberikan peningkatan rendemen ( choirul anam, 2014, 107).

## **2. Beberapa bahan yang dapat digunakan untuk metode soxhletasi**

### **Ekstrak Sarang Semut (*Myrmecodia pendans*)**

Sarang semut (*Myrmecodia pendans*) merupakan jenis tanaman epifit yang tumbuh menempel pada pohon lain.



**Gambar 2.5** Sarang Semut *Myrmecodia pendans*  
(<http://sarangsemutpapua.webs.com>)

Tanaman ini banyak ditemukan terutama di daerah Pegunungan Tengah, seperti hutan belantara Kabupaten Jayawijaya, Tolikara, Puncak Jaya, Pegunungan Bintang, Jayapura, Biak dan Paniai. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Wang, dkk, 2007, ekstrak sarang semut mengandung senyawa fenolik yang dapat dianggap sebagai antioksidan yang bersifat kuat. Observasi aktifitas antioksidan ekstrak sarang semut mungkin dikarenakan adanya netralisasi karakter radikal bebas DPPH dan juga karena transfer elektron atau atom hidrogen untuk membentuk radikal intermediet yang stabil. Potensi inhibitor ekstrak sarang semut kemudian dibandingkan dengan asam askorbat yang merupakan inhibitor yang umum.. ( yuslinur, 2015 )

### **Ekstrak Daun Sirih Merah (*Piper ornatum*)**

Sirih merupakan tanaman asli Indonesia yang tumbuh merambat atau bersandar pada batang pohon lain.



**Gambar 2.8** Daun Sirih Merah (*Piper ornatum*)  
(<http://kiathidupsehat.com/khasiat-manfaat-tanaman-sirih-merah-piper-crocatum/>)

Dalam daun sirih merah terkandung senyawa fitokimia yakni alkaloid, saponin, tanin dan flavonoid (Safithri & Fahma 2008). Dari buku "A review of natural product and plants as potensial antidiabetic" dilaporkan bahwa senyawa alko-koloid dan flavonoid memiliki aktivitas hipoglikemik atau penurun kadar glukosa darah. Kandungan kimia lainnya yang terdapat di daun sirih merah adalah minyak atsiri, hidroksikavicol, kavicol, kavibetol, allylprokatekol, karvakrol, eugenol, p-cymene, cineole, caryofelen, kadimen estragol, ter-penena, dan fenil propada. ( yuslnur, 2015 )

## **D. METODE**

Metode dalam penelitian ini adalah metode eksperimen. Dimana bahan uji organik yang digunakan adalah sirih merah dan pelarut yang digunakan adalah etanol 70 %



#### **E. HASIL**

Serbuk kering yang akan diekstraksi berada di dalam kantong sampel yang diletakkan pada alat ekstraksi (tabung soklet). Tabung soklet yang berisi kantong sampel diletakkan diantara labu destilasi dan pendingin, disebelah bawah dipasang pemanas. Setelah pelarut ditambahkan melalui bagian atas alat soklet dan pemanas dihidupkan, pelarut dalam labu dididh menguap dan mencapai pendingin, berkondensasi dan menetes ke atas kantong sampel sampai mencapai tinggi tertentu/maksimal (sama tinggi dengan pipa kapiler), pelarut beserta zat yang tersari didalamnya akan turun ke labu dididh melalui pipa kapiler. Pelarut beserta zat yang tersari pada labu dididh akan menguap lagi dan peristiwa ini akan terjadi berulang-ulang sampai seluruh zat yang ada dalam sampel tersari sempurna (ditandai dengan pelarut yang turun melewati pipa kapiler tidak berwarna dan dapat diperiksa dengan pereaksi yang cocok).

#### **F. KESIMPULAN**

1. Alat pengembangan untuk metode soxhletasi yang telah penulis buat dapat digunakan sebagai alat untuk melakukan proses ekstraksi.
2. Alat pengembangan metode soxhletasi yang telah penulis buat lebih efektif dan efisien digunakan karena dapat digunakan dalam skala yang lebih besar
3. Metode soxhletasi dapat dijadikan sebagai metode yang tepat untuk melakukan proses ekstraksi.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Kanifah, Umi, Musthofa Lutfi, Bambang Susilo. 2015. "Karakterisasi Ekstrak Daun Sirih Merah (*Piper Crocatum*) dengan Metode Ekstraksi *Non-Thermal* Berbantuan Ultrasonik (Kajian Perbandingan Jenis Pelarut Dan Lama Ekstraksi)". Jurnal Bioproses Komoditas Tropis
- [2] Anam, Choirul, Tri Winarni Agustini, Romadhon. 2014. "Pengaruh Pelarut yang Berbeda pada Ekstraksi *Spirulina Platensis* Serbuk sebagai Antioksidan dengan Metode *Soxhletasi*". Jurnal Pengolahan dan Bioteknologi Hasil Perikanan
- [3] Candrasari, Anika, M. Amin Romas, Masna Hasbi, Ovi Rizky Astuti. "Uji Daya Ntimikroba Ekstrak Etanol Daun Sirih Merah (*Piper Crocatum* Ruiz & Pav.) terhadap Pertumbuhan *Staphylococcus Aureus* Atcc 6538, *Eschericia Coli* Atcc 11229 dan *Candida Albicans* Atcc 10231 Secara In Vitro"
- [4] Faizal, H.m., dkk. 2010. "Pengaruh Rasio (Ethanol/Mengkudu) dan Jumlah Siklus Ekstraksi Terhadap Yield Minyak Biji Mengkudu". Jurnal Teknik Kimia. 3. 17

- [5] Yuslinur. 2015. Studi Analisis Campuran Eco-Friendly Inhibitor Ekstrak Sarang Semut (*Myrmecodia Pendans*) dan Sirih Merah (*Piper Ornatum*) Terhadap Laju Korosi pada Baja API 5L Grade B di Lingkungan NaCl 3.5%. Surabaya. ITS Surabaya.

## Pengaruh Variasi Temperatur PWHT terhadap Fenomena *Dark Band* antara Baja Paduan Rendah Cr-Mo dengan Filler Metal ER-308R

Rochim Suratman<sup>1</sup>, Abdurrahman Alghani<sup>2,a</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, ITB, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup>Jurusan Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, ITB, Jakarta, Indonesia

[abdurrahman.ghani@gmail.com](mailto:abdurrahman.ghani@gmail.com)

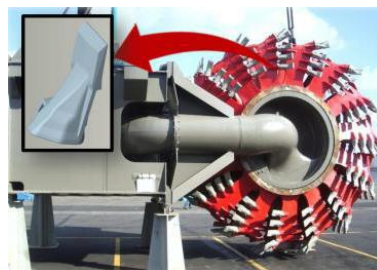
### Abstrak

Gigi keruk merupakan sebuah komponen yang terdapat pada Bucket Wheel yang berfungsi untuk mengeruk pasir di laut. Sering kali gigi keruk terekspos di lingkungan abrasif. Oleh karena itu dibutuhkan suatu cara untuk mempertebal lapisan logam akibat abrasi yaitu dengan pengelasan. Pada penelitian ini dilakukan kajian terhadap pengaruh variasi temperatur Post Weld Heat Treatment (PWHT). Temperatur PWHT yang digunakan adalah temperatur tempering yaitu 450 °C, 550 °C, 650 °C selama 45 menit. Spesimen yang digunakan adalah baja paduan rendah dengan kandungan karbon 0.3 wt%. Proses pengelasan dilakukan dengan metode Gas Tungsten Arc Welding (GTAW) dengan ER-308 digunakan sebagai logam pengisi dan argon sebagai gas pelindung. Desain sambungan yang digunakan adalah single V-butt joint dengan arus 120 Ampere dan tegangan 20 Volt. Hasil percobaan dilakukan karakterisasi struktur makro dengan menggunakan kamera dan mikroskop optik stereo, karakterisasi struktur mikro dengan mikroskop optik, dan ujikeras mikrovickers. Hasil struktur mikro menunjukkan terbentuknya martensit pada spesimen tanpa PWHT dan martensit cenderung menghilang dan terbentuk struktur tempered martensite setelah diberi tempering. Hasil uji kekerasan menunjukkan kekerasan tertinggi terdapat pada pengelasan tanpa PWHT dan yang terendah terdapat pada PWHT 650 °C. Dari hasil juga terlihat fenomena dark band akibat pemanasan ulang yang dilakukan pada temperatur 550 °C dan 650 °C.

**Kata kunci:** GTAW, PWHT, strukturmikro, nilai kekerasan, dark band.

### PENDAHULUAN

Semakin lama proses manufaktur terus dikembangkan untuk memperoleh sifat mekanik yang lebih baik. Salah satu proses manufaktur yang sering digunakan adalah proses pengelasan (*welding*). Secara umum pengelasan dapat diartikan sebagai suatu ikatan metalurgi pada sambungan logam yang dilaksanakan pada saat logam lasan dalam keadaan cair <sup>[1]</sup>. Selain untuk pembuatan, proses pengelasan juga digunakan untuk reparasi misalnya untuk membuat lapisan keras pada perkakas, mempertebal bagian-bagian yang sudah aus dan macam-macam reparasi lainnya. Prosedur pengelasan kelihatannya sangat sederhana, tetapi sebenarnya di dalam proses melakukannya banyak masalah-masalah yang harus diatasi.



**Gambar 1.** Gigi keruk pada bucket wheel

Salah satu komponen yang dapat dilakukan pengelasan adalah gigi keruk yang merupakan komponen dari *bucket wheel* yang umumnya digunakan pada industri pertambangan. *Bucket wheel dredger* merupakan roda besar yang memiliki beberapa komponen utama salah satunya gigi keruk (*dredge cutter*



*teeth*) yang berfungsi mengeruk dan memotong material dan *bucket* untuk menampung material galian. Salah satu penggunaan gigi keruk di Indonesia dapat ditemui di PT Timah, Provinsi Bangka Belitung yang digunakan untuk menambang pasir timah. Material yang umumnya digunakan untuk gigi keruk adalah baja paduan rendah dengan kandungan karbon 0,3%-0,4%<sup>[3]</sup>. Pada penggunaannya gigi keruk tersebut rentan terhadap keausan dikarenakan sering mengalami benturan. Metode pengelasan dapat mengatasi lapisan yang sudah mengalami keausan tersebut.

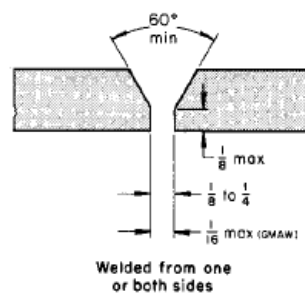
Tujuan penelitian yang dilakukan adalah dimana ingin meneliti pengaruh PWHT terhadap kualitas hasil pengelasan DMW. Serta dapat mengetahui distribusi kekerasan akibat adanya perbedaan perlakuan PWHT.

## METODE

Pada penelitian ini material yang digunakan merupakan baja karbon medium dengan komposisi tertentu. Baja paduan Cr-Mo as-quenched memiliki kekerasan yang relatif tinggi. Metode pengelasan yang digunakan pada penelitian ini adalah *Tungsten Inert Gas (TIG) / Gas Tungsten Arc Welding (GTAW)* dengan elektroda yang digunakan adalah wolfram. Logam pengisi (*filler metal*) yang digunakan adalah ER-308. Parameter yang digunakan adalah arus sebesar 120 A, tegangan sebesar 20 V. Penelitian ini juga dilakukan proses PWHT pada temperatur 450 °C, 550 °C, dan 650 °C dengan waktu penahanan selama 45 menit. Kemudian dilanjutkan dengan pengamatan struktur makro, struktur mikro, dan distribusi kekerasan.

**Tabel 1. Parameter pengelasan**

Arus pengelasan (A)	120
Tegangan Pengelasan (V)	20
Diameter <i>Filler Metal</i> (cm)	0.24
Kecepatan Pengelasan (cm/s)	0.055
Jumlah <i>Interpass Layer</i>	3
Gas Pelindung	Argon 99,99%
<i>Post Weld Heat Treatment</i>	450°C, 550°C, 650°C selama 45menit



**Gambar 2. Desain sambungan las**

## HASIL & PEMBAHASAN

### Hasil karakterisasi

Komposisi kimia material yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja paduan rendah Cr-Mo dengan kandungan karbon (C) 0,3 % dan baja tahan karat (ER-308). Spesifikasi logam induk diperoleh dari OES yang menghasilkan komposisi kimia seperti terlihat pada **tabel 2**. Dari hasil OES penulis tidak menemukan satupun standar baja yang sesuai dengan komposisi spesimen. Maka dari itu penulis melakukan pendekatan dengan melihat kadar karbonnya.

**Tabel 2.** Hasil Uji Komposisi vs AISI 4130

Spesimen	Komposisi								
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V
X	0.312	1.322	1.002	0.024	0.011	1.47	0.519	0.334	0.010
AISI 4130	0.28-0.33	0.15-0.30	0.4-0.6	Max 0.035	Max 0.04	0.8-1.1		0.15-0.25	

**Tabel 3.** Komposisi kimia baja tahan karat ER 308 <sup>[1]</sup>

Nama Unsur	Berat (%wt)
Besi (Fe)	Balance
Krom (Cr)	19.5 - 22
Nikel (Ni)	9 – 11
Mangan (Mn)	1.0 – 2.5
Silikon (Si)	0.30 – 0.65
Sulfur (S)	0.03 max
Phosphours (P)	0.03 max
Karbon (C)	0.08 max
Molibdenum (Mo)	0.75 max
Tembaga (Cu)	0.75 max

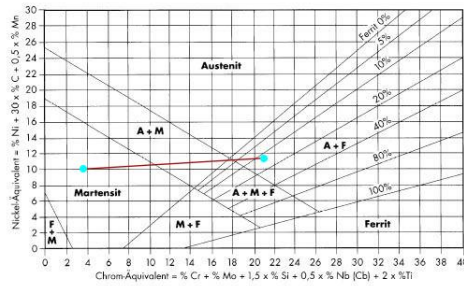
### Hasil uji struktur mikro

Stuktur mikro pada lasan diprediksi dengan menggunakan diagram Schaffler. Diagram Schaffler digunakan untuk menentukan struktur mikro hasil lasan pada baja yang memiliki unsur seperti Cr dan Ni yang umumnya banyak digunakan pada baja tahan karat, dengan menggunakan nilai Krom ekivalen dan Nikel eqivalen sebagai acuan. Untuk memprediksi struktur mikro yang terbentuk maka perlu diketahui nilai Krom ekivalen dan Nikel ekivalen dari kedua material.

$$C_{reqiv} = \%Cr + \%Mo + 1.5\%Si + 0.5\%Nb + 5\%V + 3\%Al \quad (1)$$

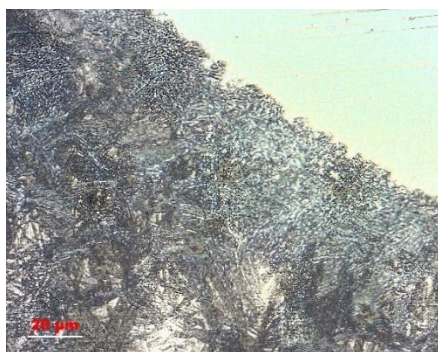
$$N_{ieqiv} = \%Ni + 0.5 \times \%Mn + 30 \times \%C \quad (2)$$

Berdasarkan nilai komposisi unsur hasil OES, dari kedua persamaan diatas didapat nilai Krom ekivalen logam induk dan logam pengisi sebesar 3.72 dan 21, sedangkan nilai Nikel ekivalen logam induk dan logam pengisi sebesar 10.026 dan 11.7. Dari digram schaffler pada **gambar 3** dapat dilihat bahwa struktur mikro yang terbentuk kemungkinan mengandung fasa martensit dan austenit.

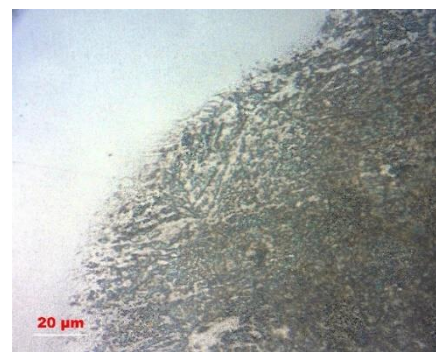


**Gambar 3. Diagram Schaffler**

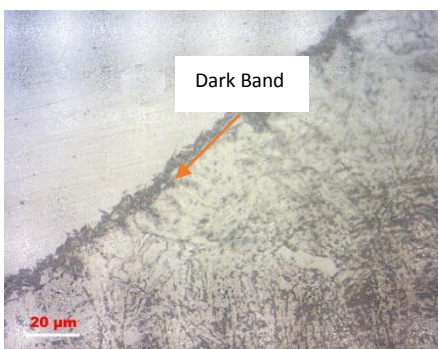
Pembahasan hasil mikro fokus pada sambungan antara LAS dengan ER308 dikarenakan daerah ini yang sering mengalami kegagalan. **Gambar 3** merupakan foto struktur mikro pada bagian batas antara *weld metal* dengan HAZ baja karbon.



**(A1)**



**(B1)**



**(C1)**



**(D1)**

**Gambar 4. Struktur mikro daerah batas fusi**

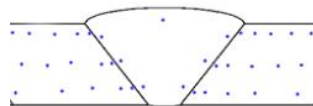
Hasil pengamatan struktur mikro pada bagian HAZ pada keempat spesimen menunjukkan bentuk yang berbeda-beda. Pada **Gambar 4 A1 as-welded** menunjukkan bahwa struktur mikro HAZ yang terbentuk kemungkinan adalah martensit dan austenit sisa. Struktur martensit dapat muncul dikarenakan bahwa siklus termal pada pengelasan dapat mengalami pemanasan yang cepat (ratusan °C/detik), dan diikuti dengan pendinginan yang cepat (antara 10 °C/detik – 100 °C/detik). Perubahan mikrostruktur pada HAZ tergantung pada laju pemanasan dan laju pendinginan, dimana perubahannya dapat pula tergantung heat input dan tebal dari spesimen yang akan di las perlu dipertimbangkan.

Pada daerah batas antara weld metal dengan HAZ (*fusion line*) didapat bahwa terdapat daerah yang berwarna gelap, populer disebut *Lord Hard Zone (LHZ)* atau *dark band* <sup>[3]</sup>. *Dark band* merupakan daerah dimana terjadinya difusi (migrasi) karbon dari HAZ ke arah *weld zone*. Pada **gambar 4 C1 dan D1** terlihat dengan jelas terdapat daerah yang berwarna gelap tersebut. Filler metal ER-308 memiliki kandungan krom yang tinggi dan pada logam induk kandungan kromium lebih sedikit. Oleh sebab itu kecenderungan karbon bermigrasi dari HAZ ke *weld metal* pada saat PWHT akan sangat besar.

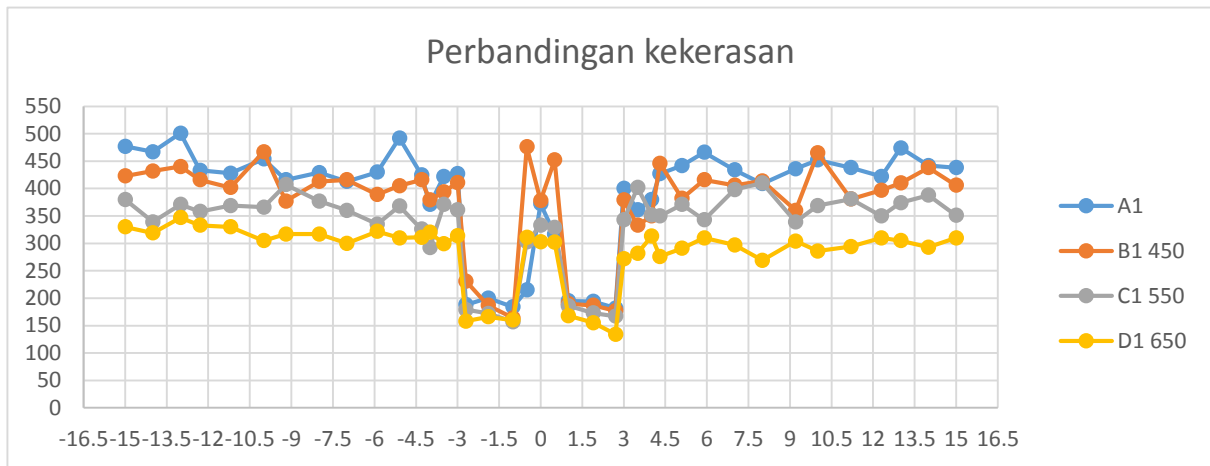
Transisi pada komposisi baja AISI 4130 dan *dilluted ER-308 filler metal*, kemungkinan akan terbentuk martensit yang sempit disepanjang batas fusi <sup>[3,4]</sup>. Difusi karbon mulai terjadi pada temperatur sekitar 400 °C – 500 °C dan semakin tinggi temperaturnya akan mempercepat difusi pada batas fusi. Hal ini dibuktikan pada **gambar 4** bahwa hanya spesimen C1 dan D1 yang tampak adanya fenomena *dark band* dikarenakan temperatur ekspos sebesar 550 °C dan 650 °C. Fenomena ini disebabkan pula karena ER-308 memiliki unsur utama yaitu krom yang mana bisa menghambat laju difusi karbon dari HAZ ke arah *weld zone*. Kemungkinan pula dapat terbentuknya karbida krom ataupun karbida kompleks karena pembedakan karbida krom terjadi pada temperatur 500 °C – 850 °C <sup>[5]</sup>. Namun perlu melakukan pengujian lebih lanjut untuk mengetahui unsur yang terdapat pada daerah *dark band*.

### Hasil uji distribusi kekerasan

Pengujian kekerasan pada spesimen dilakukan dengan metode mikro *vickers*. Titik sampel kekerasan di tempatkan pada sepanjang penampang spesimen yang lebih jelasnya dapat dilihat pada **gambar 5** dan disajikan pada grafik pada **gambar 6**.



**Gambar 5. Titik pengambilan data kekerasan**



Gambar 6 Grafik perbandingan kekerasan

Distribusi kekerasan tertinggi secara umum ada pada spesimen A1 diikuti oleh spesimen B1, C1 dan D1. Pada **gambar 6** dapat dilihat distribusi kekerasan pengelasan dari keempat spesimen. Pada spesimen A1 as-weld terlihat bahwa kekerasan yang dihasilkan sangat tinggi dengan nilai tertinggi bernilai 501 HV pada daerah *base metal*. Hal tersebut kemungkinan dikarenakan terbentuk senyawa getas dan martensit yang terbentuk pada hasil pengelasan tersebut dan juga dikarenakan A1 tidak diberikan PWHT sehingga kekerasan yang tinggi terdapat pada spesimen ini. Dan telah dibuktikan pula pada gambar struktur mikro dimana struktur martensit terlihat pada *base metal* tersebut.

Tempering akan menurunkan kekerasan spesimen. Oleh karena itu, semakin tinggi tempering kekerasan spesimen akan menurun. Hal ini sesuai dengan hasil eksperimen pada spesimen yang ditemper. Kekerasan tertinggi hasil pemanasan adalah B1 yang di temper pada temperatur 450 °C, diikuti oleh C1 (550 °C), dan D1 (650 °C) karena dengan PWHT tersebut terjadi pelarutan kembali karbon sehingga kekerasannya menurun. Hasil distribusi yang didapatkan cukup bervariasi.

Kekerasan yang bervariasi dapat disebabkan oleh beberapa hal. Variasi kekerasan ini disebabkan karena pada batas-batas butirnya terbentuk karbida yang mempunyai sifat keras dan getas. A1 memiliki kekerasan yang tertinggi dengan kekerasan yang tertinggi 501 HV dikarenakan mengalami pembentukan karbida akibat dari siklus termal berupa pemanasan sampai mendekati titik cair kemudian diikuti pendinginan. Sedangkan pada B1, C1, dan D1 spesimen yang mengalami proses tempering, kekerasan yang bervariasi dapat dikarenakan oleh beberapa hal. Pada tempering dengan temperatur 350 °C – 575 °C dapat menyebabkan *embrittlement* (pengerasan) yang dapat menyebabkan pembentukan karbida. Kekerasan yang bervariasi juga dapat pula disebabkan karena terbentuknya *alloy carbides* pada temperatur diatas 500 °C [6]. Pembentukan *alloy carbides* dikarenakan baja memiliki kandungan unsur seperti Cr-, Mo-, V- dan W akan menyebabkan komposisi dari karbida berubah dengan signifikan terhadap waktu.

## KESIMPULAN

Pengaruh variasi PWHT pada pengelasan GTAW baja karbon rendah dengan *filler metal* ER-308 didapat bahwa munculnya *dark band* pada batas fusi akibat munculnya krom karbida dikarenakan perbedaan komposisi kedua logam tersebut. Semakin tinggi temperatur PWHT pada spesimen akan

menurunkan kekerasannya. Kekerasan tertinggi dari yang terbesar sampai terkecil A1>B1>C1>D1. Munculnya *carbida alloy* dan *temper embrittlement* kemungkinan menyebabkan distribusi kekerasan yang bervariasi. Spesimen D1 memiliki kekerasan yang rendah dan cenderung homogen sehingga rancangan pemanasan PWHT D1 memberikan hasil yang paling baik untuk mempertebal logam.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] **Weldwire Company, Inc.** ER-308 Datasheet AWS A5.9.
- [2] **Michael F. Dodge.** 2014. The Effect of Heat Treatment on The Emrittlement of Dissimilar Welded Joint. University of Leicester.
- [3] **Lippold, John C,** 2005, “*Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*“, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey.
- [4] **AWS,** 1997, WHB-4, “*Dissimilar Metals*”
- [5] **Suratman, Rochim dan Hery Sonawan,** *Pengantar untuk Memahami Proses Pengelasan Logam,* Penerbit Alfabeta, Bandung, 2004.
- [6] **Porter & Easterling.** 2009. Phase Transformations in Metals and Alloys 3<sup>rd</sup> edition.

# PENGARUH VARIASI TEMPERATUR AUSTENISASI DAN TEMPERATUR TEMPERING TERHADAP KEKERASAN DAN STRUKTUR MIKRO BAJA PADUAN RENDAH

Rochim Suratman<sup>1, a</sup> dan Athiya Fathinati Anindya<sup>2, b</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup> Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[<sup>a</sup>rochim@material.itb.ac.id](mailto:rochim@material.itb.ac.id)

[<sup>b</sup>athiyainindya@gmail.com](mailto:athiyainindya@gmail.com)

## Abstrak

Gigi keruk merupakan komponen bucket wheel yang menjadi pusat perhatian di PT TIMAH, perusahaan tambang terbesar di Indonesia. Gigi keruk terekspos pada kondisi lapangan yang bersifat abrasif, sehingga dibutuhkan kekerasan yang tinggi. Untuk mencapai tujuan tersebut, perlakuan yang dapat diterapkan pada gigi keruk adalah perlakuan panas quench and temper. Percobaan yang dilakukan pada penelitian ini adalah memanaskan spesimen pada tiga temperatur austenisasi yang berbeda-beda, lalu dicelupkan ke dalam medium pendingin (quenching), kemudian tempering pada dua temperatur yang berbeda. Temperatur austenisasi tersebut adalah 850<sup>o</sup>C, 950<sup>o</sup>C, dan 1050<sup>o</sup>C, sementara temperatur temperingnya yaitu 200<sup>o</sup>C dan 400<sup>o</sup>C. Spesimen yang digunakan adalah gigi keruk PT TIMAH, yaitu baja paduan rendah dengan kandungan karbon 0.3 wt%. Hasil percobaan diuji keras dan dianalisis struktur mikronya. Hasil uji keras menunjukkan spesimen yang diaustenisasi pada temperatur 1050<sup>o</sup>C memiliki kekerasan paling tinggi dan spesimen yang diaustenisasi pada 850<sup>o</sup>C memiliki kekerasan paling rendah. Semakin tinggi temperatur austenisasi akan semakin tinggi kekerasannya. Setelah ditemper hingga 400<sup>o</sup>C, spesimen 1050<sup>o</sup>C selalu memiliki kekerasan tertinggi dan 850<sup>o</sup>C terendah.

**Kata kunci:** gigi keruk, kekerasan, baja paduan rendah, heat treatment, martensit

## PENDAHULUAN

Salah satu penggunaan gigi keruk di Indonesia adalah pada *bucket wheel dredger* yang digunakan oleh PT. TIMAH. Gigi keruk PT TIMAH yang ada saat ini masih bisa ditingkatkan lagi kekerasannya untuk mencapai umur pakai yang lebih lama. Dengan menimbang peralatan dan sumber daya yang tersedia, perlakuan panas yang paling optimum untuk meningkatkan kekerasan adalah *quench and temper*. Parameter yang digunakan adalah temperatur austenisasi dan temperatur *tempering*. Variasi kedua temperatur tersebut dapat menghasilkan kekerasan yang berbeda-beda, sehingga melalui penelitian ini dapat diketahui kombinasi perlakuan yang menghasilkan kekerasan optimal.

Baja paduan rendah mengandung kurang dari 5 wt% unsur paduan selain karbon. Pada proses perlakuan panas baja paduan rendah, perubahan fasa terpenting terjadi pada transformasi austenit. Transformasi martensitik terjadi jika laju pendinginan cukup cepat sehingga karbon tidak sempat berdifusi. Berdasarkan Creusot-Loire, model matematika untuk memprediksi kekerasan martensit adalah:

$$HV_M = 127 + 949C + 27Si + 11Mn + 8Ni + 16Cr + 21\log V \quad (1)$$

dengan V adalah laju pendinginan dalam <sup>o</sup>C/h.

Metode perlakuan panas untuk menghasilkan baja martensitik secara sederhana adalah memanaskan baja hingga temperatur austenisasinya dan mendinginkan dengan cepat ke temperatur ruang. Selama pendinginan cepat, laju pendinginan spesimen tidak seragam. Karena itu, austenit akan bertransformasi dalam rentang temperatur, memungkinkan variasi struktur mikro dan sifat dalam satu spesimen.

Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan perlakuan panas yang menghasilkan kekerasan optimum dan menganalisa pengaruh temperatur austenisasi dan temperatur *tempering* terhadap kekerasan baja paduan rendah.

## METODE

Spesimen yang digunakan berasal dari PT. TIMAH dan dibentuk menjadi spesimen uji impak sesuai ASTM E23 sebagai bagian dari penelitian yang telah dilakukan oleh LAPI ITB <sup>[1]</sup>. Spesimen ini tidak mengikuti standar apapun dan tidak diketahui perlakuan sebelumnya. Perlakuan panas yang diberikan pada spesimen adalah *quench and temper*. Berikut adalah tabel perlakuan panas yang diterapkan terhadap sembilan spesimen:

**Tabel 1. Parameter Perlakuan Panas Spesimen**

Spesimen	Taustenisasi (C)	Holding time (min)	Media pendingin	Laju pendinginan (C/s)	Ttempering (C)	Holding time (min)
A1	850	30	Air	70,3	-	-
A2	850	30	Air	70,3	200	60
A3	850	30	Air	70,3	400	60
B1	950	30	Air	77,3	-	-
B2	950	30	Air	77,3	200	60
B3	950	30	Air	77,3	400	60
C1	1050	30	Air	79,67	-	-
C2	1050	30	Air	79,67	200	60
C3	1050	30	Air	79,67	400	60

Saat *quenching*, *cooling rate* aktual diukur menggunakan *thermocouple* dan *stopwatch*. Pengujian dan karakterisasi yang dilakukan ada dua macam, yaitu pengamatan struktur mikro dengan metode metalografi dan uji keras. Spesimen *digrinding* pada kertas ampelas dengan grade 60, 100, 220, 400, 600, 1000 dan 2000. *Polishing* dengan menggunakan kain beludru dan pasta gigi Zact. Kemudian spesimen dietsa dengan larutan nital yaitu campuran 4% HNO<sub>3</sub> dan 96% alkohol. Proses pencelupan spesimen di dalam larutan etsa dihentikan setelah ± 12 detik. Pengamatan dilakukan pada mikroskop optik. Selanjutnya dilakukan uji keras *Microvickers* dengan beban 1000 g.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

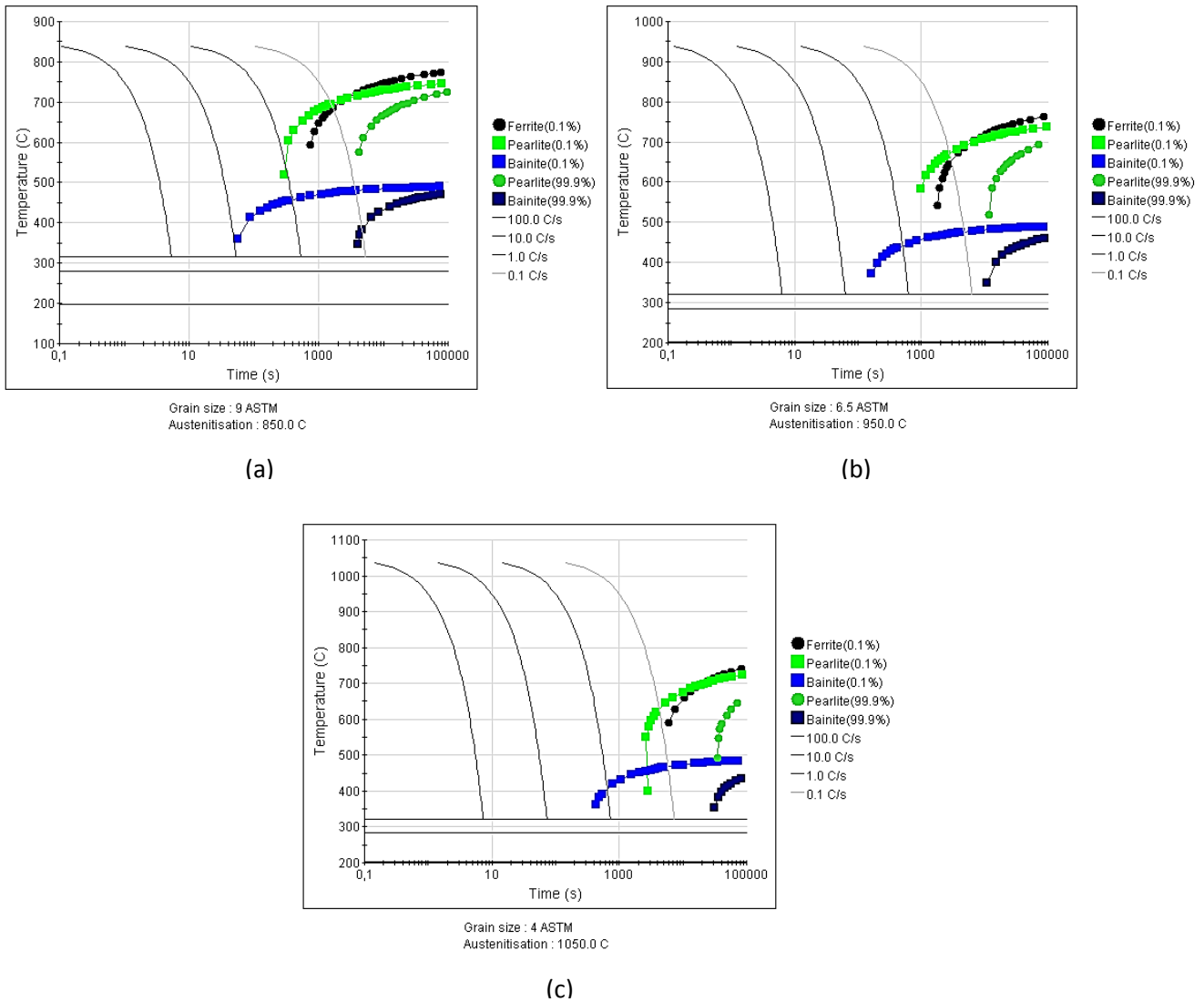
**Tabel 2. Komposisi Spesimen**

Komposisi kimia (%wt)								
C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Mo	V
0,31	1,32	0,01	0,02	0,99	0,51	1,47	0,33	0,01

Untuk memprediksi fasa yang dihasilkan setelah spesimen *diquench*, dibutuhkan diagram CCT. Diagram CCT dapat diprediksi dengan menggunakan *software* JMatPro. Variabel-variabel yang dimasukkan ke JMatPro adalah komposisi spesimen, *ASTM grain size*, dan temperatur austenisasi. *ASTM grain size* diprediksi menggunakan JMatPro, dengan memasukkan data temperatur pemanasan dan lama pemanasan.

Karena ada tiga temperatur austenisasi, maka diagram CCT yang dibutuhkan ada tiga. Berikut adalah hasil prediksi diagram CCT dengan *software* JMatPro:





**Gambar 1. Prediksi diagram CCT spesimen dengan temperatur austenitiasi (a) 850°C, (b) 950°C, dan (c) 1050°C menggunakan JMatPro**

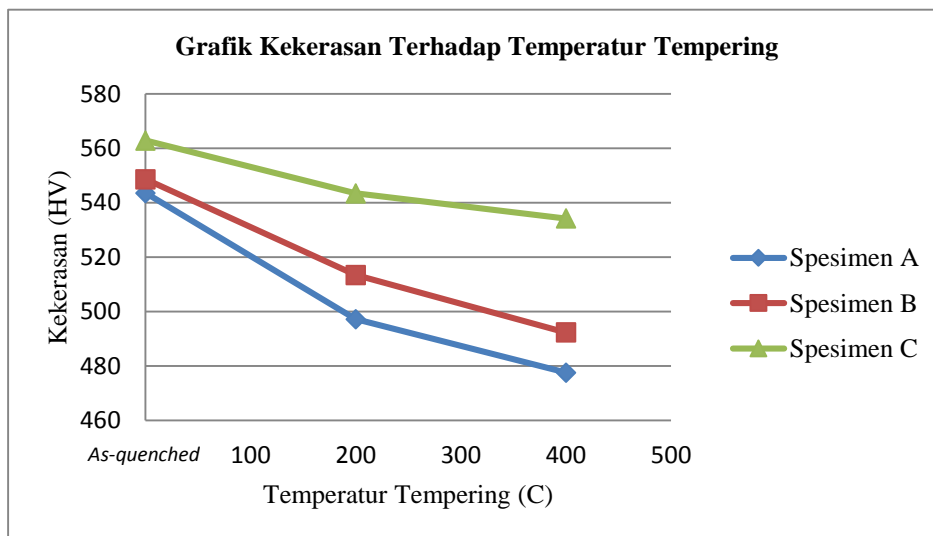
Temperatur *Martensite Start* hasil JMatPro untuk temperatur austenitiasi 850°C adalah 316,7°C dan *Martensite* (90%) adalah 198,2°C, sedangkan *Martensite Start* dan *Martensite* (90%) untuk temperatur austenitiasi 950°C dan 1050°C masing-masing adalah 320,5°C dan 202,3°C. Temperatur Ms dan M(90%) dipengaruhi oleh kadar karbon dan unsur paduan. Sedangkan pada hasil JMatPro, temperatur Ms dan M(90%) berbeda-beda untuk tiap temperatur austenitiasi. Untuk menentukan faktor yang mempengaruhi temperatur tersebut, penulis mencoba memprediksi diagram CCT untuk ketiga temperatur austenitiasi namun ukuran butirnya disamakan. Ternyata pada hasil prediksi diagram CCT yang menyamakan ukuran butir, temperatur Ms dan M(90%) sama untuk ketiga temperatur austenitiasi. Hal ini membuktikan bahwa temperatur Ms dan M(90%) dipengaruhi oleh ukuran butir. Ukuran butir yang lebih besar (*ASTM grain size* lebih kecil) menghasilkan temperatur Ms dan M(90%) yang lebih tinggi.

Untuk spesimen A (temperatur austenitiasi 850°C), laju pendinginan terukur adalah 70.3 C/s, sehingga kurva pendinginannya akan berada di antara kurva pendinginan 100 C/s dan 10 C/s pada Gambar 4.1 (a). Sama halnya dengan spesimen B dan C, kurva pendinginannya berada di antara kurva pendinginan 100 C/s dan 10 C/s. Maka dari itu, diprediksi fasa yang diperoleh untuk spesimen A1, B1, dan C1 adalah martensit.

Tabel 3 menunjukkan hasil uji keras *Microvickers* dari spesimen awal dan sembilan spesimen yang diberi perlakuan panas.

**Tabel 3. Hasil uji keras mikro *Microvickers***

Spesimen	Titik 1 (HV)	Titik 2 (HV)	Titik 3 (HV)	Titik 4 (HV)	Titik 5 (HV)	Titik 6 (HV)	Titik 7 (HV)	Titik 8 (HV)	Titik 9 (HV)	Rata-rata
Awal	528	499	499	512	478	489	512	533	523	508±13.97
A1	512	552	557	574	542	523	536	563	533	544±15.07
A2	512	451	512	478	481	487	511	538	505	497±19.42
A3	418	419	472	486	487	535	497	498	486	478±28.60
B1	520	569	542	546	536	544	573	553	555	549±12.37
B2	484	492	498	482	536	526	515	542	546	513±19.18
B3	439	489	502	510	512	482	482	495	520	492±18.29
C1	520	524	561	577	587	559	577	596	565	563±19.83
C2	467	508	510	549	577	589	561	563	567	543±30.27
C3	510	533	507	498	529	551	549	531	600	534±23.27



**Gambar 2. Grafik kekerasan rata-rata spesimen terhadap temperatur *tempering***

Kekerasan tiap spesimen sangat bervariasi, dapat dilihat contohnya pada spesimen C2 dengan kekerasan terendah adalah 498 dan kekerasan tertinggi adalah 600. Variasi ini disebabkan oleh (1) ketidakhomogenan spesimen dan (2) laju pendinginan yang tidak seragam di penampang spesimen. Ketidakhomogenan kadar karbon disebabkan atom karbon tersegregasi menuju dislokasi dan daerah berenergi tinggi lain selama *quenching* [16]. Pada spesimen yang *ditemper*, ketidakhomogenan terus meningkat karena pada temperatur  $\pm 100^{\circ}\text{C}$  atom karbon tersegregasi menghasilkan daerah yang kaya karbon dan miskin karbon.

Spesimen *as-quenched* dengan kekerasan tertinggi ke terendah yaitu C1, B1, dan A1. Perbedaan ketiga spesimen ini adalah temperature austenisasinya. Temperatur austenisasi yang lebih tinggi menyebabkan perbedaan temperature antara spesimen dengan media *quenching* semakin besar, sehingga laju pendinginan makin tinggi. Laju pendinginan yang semakin tinggi memperbesar kemungkinan terbentuk fasa yang lebih keras. Karena itu, faktor yang berpengaruh signifikan terhadap kekerasan spesimen adalah laju pendinginan.

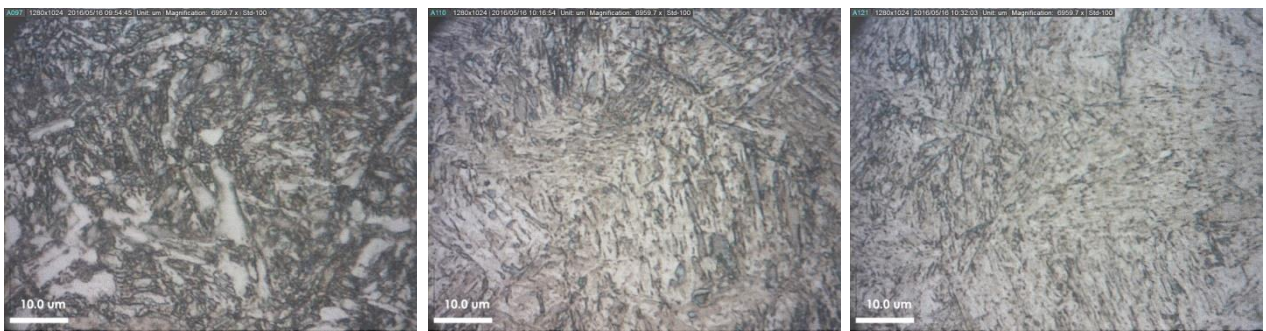
Untuk mengkonfirmasi hasil kekerasan percobaan, dibutuhkan perbandingan dengan literatur. Dalam penelitian ini literatur yang digunakan adalah persamaan Creusot-Loire yang memperhitungkan kadar karbon, unsur paduan, dan laju pendinginan. Menurut persamaan Creusot-Loire yang memprediksi kekerasan martensit *as-quenched*, maka:

**Tabel 4.** Prediksi kekerasan martensit spesimen

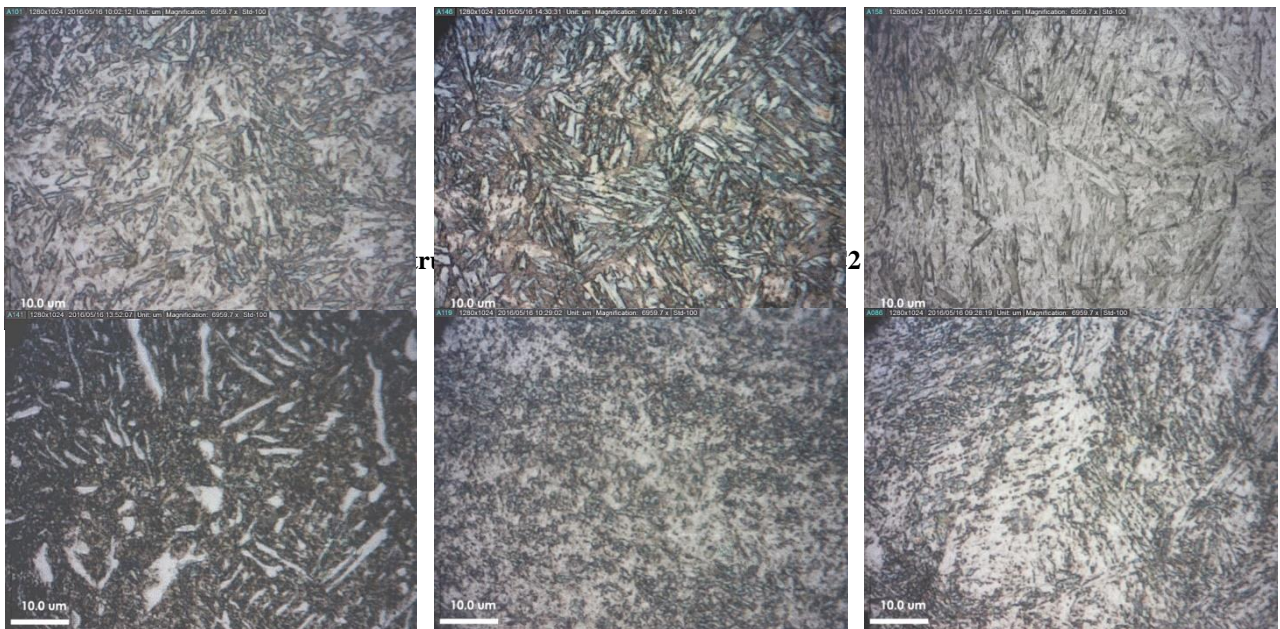
Spesimen	Laju Pendinginan (C/h)	Kekerasan (HV)
A1	4218	574.3785981
B1	4638	575.2443056
C1	4780.2	575.5197274

Kekerasan hasil percobaan lebih rendah daripada kekerasan hasil persamaan Creusot-Loire. Hal ini dapat terjadi karena persamaan Creusot-Loire tidak mencantumkan standar deviasi yang dapat berpengaruh terhadap nilai kekerasan, dan laju pendinginan yang terukur bukan laju pendinginan yang sebenarnya. Laju pendinginan diukur secara manual, karena itu banyak faktor yang mempengaruhi hasilnya.

*Tempering* menurunkan kekerasan spesimen. Karena itu, semakin tinggi temperatur *tempering*, kekerasan spesimen akan menurun. Hal ini sesuai dengan hasil percobaan. Selama *tempering* pada 200°C dan 400°C, spesimen C selalu memiliki kekerasan tertinggi dan A memiliki kekerasan terendah. Hal ini dapat dijelaskan dengan melihat struktur mikronya.



**Gambar 3.** Struktur mikro spesimen A1, B1, dan C1 (1000×)



**Gambar 5.** Struktur mikro spesimen A3, B3, dan C3 (1000×)

Struktur mikro spesimen A1 merupakan perlit, sedangkan pada B1 menunjukkan martensit yang didominasi oleh bainit dan C1 memperlihatkan martensit dan kemungkinan bainit. Untuk memastikan bahwa spesimen A1 merupakan perlit, dilakukan uji keras *Microvickers* HV0.5 sebanyak tiga kali pada daerah terang yang dicurigai sebagai ferit dan daerah gelap yang dicurigai sebagai sementit. Hasilnya menunjukkan bahwa daerah terang

memiliki kekerasan rata-rata 265 HV, sesuai dengan kekerasan ferit. Daerah gelap memiliki kekerasan rata-rata 701 HV, sesuai dengan kekerasan sementit yang lebih tinggi daripada martensit. Hasil uji keras ini mengkonfirmasi bahwa spesimen A1 terdiri dari ferit dan sementit. Jika melihat diagram CCT hasil JMatPro, seharusnya semua spesimen *as-quenched* adalah martensit. Namun, perlu diingat bahwa laju pendinginan percobaan hanya diukur secara manual menggunakan *thermocouple*. Terdapat jeda waktu antara tutup tungku dibuka sampai spesimen diambil, sehingga sangat memungkinkan laju pendinginan diawal menyentuh kurva perlit dan/atau bainit. Selain itu, ketika *quenching* spesimen menunjukkan uap walaupun telah diagitasi. Uap ini merupakan tanda terjadinya *vapor blanket*, yaitu uap yang menyelimuti benda kerja. *Vapor blanket* bertindak sebagai insulator, sehingga perpindahan panas terhambat. Martensit yang dihasilkan pada B1 dan C1 merupakan jenis *lath martensite*, karena kandungan karbonnya 0.3%. Struktur mikro ketiga spesimen menggambarkan kekerasannya. Kekerasan C1 paling tinggi karena terdiri dari martensit dan kekerasan A1 paling rendah karena terdiri dari perlit.

Spesimen A2, B2, dan C2 *ditemper* pada 200°C. Spesimen A2 memperlihatkan karbida yang terbentuk umumnya lamellar, dan sebagian kecil bahkan mulai membulat. Pada spesimen B2 martensit sudah tidak dapat dilihat lagi. Semua martensit telah terdekomposisi menjadi ferit dan sementit yang memiliki struktur Widmanstatten. Butir-butir lonjong berwarna biru muda atau abu merupakan sementit dan matriksnya yang putih adalah ferit. Struktur Widmanstatten dapat terjadi pada temperatur *tempering* tahap kedua<sup>[3]</sup>, dan biasanya terbentuk pada spesimen yang butirnya besar<sup>[2]</sup>. Penyebab tumbuhnya butir Widmanstatten pada *tempering* hingga kini masih belum jadi perhatian, sehingga tidak banyak literatur yang menjelaskan mengenai modus pertumbuhan tersebut. Pada C2, struktur mikro yang terlihat merupakan ferit dan sementit bainitik. Struktur bainitik ditunjukkan oleh butir-butir lonjong yang gelap.

Spesimen A3, B3, dan C3 *ditemper* pada 400°C. Pada perbesaran 1000×, bentuk fasanya tidak dapat dibedakan dengan jelas, namun secara umum daerah yang gelap merupakan sementit dan yang terang adalah ferit. Jika dilihat bentuk partikel sementitnya, spesimen C3 memiliki sementit yang sedikit dan tersebar, bahkan masih menyerupai bainit. Sementara pada spesimen A3 sementitnya semakin banyak dan sudah berkumpul.

## KESIMPULAN

Temperatur austenisasi yang meningkat menyebabkan kekerasan martensit *as-quenched* yang semakin tinggi; hal ini ditunjukkan dari spesimen yang diaustenisasi pada temperatur 1050°C memiliki kekerasan tertinggi dan spesimen yang diaustenisasi pada temperatur 850°C memiliki kekerasan terendah. Pada temperatur *tempering* 200 dan 400°C, spesimen yang diaustenisasi pada temperatur 1050°C memiliki kekerasan tertinggi dan spesimen yang diaustenisasi pada temperatur 850°C memiliki kekerasan terendah. Perlakuan panas yang menghasilkan kekerasan maksimum adalah austenisasi pada 1050°C dan *quenching* di air.

## REFERENSI

- [1] Laporan Keausan Gigi BWD dan Upaya Modifikasi untuk Meningkatkan Umur Efektifnya. LAPI ITB. (2013).
- [2] Thelning, Karl-Erik, Steel and its heat treatments, second ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, 1984.
- [3] Krauss, G, Principles of Heat Treatment of Steel, ASM, Metals Park, OH, 1980

**PENGARUH ARUS DAN ZAT KIMIA PADAT (LOGAM PENGISI) PADA  
PENGELASAN TIG TERHADAP KEKERASAN, JENIS CACAT, DAN STRUKTUR  
MIKRO PADUAN TEMBAGA BERILIUM C82000**

Abdul Aziz<sup>1</sup>, Aditya Trenggono<sup>2</sup>, Muhammad Fitrullah<sup>3</sup>, Yeni Muriani<sup>4</sup>, A.Ali Alhamidi<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Metalurgi, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa  
2,3,4,5. Jurusan Teknik Metalurgi, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa  
Jln. Jendral Sudirman km. 3, Cilegon-Banten, 41353  
Telp: (0254)-39550, Fax: 0254-395440  
E-mail: [mang\\_azis@yahoo.com](mailto:mang_azis@yahoo.com)

**Abstrak**

*Pada saat ini salah satu permasalahan dihadapi di industri manufaktur adalah terjadinya keausan pada komponen-komponen yang digunakan pada proses manufaktur tersebut. Komponen-komponen yang mengalami keausan yang diakibatkan oleh pembebanan dinamis, atau komponen-komponen yang tererosi akibat proses, seperti cetakan yang tererosi oleh proses pengecoran dapat diperbaiki dengan melakukan pengelasan pada bagian tersebut. Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan kualitas lasan yang baik dengan bervariasi arus dan logam pengisi yang digunakan. Variasi Arus yang digunakan adalah arus tinggi 260, 250, 240 A dan arus rendahnya 130, 125, dan 120 A. Sedangkan variasi logam pengisi yang digunakan adalah tembaga dan besi. Setelah dilakukan pengujian tidak merusak terdapat cacat low of fusion sehingga benda uji tidak tersambung seluruhnya pada benda uji yang dilas dengan arus 240 dan 250 A yang logam pengisinya besi dan 250 A yang logam pengisinya tembaga. Struktur mikro yang dihasilkan dari benda uji adalah fasa copper matrix dan beryllide. Setelah dilas terjadi perubahan bentuk fasa beryllide pada struktur mikro. Dan penurunan nilai kekerasan pada daerah yang terpengaruh panas. Perolehan hasil lasan yang paling optimum adalah yang dilas dengan 260 A dan besi sebagai logam pengisinya dengan nilai kekerasan pada lasannya 588,5 HVN.*

**Kata Kunci:** *low of fusion, copper matrix, beryllide*

## **PENDAHULUAN**

Pada saat ini salah satu permasalahan dihadapi di industri manufaktur adalah terjadinya keausan pada komponen-komponen yang digunakan pada proses manufaktur tersebut. Akibat dari keausan tersebut produk yang dihasilkan pun terdapat cacat-cacat, sehingga terdapat banyak produk yang gagal yang menyebabkan kerugian bagi industri. Komponen-komponen yang mengalami keausan yang diakibatkan oleh pembebanan dinamis, atau komponen-komponen yang tererosi akibat proses, seperti cetakan yang tererosi oleh proses pengecoran dapat diperbaiki dengan melakukan pengelasan pada bagian tersebut.

Saat ini teknik las telah dipergunakan secara luas dalam penyambungan batang-batang pada konstruksi baja dan mesin serta manufaktur. Luasnya pembangunan teknologi ini disebabkan karena bangunan, mesin dan pembangkit listrik yang dibuat dengan penyambungan ini menjadi lebih ringan dan proses pembuatannya juga lebih sederhana,

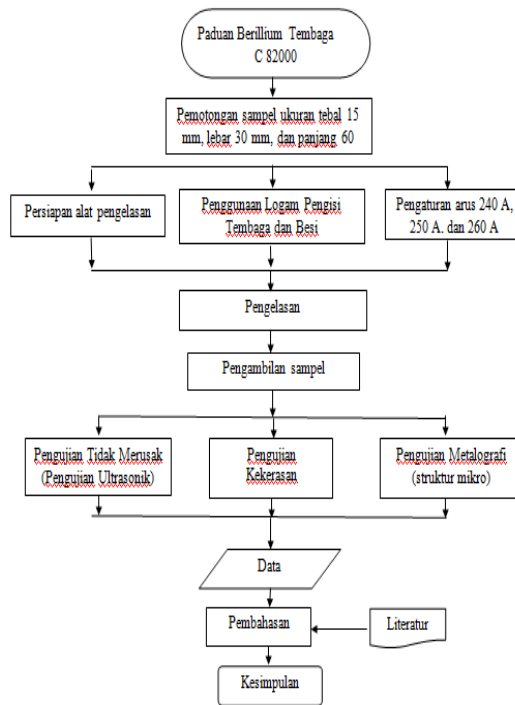
sehingga biaya keseluruhannya lebih murah. Selain untuk penyambungan pengelasan juga dapat digunakan untuk proses perbaikan. Dengan demikian diharapkan proses pengelasan untuk tujuan perbaikan ini bisa menjadi solusi untuk masalah keausan komponen pada industri.

Ketika suatu cetakan perlu diperbaiki. Pembuat cetakan dapat memilih beberapa metode pengelasan untuk memperbaiki cetakan. Sebenarnya semua metode pengelasan dapat digunakan untuk memperbaiki cetakan. Namun karena banyak hal yang harus dipertimbangkan sebelum proses panas diaplikasikan pada cetakan seperti deformasi panas yang harus minimal, material tambahan yang minimal, dan waktu tahan hasil perbaikan cetakan terhadap siklus pengecoran ke biaya minimal produksi dibanding pergantian cetakan. Maka metode pengelasan yang saat ini banyak digunakan adalah pengelasan TIG dan pengelasan laser.

Pengelasan TIG lebih ekonomis dibandingkan pengelasan laser. Namun banyak variabel yang harus diperhatikan agar didapat hasil lasan yang baik dan tidak terlalu merubah secara signifikan sifat mekanik dan fisik cetakan. Seperti penggunaan arus, pemilihan filler metal, penggunaan diameter elektroda, dan komposisi campuran gas pelindung. Serta hal yang pentinglainnya seperti kemampuan mengelas dan seni pengelasan mikro. Maka dari itu perlu dilakukan penelitian tentang pengaruh variabel pengelasan TIG terhadap sifat mekanik dan struktur mikro hasil lasan untuk aplikasi perbaikan cetakan.

## **METODOLOGI**

Penelitian ini dilakukan di moulding centre PT.X, selama Periode Juli-Agustus 2012 dengan mesin las TIG proton. Tahapan penelitian dimulai dengan pemotongan sample dengan ukuran 15 x 30 x 60 mm. Kemudian dilakukan pengelasan TIG pada sample tersebut. Pengelasan dilakukan dengan menggunakan logam pengisi tembaga dan besi. Serta memvariasikan arusnya menjadi 240 A, 250 A dan 260 A, dilakukan *pre heat* dan pengelasan titik, Menurunkan arus menjadi 120 A, 125 A, dan 130 A kemudian dilakukan pengelasan. Sample hasil pengelasan diuji dengan pengujian tidak merusak (*ultrasonic test*), pengujian kekerasan (vickers), dan pengujian metalografi.



**HASIL dan PEMBAHASAN**

Hasil perhitungan masukan panas diketahui dengan rumus sebagai berikut:

$$E = \frac{\eta \times V \times I \times 60}{C}$$

Dimana diketahui bahwa E adalah masukan panas (J/mm), V adalah tegangan dalam volt (V), I adalah kuat arus (A), C adalah kecepatan pengelasan (mm/menit) dan  $\eta$  adalah efisiensi dari Las TIG (0,7). Berdasarkan rumus tersebut dapat dihitung masukan panas yang digunakan dan disajikan pada tabel 1.

**Tabel 1.** Masukan panas yang digunakan

Sampel	Logam Pengisi		Arus Pulsa (A)	Arus Pulsa rata-rata	Tegangan (V)	Kecepatan rata-rata (mm/menit)	Masukan Panas (J/mm)
	Pulsa Renda	Pulsa Tinggi					
1	120	240	180	28	72	2940	
Tembaga							

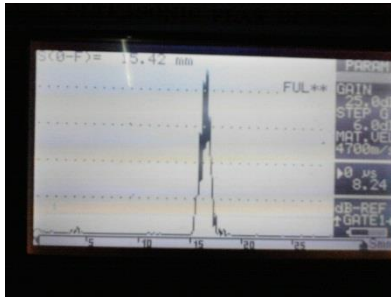
2	Tembaga	125	250	187,5	28	72	3062,5
3		130	260	195	28	72	3185
4	Bes	120	240	180	28	72	2940
5	Bes	125	250	187,5	28	72	3062,5
6	Bes	130	260	195	28	72	3185

### **Pengaruh Arus dan Logam Pengisi Pengelasan TIG Terhadap Jenis Cacat**

Berikut akan diamati bagaimana pengaruh dari arus dan logam pengisi pengelasan TIG terhadap jenis cacat yang terjadi pada paduan tembaga beryllium C82000. Dari Pengelasan dengan variasi arus dan logam pengisi yang telah dilakukan kemudian dilanjutkan dengan pengujian tidak merusak dengan menggunakan metode *ultrasonic test* diperoleh data kurva *display UT*. Dari data yang ada pada Tabel 3 tersebut didapatkan hubungan antara variabel proses dengan jenis cacat yang terjadi yang dapat dilihat pada pembahasan masing-masing benda uji di bawah ini.

#### **1. Sampel Tanpa Pengelasan**

Berdasarkan pengujian tidak merusak dengan metode *ultrasonic test* didapat kurva *display UT* seperti pada gambar 5 berikut ini.



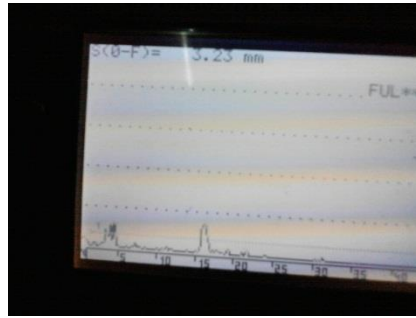
**Gambar 5. Kurva *display UT* sampel tanpa pengelasan**

Pada sampel pertama yang merupakan sample yang tidak dilakukan pengelasan. Pada pemeriksaan *ultrasonic test* tidak terlihat adanya cacat. Karena puncak kurva terlihat jelas dan tidak ada kurva lain sebelum kurva *back wall*.

#### **2. Sampel masukan panas 2940 J/mm (besi)**

Berdasarkan pengujian tidak merusak dengan metode *ultrasonic test* pada benda uji yang dilas dengan masukan panas 2940 J/mm dan logam pengisinya besi didapat kurva *display UT* seperti pada gambar 9 berikut ini.





**Gambar 9. Kurva *display* UT sampel masukan panas 2940 J/mm ( besi )**

Pada sampel dengan masukan panas 2940 J/mm dan logam pengisinya besi terdapat cacat terlihat dari kurva yang didapat melalui pengamatan pada display. Pada kurva yang dihasilkan dari pengamatan *display*, terlihat adanya cacat bidang yaitu tidak menyambung benda uji yang dilas karena peleburan yang kurang pada ketebalan 3.23 mm.

3. Sampel masukan panas 3062.5 J/mm  
( besi )

Berdasarkan pengujian tidak merusak dengan metode *ultrasonic test* pada benda uji yang dilas dengan masukan panas 3062.5 J/mm dan logam pengisinya besi didapat kurva *display* UT seperti pada gambar 10 berikut ini.



**Gambar 10. Kurva *display* UT sampel masukan panas 3062.5 J/mm ( besi )**

Pada sampel dengan masukan panas 3062.5 J/mm dan logam pengisinya besi terdapat cacat terlihat dari kurva yang didapat melalui pengamatan pada display. Pada kurva yang dihasilkan dari pengamatan *display*, terlihat adanya cacat bidang yaitu tidak menyambung benda uji yang dilas karena peleburan yang kurang pada ketebalan 7.77 mm.

Berdasarkan pembahasan masing-masing benda uji yang dilas maka dapat diketahui bahwa arus yang digunakan mempengaruhi masukan panas yang digunakan. Kekurangan masukan panas menyebabkan kurangnya peleburan benda uji pada daerah las sehingga pada masukan panas 2940 J/mm logam pengisi besi, 3062.5 J/mm logam pengisi besi, dan 3062.5 J/mm logam pengisi tembaga. Sedangkan penggunaan logam pengisi yang berbeda tidak berpengaruh secara signifikan.

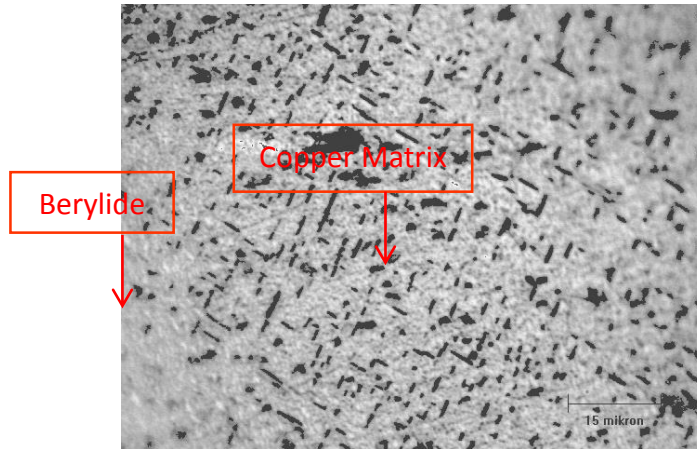
### **Pengaruh Arus dan Logam Pengisi Pengelasan TIG Terhadap Struktur Mikro**

Berikut akan diamati bagaimana pengaruh dari arus dan logam pengisi pengelasan TIG terhadap struktur mikro yang terjadi pada daerah *base metal*, *heat affected zone* dan *welding* paduan tembaga beryllium C82000. Dari Pengelasan dengan variasi arus dan logam pengisi yang telah dilakukan kemudian dilanjutkan dengan pengujian metalografi dengan menggunakan pembesaran 1000x diperoleh data gambar struktur mikro pada Tabel . Dari data yang ada pada Tabel 4 tersebut didapatkan hubungan antara variabel

proses dengan struktur mikro yang terjadi yang dapat dilihat pada pembahasan benda uji tanpa pengelasan dan benda uji yang dilas dengan variasi arus dan logam pengisi pada daerah *base metal*, *heat affected zone* dan *welding* di bawah ini.

1. Sample Tanpa Pengelasan

Bahan yang digunakan pada sample ini merupakan bahan yang digunakan untuk pembuatan cetakan low pressure die casting (LPDC). Menurut penandaan UNS bahan tersebut adalah paduan tembaga beryllium C8200 yang diberi perlakuan panas *solution annealed and aged*. paduan tembaga beryllium C8200 memiliki komposisi 0.8 % wt Be dan 2.7 % wt Co+Ni. Adapun gambar foto mikro, nilai kekerasan serta diameter butir yang diperoleh hasil pengamatan metalografi pada benda uji awal dapat dilihat pada Gambar 12 di bawah ini.



Base metal – no welding

Nilai kekerasan = 254.8 HVN

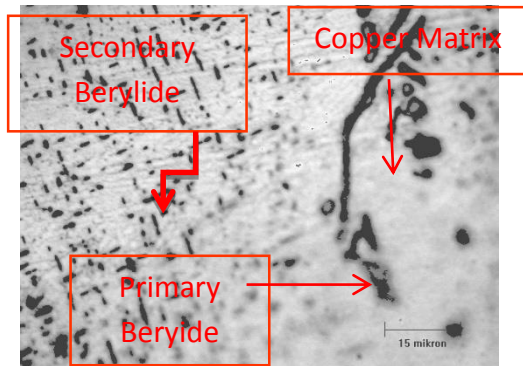
Diameter ukuran butir = 7.1  $\mu\text{m}$

**Gambar 12. Struktur mikro data benda uji awal paduan tembaga berillium C82000. Pembesaran 1000x. Etsa dichromate.**

Dari Gambar 12 diatas dapat kita lihat bahwa struktur mikro yang dimiliki oleh benda uji awal yaitu paduan tembaga berillium C82000 dengan kandungan berillium 0,8% wt Be dan 2.7 % wt Co+Ni memiliki struktur mikro *Copper matrix* (bagian yang terang) dengan sedikit *beryllide* (bagian yang gelap). Fasa ini dimiliki oleh benda uji ini dikarenakan paduan tembaga dengan kandungan berillium 0,8% berat Be dan 2.7 % wt Co+Ni berada dikategori paduan tembaga konduktivitas tinggi C82000 yang memiliki fasa *Copper matrix-beryllide*. Bentuk struktur mikro yang dendritik (jarum-jarum) dengan ukuran diameter butir sebesar  $\mu\text{m}$  menunjukkan bahwa paduan tembaga konduktivitas tinggi ini memiliki nilai kekerasan yang cukup besar yaitu sebesar 254.8 HVN dengan kuat tarik sebesar 760 Mpa dan konduktivitas termal 195 W/m. $^{\circ}\text{C}$ . Nilai-nilai tersebut membuktikan bahwa paduan tembaga C82000 memiliki sifat mekanik dan fisik yang baik untuk menjadi cetakan proses pengecoran LPDC. [John C. Harkness, ASM vol 2 p.1306-1324]

1. Struktur mikro variasi arus dan logam pengisi pada daerah *base metal*

Adapun gambar foto struktur mikro hasil pengelasan pada daerah *base metal* dengan variasi masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm dan logam pengisi tembaga dan besi dapat dilihat pada gambar 13 dibawah ini.

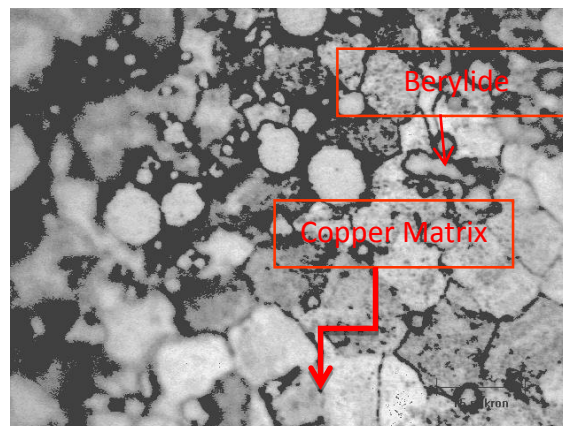


**Gambar 13. Struktur mikro benda uji hasil pengelasan pada daerah *base metal*. Logam pengisi tembaga masukan panas 3062.5 J/mm , Pembesaran 1000x.. Etsa dichromate.**

Dari gambar 13 dapat dilihat bahwa struktur mikro yang dihasilkan dari benda uji yang dilas dengan masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm, yang logam pengisinya tembaga dan benda uji yang dilas dengan masukan panas 2940 yang logam pengisinya adalah *Copper matrix* (bagian yang terang) dengan sedikit *berylide* (bagian yang gelap). Meskipun struktur mikro seperti logam yang tidak dilas tapi adanya pengotor dan distribusi berylide yang tidak merata, serta menyebabkan penurunan kekerasan dari benda uji tersebut. Pada masukan panas. Namun pada benda uji yang dilas dengan masukan panas 3062.5 dan 3185 J/mm yang logam pengisi besi. Mengalami penurunan kekerasan yang lebih rendah dari benda uji yang dilas sebelumnya karena butir yang terbentuk lebih besar. Sifat mekanik sebuah logam akan sangat dipengaruhi oleh ukuran butir dari logam tersebut. Semakin kecil ukuran butir logam maka logam tersebut akan memiliki nilai kekerasan yang semakin tinggi [Callister, 2003]. Maka begitu pun sebaliknya semakin besar ukuran butir maka kekerasannya akan semakin rendah.

## 2. Struktur mikro variasi arus dan logam pengisi pada daerah HAZ

Adapun gambar foto struktur mikro hasil pengelasan pada daerah *heat affected zone* dengan variasi masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm dan logam pengisi tembaga dan besi dapat dilihat pada gambar 14 dibawah ini.

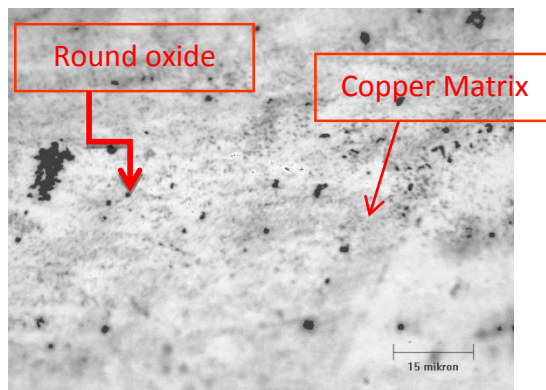


**Gambar 14. Struktur mikro benda uji hasil pengelasan pada daerah HAZ. Logam pengisi besi, masukan panas 3062.5 J/**

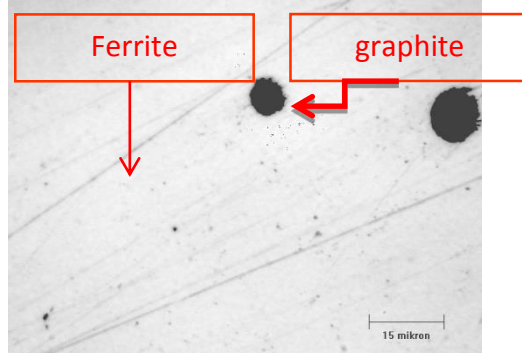
Dari gambar 14 dapat dilihat bahwa struktur mikro daerah terpengaruh panas yang dihasilkan dari pengelasan dengan masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm dan logam pengisinya tembaga berubah ukuran butirnya menjadi lebih besar pada *base* benda uji yang tidak dilas diameter butir 7.1  $\mu\text{m}$  sedangkan pada HAZ benda uji A1 diameter rata-rata ukuran butirnya 19  $\mu\text{m}$  dan terlihat distribusi yang tidak seragam. Hal ini terjadi karena pengaruh panas. Struktur mikro yang dihasilkan adalah *Copper matrix* (bagian yang terang) dengan *berylide* yang tidak lagi berbentuk dentrik atau jarum-jarum, kemudian berubah bentuk mulai menjadi *equiaxed* atau poligon (bagian yang gelap). Sedangkan pada benda uji yang dilas dengan masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm dan logam pengisinya besi. Perubahan bentuk struktur mikronya sudah menjadi *equiaxed* atau poligon. Ini berpengaruh pada penurunan kekerasan yang dimiliki benda-benda uji tersebut. Sehingga benda uji yang dilas dengan besi menjadi lebih lunak dibanding yang dilas dengan tembaga.

3. Struktur mikro variasi arus dan logam pengisi pada daerah *welding*

Adapun gambar foto struktur mikro hasil pengelasan pada daerah *welding* dengan variasi masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm dan logam pengisi tembaga dan besi dapat dilihat pada gambar 15 dibawah ini



Pengelasan masukan panas 3062.5 J/mm – Logam pengisi tembaga



Pengelasan masukan panas 2940 J/mm – Logam pengisi besi

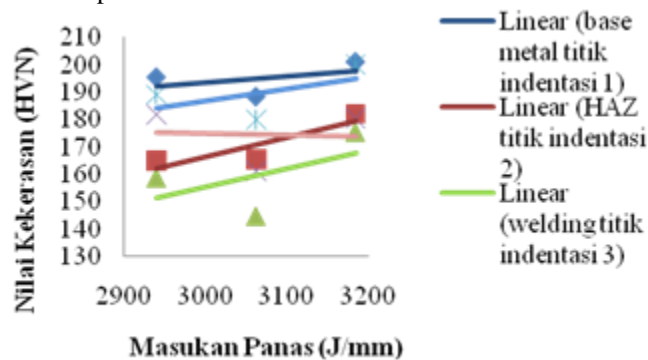
**Gambar 15. Struktur mikro benda uji hasil pengelasan pada daerah *welding*. Logam pengisi tembaga masukan panas 3062.5 J/mm. Logam pengisi besi, masukan panas 2940 J/mm. Pembesaran 1000x.. Etsa dichromate.**

Dari gambar 15 dapat dilihat bahwa struktur mikro daerah terpengaruh panas yang dihasilkan dari pengelasan dengan masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm dan logam pengisinya tembaga *Copper matrix* (bagian yang terang) dengan *round oxide* (bagian yang gelap) dan tidak ada *berylide*. Maka sifat mekanik yang dimiliki daerah ini lebih rendah dari daerah logam induk maupun daerah terpengaruh panas. Sedangkan pada

benda uji yang dilas dengan masukan panas 2940, 3062.5, 3185 J/mm dan logam pengisinya besi. Struktur mikro yang terbentuk besi cor kelabu adalah ferrite (putih) dan *graphite* (hitam). Karena perbedaan logam yang digunakan serta struktur mikro yang dihasilkan sehingga nilai kekerasannya berbeda jauh. benda uji yang dilas dengan besi pada daerah lasannya menjadi sangat keras. Sedangkan yang dilas dengan tembaga pada daerah lasannya cukup lunak.

#### Pengaruh Arus dan Logam Pengisi Pengelasan TIG Terhadap Nilai Kekerasan

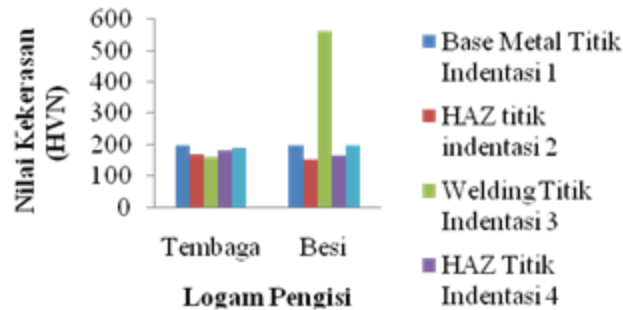
Berikut akan diamati bagaimana pengaruh dari masukan panas pengelasan logam terhadap nilai kekerasan yang didapatkan oleh paduan tembaga beryllium C82000. Dari pengelasan dengan variasi masukan panas dan logam pengisi yang telah dilakukan kemudian dilanjutkan dengan pengujian kekerasan dengan menggunakan metode *vickers* (HV 5) diperoleh data nilai kekerasan yang ada pada Tabel 5 sampai tabel 11. Dari data yang ada pada Tabel 6 sampai tabel 8 tersebut didapatkan hubungan antara variabel proses dengan nilai kekerasan yang dapat dilihat pada Gambar 16 di bawah ini.



Gambar 16. Grafik Pengaruh Masukan Panas Terhadap Nilai Kekerasan

Pada Gambar 16 di atas diperoleh *trendline* (kecenderungan) yang cukup seragam. Dapat dilihat pada daerah titik indentasi satu, dua, tiga, dan lima yang memiliki kecenderungan yang hampir serupa yaitu kekerasan mengalami peningkatan. Pada pengelasan pada *base metal* titik indentasi satu dengan masukan panas 2940 J/mm diperoleh nilai kekerasan sebesar 195.5 HVN, masukan panas sebesar 3062 J/mm didapatkan nilai kekerasan sebesar 188.5 HVN, dan masukan panas sebesar 3185 J/mm didapatkan nilai kekerasan sebesar 201 HVN. Peningkatan nilai kekerasan ini diakibatkan oleh mekanisme penguatan logam dengan metode penghalusan butir melalui proses pemanasan yang diakibatkan oleh pengaruh panas dari pengelasan. Pemanasan dengan masukan panas berbeda, menghasilkan struktur mikro yang berbeda. Fasa yang dimiliki oleh benda uji pada saat dilakukan pengelasan yaitu *beryllide-copper matrix* turut pula mempengaruhi mekanisme perubahan struktur mikro pada benda uji. Pada saat dilakukan pemanasan awal terjadi mekanisme rekristalisasi dan pertumbuhan butir pada benda uji. Rekristalisasi yang belum begitu mengakibatkan atom – atom belum mengalami pertumbuhan butir yang signifikan. Waktu difusi atom yang belum maksimal mengakibatkan besar butir yang belum optimal, Sehingga dihasilkan ukuran butir yang lebih halus jika dibandingkan dengan proses pengelasan dengan masukan panas 2940 J/mm. Sedangkan yang terjadi pada *trendline* di daerah HAZ yang cenderung lebih di bawah jika dibandingkan dengan *trendline base metal* adalah akibat, semakin meningkat temperatur pemanasan maka ukuran butir pada benda uji akan semakin besar dikarenakan mengalami rekristalisasi dan pertumbuhan butir. Penurunan nilai kekerasan ini terjadi akibat dari *beryllide* yang mulai berubah menjadi *equaxied. Beryllide* yang berbentuk denritik seperti halnya martensit yang memiliki kekerasan tinggi akan semakin berkurang, hal ini yang menyebabkan menurunnya nilai kekerasan pada daerah HAZ. *Trendline* pada daerah welding pun paling rendah diantara *trendline* daerah lain. Ini disebabkan penggunaan logam pengisi yang berbeda dengan logam induk sehingga kekerasannya pun lebih rendah dari *base metal* atau pun *heat affected zone*.

Pada variasi logam pengisi yang digunakan dapat dilihat dari data yang ada pada Tabel 6 sampai tabel 9. Dari kedua tabel tersebut didapatkan hubungan antara variabel logam pengisi dengan nilai kekerasan yang dapat dilihat pada Gambar 17 di bawah ini.



**Gambar 17. Grafik Pengaruh Logam Pengisi Terhadap Nilai Kekerasan**

Pada Gambar 17 di atas diperoleh diagram batang yang cukup seragam pada hampir semua daerah kecuali pada daerah *welding*. Dapat dilihat pada daerah titik indentasi satu, dua, empat, dan lima yang memiliki kecenderungan yang hampir serupa yaitu kekerasan mengalami penurunan. Hal ini terjadi karena benda yang uji yang dilas dengan kawat las besi mengalami pemanasan yang lebih tinggi dibandingkan dengan pemanasan yang ada saat benda uji dilas dengan tembaga. Seperti yang diketahui tembaga meleleh pada temperature 1000°C, sedangkan besi meleleh pada temperature 1200 °C. Pada daerah lasan terjadi perbedaan kekerasan yang sangat signifikan. Ini dikarenakan kedua logam pengisi tersebut logam pengisi besi cor kelabu memiliki kekerasan 562 HVN sedangkan logam pengisi tembaga memiliki kekerasan 157,65 HVN.

### Kesimpulan

1. Nilai kekerasan tertinggi didapatkan pada daerah lasan paduan tembaga beryllium hasil pengelasan dengan masukan panas 3185 J/mm dengan dengan logam pengisi besi yaitu sebesar 588.5 HVN yang artinya berbeda jauh dengan *base metal* tanpa pengelasan sebesar 333.7
2. Perbedaan struktur mikro yang terjadi pada benda uji yang dilas dan tidak dilas akan mempengaruhi kekerasan benda uji tersebut. Semakin besar ukuran butir maka semakin rendah nilai kekerasannya.
3. Pada penelitian ini cacat yang terjadi akibat pengelasan adalah kekurangan peleburan sehingga terjadi cacat bidang. Dimana pada daerah tertentu benda uji tidak tersambung.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] ASM Handbook Comitte. 1986. *Metal Handbook Volume 2 Edisi 9, Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Material*. American Society for Metals International. New York.
- [2] ASM Handbook Comitte. 1986, *Metal Handbook, Volume 6 Edisi 9, Welding Brazing and Soldering*. American Society for Metals International. New York.
- [3] Dieter, G.E. 1987. *Metalurgi Mekanik*. Edisi 3. Penerbit Erlangga. Jakarta.
- [4] Hadi, Basuki. 2006. *Pengaruh Arus dan Kecepatan Automatic TIG Orbital Welding Terhadap Kedalaman Penetrasi Lasan dan Kekerasan Austenitic Stainless Steel X5CrNi 18-10*. FT. UNTIRTA. Cilegon.
- [5] Harsono, Wiryosumarto dan Okumura Toshi. 2001. *Teknologi Pengelasan Logam*. Praditya Paramita. Jakarta.
- [6] Roy, Steve dan Francoeur, Michael. 2002. *Options for Restoring Molds*. Trumpf Inc. Plymouth

**STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN WAKTU AGING  
TERHADAP SIFAT MEKANIK DAN MIKROSTRUKTUR  
KOMPOSIT Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> HASIL PROSES CANAI DINGIN  
A. Ali Alhamidi<sup>1</sup>, Muhammad Fitrullah<sup>1</sup>, dan Asfari Azka Fadhilah<sup>1,a</sup>,**

<sup>1</sup>Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

<sup>a</sup>[asfaazkafadh@gmail.com](mailto:asfaazkafadh@gmail.com)

**Abstrak**

Material alternatif yang telah dikembangkan sejak beberapa dekade yang lalu adalah material komposit. Material komposit telah digunakan pada berbagai industri terutama industri penerbangan, elektronik, otomotif dan olahraga. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur dan waktu *aging* terhadap mikrostruktur, kekerasan, dan ketahanan aus komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses canai dingin. Di dalam penelitian ini digunakan komposit Al6061/7,5%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang selanjutnya di proses canai dingin dengan reduksi sebesar 60% dan dilakukan aging pada temperatur 423, 473, 523, dan 573 K dengan lama waktu penahanan 300, 1800, 3600, 5400, dan 7200s. Pengujian kekerasan, keausan, metalografi dan analisa XRD dilakukan untuk mengetahui perubahan sifat mekanik komposit Al6061/7,5%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terjadi. Hasil penelitian menunjukkan perubahan yang terjadi pada mikrostruktur serta munculnya fasa kedua Mg<sub>2</sub>Si dan β – AlFeSi setelah dilakukan proses aging. Nilai kekerasan tertinggi yang dihasilkan dari proses aging terdapat pada temperatur 473 K dengan lama waktu penahanan 5400s yaitu sebesar 87,85 HB. Abrasi yang terjadi pada komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses rolling yaitu sebesar 1,5596111x10<sup>-7</sup> mm<sup>3</sup>/mm, tetapi abrasi yang terjadi menurun menjadi 1,1998549x10<sup>-7</sup> mm<sup>3</sup>/mm setelah proses aging yang dilakukan pada material komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

**Kata kunci:** *aluminium matrix composites* (AMCs), komposit Al6061/7,5%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, canai dingin, dan *aging*

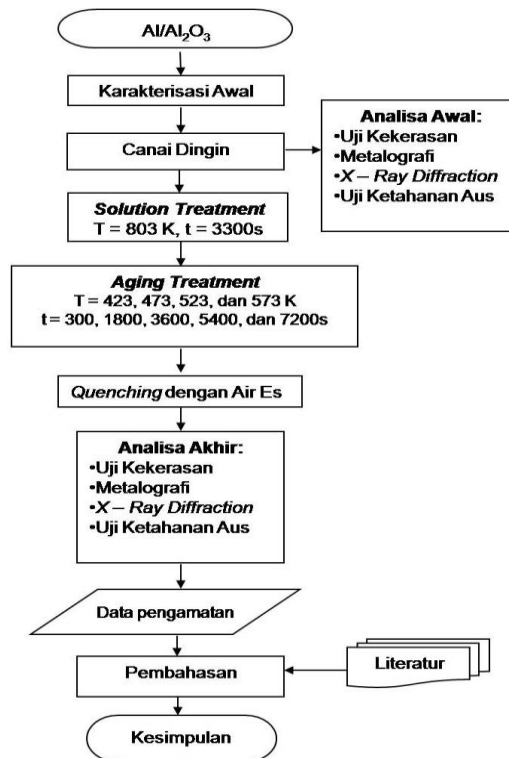
**PENDAHULUAN**

Kebutuhan manusia terhadap teknologi yang semakin meningkat, berdampak pada perkembangan material yang juga dituntut semakin meningkat untuk memenuhi kebutuhan manusia. Material alternatif yang telah dikembangkan sejak beberapa dekade yang lalu adalah material komposit. Material komposit dapat didefinisikan sebagai gabungan dari dua macam material atau lebih yang secara makroskopik merupakan satu kesatuan material yang utuh<sup>[1]</sup>. Komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> merupakan pengembangan dari komposit bermatriks logam, yaitu aluminium yang dikenal dengan istilah Aluminium Matrix Composites (AMCs) dengan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sebagai fasa penguatnya. Bahan AMCs telah digunakan pada berbagai industri terutama industri transportasi, penerbangan, elektronik, otomotif dan olahraga. Perlakuan panas dan canai dingin merupakan metode yang digunakan untuk meningkatkan kekuatan dan kekerasan suatu material atau logam. Canai dingin adalah suatu proses pengerolan yang dilakukan di bawah temperatur rekristalisasi. Pada temperatur di bawah temperatur rekristalisasi, deformasi akan menyebabkan benda kerja mengalami pengerasan regang dan perubahan struktur butiran. Pengerasan regangan yang diperoleh dari reduksi dingin dapat meningkatkan kekerasan dan kekuatan. Peningkatan kekuatan pada pengerjaan dingin terkait dengan peningkatan kerapatan dislokasi pada logamnya. Dislokasi yang semakin rapat mengakibatkan dislokasi itu sendiri semakin sukar bergerak sehingga bahan menjadi semakin kuat atau keras<sup>[2]</sup>. Perlakuan panas adalah kombinasi proses pemanasan dan pendinginan material dengan maksud merubah sifat suatu material untuk tujuan tertentu<sup>[3]</sup>. Salah satu cara perlakuan panas yang dilakukan pada logam aluminium dan paduannya adalah dengan penuaan keras. Proses penuaan akan

memunculkan presipitat yang dapat meningkatkan kekuatan pada logam. Apabila paduan mengalami perlakuan penuaan untuk waktu yang cukup lama, terjadi presipitat fasa kedua. Presipitasi ini terjadi melalui proses nukleasi dan pertumbuhan, fluktuasi konsentrasi material terlarut membentuk kluster atom yang kecil dalam kisi yang menjadi nuklei presipitat<sup>[4]</sup>. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur dan waktu *aging* terhadap mikrostruktur, kekerasan dan ketahanan aus komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses canai dingin.

### METODE PENELITIAN

Secara skematik, penelitian ini digambarkan dalam bentuk diagram alir yang dapat dilihat pada Gambar 1.

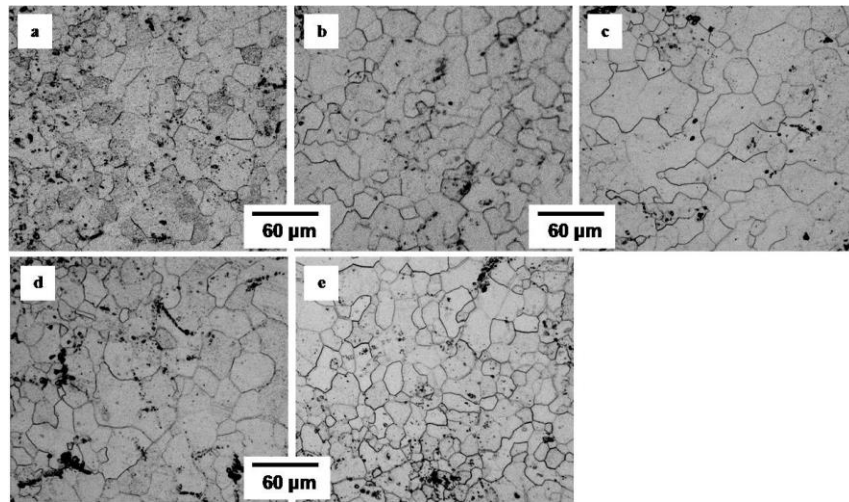


**Gambar 1. Diagram Alir Penelitian**

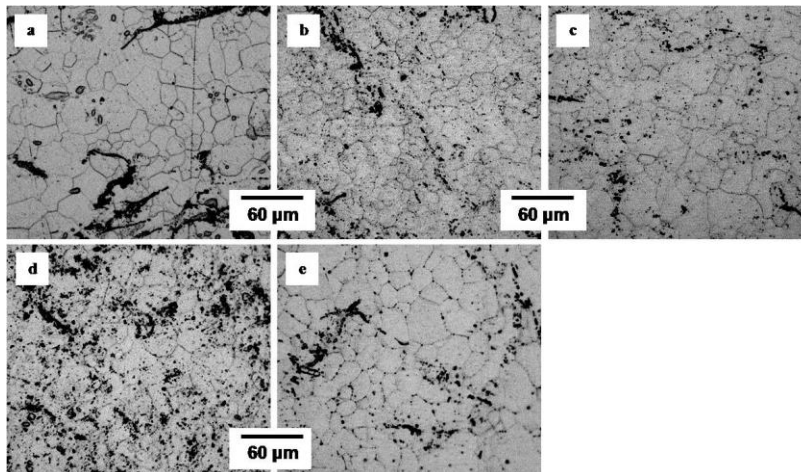
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 – Gambar 5 menunjukkan mikrostruktur komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah dilakukan proses *aging* pada temperatur 423, 473, 523, dan 573 K dengan lama waktu penahanan 300, 1800, 3600, 5400, dan 7200s. Gambar 2a menunjukkan mikrostruktur komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan dari proses *aging* dengan lama waktu penahanan 300s hampir berbentuk bulat (*equiaxial*) tetapi belum sempurna terbentuk. Seiring dengan semakin lamanya waktu penahanan, mikrostruktur yang dihasilkan mulai berbentuk bulat (*equiaxial*).



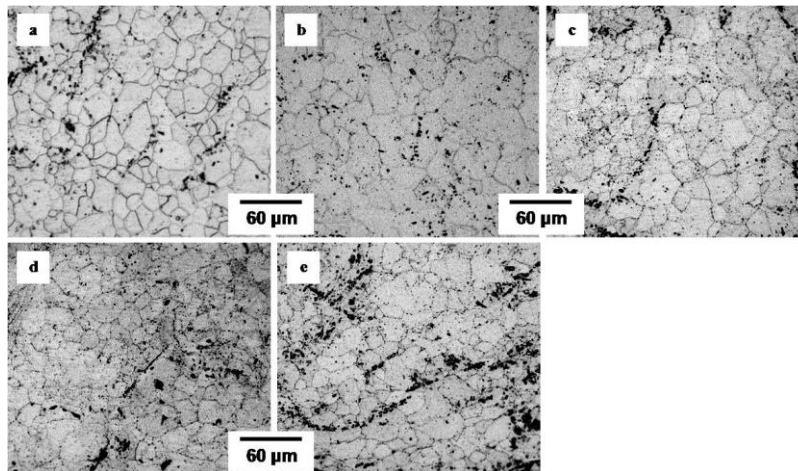


Gambar 2. Hasil foto mikro komposit Al6061/7,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *as-aged* pada temperatur 423K, Perbesaran 200x dengan Waktu (a) 300s, (b) 1800s, (c) 3600s, (d) 5400s, dan (e) 7200s

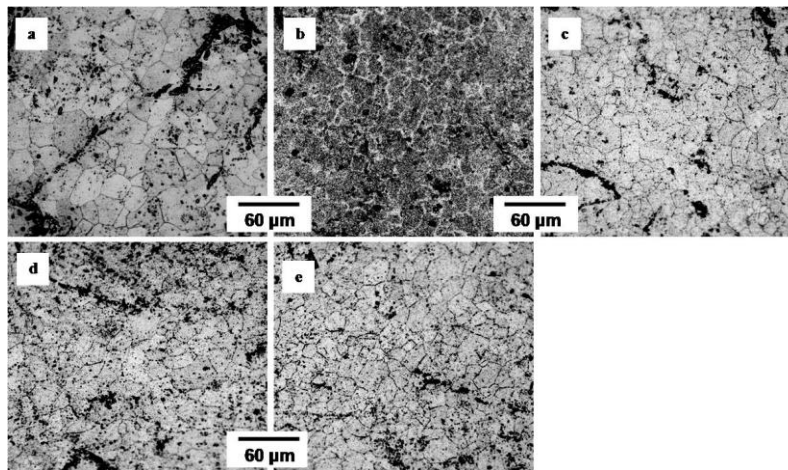


Gambar 3. Hasil foto mikro komposit Al6061/7,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *as-aged* pada temperatur 473K, Perbesaran 200x dengan Waktu (a) 300s, (b) 1800s, (c) 3600s, (d) 5400s, dan (e) 7200s

Gambar 3 menunjukkan mikrostruktur komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah dilakukan proses *aging* pada temperatur 473 K dengan lama waktu penahanan yang berbeda – beda mempunyai bentuk bulat (*equiaxial*). Gambar 3d menunjukkan persebaran partikulat alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang merata pada komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses *aging* dengan lama waktu penahanan 5400s. Dapat dilihat dari Gambar 2 – Gambar 5 mikrostruktur cenderung tetap hadir dan berbentuk bulat (*equiaxial*). Hal ini disebabkan karena hadirnya fasa kedua dan adanya partikulat yang menghambat terjadinya pertumbuhan butir.

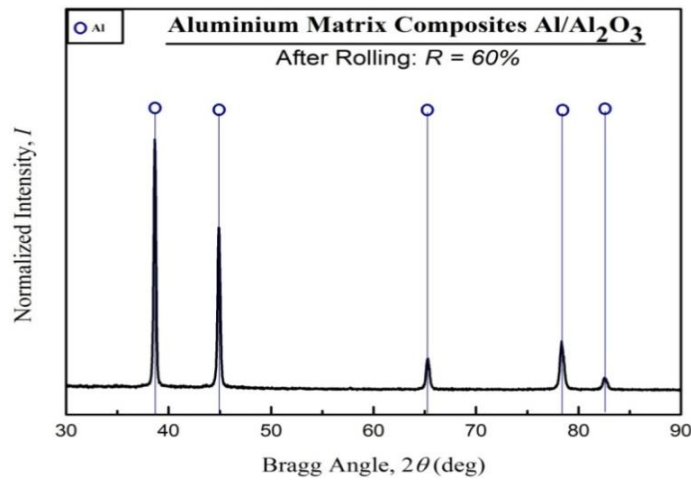


**Gambar 4.** Hasil foto mikro komposit Al6061/7,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *as-aged* pada temperatur 523K, Perbesaran 200x dengan Waktu (a) 300s, (b) 1800s, (c) 3600s, (d) 5400s, dan (e) 7200s



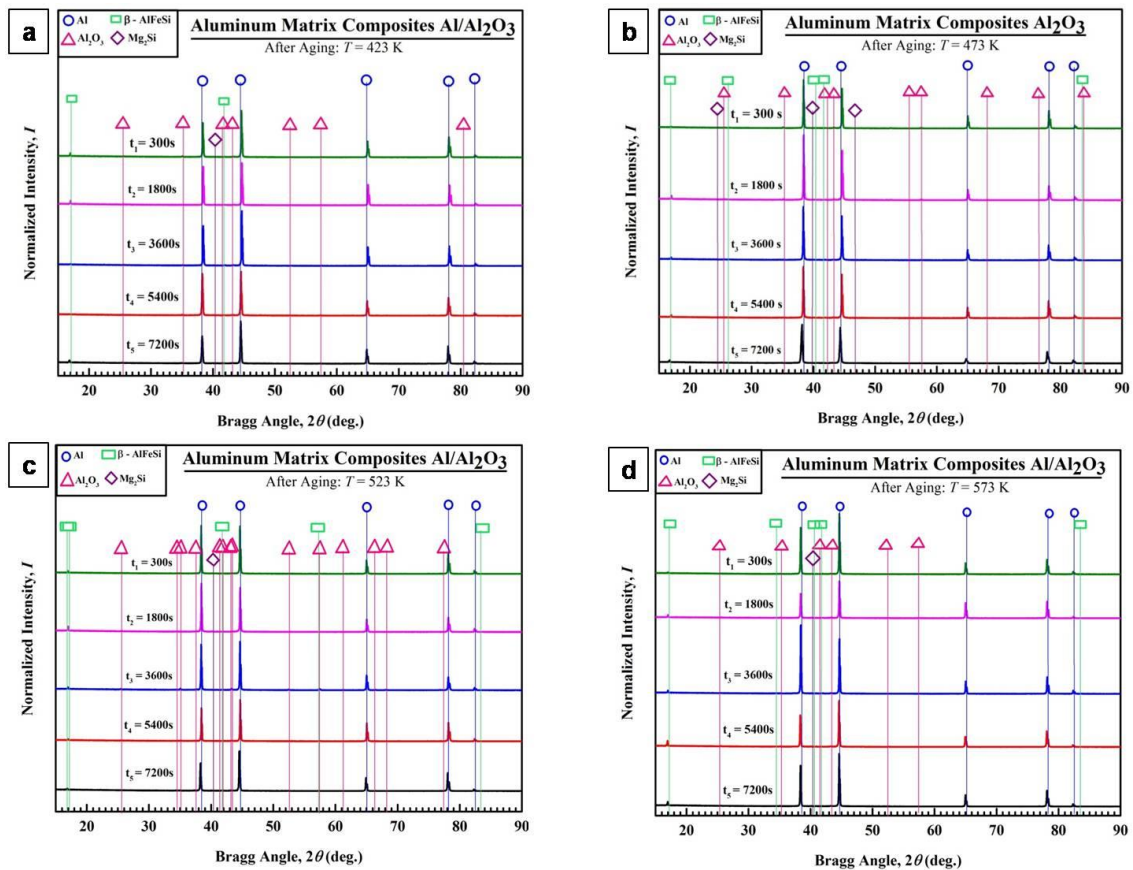
**Gambar 5.** Hasil foto mikro komposit Al6061/7,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *as-aged* pada temperatur 573K, Perbesaran 200x dengan Waktu (a) 300s, (b) 1800s, (c) 3600s, (d) 5400s, dan (e) 7200s

Gambar 6 menunjukkan hasil analisa *X-ray Diffraction* pada material komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah dilakukan proses canai dingin. Dari Gambar 6 dapat dilihat hasil analisa menunjukkan terdapat lima peak yang kelimanya merupakan peak aluminium. Hal tersebut menandakan bahwa belum terdapat fasa kedua pada material komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah dilakukan proses canai dingin.



**Gambar 6.** Hasil XRD Komposit Al6061/7,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as-rolled

Gambar 7 menunjukkan hasil analisa *X-Ray Diffraction* komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang telah melalui proses *aging* pada temperatur 423, 473, 523, dan 573 K. Fasa kedua yang terbentuk setelah proses *aging* adalah Mg<sub>2</sub>Si dan β – AlFeSi. Dapat dilihat pada Gambar 7 jumlah presipitat yang terbentuk berbeda – beda seiring dengan waktu dan temperatur *aging* yang berbeda. Hal tersebut dikarenakan proses *aging* dengan waktu dan temperatur yang berbeda berpengaruh terhadap pembentukan presipitat.



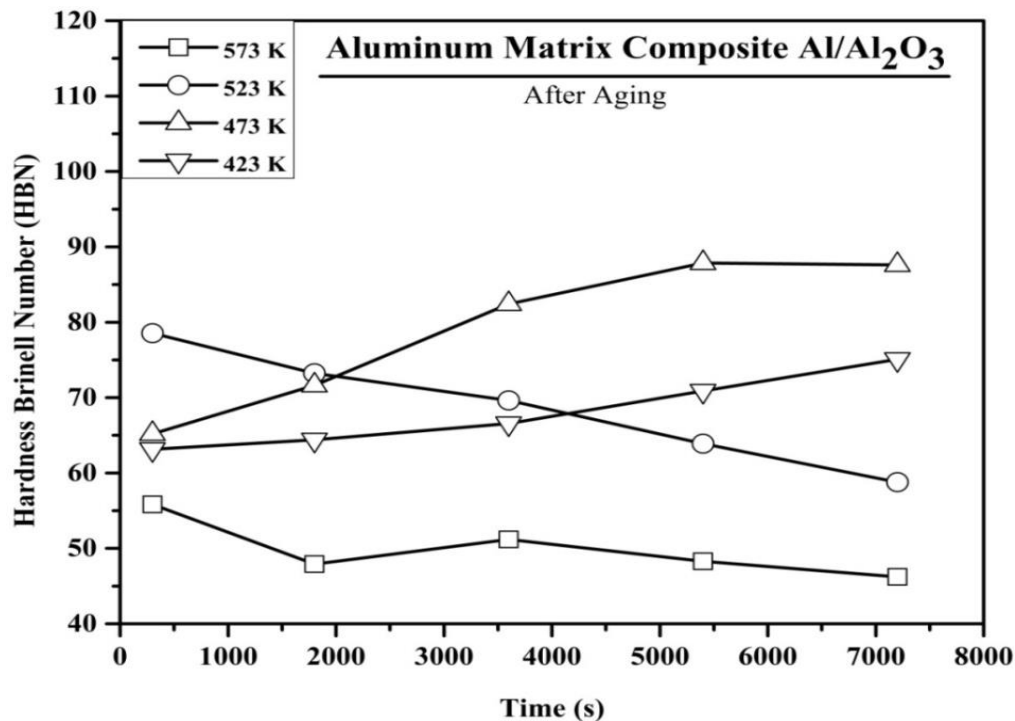
**Gambar 7. Hasil XRD Komposit Al6061/7,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as-aged pada temperatur (a) 423K, (b) 473K, (c) 523K, (d) 573K**

Gambar 8 menunjukkan grafik pengaruh waktu dan temperatur *aging* terhadap nilai kekerasan komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Nilai kekerasan tertinggi yang dihasilkan yaitu sebesar 87,85 HB terdapat pada komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang telah melalui proses *aging* pada temperatur 473 K dengan lama waktu penahanan 5400 detik. Sedangkan nilai kekerasan terendah yaitu 46,22 HB komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang telah melalui proses *aging* pada temperatur 573 K dengan lama waktu penahanan 7200 detik. Data nilai kekerasan komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses *aging* dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Nilai Kekerasan Komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah Proses *Aging*

Temperatur (K)	Nilai Kekerasan (HB)				
	300s	1800s	3600s	5400s	7200s
423	63,16	64,4	66,56	70,88	75,08
473	65,2	71,64	82,42	87,85	87,6
523	78,54	73,22	69,64	63,9	57,78
573	55,84	47,92	51,2	48,3	46,22

Nilai kekerasan komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses *aging* pada temperatur 423 K meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu penahanan (*holding time*) proses *aging* (Gambar 8). Hal tersebut dapat terjadi karena mulai terbentuknya presipitat atau fasa kedua yang berupa senyawa Mg<sub>2</sub>Si dan β – AlFeSi (Gambar 7a). Presipitat atau fasa kedua berperan sebagai penghambat dislokasi sehingga dislokasi menjadi sulit untuk bergerak. Pergerakan dislokasi yang terhambat oleh senyawa fasa kedua akan mengakibatkan kekerasan logam meningkat.



**Gambar 8. Grafik Pengaruh Waktu dan Temperatur *Aging* terhadap Nilai Kekerasan Komposit Al6061/7,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Peningkatan kekerasan seiring dengan semakin lamanya waktu penahanan (*holding time*) pada saat proses *aging* juga terjadi pada komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses *aging* pada temperatur 473 K (Gambar 8). Presipitat berupa senyawa Mg<sub>2</sub>Si dan β – AlFeSi yang terbentuk pada komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah proses *aging* di temperatur 473 K lebih banyak (Gambar 7b) jika dibandingkan dengan temperatur 423 K. Distribusi presipitat dalam bentuk partikel endapan fasa kedua tersebut menimbulkan tegangan dalam (*internal stress*). Tegangan yang ditimbulkan semakin besar akan berdampak pada semakin meningkatnya kekerasan. Berbeda dengan temperatur sebelumnya, pada temperatur 523 K dan 573 K nilai kekerasan menurun seiring dengan bertambahnya waktu (Gambar 8).

Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan S. Junus, *et al*, bahwa kekerasan akan menurun seiring bertambahnya waktu *aging*<sup>[5]</sup>. Menurunnya kekerasan seiring dengan bertambahnya waktu *aging* dikarenakan temperatur *aging* yang semakin tinggi dengan waktu tahan yang lebih lama menyebabkan terjadinya penggabungan presipitat, sehingga ukuran presipitat menjadi lebih besar dan mengakibatkan kekerasan menurun. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Tan C.F, *et al*, bahwa kekerasan akan menurun seiring dengan temperatur *aging* yang semakin tinggi dengan waktu tahan yang lebih lama<sup>[4]</sup>. Presipitat dengan ukuran yang lebih besar akan menyebabkan kerapatan antar presipitat berkurang, sehingga dislokasi menjadi mudah bergerak.

Tabel 2 menunjukkan pengaruh nilai kekerasan terhadap ketahanan aus komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Abrasi yang terjadi pada komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses canai dingin yaitu sebesar 1,5596111 x 10<sup>-7</sup> mm<sup>3</sup>/mm, tetapi abrasi yang terjadi menurun menjadi 1,1998549 x 10<sup>-7</sup> mm<sup>3</sup>/mm setelah proses *aging* yang dilakukan pada material komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hal tersebut menandakan bahwa proses *aging* yang dilakukan meningkatkan ketahanan aus material komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Meningkatnya ketahanan aus komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> juga dapat disebabkan karena persebaran partikulat yang merata (Gambar 3d).

**Tabel 2.** Pengaruh Nilai Kekerasan terhadap Ketahanan Aus

Kode Sampel	Nilai Kekerasan (HBN)	Spesifik Abrasi (mm <sup>3</sup> /mm)
Komposit Al6061/7,5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>as-rolled</i>	102,6	1,5596111 x 10 <sup>-7</sup>
Komposit Al6061/7,5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>as-aged</i> ( T = 473 K, t = 5400s)	87,85	1,1998549 x 10 <sup>-7</sup>

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan :

1. Nilai kekerasan komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> meningkat setelah proses *aging* yang dilakukan pada temperatur 423 K dan 473 K, tetapi nilai kekerasan menurun pada temperatur *aging* 523 K dan 573 K. Nilai kekerasan tertinggi yaitu sebesar 87,85 HB yang dihasilkan dari proses *aging* dengan temperatur 473 K dan lama waktu penahanan 5400s.
2. Abrasi yang terjadi pada komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses rolling yaitu sebesar 1,5596111 x 10<sup>-7</sup> mm<sup>3</sup>/mm, tetapi abrasi yang terjadi menurun menjadi 1,1998549 x 10<sup>-7</sup> mm<sup>3</sup>/mm setelah proses *aging* yang dilakukan pada material komposit Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## REFERENSI

- [1] Telang, A. K., et al. "Alternate Materials in Automobile Brake Disc Applications with Emphasis on Al Composites"—A Technical Review. *Journal of Engineering Research and Studies*, 1(1) (2010): 35-46.

- [2] Devincre, B., Thierry Hoc, and L. Kubin. "Dislocation mean free paths and strain hardening of crystals." *Science* 320.5884 (2008): 1745-1748.
- [3] Maisonnette, D., et al. "Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy." *Materials Science and Engineering: A* 528.6 (2011): 2718-2724.
- [4] Tan, Chee Fai, and Mohamad R. Said. "Effect of hardness test on precipitation hardening aluminium alloy 6061-T6." *Chiang Mai J. Sci* 36.3 (2009): 276-286.
- [5] Junus, Salahuddin, et al. "Pengaruh Waktu Aging Terhadap Kekerasan Dan Struktur Mikro Komposit Al-Si-Mg/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dengan Metode Stir Casting." *Rotor* 7.2 (2014): 40-43.
- [6] Demir, Halil, and Süleyman Gündüz. "The effects of aging on machinability of 6061 aluminium alloy." *Materials & Design* 30.5 (2009): 1480-1483.

## **Perbandingan Kekuatan Tarik Temperatur Tinggi untuk Baja Karbon Ferritic SA-213 T22 dan Austenitic SA-213 TP304H**

Cukup Mulyana<sup>1, a</sup>, Aswad H. Saad<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran,  
Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>*c.mulyana55@yahoo.com*

### **Abstrak**

Pipa yang terbuat dari sambungan baja karbon Ferritic SA-213 T22 dan Austenitic SA-213 TP304H banyak digunakan pada boiler pembangkit listrik tenaga uap berbahan bakar batubara. Pipa tersebut tepatnya berada di super heater outlet header. Permasalahannya adalah sering terjadi kegagalan pada persambungan antara ke-dua pipa tersebut. Untuk mengetahui penyebabnya telah dilakukan uji kekuatan tarik temperatur tinggi di laboratorium pada rentang temperatur kamar sampai 650°C. Dari hasil pengujian terlihat bahwa Ultimate Tensile Strength (UTS) austenitic SA-213 TP304H lebih tinggi dari ferritic SA-213 T22. Selain itu laju penurunan UTS untuk austenitic meningkat diatas 600°C, sedangkan untuk ferritic laju penurunan UTS meningkat pada temperatur 540°C, terjadi pada temperatur yang lebih rendah. Fakta ini konsisten dengan hasil pengukuran persen pertambahan panjang. Dari hasil penelitian ini disimpulkan pipa yang terbuat dari persambungan material ferritic dan austenitic rentan mengalami kerusakan ketika mendapat paparan panas di atas 550°C. Informasi ini penting bagi operator di lapangan agar dapat menjaga temperatur operasi boiler terutama di daerah super heater outlet header tidak melampaui 550°C.

**Kata kunci:** sambungan pipa, kekuatan tarik, temperatur operasi, ferritic, austenitic.

### **PENDAHULUAN**

Penggunaan komponen mesin bersuhu tinggi di berbagai industri terus meningkat. Di pembangkit listrik berbahan bakar fosil uap panas dibentuk dengan cara memanaskan air yang dialirkan melalui pipa-pipa (*tubes*) yang banyak terpasang pada boiler. *Secondary super heater outlet header* adalah bagian pada boiler yang komponennya sering kali mengalami kegagalan. Di bagian ini uap kering bertemperatur dan bertekanan tinggi di bentuk sebelum dialirkan ke turbin untuk menghasilkan energi listrik. Pipa yang digunakan terbuat dari berbagai jenis baja karbon diantaranya baja karbon rendah SA-213 T22 (2,25Cr-1Mo) berjenis *ferritic* dan yang terbuat dari *stainless steel* SA-213 TP304H (18Cr-18Ni) berjenis *austenitic*. Dengan pengelasan kedua jenis pipa tersebut disambung yang dikenali sebagai *dissimilar metal weld*. Kedua jenis material tersebut dipilih karena memiliki resistansi termal yang tinggi disertai ketahanan terhadap korosi suhu tinggi cukup baik dan pertimbangan ekonomi [1].

Telah terjadi kegagalan sejenis yang berulang di beberapa pembangkit yang beroperasi di pulau Jawa dalam bentuk bocornya pipa boiler di bagian *super heater outlet header*. Tepatnya kegagalan terjadi di bagian sambungan pipa baja carbon dan pipa *stainless steel*. Dari bagian pipa yang bocor uap air bertemperatur tinggi

keluar sehingga pembangkit berhenti beroperasi. Untuk menghindari kegagalan serupa perlu dilakukan kajian terhadap sifat ketahanan mekanik pada temperatur tinggi untuk ke dua jenis material tersebut, karena karena temperatur di bagian ini dapat mencapai lebih dari 550°C. Selain itu seperti pada umumnya pembangkit listrik tenaga uap prosesnya paparan panas konveksi dari pembakaran batubara berlangsung lama sehingga kemungkinan terjadi kegagalan semakin tinggi [2].

Dalam penelitian ini telah dilakukan kajian kekuatan tarik pada temperatur tinggi untuk pipa yang terbuat dari baja karbon *ferritic* SA-213 T22 dan *austenitic* SA-213 TP304H melalui uji tarik di laboratorium. Hasil yang di peroleh akan memberikan informasi tentang kekuatan tarik *Ultimate Tensile Strength* (UTS) dan *Yield Strength* (YS) untuk baja karbon sejenis yang terpasang di boiler tepatnya di *super heater outlet header*. Hasil dari penelitian ini sangat berguna bagi para engineer dalam menentukan batas rentang temperatur yang tepat ketika mengoperasikan boiler terutama temperatur operasi di daerah *super heater outlet header*.

Material paduan baja karbon rendah jenis *ferritic* dan *austenitic stainless steel* adalah material yang paling banyak digunakan di *boiler* dan *heat exchanger* karena sifat mekaniknya yang baik, tahan terhadap temperatur tinggi dan tahan terhadap korosi. *Austenitic stainless steel* adalah jenis baja karbon anti karat dengan kandungan Cr 12% - 30%, selain itu mengandung nikel, mangan dan molibdenum. Persen beratnya diatur sesuai dengan sifat yang diinginkan. Sedangkan *ferritic* termasuk kelompok baja paduan karbon rendah dengan rentang Cr dari 1% - 9% yang diberi campuran *molibdenum* di dalamnya. Untuk meningkatkan fungsinya dijumpai berbagai jenis *austenitic* SA-304 (18Cr-8Ni), 316 (18Cr-12Ni-Mo), 321 (19Cr-10Ni-Ti) dan 347 (18Cr-12Ni-Nb) [3]. Tipe 304 adalah *austenitic* yang memiliki komposisi paling sederhana dengan mikrostruktur yang simpel ( $M_{23}C_6$  Carbida). Sedangkan *ferritic* memiliki berbagai tipe seperti SA-213 T12(1Cr-0,5Mo), T22(2,25Cr-1Mo), T5(5Cr-0,5 Mo) dan T9(9Cr-1Mo) [4]. *Ferritic* SA-213 T22 adalah jenis yang paling banyak dipakai di *boiler* dan *heat exchanger* karena selain sifat mekaniknya yang baik, tahan terhadap temperatur tinggi harganya relatif murah [1].

Adapun komposisi kimia dan kekuatan tarik UTS dan YS untuk material SA-213 T22 dan SA-213 TP304H berdasarkan pada ASTM dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. Komposisi kimia dan sifat mekanik material SA-213 T22 dan SA-213 TP304H [6].**

Standar	Tipe	Komposisi Kimia [wt%]								UTS [Mpa]	YS [Mpa]	
		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni			
ASTM	T22	0.05-0.15	≤0.50	0.30-0.60	≤0.025	≤0.025	1.90-2.60	0.87-1.13	-	-	≥415	≥205
ASTM	304H	<0.08	<0.75	<2.00	<0.045	<0.03	18.00-20.00	-	8.00-10.5	0	>515	>205

Kekuatan tarik adalah salah satu sifat mekanik yang penting yang harus dimiliki oleh pipa boiler. Pembebanan yang dialami oleh pipa bisa bersifat statis, atau dinamis. Jenisnya bisa bermacam-macam: beban tarik, tekan, puntir dan lendut. Kekuatan tarik material dipengaruhi oleh temperatur dan lingkungan yang korosif. Pipa yang dialiri fluida cair atau gas mengalami tegangan hoop (*hoop stress*) sebesar [1],

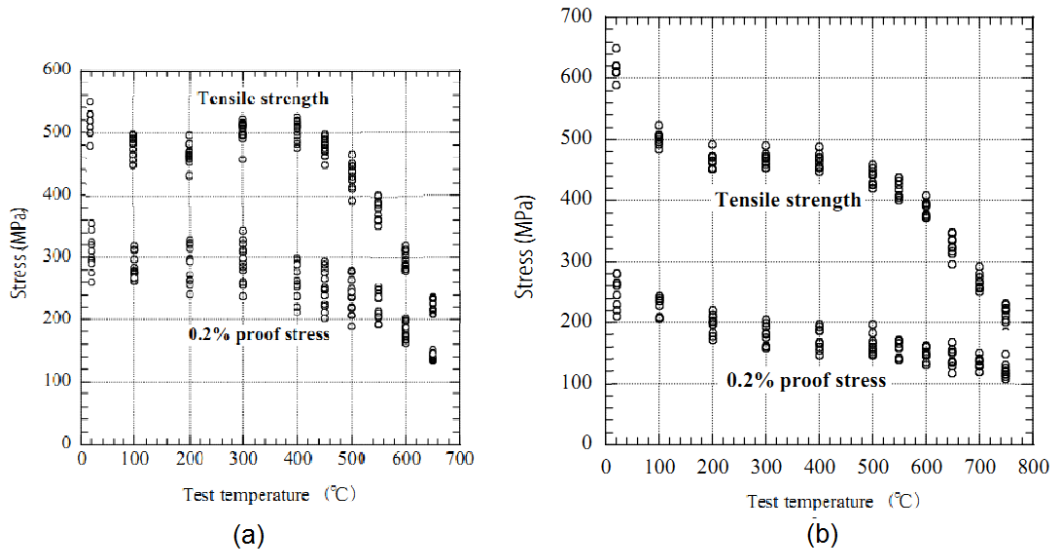


$$\sigma_h = \frac{P}{2t}D \tag{1}$$

dengan P menyatakan tekanan, d diameter luar pipa, t ketebalan pipa dan longitudinal stress sebesar.

$$\sigma_l = \frac{P}{4t}D \tag{2}$$

Kekuatan tarik dicirikan oleh *Ultimate Tensile Stress (UTS)* yaitu tegangan tertinggi yang mampu ditahan material sebelum mengalami patah dan *Yield Stength* adalah batas tegangan saat material berubah dari sifat elastis ke sifat plastis [6]. Temperatur tinggi yang mengenai dinding pipa menurunkan kekuatan mekanik pipa. Energi termal yang diserap oleh logam menurunkan kekuatan ikatan logam yang semula timbul karena adanya lautan elektron valensi hasil dari kontribusi setiap atom logam yang mengikat ion logam [7]. Energi termal tersebut menurunkan energi ikat logam berakibat turunnya nilai UTS, maupun YS. Selain tambahan energi termal dalam batas tertentu menyebabkan atom karbon yang terperangkap diantara atom Fe termobilisasi untuk bergerak dalam bentuk gerak difusi. Semakin tinggi temperatur semakin banyak karbon yang berdifusi. Perpindahan atom karbon dari tempatnya menurunkan kekuatan mekanik material karena saat mendapat beban tarik atom logam akan mudah bergerak melalui bidang slip karena atom karbon yang semula mengunci pergerakan berdifusi ketempat lain. Grafik pada Gambar 1 menunjukkan menurunnya nilai UTS dan YS terhadap temperatur. Untuk baja karbon ferritic SA-213 T22 baik nilai UTS maupun YS relatif stabil sampai temperatur 500°C, sedangkan untuk stainless stell austenitic SA-213 TP304H nilai UTS dan YS relatif stabil sampai temperatur 580°C].

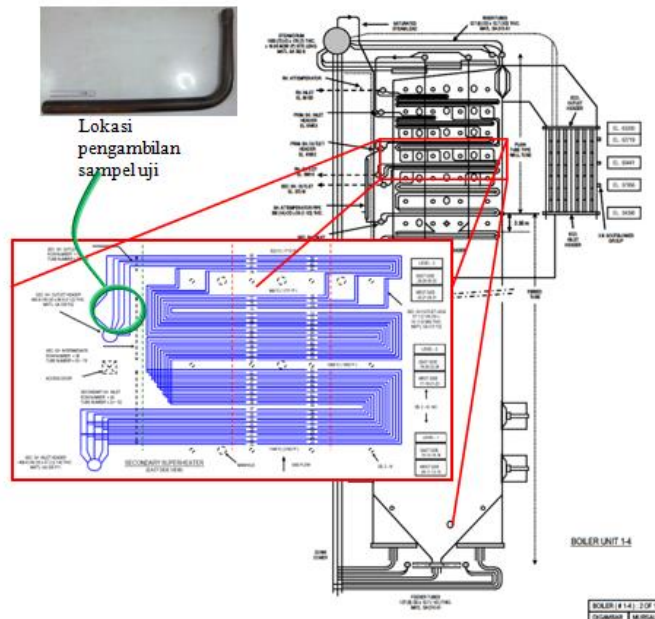


**Gambar 1. Grafik uji tarik temperatur tinggi (a) untuk material SA-213 T22,(b) SA-213 TP304H [4]**

## METODE PENELITIAN

### Objek Penelitian

Sampel pipa diperoleh dari salah satu pembangkit di propinsi Banten yang diambil dari boiler di bagian *super heater inlet header* seperti terlihat pada Gambar 2.



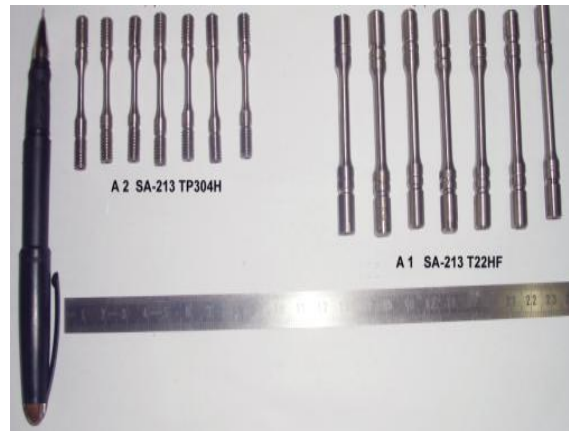
**Gambar 2. Skema Lokasi Pengambilan Sampel Uji pada Boiler**

Sampel uji terdiri dari sampel baru (sampel yang belum digunakan) yaitu sampel A1 untuk material SA-213 T22 dan A2 untuk SA-213 TP304H, seperti terlihat pada Gambar 3.



**Gambar 3. Sampel Uji Pipa Baru dan Pipa yang Telah Dipakai untuk Material SA-213 T22 dan SA-213 TP304H**

Data teknis pipa tersebut adalah [10]: tekanan desain 196,8 kg/cm<sup>2</sup>, temperatur desain 815 °C, tekanan operasi ± 166,01 kg/cm<sup>2</sup> dan temperatur operasi ± 536,14 °C. Pipa *secondary superheater outlet header* memiliki maksimum *stress* yang diijinkan (MAOS) sebesar 3,8 x 10<sup>3</sup> psi atau setara dengan 267,1664 kg/cm<sup>2</sup> dan telah beroperasi sejak tahun 1989 atau sekitar 196500 jam operasi. Uji tarik temperatur tinggi dilakukan di B2TKS lab uji konstruksi BPPT PUSPITEK Serpong. Alat ini digunakan untuk mengukur UTS dan YS sebagai fungsi temperatur. Sedangkan uji komposisi kimia dilakukan di Poli Teknik Manufaktur Bandung. Jumlah sebanyak sampel 20 buah, 10 sampel untuk uji tarik baja karbon SA-213 TP304H dan 10 sampel berikutnya untuk stainless SA-213 TP304H. Bentuk dan geometri sampel uji terlihat seperti pada Gambar 4.



**Gambar. 4 Proses Preparasi Sampel untuk Uji Tarik dan untuk Uji Creep.**

Selanjutnya ditetapkan 10 temperatur pengujian dengan rentang dari 30°C - 650°C. Uji tarik di lakukan pertama untuk baja karbon SA-213 T22, dilanjutkan untuk karbon steel SA-213 TP304H.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil Uji Komposisi Kimia

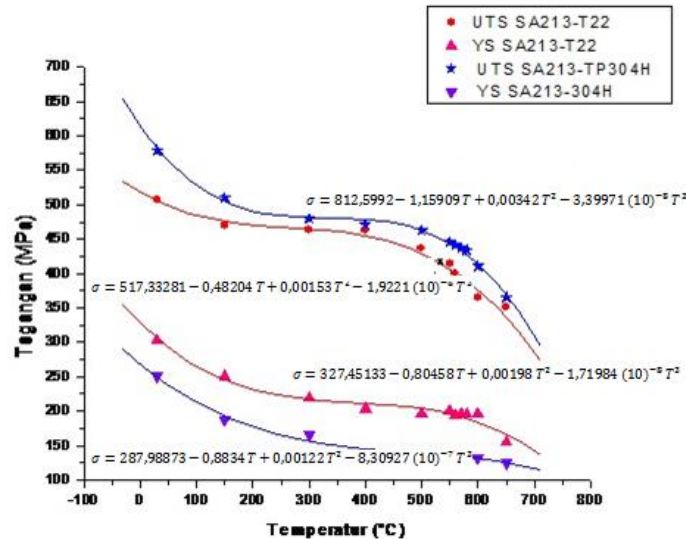
Tabel 2 menunjukkan data hasil uji komposisi kimia untuk material *ferritic* SA-213 T22 dan *austenitic* SA-213 TP304H yang masih baru kemudian dibandingkan dengan nilai standar [10]. Dalam Tabel 2 terlihat untuk sampel uji pertama mengandung Cr = 2,22214% berat, Mo = 0,89321% berat dan C = 0,18 % berat kandungan Cr dan Mo. Untuk sampel uji diperoleh kandungan kimia Cr = 18,6696 % berat, Ni = 0,2682 % berat, dan C = 0,0081 % berat. Merujuk pada referensi ASTM disimpulkan sampel pertama adalah cromoli ferritis SA-213 T22, sedangkan sampel ke dua termasuk pada kelompok *austenitic stainless steel* SA-213 TP304H.

**Tabel 2. Hasil Analisis Komposisi Kimia Ferritic SA-213 T22 dan Austenitic SA-213 TP304H**

Unsur	Komposisi Kimia SA 213-T22		Komposisi Kimia SA -213 TP304H	
	Hasil Uji	Nilai Standar [4]	Hasil Uji	Nilai Standar [4]
C	0,18171	0,15	0,0811	0,04 - 0,10
Si	0,22904	0,5	0,4854	< 0,75
S	0,017	0,03	0,0057	< 0,030
P	0,01237	0,03	0,0209	< 0,040
Mn	0,45988	0,30 0,60	1,8114	< 2,00
Ni	0,1142	---	10,2682	8,00 – 11,00
Cr	2,22214	1,90 - 2,60	18,6696	18,00 – 20,00
Mo	0,89321	0,87 – 1,13	0,1068	---

### Hasil Uji Tarik Temperatur Tinggi

Grafik hasil uji tarik temperatur tinggi untuk material SA-213T22 dan SA-213TP304H dapat dilihat pada Gambar 5, keduanya memenuhi standar spesifikasi ASME 213 pada Tabel 1. Kurva UTS, dan YS SA-213 TP304H terletak di bagian atas dan bawah sedangkan untuk material SA-213 T22, di apit di antaranya.



Gambar 5. Hasil Uji Tarik Temperatur Tinggi untuk Material SA-213 T22 dan SA-213 TP304H.

Di atas temperatur 540°C harga UTS yang menurun signifikan terutama untuk material SA-213 T22, hal ini dibuktikan dengan terjadinya penurunan ketahanan mekanik material dari 0,37 Mpa/1°C menjadi 1 Mpa/1°C sedangkan sebelum temperatur tersebut hanya sebesar 0,37 Mpa/1°C. Hal yang serupa terjadi untuk material SA-213 TP304H peningkatan laju penurunan kekuatan tarik baru terjadi diatas temperatur 580°C, peningkatannya dari 0,17 Mpa/1°C menjadi 0,78 Mpa/1°C. Data pengukuran pertambahan panjang pada temperatur konsisten dengan faka diatas. Untuk material SA-213 T22 di sekitar temperatur 540°C mengalami kenaikan pertambahan panjang dari 26,7% menjadi 34%. Sedangkan untuk material SA-213 TP304H terjadi peningkatan pertambahan panjang di sekitar temperatur 600°C yaitu dari 27,7% menjadi 34,3%. Dari data hasil pengujian kekuatan tarik temperatur tinggi pipa ferritic SA-213 T22 mengalami penurunan UTS yang besar diatas temperatur 540°C, dengan nilai UTS 445,3 Mpa, sedangkan untuk pipa austenitic SA-213 TP304H terjadi pada temperatur 580°C dengan UTS 433 Mpa.

## KESIMPULAN

Dari hasil uji tarik temperatur tinggi disekitar temperatur operasi boiler 550°C, nilai UTS dari ferritic SA-213 T22 sekitar 414,4 Mpa, sedangkan untuk austenitic SA-213 TP304H nilai UTS sebesar 445,3 Mpa. Tampak bahwa pada temperatur tersebut material austenitic lebih besar dari ferritic sehingga kerusakan pipa lebih banyak terjadi pada pipa ferritic.

Laju penurunan kekuatan tarik secara drastis pada material austenitic terjadi pada temperatur 580°C sedangkan pada ferritic terjadi pada temperatur 540°C.

**DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Viswanathan, R. 1995. *Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Components* (3rd ed). Metals Park, Ohio: ASM International.
- [2] Cocks C. F. and Leckie F. A. 1975. *Deformation Bounds for Cyclically Loaded Shell Structures Operating Under Creep Conditions* . Transaction of the ASME, Journal of Applied Mechanics, Vol. 55.
- [3] Sourmail, T. 2001. *Material Science and Technology*
- [4] Landolt-Börnstein. 2004. *Materials, subvolume B. Creep Properties of Heat Resistant Steels and Superalloys*. Germany: Springer.
- [5] Moran M.J. and Howard N. Shapiro. 2006. *Fundamentals of Engineering Thermodynamics* (5<sup>th</sup> ed). England : John Wiley & Sons. Inc.
- [6] ASTM A-312/A 312M. 2000. *Standard Specification for Seamless and Welded Austenitic Stainless Steel Pipes*. USA: ASTM International –
- [7] Callister, D. William. 2007. *Materials Science an Engineering: an Intruduction* 7<sup>th</sup> ed. United States of America: John Wiley & Sons, Inc.
- [8] Purwono, Sari. 2010. *Data Operasional Boiler Unit 3 Juni 2010* -limited. PT. Indonesia Power UBP Suralaya.

## **PENGARUH PROSES *HOT FORGING* PADA MATERIAL BAJA KARBON RENDAH YANG DIPADU DENGAN SiC**

**Saefudin, Dedi Irawan, Toni Bambang Romijarso**

Pusat Penelitian Metalurgi Dan Material LIPI – Tangerang Selatan

*Email : Saef1959@gmail.com*

### **Abstrak**

*Pada percobaan penelitian ini telah dilakukan dua proses pengerjaan yaitu pertama proses peleburan baja karbon rendah dari hasil proses peleburan antara scalling baja dan besi laterit kadar Ni rendah dipadu dengan unsur SiC. Yang dilanjutkan dengan proses hot forging. Dari hasil uji mekanik yaitu kekerasan dan pemeriksaan metalografi hasil paling baik adalah proses hot foding dengan kekerasan paling tinggi ( tidak terukur oleh Alat Uji Kekerasan HB) >999.9HB. Si = 3.2%, Ni = 0.54%, Cr = 0.28% dan Mn = 0.15% .*

**Kata kunci :** *Baja karbon rendah, besi laterit, SiC, Proses peleburan, proses hot forging,*

### **PENDAHULUAN**

Pada penelitian ini material yang digunakan adalah baja karbon rendah hasil dari proses peleburan antara *scalling* baja dan besi laterit kadar Ni rendah yang dipadu dengan unsur SiC. Dari hasil baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC ini kemudian di proses *hot forging*. Pada proses pemaduan baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC ini efek pengerasan material akibat dari penambahan kadar unsur C dan Si yang merubah struktur mikro yang berfasa terdapat pada diagram kesetimbangan Fe-Fe<sub>3</sub>C. Fasa perlit dan sementit atau perlit dan ledeburit yang bersifat keras. efek pengerasan dari pengerjaan panas, dimana proses yang terjadi adalah butir berbentuk pipih dalam keadaan suhu tinggi kemudian timbul inti-inti kristal pada batas butir. Kemudian inti kristal tumbuh besar dan saling bertemu dengan inti kristal yang tumbuh lainnya sehingga membentuk kristal baru. Beban deformasi yang sangat tinggi menyebabkan batas butir yang terjadi semakin banyak dan inti kristal akan lebih banyak pula sehingga kristal menjadi berbutir halus. Berbutir halus akan mempunyai batas butir banyak. Sehingga gerakan dislokasi susah bergerak sehingga material tersebut menjadi bersifat kuat dan keras. Pada penelitian ini difokuskan pada pengaruh *hot forging* pada material baja karbon rendah yang dipadu dengan SiC. Dengan melihat sifat kekerasannya dan hasil struktur mikro. ditujukan untuk mendapatkan sifat material yang optimal.

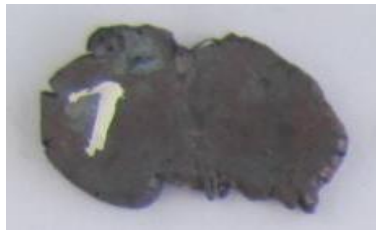


**Gambar 1. Tungku Muffle (Tungku pemanasan)**

### LANGKAH PERCOBAAN PENELITIAN

Dari material baja karbon rendah dari hasil peleburan antara *scalling* baja dan besi laterit Ni kadar rendah yang dipadu dengan unsur SiC kemudian diproses *hot forging*. Dimana sampel dipanaskan pada tungku *muffle* pada suhu sekitar 890°C ditahan selama 1 jam. Dengan menggunakan tungku pemanasan seperti pada Gambar 1. Setelah suhu pemanasan telah tercapai sampel satu persatu dikeluarkan dari tungku *muffle*. Selanjutnya diproses *hot forging* menggunakan mesin tempa berkekuatan 100 ton. Hasil *forging* dapat dilihat pada Gambar 2.

Dari sampel pada Gambar 2 kemudian dilakukan preparasi sampel untuk pengujian yaitu diratakan dari kedua permukaannya diampelas kasar diuji komposisi kimia, uji kekerasan dan pemeriksaan metalografi . Dengan digram alir percobaan seperti terlihat dalam Gambar 3.



Sampel I

Berat awal : 66,32 gr

Penambahan SiC : 11 gr



Sampel II

Berat Awal : 68,69 gr

Penambahan SiC : 11,3 gr



Sampel III

Berat Awal : 50,62 gr

Penambahan SiC : 8,13 gr



Sampel IV

Berat Awal : 41,84 gr

Penambahan SiC : 7 gr

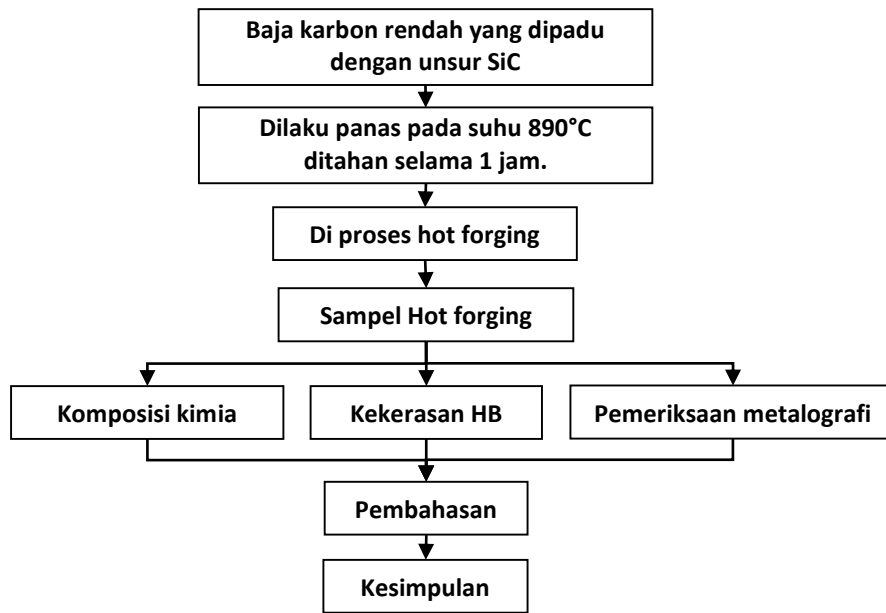


Sampel V

Berat Awal : 46,42 gr

Penambahan SiC : 7,08 gr

**Gambar 2. Sampel hasil hot forging dari material baja karbon rendah yang dipadu dengan SiC.**



**Gambar 3. Diagram alir percobaan penelitian.**

**Hasil Data Percobaan Penelitian.**

Material baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC, dengan komposisi seperti pada Tabel 1.

**Tabel 1. Hasil komposisi semua sampel dari material baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC dengan alat Spektro meter.**

No	Komposisi	Sampel (%)				
		I	II	III	IV	V
1	C	1.60840	1.5509	0.06961	1.65199	2.51301
2	Si	2.85092	0.58398	0.22604	3.20318	4.54053
3	S	0.0994	0.0395	0.0490	0.0505	0.0877
4	P	0.0056	0.003	0.0072	0.0072	0.0029
5	Mn	0.09671	0.10497	0.39776	0.15149	0.09068
6	Ni	0.31788	0.6647	0.99611	0.53966	1.10010
7	Cr	0.14693	0.10358	0.04432	0.27978	0.14754
8	Mo	0.02139	0.03370	0.04875	0.2070	0.02313
9	V	0.00271	0.00407	0.01244	0.00397	0.00161



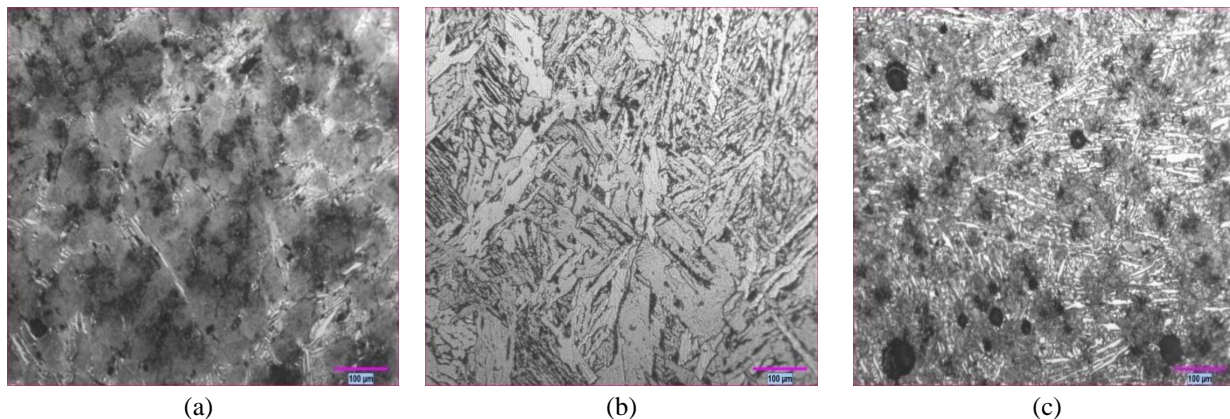
10	W	0.00871	0.01575	0.10075	0.02410	0.00543
11	Ti	0.00551	0.00569	0.01383	0.00766	0.00734
12	Sn	0.02628	0.01762	0.03367	0.05056	0.02925
13	Al	0.01418	0.01411	0.18691	0.02078	0.01548
14	Pb	0.01171	0.02235	0.08897	0.02525	0.01133
15	Nb	0.00749	0.00891	0.04373	0.00998	0.00655
16	Zr	0.00594	0.00527	0.01771	0.00667	0.00603
17	Zn	0.01198	0.02135	0.08759	0.02322	0.01054
18	Cu	0.08733	0.07400	0.0983	0.37391	0.09811
19	FE	94.6709	96.7291	97.4972	93.5494	91.3028

Hasil kekerasan dengan Pengujian Kekerasan dengan Hardness Brinell semua sampel dari material baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC dapat dilihat pada Tabel 2.

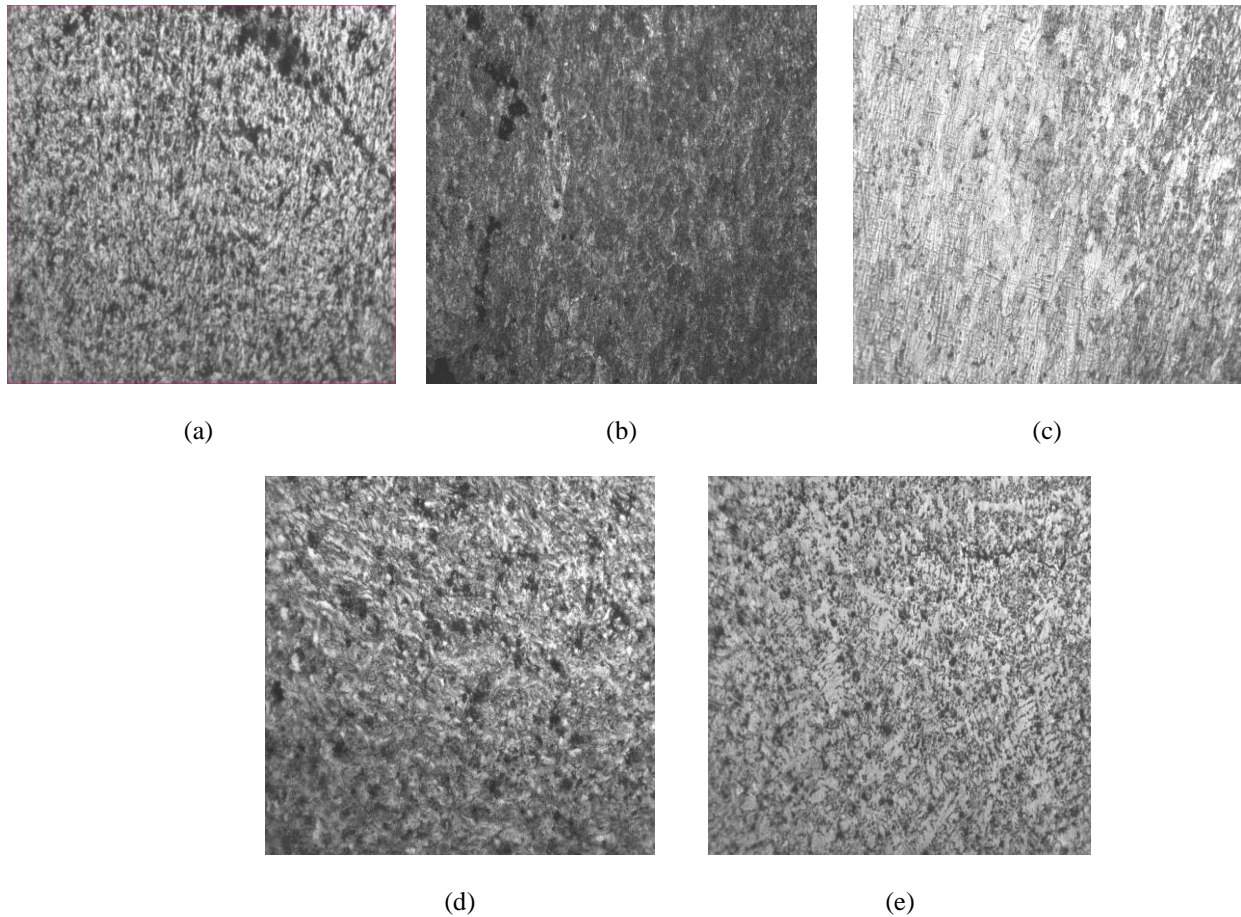
**Tabel 2. Hasil kekerasan semua sampel dari material baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC**

	<b>Kekerasan (HB)</b>				
	<b>Sampel I</b>	<b>Sampel II</b>	<b>Sampel III</b>	<b>Sampel IV</b>	<b>Sampel V</b>
<b>Tanpa Proses Hot Forging</b>	463	494	335	428	350
<b>Dengan Proses Hot Forging</b>	557.88	296.95	397.5	Tidak terukur	472.33

Hasil metalografi semua sampel dari material baja karbon rendah yang dipadu dengan unsur SiC dapat dilihat pada Gambar 4.



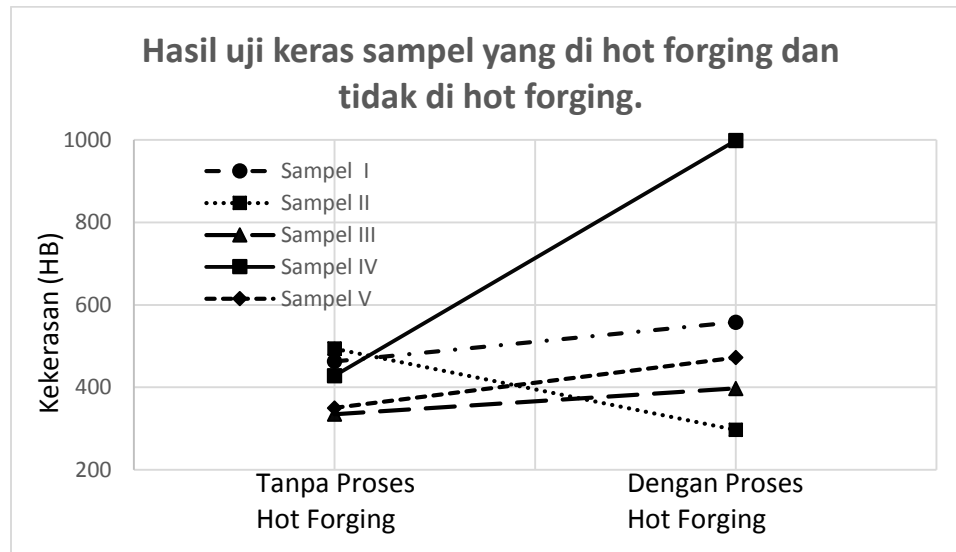




**Gambar 5. Sampel Baja Karbon Rendah yang di padu dengan SiC dengan proses di Hot Forging (a) Sampel I (b) Sampel II (c) Sampel III (d) Sampel IV (e) Sampel V**

ferit dan perlit dan kalau dilihat pada hasil komposisi kimia kadar karbon dan silicon yang ada sangat rendah dibandingkan dengan yang lainnya yaitu  $C=0.067\%$  dan  $Si=0.23\%$ .

Bila dilihat hasil kekerasan pada hasil baja karbon rendah yang dipadu dengan SiC justru kebalikannya sampel II yang paling rendah yaitu 296.95 HB fasa yang ada ferit dan perlit butir kasar disbanding dengan sampel-sampel lainnya. Dan kenapa kekerasan sampel II lebih rendah dibandingkan sampel III padahal kandungan karbon yang ada lebih tinggi yaitu  $C = 1.55\%$  dan  $Si = 0.58\%$  seharusnya sampel II lebih tinggi dari pada sampel III hasil kekerasannya kalau dilihat aspek komposisinya, tetapi kenyataan lain bahwa sampel III lebih keras dari pada sampel II dilihat hasil struktur mikronya berfasa ferit dan perlit berbutir pipih, kejadian ini akibat pada proses hot foting dua kali langkah penekannya, sehingga langkah penekanan pertama keadaan sampel masih suhu tinggi. Kemudian langkah kedua keadaan sampel mengalami suhu turun sehingga terjadi deformasi plastis dalam keadaan dingin maka hasil butir pada sampel III berbentuk pipih, bentuk butir pipih ini yang mengakibatkan terjadinya pengerasan regangan pada material tersebut sehingga hasil material bersifat kekerasan tinggi. Sedang sampel yang hasil kekerasan paling tinggi sampel IV dimana kekerasan yang diperoleh tidak terukur dengan alat HB yaitu 999.9 HB fasa yang ada perlit dan sementit berbutir halus sebab berbutir halus mempunyai batas butir banyak, sehingga gerakan dislokasi susah bergerak maka material tersebut bersifat keras ditambah fasa perlit dan sementit yang bersifat keras juga.



**Gambar 14. Hasil Kekerasan Sampel yang di proses hot forging dan tidak**

Dan sampel yang paling keras juga tetapi terukur adalah sampel I kekerasan yang diperoleh 557.88 HB fasa yang ada perlit dan sementit kenapa kadar C sama dan fasa yang ada sama berbutir halus sama ternyata pada sampel IV kandungan Cr, Ni, Mn dan Si lebih tinggi dari pada sampel I yaitu Ni= 0.54% Si= 3.20% dan Mn=0.15% Cr= 0.28% sehingga kekerasan akan lebih tinggi. Dari hasil kedua bahan tersebut kekerasan paling baik adalah baja karbon rendah yang dipadu dengan Si terus diproses hot forging.

### Kesimpulan

1. Dari kedua proses dari material yang komposisi yang sama tetapi proses pengerjaan yang berbeda yaitu yang pertama hasil proses peleburan baja karbon rendah dari hasil peleburan antara scalling baja dan besi laterit kadar Ni rendah yang kemudian dipadu dengan unsur SiC, kemudian yang kedua baja karbon rendah yang dipadu dengan SiC terus diproses hot forging ternyata hasil yang paling baik adalah proses yang kedua baja karbon rendah yang dipadu dengan SiC terus diproses hot forging.
2. Kekerasan yang paling tinggi adalah sampel IV kekerasan yang diperoleh tidak terukur yaitu 999.9HB. Kekerasan tinggi tetapi terukur dengan alat uji HB adalah sampel I kekerasan yang diperoleh 557.88 HB kedua sampel tersebut dari proses hot forging fasa yang diperoleh sama perlit dan sementit berbutir halus ternyata ditinjau dari komposisi sampel IV kadar Si, Cr, Mn dan Ni nya lebih tinggi, yaitu Si = 3.2%, Ni = 0.54%, Cr = 0.28% dan Mn = 0.15% .
3. Kesalahan teknis pada kedua proses pengerjaan kedua duanya ada yaitu pada proses peleburan dari baja karbon rendah dipadu dengan SiC pada sampel II kekerasan tinggi akibat fasa martensit akibat sampel keadaan panas didinginkan dengan media air, kekerasan yang diperoleh 494 HB. Yang kedua dari baja karbon rendah yang dipadu dengan SiC terus diproses hot forging pada sampel III dua kali langkah penekanan forging sehingga akibatnya hasil berbutir pipih hal ini karena langkah penekanan pertama suhu penekanan masih keadaan suhu tinggi, langkah kedua keadaan suhu turun sehingga terjadi deformasi plastis dingin sehingga berbutir pipih.

### Daftar Pustaka

1. Van Vlack.L.H.1989. *Elemens of Materral Science and Engineering*. Published by person education inc. publishing as prentice hal.16<sup>th</sup> edition ISBN 0201093146

2. Avner "Introduction to Physical Metallurgy" Second Edition oppy Right © 1974,1964 by McGraw Hill. Inc.
3. E.R.PettyBcc Phd.AJM "Physical Metallurgy Of Engineering Materials" George Allen and Unwin Ltd.
4. 4. Dieter " Mechanical Metalurgi " Mc Graw Hill Second Edition, 1976.

## **Analisa Pengaruh Tempering Dengan Variasi Temperatur Dan Waktu Penahanan Terhadap Kekuatan Sambungan Las Aluminium Alloy Seri: 6xxx**

Dhimas Satria<sup>1, a</sup>, Mohammad Fawaid<sup>2</sup>, Haryadi<sup>3</sup>, Sunardi<sup>4</sup>, Rina Lusiani<sup>5</sup>, Erni Listijorini<sup>6</sup> dan Edo Putra Agustyra<sup>7</sup>

<sup>1,2,3,4,5,6,7</sup>Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

<sup>a</sup>[dhimas@untirta.ac.id](mailto:dhimas@untirta.ac.id)

### **Abstrak**

*Aluminium dan paduannya memiliki sifat mampu las yang kurang baik. Hal ini disebabkan oleh sifat aluminium sendiri seperti konduktivitas panas yang tinggi, koefisien muai yang besar, bersifat reaktif dengan udara membentuk lapisan aluminium oksida yang menyebabkan cacat las. Maka pada penelitian ini akan dikaji suhu dan waktu penahanan terbaik untuk dilakukannya tempering, mengetahui nilai kekuatan tarik dan luluh, serta nilai kekerasan aluminium setelah diberi perlakuan panas berupa tempering. Aluminium yang telah di las, diberi panaskan kembali sampai temperatur 520<sup>0</sup> C, kemudian di quenching dengan media air selama 30 menit selanjutnya diberi perlakuan panas kembali berupa tempering dengan varian temperatur 180<sup>0</sup> C, 200<sup>0</sup> C dan 220<sup>0</sup> C, dengan waktu penahanan 1,2 dan 3 jam. Pengujian yang dilakukan adalah pengujian tarik, pengujian mikro stuktur dan pengujian mikro vickers. Nilai kekuatan tarik pada aluminium yang telah ditemper dengan suhu 200<sup>0</sup> C yaitu 99 N/mm<sup>2</sup> lebih tinggi dari aluminium yang tidak mendapatkan pemanasan yaitu 97 N/mm<sup>2</sup>. Kekerasan yang stabil pada logam lasan, daerah haz dan logam lasan didapat pada aluminium dengan temperatur temper 200<sup>0</sup> C dan waktu penahanan 1 jam yaitu 51,5, 50,25 dan 49,8 HVN.*

**Kata kunci:** Aluminium alloy 6xxx, tempering, quenching, waktu penahanan

### **PENDAHULUAN**

Aluminium merupakan logam ringan yang mempunyai ketahanan korosi yang baik dan hantaran listrik yang baik dan sifat – sifat yang baik lainnya sebagai sifat logam. Sebagai tambahan terhadap, kekuatan mekaniknya yang sangat meningkat dengan penambahan Cu, Mg, Si, Mn, Zn, Ni, dsb. Secara satu persatu atau bersama-sama, memberikan juga sifat-sifat baik lainnya seperti ketahanan korosi, ketahanan aus, koefisien pemuaian rendah<sup>[4]</sup>. Material ini dipergunakan di dalam bidang yang luas bukan saja untuk peralatan rumah tangga tapi juga dipakai untuk keperluan material pesawat terbang, mobil, kapal laut, konstruksi. Aluminium adalah unsur melimpah ketiga terbanyak dalam kerak bumi (sesudah oksigen dan silikon), mencapai 8,2 % dari massa total. Paduan jenis Al-Mg-Si (seri 6xxx). Elemen paduan seri 6xxx adalah magnesium dan silikon. Paduan ini termasuk dalam jenis yang dapat diperlaku - panaskan dan mempunyai sifat mampu potong dan daya tahan korosi yang cukup. Sifat yang kurang baik dari paduan ini adalah terjadinya pelunakan pada daerah las sebagai akibat dari panas pengelasan yang timbul. Paduan jenis ini banyak digunakan untuk tujuan struktur rangka.

Peningkatan kekuatan dan kekerasan logam paduan disebabkan oleh adanya 10 atom-atom yang larut yang menghambat pergerakan dislokasi dalam kristal sewaktu deformasi plastik. Secara garis besar paduan aluminium dibedakan menjadi dua jenis yaitu paduan aluminium tempa dan aluminium cor.

## METODE



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

Pada proses ini material aluminium seri 6xxx dipanaskan kembali sampai mencapai suhu 520<sup>0</sup> C, perlakuan panas pada aluminium paduan dilakukan dengan memanaskan sampai terjadi fase tunggal kemudian ditahan beberapa saat dan diteruskan dengan pendinginan cepat hingga tidak sempat berubah ke fase lain. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan presipitat hardening. Presipitation Hardening adalah proses penguatan paduan logam dengan menyebarkan partikel-partikel halus secara merata. dengan proses penuaan (*aging*) yang sebelumnya telah mengalami proses pemanasan (*solution treatment*) dan pencelupan cepat (*quenching*).

Sesudah dilakukan pencelupan cepat (*quenching*), dilakukan proses presipitation heat treatment yaitu memanaskan kembali paduan yang telah diquenching dengan varian suhu yaitu 180<sup>0</sup> C, 200<sup>0</sup> C dan 220<sup>0</sup> C, dengan varian waktu penahanan yaitu 1 jam, 2 jam dan 3 jam. Pada tahap ini atom-atom yang dipaksa diam mulai kembali bergerak karena proses pemanasan yang dilakukan dan berdifusi membentuk presipitat fasa kedua, kehadiran presipitat inilah yang akan memberikan efek penguatan. Presipitat yang tersebar secara halus dan merata akan menghambat gerakan dislokasi.

Untuk mengetahui karakteristik dan sifat mekanisme terutama pada kekuatan sambungan las akibat pengaruh tempering, maka akan dilakukan pengujian tarik, pengujian metalografi dan pengujian kekerasan.

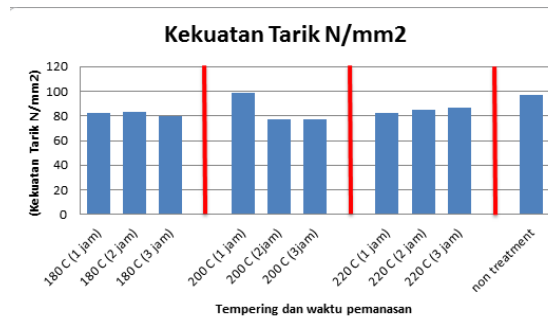
## HASIL DAN PEMBAHASAN HASIL PENGUJIAN TARIK

Pengujian tarik dilakukan untuk mendapatkan kekuatan luluh (*yield strength*), kekuatan tarik (*tensile strength*), dan *elongation* dari material aluminium alloy 6xxx yang telah dilakukan pengelasan dan dipanaskan kembali dengan suhu heat 520<sup>0</sup> C diquenching kemudian ditempering kembali dengan suhu yg berbeda yaitu, 180<sup>0</sup> C, 200<sup>0</sup> C, dan 220<sup>0</sup> C serta variasi suhu yang berbeda antara 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Standar yang digunakan dalam pengujian tarik ini adalah ASTM E-8. Sehingga dapat diketahui nilai pengujian tarik sebagai berikut :

**Tabel 1. Data Hasil Pengujian Tarik**

Sampel	Suhu Temper dan Holding Time	Yield strength (N/mm <sup>2</sup> )	Tensile strength (N/mm <sup>2</sup> )	Elongation (%)
1	180 <sup>0</sup> C (1 jam)	58	82	3,66
2	180 <sup>0</sup> C (2 jam)	60	83	3,42
3	180 <sup>0</sup> C (3 jam)	57	80	4,86
4	200 <sup>0</sup> C (1 jam)	61	99	8,13
5	200 <sup>0</sup> C (2 jam)	58	77	3,37
6	200 <sup>0</sup> C (3 jam)	51	77	6,17
7	220 <sup>0</sup> C (1 jam)	64	82	2,71
8	220 <sup>0</sup> C (2 jam)	60	85	7,72
9	220 <sup>0</sup> C (3 jam)	60	87	11,12

Data hasil pengujian tarik menunjukkan bahwa suhu tempering dan waktu penahanan saat tempering mempengaruhi terhadap kekuatan tarik (*Tensile Strength*), kekuatan luluh (*yield strength*), dan elongation dari material hasil pengelasan aluminium alloy seri 6xxx. Dan berdasarkan data yang telah didapat dari hasil pengujian maka didapati nilai kekuatan tarik yang dapat dilihat.



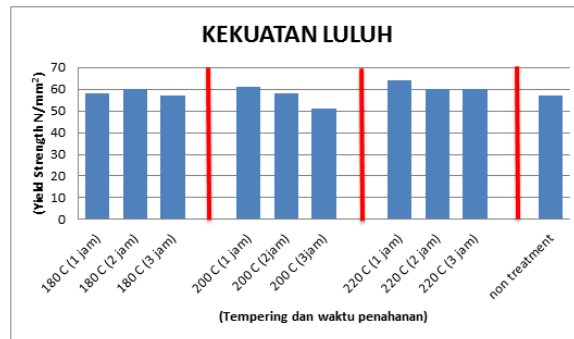
**Gambar 2. Kurva Kekuatan Tarik**

Pada gambar 2 menunjukkan bahwa pada sampel yang telah dilakukan pengelasan SMAW serta mendapat perlakuan panas, didinginkan dengan media air serta di tempering kembali dengan suhu dan waktu penahanan yang berbeda didapatkan kekuatan tarik pada aluminium yang telah ditemper dengan suhu 200<sup>0</sup> C yaitu 99 N/mm<sup>2</sup> lebih tinggi dari aluminium yang tidak mendapatkan pemanasan yaitu 97 N/mm<sup>2</sup>. Dari hasil pengujian tarik ini menunjukkan bahwa suhu tempering dan waktu penahanan saat tempering sangat mempengaruhi nilai kekuatan tarik. Semakin tinggi suhu penemperan dan semakin lama dидiamkan pada suhu tersebut (lama penemperan) maka akan semakin banyak persipitan yang terbentuk. hal tersebut disebabkan karena paduan



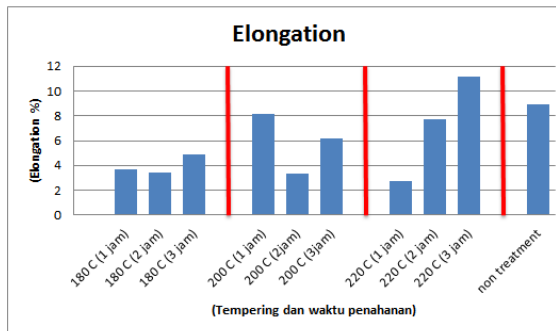
logam yang dipanaskan kembali pada suhu tertentu maka senyawa fasa akan larut – padat dalam satu fasa yang relatif homogen, fasa yang relatif homogen tersebut bila didinginkan akan membentuk fasa larut – padat super jenuh. Kemudian setelah di tempering terbentuklah persipitan berupa partikel endapan fasa yang halus dan tersebar merata sehingga mengakibatkan material menjadi ulet dan ketangguhannya naik.

Namun dari kekuatan tarik ini tidaklah cukup digunakan sebagai acuan untuk menentukan suhu tempering dan waktu penahanan yang baik dalam hasil pengelasan aluminium tanpa memperhatikan kekuatan luluh (*yield strength*) dan elongation yang diperoleh. Pada gambar menunjukkan nilai kekuatan luluh.



**Gambar 3. Kurva Kekuatan Luluh**

Dari gambar 3 memperlihatkan kembali bahwa kekuatan luluh pada dengan suhu penemperan 200<sup>0</sup> C dengan waktu penahanan 1 jam 61 N/mm<sup>2</sup> lebih baik dari material yang tanpa mendapatkan perlakuan panas yaitu 57 N/mm<sup>2</sup>. Hal ini terjadi karena presipat yang terbentuk akibat proses penemperan menghambat dislokasi yang terjadi didalam struktur aluminium alloy 6xxx, sehingga kekuatan luluh dari material tersebut menjadi meningkat. Pada gambar 4.6 menunjukkan nilai elongation atau perubahan panjang yang terjadi pada sampel uji setelah dilakukan pengujian tarik.



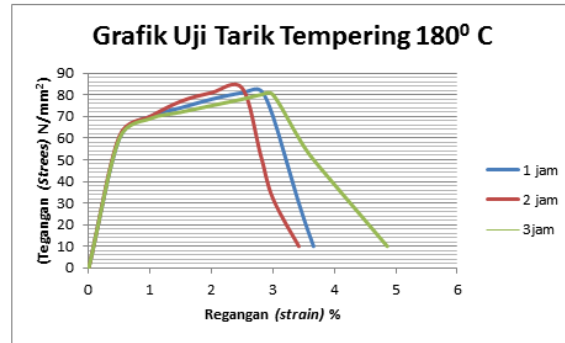
**Gambar 4. Kurva Elongation**

Pada gambar 4 nilai elongation tertinggi dimiliki sampel dengan suhu tempering 220<sup>0</sup> C dengan waktu penahanan 3 jam yaitu senilai 11,12%, dan nilai elongation terendah dimiliki sampel dengan suhu tempering 220<sup>0</sup> C dengan waktu penahanan 1 jam.

Dari data-data yang telah didapat dapat dianalisa bahwa suhu dan waktu penahanan sangat berpengaruh pada kekuatan tarik, kekuatan luluh dan elongation pada material aluminium alloy seri 6xxx yang telah dilakukan pengelasan dan pemanasan berupa tempering.

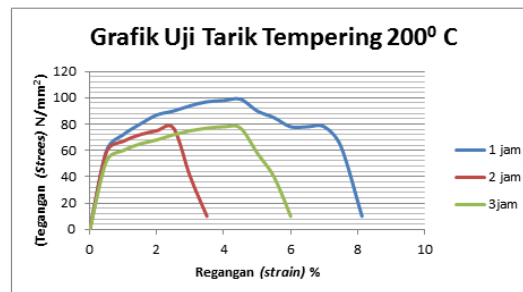
Ini terlihat dari kekuatan tarik dan kekuatan luluh berbanding lurus, dimana kekuatan tarik dan kekuatan luluh akan mengalami kenaikan nilai tergantung dari suhu tempering dan waktu penahannya. Pada sampel 180<sup>0</sup> C

dengan varian suhu penahanan yaitu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam memiliki nilai yg lebih rendah dibandingkan dengan suhu tempering 200<sup>0</sup> C dan 220<sup>0</sup> C. Hal ini dikarenakan pada proses presipitation heat treatment ini memanaskan kembali paduan yang telah di-*quenching*. Pada tahap ini atom-atom yang dipaksa diam mulai kembali bergerak karena proses pemanasan yang dilakukan dan berdifusi membentuk presipitat fasa kedua, kehadiran presipitat inilah yang akan memberikan efek penguatan. Presipitat yang tersebar secara halus dan merata akan menghambat gerakan dislokasi.



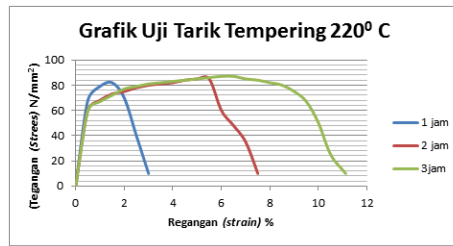
**Gambar 5. Grafik Uji Tarik Tempering 180<sup>0</sup> C**

Dari gambar 5 didapat pada spesimen dengan suhu tempering 180<sup>0</sup> C dan waktu penahanan 1 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 82 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 3,66%, pada spesimen dengan waktu penahanan 2 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 83 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 3,42%, sedangkan pada spesimen dengan waktu penahanan 3 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 80 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 4,86%.



**Gambar 6. Grafik Uji Tarik Tempering 200<sup>0</sup> C**

Gambar 6 didapat pada spesimen dengan suhu tempering 200<sup>0</sup> C dan waktu penahanan 1 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 99 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 8,13%, pada spesimen dengan waktu penahanan 2 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 77 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 3,37%, sedangkan pada spesimen dengan waktu penahanan 3 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 77 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 6,17%.



Gambar 7. Grafik Uji Tarik Tempering 220° C

Gambar 7 didapat pada spesimen dengan suhu tempering 220<sup>0</sup> C dan waktu penahanan 1 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 82 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 2,71%, pada spesimen dengan waktu penahanan 2 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 85 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 7,72%, sedangkan pada spesimen dengan waktu penahanan 3 jam diperoleh nilai tegangan (*stress*) 87 N/mm<sup>2</sup> dan nilai regangan (*strain*) 11,12%.

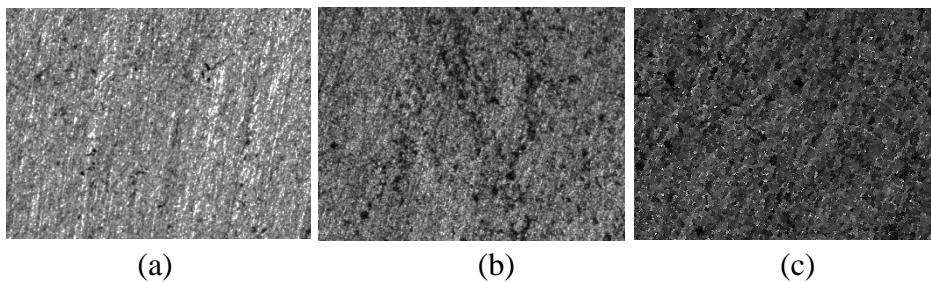
### HASIL PENGUJIAN METALOGRAFI

Dari hasil metalografi yang telah dilakukan didapat secara foto struktur mikro pada masing – masing pembagian daerah meliputi logam induk, HAZ dan logam las, etsa yang digunakan pada metalografi ini adalah HF 5 ml, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 ml dan air dan dapat dilihat seperti pada gambar dibawah ini.



Gambar 8. Spesimen Metalografi

Hasil metalografi pada material yang mendapatkan perlakuan panas tempering pada temperatur 200<sup>0</sup> C dan waktu penahanan 1 jam mendapatkan hasil yang baik, dikarenakan pada suhu tempering tersebut presipitan yang terbentuk menyebar merata, sehingga dislokasi yang terjadi kecil.

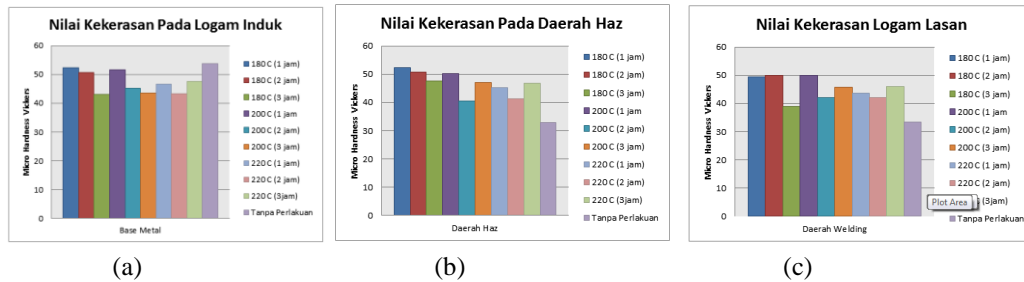


Gambar 9. Struktur Mikro Temper 200°C Logam Induk (a), Haz (b) Dan Logam Lasan (c)

### HAIL PENGUJIAN KEKERASAN

Distribusi nilai kekerasan pada lasan berkaitan dengan daerah Haz. Hal ini dipengaruhi suhu tempering dan waktu penahanan yang dilakukan. Dikarenakan tempering dan waktu penahanan bertujuan untuk mengurangi tegangan sisa yang terjadi setelah material induk mengalami pengelasan.

Pada gambar 10 dapat dilihat nilai kekerasan yang didapat dari material yang diperlakukan tempering dengan suhu penahanan yang berbeda dengan menggunakan alat uji mickro vickers.



**Gambar 10. Kurva Nilai (a) Kekerasan Pada Logam Induk, (b) Kekerasan Pada Daerah Haz, (c) Kekerasan Pada Logam Lasan**

Dari hasil data yang dapat dilihat pada tabel dapat dianalisa bahwa pada logam induk nilai kekerasan yang baik berada pada material yang tanpa mendapatkan pemanasan, untuk nilai kekerasan yang baik pada daerah haz ada pada material yg mendapatkan tempering pada suhu 180<sup>0</sup> C dengan waktu penahanan 1 jam sedangkan pada logam lasan nilai tertinggi berada pada material dengan suhu tempering 200<sup>0</sup> C dengan waktu penahanan selama 1 jam.

Kekerasan pada daerah HAZ diatas terdapat perbedaan nilai kekerasan. Terlihat bahwa nilai kekerasan yang paling tinggi adalah pada sampel material yang tanpa mendapatkan pemanasan kembali. Hal ini diakibatkan karena tidak terdapat perubahan struktur mikro pada material tersebut tetapi untuk nilai kekerasan pada daerah haz dan pada daerah logam induk terjadi penurunan drastis dikarenakan struktur mikro pada logam induk dan logam lasan tersebut tidak homogen dan mengakibatkan tegangan sisa dari hasil pengelasan tersebut sangat tinggi.

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Suhu dan waktu penahanan pada saat tempering sangat mempengaruhi sifat mekanik pada lasan material aluminium alloy 6xxx.
2. Nilai kekuatan tarik, kekuatan luluh, elongation terbaik berada pada sampel dengan suhu 2000 C dan dengan waktu penahanan 1 jam.
3. Nilai kekerasan yang tinggi berada pada spesimen tanpa perlakuan, hal ini menyebabkan kekerasan tinggi tetapi keuletan rendah.

## REFERENSI

- [1] T. Surdia, S.Saito, Handbook Pengetahuan Bahan Teknik, 1999.
- [2] J.R. Davis, Ed., Aluminum and Aluminum Alloys, ASM Specialty Handbook, ASM International, 1993
- [3] W.D. Callister, JR, Book Materials Science and Engineering: An Introduction, , 2007
- [4] Missori s, Sili, A Mechanical Behavior of 6082 – T6 Alumunium Alloy Welds. J Metall Sci Technol 2000
- [5] ASM Metal Handbook, Vol II, heat Treating Cleaning and Finishing, 8 th edition, 1964
- [6] ASM Metal Handbook Vol.8 ., 2008
- [7] ASTM International.(2009). Standard Test Method for UnconsolidatedUndrained Triaxial Compression Test on Cohesive Soils (ASTM D 2850), United State : ASTM International

## **Pengaruh Lubrikasi dan Luas Permukaan Kontak Terhadap Nilai Kekasaran Permukaan Pada Aluminium Sirkular Akibat Beban Impak**

Hairul Arsyad<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin, Makassar , Indonesia

[arsyadhairul@yahoo.com](mailto:arsyadhairul@yahoo.com)

### **Abstrak**

*Penelitian ini bertujuan mengetahui karakteristik kekasaran permukaan pada aluminium sirkular akibat beban impact dengan pemberian lubrikasi. Aluminium sirkular dengan ketebalan 1.5 mm diuji impact dengan metode drop weight test. Perbedaan luas permukaan kontak diperoleh dengan memvariasikan diameter spesimen yaitu; 2 mm, 3 mm, 4 mm, 5 mm, 6 mm dan 7 mm. Besarnya energi impact yang diberikan yaitu sebesar 1.12 J/mm<sup>2</sup> untuk tiap spesimen. Tingkat kekasaran permukaan dilihat dengan menggunakan surface roughness tester serta observasi permukaan menggunakan scanning electron microscope (SEM). Hasil pengujian tingkat kekasaran permukaan menunjukkan bahwa penggunaan lubrikasi dan tanpa lubrikasi di permukaan spesimen dengan pembebanan impact menghasilkan nilai kekasaran permukaan yang relatif sama sampai pada diameter 4 mm. Akan tetapi perbedaan kekasaran permukaan antara spesimen dengan lubrikasi dan tanpa lubrikasi menjadi sangat signifikan pada diameter 5 mm, 6 mm dan 7 mm. Dari hasil yang diperoleh ditemukan bahwa spesimen dengan lubrikasi menghasilkan tingkat kekasaran permukaan yang justru lebih tinggi dengan meningkatnya diameter spesimen, Sebaliknya spesimen tanpa lubrikasi menghasilkan kekasaran permukaan yang relative konstan untuk setiap diameter spesimen.*

**Kata Kunci:** Kekasaran permukaan, beban impact, lubrikasi, aluminium

### **PENDAHULUAN**

Pembuatan produk-produk logam dengan jalan memberi gaya deformasi hingga terjadi perubahan bentuk secara permanen dikenal dengan proses pembentukan logam (metal forming). Keuntungan utama dari proses ini adalah kekuatan produk yang dihasilkan lebih tinggi dibanding proses pabrikan lainnya. Proses pembuatan produk logam dengan jalan pembentukan logam dapat dilakukan pada temperatur ruang maupun pada temperatur tinggi [1].

Salah satu faktor yang berpengaruh pada proses pembentukan logam adalah gesekan antar permukaan benda kerja dan cetakan. Besarnya gaya pembentukan yang diberikan untuk merubah bentuk logam menjadi bentuk yang diinginkan salah satunya untuk mengatasi gesekan yang terjadi antara penekan dengan benda kerja serta dengan cetakannya. Besarnya gaya deformasi untuk mengatasi gesekan dapat mencapai 30% hingga 40 % [2]. Tingginya gesekan yang terjadi dapat berakibat pada peningkatan gaya deformasi yang dibutuhkan serta dapat menjadi penyebab terjadinya cacat deformasi. Penggunaan lubrikan merupakan cara yang digunakan untuk mereduksi tingginya gesekan yang terjadi. Selain itu pula lubrikan juga bertujuan media untuk mengurangi panas yang timbul akibat gesekan serta mempermudah aliran logam selama deformasi untuk mengalir mengisi rongga cetak[3].

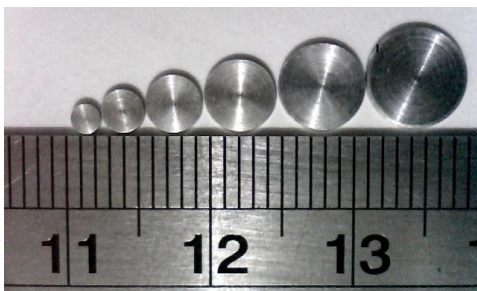
Beberapa penelitian berkaitan dengan ukuran spesimen uji dan penggunaan pelumasan pada proses pembentukan logam telah banyak dilakukan. Bin dkk telah meneliti efek pelumasan terhadap tegangan alir dan aspek tribologi pada silinder pejal dengan melakukan penekanan. Penelitiannya menemukan bahwa telah terjadi penurunan tegangan alir dengan berkurangnya luas silinder pejal khususnya pada benda uji silinder dengan menggunakan pelumasan [4].

Perilaku gesekan pada proses perubahan bentuk dengan penekanan pada benda uji berbentuk silinder juga dilakukan oleh Chan dkk, hasil penelitiannya menunjukkan bahwa fenomena deformasi berkaitan dengan besar kecilnya gesekan yang juga berhubungan erat dengan perubahan aliran tegangan (*flow stress*) yang berdampak pada deformasi lokal, efek *springback*, dan *interfacial friction stress* [5]. Penelitian yang berkaitan dengan pengaruh ukuran benda uji dilakukan oleh Deng dkk terhadap perilaku deformasi permukaan dengan pengujian tekan (*compression test*) pada aluminium murni berbentuk silinder. Menurut Deng dkk bahwa ukuran spesimen, ukuran butiran penyusun dan juga ukuran *asperity* memainkan peranan dalam gesekan antar butiran (*Interfacial friction*) [6].

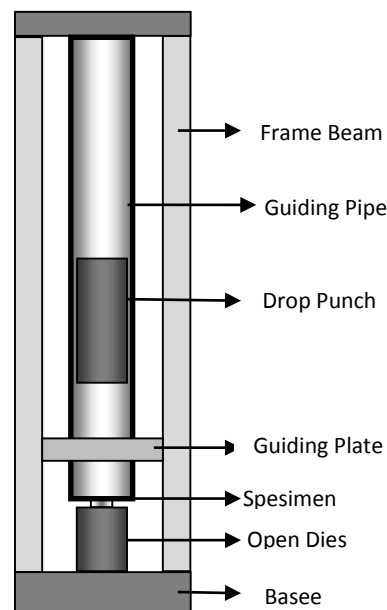
Peneliti lainnya adalah Krishnan *et al* (2004, 2005) yang melakukan kajian terhadap efek gesekan pada benda uji CuZn30 yang berbentuk pin. Krishnan menggunakan proses ekstrusi terhadap spesimen dengan ukuran dimensi dan besar butir serta kekasaran permukaan *dies* yang bervariasi untuk mendapatkan perilaku gesekan yang berbeda. Dari hasil kajiannya ditunjukkan bahwa terjadi variasi terhadap tegangan alir untuk dimensi yang sama akibat perubahan gesekan serta ukuran butir penyusun yang berbeda. Hasil kajiannya menyimpulkan bahwa perbedaan orientasi dan ukuran butir serta distribusinya memegang peranan penting dalam mengontrol aliran tegangan [7]. Pada penelitian ini mengkaji pengaruh pelumasan dan luas permukaan benda uji terhadap kekasaran permukaan yang terjadi dengan pembebanan dampak.

### Metode Penelitian

Bahan pada penelitian ini adalah paduan aluminium berbentuk silinder pejal dengan diameter 12 mm. Sebelum proses dampak diberikan, bahan uji dibentuk menjadi spesimen dengan proses permesinan menggunakan mesin CNC hingga mencapai ukuran dan bentuk spesimen yang diinginkan seperti terlihat pada gambar 1 dibawah ini:



Gambar 1 Bentuk spesimen uji.



Gambar 2 Peralatan uji dampak model *drop weight test* dan cetakan yang digunakan

Dimensi alat uji impact model *drop weight test* yang digunakan adalah sebagai berikut:  
 Panjang = 32 cm  
 Lebar = 20 cm  
 Tinggi = 120 cm

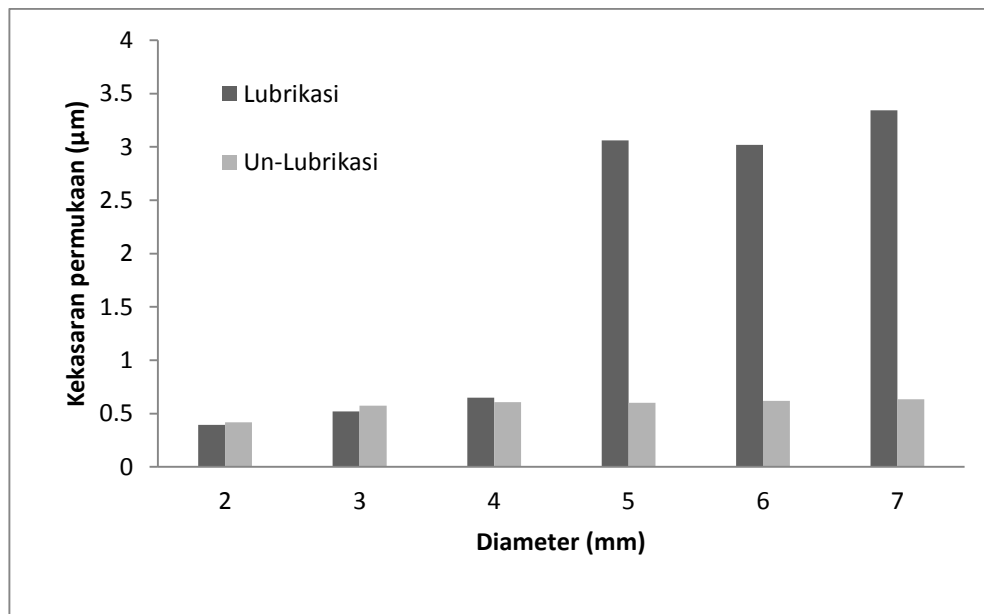
**Tabel 1. Komposisi Kimia Spesimen uji**

Spesimen	Unsur					
Aluminum	Si %	Fe %	Cu %	Mn %	Mg %	Al
	<b>0.564</b>	<b>0.248</b>	<b>0.173</b>	<b>0.018</b>	<b>1.91</b>	<b>Bal</b>

Spesimen uji silinder dibuat dengan variasi ukuran diameter ( $D_o$ ) = 7 mm, 6 mm, 5 mm, 4 mm, 3 mm, dan 2 mm dengan ketebalan konstan 1.5 mm. Untuk pengujian dengan menggunakan pelumas digunakan minyak nabati. Alat uji impact model *drop weight test* yang digunakan seperti terlihat pada gambar 2. Spesimen diletakkan pada sebuah cetakan yang terdiri atas penekan dan cetakan. Setiap spesimen di set agar memperoleh energi impact sebesar 1.2 Joule/mm<sup>2</sup> dengan jalan mengatur ketinggian beban.

### Hasil dan Pembahasan

Gambar 3 memperlihatkan hasil pengukuran kekasaran permukaan antara spesimen dengan lubrikasi dan tanpa lubrikasi pada setiap diameter spesimen uji. Dari hasil pengujian menunjukkan bahwa terdapat perbedaan yang signifikan pada tingkat kekasaran permukaan. Dari hasil pengujian diperoleh bahwa spesimen yang menggunakan lubrikasi menunjukkan tingkat kekasaran yang justru lebih tinggi dibandingkan spesimen tanpa lubrikasi dengan naiknya luas permukaan kontak antara penekan dan benda kerja. Sebaliknya spesimen tanpa penggunaan lubrikasi memperlihatkan tingkat kekasaran permukaan yang cenderung terlihat konstan. Hal ini menunjukkan bahwa kualitas permukaan pada spesimen tanpa lubrikasi cenderung lebih baik dari spesimen dengan lubrikasi.



Gambar 3 Tingkat kekasaran permukaan antara spesimen dengan lubrikasi dan tanpa lubrikasi.

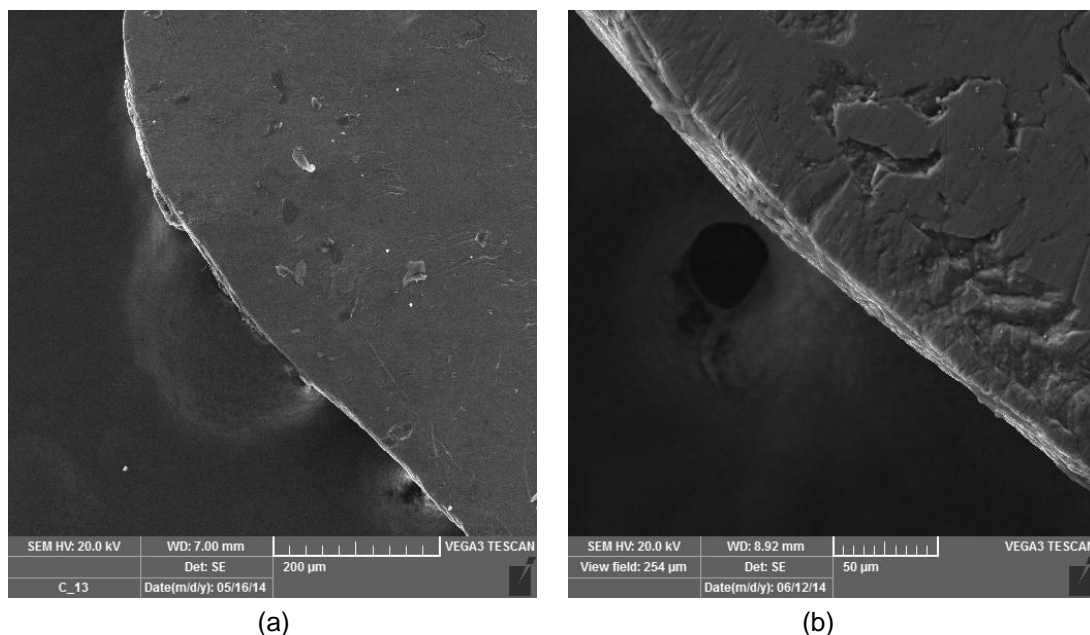
Dari gambar 3 juga terlihat bahwa pada luas permukaan kontak yang kecil yang dapat dilihat dari ukuran diameter spesimen uji yaitu pada diameter 2 mm, dan 3 mm spesimen dengan lubrikasi memiliki tingkat kekasaran yang masih lebih baik dibanding spesimen tanpa lubrikasi. Hal ini menunjukkan bahwa pemberian lubrikasi pada ukuran diameter tersebut masih memberikan pengaruh yang baik terhadap tingkat kekasaran permukaan. Namun demikian pemberian lubrikasi menjadi tidak efektif lagi terhadap tingkat kekasaran permukaan untuk diameter 3 mm hingga 7 mm.

Selain itu ditemukan bahwa terjadi peningkatan kekasaran permukaan yang sangat signifikan pada diameter 5 mm dengan lubrikasi. Menurut Deng dkk terdapat dua mekanisme yang terjadi pada lubrikasi berkaitan proses pembebanan impact. Pertama adalah lubrikasi mengalami *running out* atau mengalir keluar dari cetakan dan spesimen. Kedua adalah lubrikasi yang mengalami *squeeze out* dan tetap terjebak pada daerah permukaan kontak antara spesimen dan penekan [6]. Mekanisme pertama dialami oleh lubrikasi yang berada pada daerah bagian luar dari spesimen. Sedangkan mekanisme kedua dialami oleh daerah bagian dalam dari spesimen.

Pada spesimen uji dengan diameter 2 mm dan 3 mm, kehadiran lubrikasi memberikan pengaruh positif terhadap nilai kekasaran permukaan. Lubrikasi telah memfasilitasi perbaikan kualitas permukaan walaupun nilai kekasaran permukaan yang dihasilkan hanya sedikit berbeda dengan spesimen tanpa lubrikasi. Lubrikasi yang diberikan pada spesimen dengan diameter 2 mm dan 3 mm mengalami mekanisme yang pertama dimana lubrikasi seluruhnya mengalami *running out* tanpa ada yang tertinggal. Hal ini dapat dimaklumi karena ukuran permukaan kontak antara spesimen dan penekan yang relatif lebih kecil dan disertai dengan laju pembebanan yang tinggi.

Sebaliknya untuk spesimen dengan ukuran luas permukaan yang lebih besar dari 2 mm jumlah lubrikasi yang terjebak dan tak keluar selama pembebanan impact pada daerah bagian dalam mengalami peningkatan yang sangat besar. Lubrikasi yang terjebak selama proses deformasi impact justru memberikan efek negative terhadap kualitas permukaan. Hal ini dapat dilihat dari hasil uji SEM yang dilakukan.

Pada gambar 4b terlihat bahwa topografi permukaan spesimen dengan lubrikasi memperlihatkan adanya daerah asperities yang berukuran besar bahkan pada bagian luar spesimen. Hal ini tidak dijumpai pada spesimen tanpa lubrikasi yang terlihat pada gambar 4a.



Gambar 4 Topografi permukaan spesimen hasil uji SEM; a) tanpa lubrikasi; b) dengan lubrikasi



Spesimen yang mengalami pembebanan impact tanpa menggunakan pelumasan memiliki tingkat kekasaran permukaan yang relatif stabil dengan naiknya luas permukaan kontak. Terjadi peningkatan yang tidak signifikan terhadap nilai kekasaran permukaan pada spesimen tanpa pelumasan mulai pada diameter 3 mm dan selanjutnya relatif sama. Menurut Deng dkk hal ini menunjukkan bahwa spesimen tanpa pelumasan memiliki daerah *real contact area (RCA)* antara spesimen dengan penekan yang menyebabkan kehalusan penekan tercetak pada permukaan specimen [6]. Kontak langsung tersebut ditunjukkan dengan tingkat kekasaran yang sama dengan tingkat kekasaran dari cetakan dan penekan yang digunakan.

## **KESIMPULAN**

Dari hasil penelitian diperoleh bahwa:

1. Hasil pengujian menunjukkan bahwa spesimen dengan pelumasan memiliki tingkat kekasaran yang lebih kecil hanya pada diameter 2 mm dan 3 mm dibandingkan spesimen tanpa pelumasan. Namun hasil yang sebaliknya diperoleh untuk diameter 4 mm, 5 mm, 6 mm dan 7 mm.
2. Hasil pengujian menunjukkan bahwa untuk spesimen tanpa pelumasan cenderung memiliki nilai kekasaran permukaan yang relatif konstan.
3. Terjadi peningkatan nilai kekasaran permukaan yang sangat signifikan untuk spesimen dengan pelumasan mulai pada diameter 5 mm.
4. Penyebab tingginya nilai kekasaran permukaan pada spesimen dengan pelumasan akibat adanya pelumasan yang terjebak pada daerah asperities dari spesimen dan tidak keluar (*running out*) selama proses pembebanan impact berlangsung.

## **REFERENSI**

- [1]. Slater, R.A.C., Engineering Plasticity (Theory and Application to Metal Forming Process), The Macmillan Press LTD, 1977.
- [2]. Gopinathan, Plasticity Theory and its Application In Metal Forming, John Wiley & Sons, 1982.
- [3]. Hosford William & Robert M Caddell Metal Forming (mechanics and metallurgy), (1983) Prentice-Hall, Inc. USA.
- [4] Guo Bin, Feng Gong, Chun-Ju WANG, De-bin SHAN, Flow stress and tribology size effects in scaled down cylinder compression, Journal of Trans. NonFerrousMet.Soc. China 2009.
- [5] Chan W.L, Fu M.W, Lu J, The size effect on micro deformation behavior in micro-scale plastic deformation, Journal of Materials and Design 32 (2011) 198–206
- [6] Deng J.H, Fu M.W, Chan W.L, Size effect on material surface deformation behavior in micro-forming process, Journal of Materials Science and Engineering A 528 (2011) 4799–4806
- [7]. Krishnan, Investigation of deformation characteristic of micropins fabricated using microextrusion, proceeding of IMECE, ASME, Manufacturing Engineer Division, 2005.



## PERILAKU TRANSFORMASI FASA $\gamma$ - HCP PADUAN Co-Cr-Mo ASTM F75 PADA PROSES AGING

Lukmanul Hakim<sup>1</sup>, Alfirano<sup>2</sup>, Andinnie Juniarsih<sup>2</sup>

1. Mahasiswa Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa
2. Dosen Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

[lukmancothakim@gmail.com](mailto:lukmancothakim@gmail.com) [alfirano@untirta.ac.id](mailto:alfirano@untirta.ac.id) [andinnie@ft-untirta.ac.id](mailto:andinnie@ft-untirta.ac.id)

### Abstrak

Logam paduan Co-Cr-Mo (ASTM F75) merupakan logam implan dari hasil casting yang perlu dilakukan proses perlakuan panas lanjutan untuk mendapatkan sifat fisik dan mekanik yang diinginkan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh perlakuan *aging* terhadap perilaku transformasi fasa  $\gamma$ -HCP dan sifat mekanis pada paduan Co-Cr-Mo (ASTM F75). Komposisi paduan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: Co-0,08C-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni-0,2N. Spesimen yang berbentuk *ingot* dipotong dengan ukuran 7 mm x 7 mm x 15 mm, kemudian dilakukan *solution treatment* pada temperatur 1275 °C selama 15 jam dan didinginkan dengan media air. Selanjutnya dilakukan proses *aging treatment* pada temperatur 700 °C dan 800 °C dengan waktu tahan masing-masing sampel 1 jam, 2 jam, 5 jam, 10 jam dan 15 jam serta didinginkan dengan media air. Karakterisasi yang digunakan meliputi pengamatan morfologi struktur mikro dengan menggunakan Mikroskop optik, pengujian kekerasan serta pengujian XRD untuk setiap perlakuan pada *as-cast*, *solution treatment*, dan *aging treatment*. Hasil pengujian XRD menunjukkan terdapat dua macam fasa yang terbentuk pada paduan, yaitu fasa  $\gamma$ -FCC dan  $\epsilon$ -HCP, fraksi volum HCP paduan Co-Cr-Mo meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu tahan pada proses *aging*, sedangkan semakin tinggi temperatur *aging* tidak mempengaruhi fraksi volume HCP. Nilai fraksi volume HCP optimum terdapat pada sampel hasil perlakuan *aging* temperatur 800 °C dengan waktu tahan 15 jam yaitu sebesar 74,54%. pengujian kekerasan menunjukan bahwa kekerasan paduan Co-Cr-Mo meningkat seiring dengan semakin besarnya fraksi volume % HCP, nilai kekerasan optimum terdapat pada sampel hasil perlakuan *aging* temperatur 800 °C dengan waktu tahan 15 jam yaitu sebesar  $\pm 42$  HRC dengan fraksi volume HCP sebesar 74,54%. Hasil pengamatan metalografi menunjukan peningkatan kekerasan seiring dengan distribusi presipitat yang semakin merata mengindikasikan terjadinya transformasi fasa  $\gamma$  FCC menjadi  $\epsilon$  HCP.

**Kata Kunci:** Co-Cr-Mo (ASTM F75), *solution treatment*, *aging treatment*, Transformasi fasa  $\gamma$ .

### PENDAHULUAN

Paduan Co-Cr-Mo yang berstandar ASTM F75 merupakan paduan yang diproduksi dengan metode *investment casting*. Paduan ini banyak digunakan untuk aplikasi implan medis karena memiliki keunggulan antara lain ketahanan aus dan ketahanan korosi serta sifat mekanik yang baik. Seperti diketahui, paduan Co-Cr-Mo F75 hasil pengecoran memiliki sejumlah presipitat yang tersebar di dalam matriks. Sifat ketahanan aus dan korosi paduan coran Co-Cr-Mo sangat dipengaruhi oleh jumlah, jenis fasa, ukuran dan distribusi presipitat di dalam

matriks Co<sup>[1]</sup>. Berdasarkan literatur, kandungan presipitat yang tinggi dapat mengakibatkan penurunan ketahanan aus<sup>[2]</sup>. Dari hasil penelitian, ditemukan sejumlah partikel yang berasal dari pecahan presipitat yang terdegradasi dari logam<sup>[2]</sup>. Larutnya sejumlah presipitat yang berasal dari degradasi material implan di dalam tubuh, dikhawatirkan akan memberikan dampak buruk bagi kesehatan. Untuk meningkatkan sifat-sifat paduan coran Co-Cr-Mo terutama ketahanan korosi, dilakukan antara lain dengan mengatur level presipitat (fasa karbida, nitrida dan intermetalik) yang tersebar di dalam matriks Co, disamping mengurangi cacat hasil pengecoran.

Perilaku pembentukan presipitat pada paduan Co-Cr-Mo selama proses perlakuan panas telah dilaporkan oleh beberapa peneliti<sup>[3]</sup>. Penambahan unsur pepadu ke dalam paduan Co-Cr-Mo sangat berperan terhadap perubahan mikrostruktur paduan serta jumlah dan jenis fasa dari presipitat<sup>[1]</sup>. Logam *as-cast* paduan Co-Cr-Mo (ASTM F75) memiliki fasa  $\gamma$ -Co dengan struktur kristal FCC sehingga memiliki nilai kekerasan lebih rendah dibandingkan dengan paduan ASTM-F799 yang memiliki fasa  $\epsilon$ -Co dan struktur kristal HCP<sup>[4]</sup>. Untuk mengubah fasa  $\gamma$ -Co yang memiliki struktur kristal FCC menjadi fasa  $\epsilon$ -Co dengan struktur kristal HCP dengan memberikan perlakuan *aging* pada logam paduan Co-Cr-Mo dan memvariasikan temperatur serta waktu tahan yang sesuai pada saat proses *aging* tersebut berlangsung<sup>[5]</sup>.

Adapun tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh perlakuan *aging* terhadap perilaku transformasi fasa  $\gamma$  - HCP dan nilai kekerasan pada paduan Co-Cr-Mo (ASTM F75).

## **METODE PERCOBAAN**

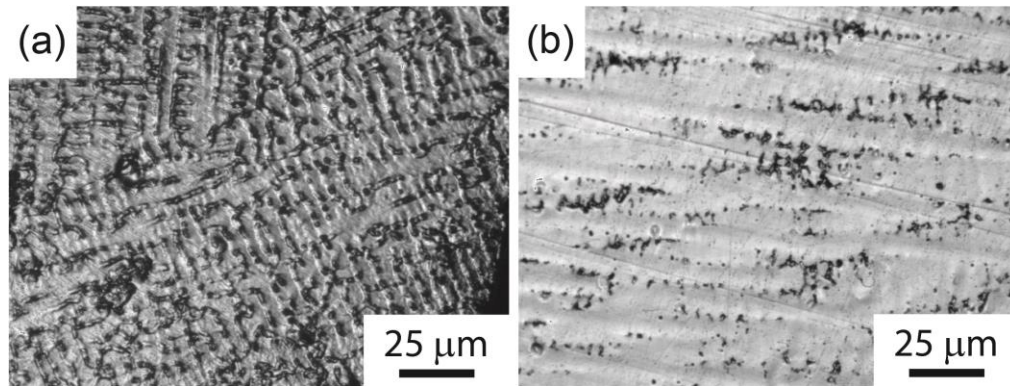
Dalam penelitian ini digunakan spesimen standar ASTM F75 dengan komposisi paduan Co-0,08C-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni-0,2N (persen berat) berukuran 7 mm x 7 mm x 15 mm. Pada proses *heat treatment*, prosedur pertama adalah *solution treatment* pada temperatur 1275 °C dilakukan penahanan selama 15 jam. Setelah ditahan selama 15 jam, sampel dikeluarkan dan dilakukan *quenching* dengan media air. Selanjutnya dilakukan proses *aging treatment*. Proses *aging treatment* dilakukan pada masing-masing temperatur 700°C dan 800°C dengan waktu tahan masing-masing yaitu 1 jam, 2 jam, 5 jam, 10 jam dan 24 jam dilanjutkan *quenching* dengan media air. Sampel yang sudah dilakukan proses *heat treatment* kemudian dipreparasi untuk keperluan karakterisasi. Pengamatan metalografi pada sampel dilakukan menggunakan mikroskop optik, sebelumnya sampel dilakukan *grinding*, *polishing* dan dietsa dengan metode *electrolytic etch* menggunakan larutan methanol (10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) serta dialirkan tegangan sebesar 6 V. Pengamatan ini bertujuan untuk melihat morfologi struktur mikro dan presipitat yang terbentuk. Pengujian kekerasan dilakukan menggunakan *Rockwell hardness test* dengan pembebanan 1471 N sebanyak 3 titik di setiap sampel uji. Kemudian dilakukan analisa fasa menggunakan XRD.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

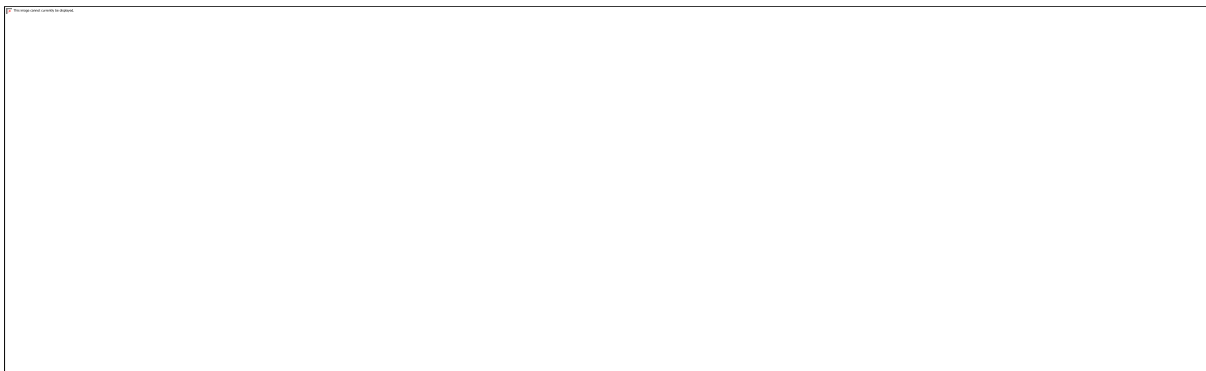
### **Pengamatan Metalografi**

Pada **Gambar 1**. Dapat dilihat perbedaan morfologi yang sangat signifikan antara *as-cast* dan *solution treatment*. Hal ini ditunjukkan dengan adanya pengintian pada matrik sampel hasil *solution treatment* dan kelarutan presipitat yang ada saat *as-cast*. Pada sampel *as-cast* dilaporkan mulai muncul presipitat, hal ini disebabkan pada saat proses pengecoran, karbon dengan molibdenum dan kromium membentuk karbida

sehingg presipitat yang terbentuk akan semakin banyak. Unsur karbon merupakan elemen penting dalam pembentukan presipitat. Dalam paduan Co-Cr-Mo karbon berfungsi sebagai penyetabil FCC dan pembentuk fasa kedua.<sup>[6]</sup> Morfologi struktur mikro hasil perlakuan *aging* ditunjukkan pada **Gambar 2**. Terlihat bahwa sebagian presipitat berkumpul pada titik-titik tertentu dan sebagian presipitat yang lain menyebar secara merata. Berdasarkan morfologinya, dapat disimpulkan bahwa struktur mikro tersebut merupakan produk HCP sesuai dengan pernyataan Saldivar Garci'a *et.al* bahwa produk fase HCP terdiri dari koloni yang sangat halus, seragam berorientasi, laminar terputus menyerupai tipe perlitik mikro. Individu dimiliki HCP laminar berbentuk tidak teratur, batas melengkung, dan beberapa koloni dengan lamelar berorientasi berbeda dapat diamati diberikan sebelum butir FCC<sup>[5]</sup>.



**Gambar 1.** Struktur mikro (perbesaran 50x) untuk  
(a) sampel *as-cast*, (b) setelah *solution treatment* 1275°C dengan waktu tahan selama 15 jam



**Gambar 2.** Struktur mikro hasil perlakuan *aging* pada temperatur 700 °C untuk waktu tahan (a) 1 jam, (b) 2 jam, (c) 5 jam, (d) 10 jam,(e) 15 jam dan 800 °C untuk waktu tahan (f) 1 jam, (g) 2 jam, (h) 5 jam, (i) 10 jam, (j) 15 jam.

Pada **Gambar 2**. dapat dilihat bahwa evolusi struktur mikro terjadi pada perlakuan *aging* dengan temperatur dan waktu tahan berbeda. Perlakuan *aging* menyebabkan pembentukan progresif baru stuktur mikro fasa kedua. Perubahan mikrostruktur ini terjadi bersamaan dengan perubahan drastis dalam struktur kristal material<sup>[5]</sup>.

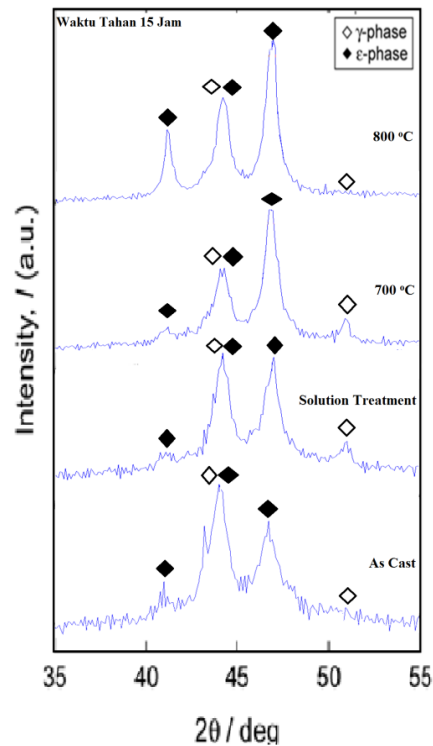
Pada struktur mikro hasil perlakuan *aging* (**Gambar 2.**) terlihat presipitat-presipitat yang membentuk rantai panjang yang kontinyu, walaupun masih terdapat beberapa presipitat yang membentuk rantai tidak kontinyu

dan pendek. Presipitat-presipitat tersebut timbul akibat dari proses perlakuan *aging* pada temperatur dan waktu penahanan yang berbeda-beda. Perlakuan tersebut berfungsi untuk memunculkan inti-inti pada matriks paduan yang telah larut, sehingga semakin tinggi temperatur dan waktu tahannya, maka inti tersebut akan terus muncul dan tersebar pada seluruh bagian matriks.

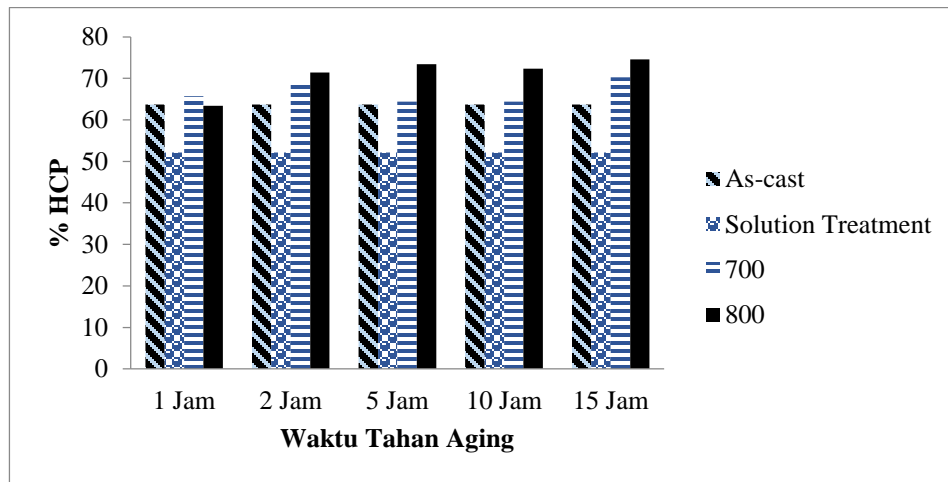
Sampel Co-Cr-Mo memiliki unsur paduan nitrogen yang mempengaruhi pembentukan fasa kedua. Mineta *et al.* Menyatakan dengan adanya kandungan nitrogen pada paduan, a pembentukan fasa presipitat sebagai fasa kedua akan semakin meningkat. Penambahan unsure nitrogen pada paduan berperan sebagai unsur penstabil presipitat  $M_2X$  dan fasa  $\eta$ . Selain itu nitrogen juga dapat menstabilkan fasa  $\gamma$  dengan cara menekan laju perubahan dari fasa  $\gamma$  ke fasa  $\epsilon$ <sup>[7]</sup>.

### Pengujian XRD

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui tranformasi fasa dari  $\gamma$  ke fasa  $\epsilon$  yang terbentuk pada paduan Co-Cr-Mo. Pada sampel *as-cast* diketahui bahwa fasa  $\epsilon$  sudah terbentuk dan mengalami penurunan volume fraksi setelah *solution treatment* akan tetapi setelah dilakukan proses *aging* terjadi kenaikan fraksi volume HCP. Hasil analisa XRD pada sampel *as-cast*, *solution treatment* serta setelah dilakukan perlakuan *aging* mengalami tranformasi fasa yang ditunjukkan oleh *peak* seperti terlihat pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Pola difraksi hasil pengujian XRD terhadap paduan Co-Cr-Mo setelah diberikan perlakuan *aging*.

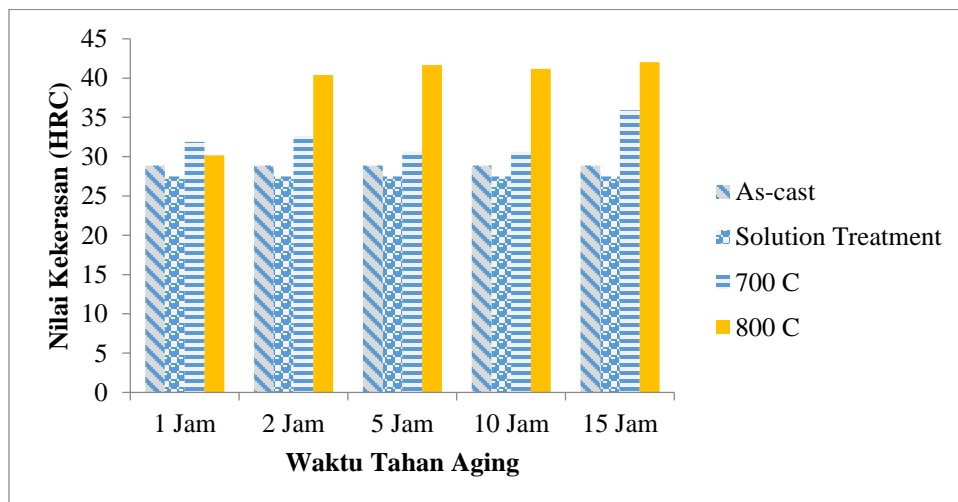


**Gambar 4.** Grafik perlakuan panas terhadap % HCP.

**Gambar 4.** menunjukkan penurunan %HCP pada *as-cast* dan *solution treatment* memiliki fraksi volume HCP berturut-turut sebesar 63,69% dan 52,12 %, sedangkan setelah mengalami proses *aging* terlihat bahwa persen fraksi volume HCP terus meningkat pada 2 temperatur *aging* dengan semakin lamanya waktu tahan. Fraksi volume HCP terus meningkat berbanding dengan peningkatan temperaur dan semakin lamanya waktu tahan, hal ini terlihat dari intensitas relatif dari (1011), (0002), dan (1010) puncak difraksi HCP meningkat, sedangkan intensitas relatif dari (200) dan (111) puncak difraksi FCC menurun<sup>[5]</sup> (**Gambar 3**).

### Pengujian Kekerasan

Hasil pengujian kekerasan menunjukkan bahwa paduan Co-Cr-Mo sampel *as-cast*, *solution treatment* dan setelah perlakuan *aging* pada temperatur dan waktu tahan yang berbeda menghasilkan kekerasan yang berbeda-beda.



**Gambar 5.** Grafik Perlakuan *Aging* Terhadap Nilai Kekerasan.

**Gambar 5.** menunjukkan hasil pengujian kekerasan bahwa nilai kekerasan tertinggi terdapat pada sampel *aging* 800 °C dengan waktu tahan 15 jam yaitu  $\pm 42$  HRC, sedangkan nilai kekerasan terkecil didapat pada *aging* temperatur 800 °C dengan waktu tahan 1 jam yaitu  $\pm 31,16$  HRC. Selain itu bila dibandingkan, kenaikan nilai kekerasan, temperatur 800°C relatif lebih tinggi dibandingkan dengan *aging* pada 700°C di hampir semua waktu tahan, hanya pada *aging* 800°C dengan waktu tahan 1 jam nilai kekerasan lebih rendah dibandingkan dengan *aging* 700°C untuk waktu tahan yang sama.

Secara umum, dari hasil perlakuan *aging* terhadap kekerasan *as-cast* dapat dikatakan bahwa nilai kekerasan paduan Co-Cr-Mo akan meningkat seiring dengan peningkatan temperatur dan waktu tahan pada saat perlakuan *aging*. Bila dilihat dari data sebelumnya diketahui bahwa temperatur dan waktu tahan *aging* juga meningkatkan fraksi volum %HCP hal ini menunjukkan bahwa nilai kekerasan paduan meningkat secara linier dengan jumlah fraksi volum %HCP yang terbentuk selama perlakuan *aging*.

## KESIMPULAN

Pengaruh perlakuan *aging* terhadap perilaku transformasi fasa  $\gamma$  - HCP dan nilai kekerasan pada paduan Co-Cr-Mo (ASTM F75). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa temperatur dan waktu tahan perlakuan *aging* akan menghasilkan morfologi struktur mikro yang berbeda-beda. Semakin tinggi temperatur dan semakin lamanya waktu tahan maka distribusi dan bentuk presipitat yang terbentuk akan tersebar merata serta semakin halus. Umumnya fraksi volume HCP paduan Co-Cr-Mo meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu tahan pada proses *aging*, sedangkan kenaikan temperatur *aging* tidak mempengaruhi fraksi volum HCP. Nilai fraksi volum HCP optimum terdapat pada sampel hasil perlakuan *aging* temperatur 800 °C dengan waktu tahan 15 jam yaitu sebesar 74,54% serta nilai kekerasan yang linear dengan fraksi volum HCP. Seiring dengan semakin tingginya nilai fraksi volum HCP maka akan semakin tinggi pula nilai kekerasan. Nilai kekerasan optimum terdapat pada pada sampel hasil perlakuan *aging* temperatur 800 °C dengan waktu tahan 15 jam yaitu sebesar  $\pm 42$  HRC.

## Daftar Referensi

- [1] S. Mineta, S. Namba, T. Yoneda, K. Ueda, T. Narushima, [Carbide formation and dissolution in biomedical Co-Cr-Mo alloys with different carbon contents during solution treatment](#), Metal. Mater. Trans.A. 41A (2010) 2129-2138.
- [2] J. Cawley, J.E.P. Metcalf, A.H. Jones, T.J. Band, D.S. Skupien, A tribological study of cobalt chromium molybdenum alloys used in metal-on-metal resurfacing hip arthroplasty, *Wear* 255 (2003) 999-1006.
- [3] M. Herrera, A. Espinoza, J. Méndez, M. Castro, J. López, J. Rendón, Effect of C content on the mechanical properties of solution treated as-cast ASTM F-75 alloys, *Journal of Materials Science* 16 (2005) 607-611.
- [4] J.R. Davis, *Handbook of Material for Medical Devices*, ASM Internasional, U.S, 2003.
- [5] A. de J. Saldivar garcia , A. Mani medrano, A. Salinas rodrigues, Formation of hcp martensite during the isothermal aging of an Fcc Co-27Cr-5Mo-0.05C orthopedic implant alloy, *Metal. Mater. Trans.A.* 30A (1999) 1177-1184.
- [6] Bellefontaine George, *The corrosion of Co Cr Mo alloys for biomedical*, Master of research, School of Metallurgy and Materials University of Birmingham, 2010.
- [7] Takayuki Narushima, Kyosuke Ueda, Alfirano, *Co-Cr Alloys as Effective Metallic Biomaterials*, *Advances in Metallic Biomaterials*, Springer Series in Biomaterials Science and Engineering 3 (2015) 157-178.



## **ANALISA KERUSAKAN PIPA SUPERHEATER PADA BOILER PIPA AIR DI PABRIK KELAPA SAWIT**

**Oleh : Lusiana**

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Serpong Jakarta

[lusianand@yahoo.com](mailto:lusianand@yahoo.com)

### **Abstrak**

*Kerusakan komponen dan peralatan industri harus ditangani secepatnya secara tuntas agar tidak terjadi kerusakan yang serupa di masa yang akan datang. Kerusakan sangat merugikan karena bisa mengakibatkan proses produksi berhenti, karena itu untuk menghindari peristiwa yang serupa maka perlu dipelajari sebab-sebab terjadinya kerusakannya. Penyelidikan terhadap sebab-sebab terjadinya kerusakan akan bermanfaat untuk menghindari kerugian biaya yang berlebihan. Dengan mengetahui penyebab kerusakan maka tindakan pencegahan awal dapat dilakukan. Tujuan dari analisis kerusakan pipa adalah untuk mengetahui penyebab terjadinya pecah dari pipa boiler air sehingga dapat menjadi masukan/rekomendasi untuk perusahaan. Pengujian dan pengamatan yang dilakukan untuk mengetahui penyebab pecahnya pipa boiler adalah (1) pengamatan visual, (2) analisa komposisi kimia material dan air umpan, (3) strukturmikro material, (4) uji kekerasan. Dari hasil analisa menunjukkan bahwa pipa tersebut pecah karena posisi nozel/blower yang tidak simetris.*

Kata Kunci : Kerusakan, analisis, pecah, nozel

### **I. PENDAHULUAN**

Kerusakan komponen dan peralatan industri harus ditangani secepatnya secara tuntas agar tidak terjadi kerusakan yang serupa di masa yang akan datang. Kerusakan sangat merugikan karena bisa mengakibatkan proses produksi berhenti, karena itu untuk menghindari peristiwa yang serupa maka perlu dipelajari sebab-sebab terjadinya kerusakannya.

Penyelidikan terhadap sebab-sebab terjadinya kerusakan akan bermanfaat untuk menghindari kerugian biaya yang berlebihan. Dengan mengetahui penyebab kerusakan maka tindakan pencegahan awal dapat dilakukan.

### **II. DATA LAPANGAN**

Data yang diperoleh adalah :

1. Spesifikasi material pipa BS 3059 P2 G620.
2. Boiler dengan sistem superheater menggunakan tekanan 20 bar.
3. Air yg digunakan adalah air sungai dengan PH rata-rata 6. Air tersebut di treatment terlebih dahulu sehingga air tersebut layak dipakai untuk boiler.
4. Bahan bakar menggunakan fibre dan cangkang dimana komposisinya fibre lebih besar dari cangkang.
5. Pipa baru berumur  $\pm 1$  tahun.

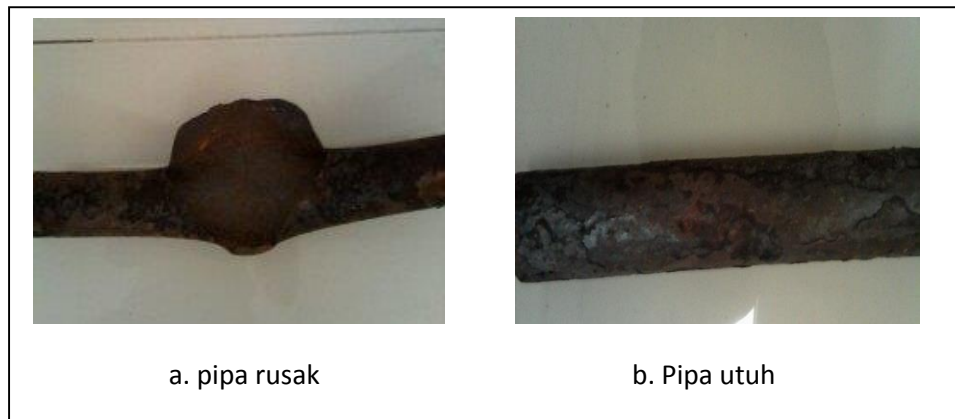
### III. METODA PENELITIAN

Pemeriksaan atau pengujian yang dilakukan terhadap sampel pipa boiler menggunakan beberapa metode, yaitu :

1. Analisa visual
2. Analisa komposisi kimia :
  - a. Analisa komposisi kimia material pipa
  - b. Analisa komposisi kimia produk korosi
  - c. Analisa komposisi air umpan
3. Analisa struktur mikro material pipa
4. Pengujian kekerasan material pipa.

### IV. HASIL PENGUJIAN

#### 1. Hasil dari analisa visual



Berdasarkan foto visual pada gambar 1, dapat diketahui bahwa alur pecahnya pipa boiler mengikuti panjang pipa atau arah lateral. Pada bagian ujung pecahan/robek dari pipa boiler tersebut menunjukkan adanya penipisan.

#### 2. Hasil analisa komposisi kimia

A. Hasil analisa komposisi kimia material pipa

**Tabel 1. Hasil Analisa komposisi kimia material pipa**

Bentuk	komposisi kimia (%)						
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
utuh	0,063	0,27	0,553	0,011	0,005	0,92	0,43
rusak	0,135	0,263	0,537	0,013	0,006	0,921	0,43
BS 3059 <sup>(1)</sup>	0,10-0,15	0,10-0,35	0,40-0,7	≤0,030	≤0,030	0,70-1,10	0,45-0,65

Berdasarkan data hasil analisa pada tabel 1, dapat diketahui bahwa material yang pecah memenuhi standar BS3059 G620.

B. Analisa komposisi kimia produk korosi.

**Tabel 2. Hasil analisa komposisi kimia produk korosi**

	Posisi	
	Luar	Dalam
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	73,71	67,55
<b>SiO<sub>2</sub></b>	10,65	nihil
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	2,67	2,67
<b>K<sub>2</sub>O</b>	4,45	0,36
<b>CaO</b>	4,56	0,49
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0,74	0,12

Berdasarkan data pada Tabel 2 kadar kandungan SiO<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>O dan Na<sub>2</sub>O, yang jumlahnya relatif kecil sehingga tidak membentuk senyawa kompleks.

C. Hasil analisa air umpan

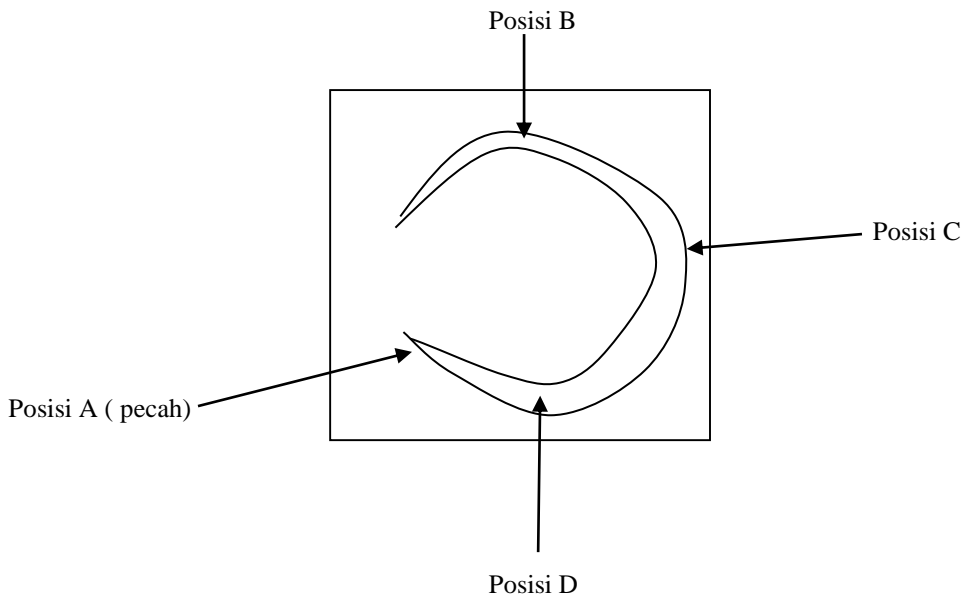
Hasil analisa air umpan dapat ditunjukkan pada tabel 3 dibawah ini.

**Tabel 3. Hasil analisa air umpan**

Lokasi	Unsur (ppm)	
	Na <sup>+</sup>	Cl <sup>-</sup>
Masuk	0,025	0,01
Keluar	0,143	0,056

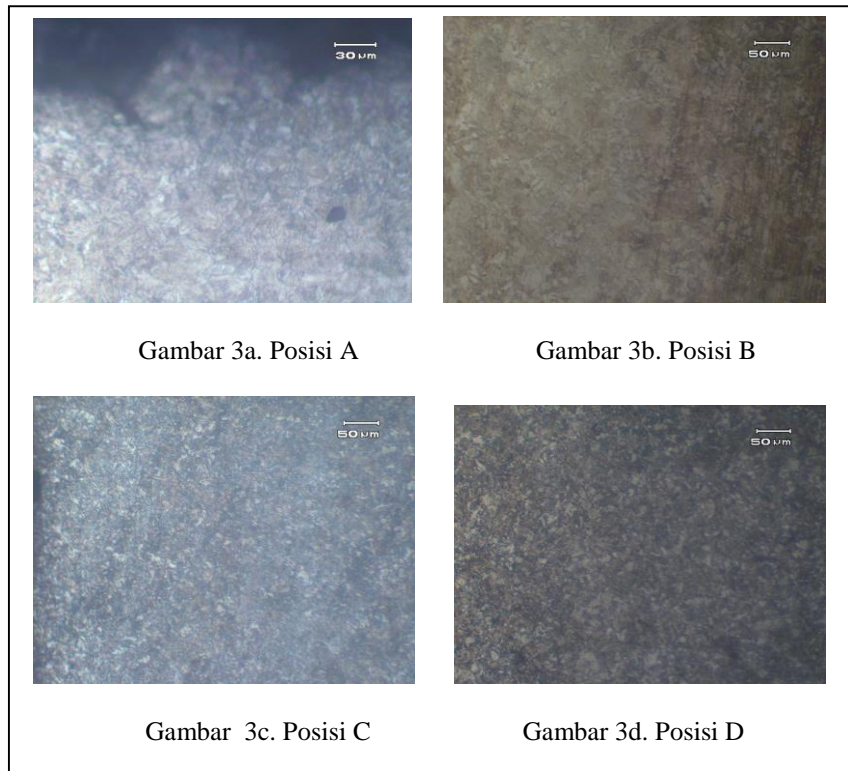
### 3. Hasil analisa struktur mikro dari pipa yang pecah

Pengambilan titik untuk analisa struktur mikro adalah sebagai berikut :



**Gambar 2. Posisi titik analisa struktur mikro pada pipa yang pecah**

Hasil analisa struktur mikro dari berbagai posisi dapat disajikan pada gambar 3 sebagai berikut :



**Gambar 3. Struktur mikro pipa boiler dengan etsa nital 2%**

Berdasarkan dari hasil pengamatan struktur mikro dapat diketahui bahwa fasa yang terjadi adalah “*fine ferrite grains (white)*” yang merupakan ciri khas baja karbon rendah.

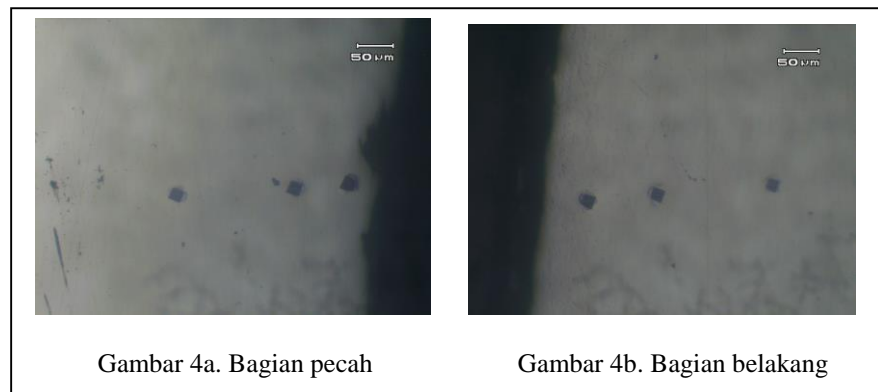
#### 4. Hasil pengujian kekerasan material pipa

Berdasarkan pengukuran tingkat kekerasan material pipa yang pecah, hasilnya dapat ditunjukkan pada tabel 4 dan gambar 4.

**Tabel 4. Hasil uji kekerasan pipa yang pecah**

No Uji	Kekerasan Mikro Vickers (HV)		Keterangan
	Sampel Daerah Pecah	Sampel Belakang Daerah Pecah	
1	362,2	385,9	

2	385,9	441,0	Pogram Mikro Hardnes Vikers (HV)  Indentor Intan 120 o  Beban 200gf
3	385,9	441,0	
4	385,9	441,0	
5	385,9	441,0	
6	385,9	441,0	
7	385,9	441,0	
8	385,9	441,0	
Rata-rata	382,9	434,1	



**Gambar 4. Jejak uji kekerasan**

Berdasarkan hasil uji kekerasan yang disajikan pada Tabel 4, dapat diketahui bahwa material pecah mengalami penurunan tingkat kekerasannya daripada material yang normal. Tingkat kekerasan bagian material yang pecah ( posisi A ) mempunyai kekerasan rata-rata 382.9HV dan bagian material yang normal ( posisi C ) mempunyai kekerasan rata-rata 434,1 HV. Penurunan tingkat kekerasan yang memacu pecahnya pipa boiler.

#### **V. PEMBAHASAN**

Ditinjau dari sisi material, tidak ditemukan penyimpangan karena sesuai dengan standar BS3059 G620.

Sedangkan ditinjau dari material air umpan, kadar kandungan unsur natrium yang di dominasi sebagai senyawa garam NaCl jumlahnya juga relatif kecil. Pengaruh unsur korosif dari NaCl terhadap terjadinya kegagalan pipa boiler pada kondisi operasi adalah sangat rendah. Keganasan unsur korosif senyawa garam NaCl pada media air atau uap air yang dinamis dengan kecepatan, tekanan dan temperatur tinggi tidak mempunyai efek yang signifikan untuk memicu dan menimbulkan kegagalan pipa pecah. Unsur korosif garam NaCl

berpengaruh langsung dari lingkungan air adalah adanya endapan produk korosi atau kerak senyawa oksida yang jumlahnya sangat sedikit dengan mengacu waktu layak pipa yang berkisar 1 tahun.

Berdasarkan hasil analisa struktur mikro yang ditunjukkan pada gambar 3a-3d, menunjukkan dari ke empat struktur mikro yang diperoleh tidak ada perbedaan yang signifikan. Struktur mikro yang ditampilkan dari ke empat gambar tersebut adalah struktur ferrite.

Berdasarkan hasil uji kekerasan ditunjukkan pada tabel 4, dapat diketahui bahwa rata-rata kekerasan pada bagian pecah adalah 382.9HV dan pada bagian belakang adalah 434.1HV, perbedaan tingkat kekerasan dari dua lokasi tersebut adalah 51HV atau beda 11.5%. Dari dua hasil uji antara struktur mikro dan hasil uji kekerasan dapat dimengerti bahwa struktur mikro atau fasa yang ada adalah tetap sama yaitu fasa ferrite.

Sungguhnyanya timbulnya kegagalan pipa boiler tersebut akibat dari 3 faktor :

1. Material pipa.
2. Lingkungan air boiler.
3. Lingkungan atmosfer ruang bakar dan sistem pembakaran.

Dari ke tiga faktor tersebut, faktor pertama tidak masalah, tapi dua faktor berikutnya dicurigai berpengaruh. Pipa boiler yang tersusun sesuai design pada bagian tertentu mengalami anomali yaitu melepuh dan pecah. Pecahnya pipa ini bisa disebabkan distribusi air boiler pada pipa pecah amat sangat rendah sehingga mengalami over heating. Faktor ke tiga dimungkinkan dalam ruang bakar terjadi konsentrasi panas yang sangat tinggi pada bagian pipa pecah. Hal ini bisa terjadi karena posisi nosel/blower yang tidak simetris.

## **VI. KESIMPULAN DAN SARAN**

### **6. 1. Kesimpulan**

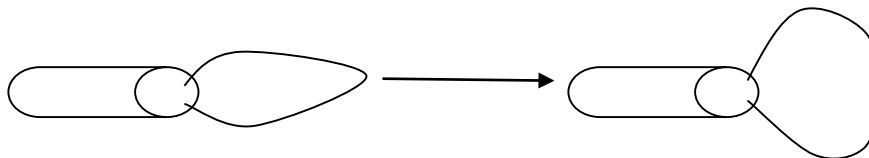
Dari data dan pembahasan diatas maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Material pipa boiler tidak masalah.
2. Kadar kandungan unsur korosif, khususnya senyawa garam NaCl sangat rendah dan tidak masalah.
3. Akibat proses operasional terhadap perubahan sifat mekanik pada material pipa boiler juga normal.
4. Berdasarkan data sekunder dan data primer tidak bisa memberi kesimpulan tentang pengaruh sistem pembakaran karena data-data tidak ada.

### **6.2. Saran**

Berdasarkan kesimpulan diatas maka dengan ini kami memberikan saran sebagai berikut:

1. Tandai lokasi pipa boiler yang pecah dan beri lapisan pelindung semen tahan api.
2. Rotasi posisi blower secara periodik untuk menghindari konsentrasi panas.
3. Atur sedemikian rupa sistem pembakaran sehingga bentuk lidah api membulat.



## **DAFTAR PUSTAKA**

1. Annual Book of ASTM Standart, Vol 01.01, "Iron and Steel Products" 1999
2. ASM, Metal Handbook, Vol.9, "Metallography and Microstructures", American Society for Metal, Metal Park, Ohio, 1992.

3. ASM, Metal Handbook, Vol.9, "Failure Analysis and Prevention", American Society for Metal, Metal Park, Ohio, 1992.
4. Chawla, S.L., Gupta, R.K.: Material Selection for Corrosion Control, pp. 12, 143. ASM International, Materials Park, OH, USA (1997)
5. Charlie, R.B and Ashok,C., "Metallurgical Failure Analysis" Mc. Graw-Hill, Inc. New York 1993.
6. Esaklul K.A., "Handbook of Case Histories in Failure Analysis" ASM International, Copyright, Material Park, USA 1993.
7. Gosta Wranglen, " An Introduction to Corrosion and Protection of Metals" New York 1985.
8. Diter G.E., " Mechanical Metallurgy" Second Edition, Copyright 1976.
9. Avner S.H., " Introduction to Physical Metallurgy" Second Edition New York 1974.
10. Sendriks J.A., "Corrosion of Stainless Steels" Second Edition New York Copyright 1996.

## Studi Pengaruh Kekasaran Permukaan Pada Assembly Baja Karbon Rendah dengan Filler Metal Kuningan Terhadap Zona Transisi Hasil Furnace Brazing Pada Temperatur 950°C

Rochim Suratman<sup>1, a</sup> dan Priska Kristanti Retnadewi<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia  
(10 pt)

<sup>2</sup> Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia  
(10 pt)

[<sup>a</sup>rochim@material.itb.ac.id](mailto:<sup>a</sup>rochim@material.itb.ac.id)

### Abstrak

*Furnace brazing merupakan salah satu metode penyambungan yang digunakan pada industri otomotif, structural dan pembuatan cutting tools. Sambungan yang dihasilkan merupakan hasil dari difusi dua logam yang berbeda yang kemudian menghasilkan transition zone. Besar transition zone hasil difusi biasa digunakan sebagai representasi kekuatan sambungan yang dihasilkan. Hal-hal yang dapat memengaruhi hasil difusi adalah temperatur proses, pembebanan sebagai energi aktivasi, kekasaran permukaan serta diffusivity logam yang digunakan. Pada penelitian ini dilakukan pengamatan perbedaan zona transisi pada assembly baja karbon rendah dengan filler metal kuningan akibat adanya variasi kekasaran pada permukaan. Proses furnace brazing dilakukan pada temperatur 950°C. Variasi kekasaran permukaan dilakukan dengan metode grinding menggunakan kertas amplas dengan kekasaran sebesar 80, 220, dan 360 grit. Pengamatan dilakukan dengan metalografi, EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) dan uji keras microvickers. Hasil brazing menunjukkan bahwa ada perbedaan besar transition zone yang dihasilkan, permukaan semakin kasar maka transition zone yang dihasilkan semakin besar. Dari hasil pengujian kekerasan didapatkan bila permukaan semakin kasar maka kekerasan transition zone yang didapatkan semakin tinggi. Kenaikan kekerasan ini berhubungan dengan terbentuknya fasa intermetalik pada transition zone. Kekerasan yang semakin tinggi dapat digunakan untuk mengidentifikasi jumlah fasa intermetalik pada area tersebut.*

**Kata kunci:** brazing, difusi, transisi, kekasaran, intermetalik.

### PENDAHULUAN

Brazing merupakan salah satu metode penyambungan dengan melelehkan *filler metal* tanpa melelehkan *base metal* dari komponen.<sup>[1]</sup> Brazing biasa digunakan pada aplikasi struktural, otomotif dan *cutting tools*. Pemilihan metode ini biasanya didasarkan pada rendahnya distorsi yang dihasilkan. Penyambungan dengan *brazing* memiliki banyak keunggulan, di antaranya adalah metode ini banyak digunakan pada dunia industri karena dapat menghasilkan sambungan yang cukup kuat dan mampu menyambungkan sebagian besar logam dan keramik. *Brazing* dapat digunakan untuk menyambung benda kerja yang merupakan suatu rangkaian yang berukuran besar dan terdiri dari berbagai macam logam.<sup>[2]</sup> Beberapa faktor yang berpengaruh adalah *sifat metalurgi filler*



*metal dan base metal*, kekasaran (kondisi) permukaan spesimen, temperatur pemanasan, waktu pemanasan dan pembebanan yang diberikan. Pada penelitian ini dilakukan pengamatan pengaruh kekasaran permukaan pada sambungan (*transition zone*) yang dihasilkan dari proses *furnace brazing*. Besar *transition zone* yang terbentuk pada proses *brazing* dapat digunakan sebagai perkiraan *joint strength* atau kekuatan sambungan yang dihasilkan. Pada penelitian ini digunakan tiga buah sampel dengan kekasaran yang berbeda-beda, tetapi memiliki temperatur, pembebanan dan waktu proses yang sama.

## METODE

Satu buah rangkaian spesimen terdiri dari dua buah pelat baja karbon rendah, satu buah pelat kuningan, baut dan mur. Pelat baja karbon rendah memiliki dimensi 25x40x10 mm, sedangkan pelat kuningan memiliki dimensi 25x40x5 mm. Pemberian kekasaran permukaan dilakukan dengan menggunakan kertas amplas (*grinding*) 80 *grit* (spesimen 1), 220 *grit* (spesimen 2) dan 360 *grit* (spesimen 3). Permukaan yang akan diberis kekasaran tertentu adalah permukaan pelat baja yang akan berinteraksi dengan permukaan kuningan serta permukaan pelat kuningan yang akan berinteraksi dengan permukaan pelat baja. Ketiga pelat tersebut disatukan dengan urutan penumpukan pelat kuningan terdapat di antara kedua pelat baja karbon rendah. Agar tidak didapatkan rongga yang besar di antara ketiga pelat tersebut digunakan baut dan mur dengan momen sebesar 25Nm. Sehingga didapatkan 3 buah rangkaian spesimen dengan kekasaran yang berbeda-beda. Ketiga spesimen tersebut disambungkan dengan metode *furnace brazing* pada temperatur 950°C dengan waktu 2 jam. Dilakukan tiga jenis karakterisasi untuk menganalisa *transition zone* yang terbentuk. Metode metalografi dilakukan untuk menentukan besar *transition zone* yang terbentuk. Metode EDS untuk menentukan unsur-unsur apa saja yang terdapat pada *transition zone*. Metode uji keras *Microvickers* dilakukan untuk mengetahui nilai kekerasan pada *transition zone* yang terbentuk.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Optical Emission Spectroscopy (OES)

Pengujian OES dilakukan pada pelat baja dan kuningan yang digunakan. Hasil OES baja yang dibandingkan dengan komposisi AISI 1015 memiliki unsur dengan persentasi yang cukup sesuai. Sehingga pelat baja yang digunakan dapat dikatakan sebagai AISI 1015.

**Tabel 1. Perbandingan Komposisi Baja Spesimen dari Literatur** <sup>[3]</sup>

Sumber	Unsur (%)				
	C	S	P	Mn	Fe
Hasil OES	0,156	0,005	0,015	1,093	98,426
AISI 1015	0,13-0,18	0-0,05	0-0,04	0,3-0,6	99,13-99,57

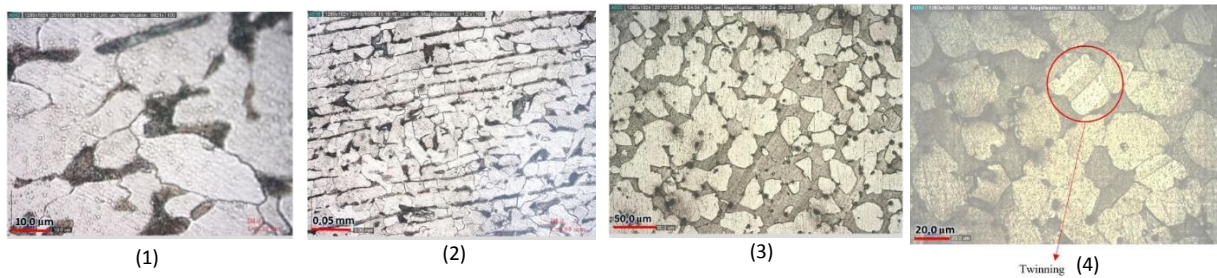
Hasil OES kuningan dibandingkan dengan komposisi UNS 28000 memiliki unsur dengan persentase yang cukup sesuai. Sehingga pelat kuningan yang digunakan dapat dikatakan sebagai UNS 28000.

**Tabel 2. Perbandingan Komposisi Kuningan Spesimen dari Literatur** <sup>[3]</sup>

Sumber	Unsur (%)			
	Zn	Pb	Fe	Cu
Hasil OES	39,1891	3,69253	0,40077	55,6534
UNS 28000	36,3-41	0-0,3	0,070	59-63

## 2. Analisis Struktur Mikro Awal

Hasil metalografi awal pelat baja yang digunakan. Garis-garis pada struktur mikro merupakan *banded structure* yang terbentuk dari hasil pengerolan. Pada hasil metalografi baja terdapat butir gelap dan terang. Butir gelap merupakan perlit dan butir terang menunjukkan fasa ferit.

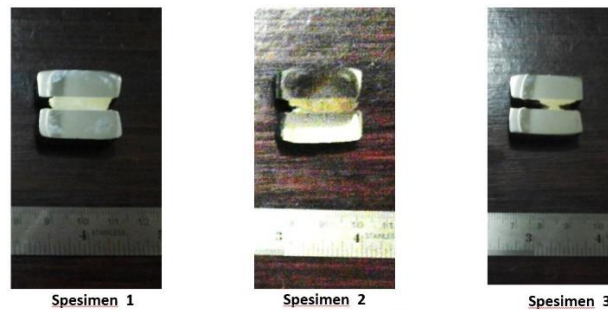


Gambar 1. (1) & (2) Hasil Metalografi Baja, (3) & (4) Hasil Metalografi Kuningan

Hasil metalografi awal pelat kuningan yang digunakan. Pada gambar terdapat dua buah fasa, butir yang gelap merupakan fasa  $\beta$  dan butir yang terang merupakan fasa  $\alpha$ . Semakin banyak fasa  $\beta$  maka sifat getas pada kuningan akan muncul. Dari hasil metalografi tampak terdapat *twinning*.

## 3. Pengamatan Visual

Terlihat bahwa semakin halus permukaan maka jumlah *filler metal* yang terdapat pada sambungan semakin sedikit. Bila permukaan semakin kasar maka *filler metal* pada *joint gap* akan lebih sulit bergerak sehingga *filler metal* cenderung untuk tidak mengalir ke samping. Sebaliknya bila permukaan semakin halus maka *filler metal* cair akan semakin mudah untuk bergerak ke samping dan akhirnya keluar dari *joint gap* sehingga *joint gap* tidak terisi sempurna.



Gambar 2. Hasil Penyambungan

## 4. Perhitungan Difusivitas Secara Teoritis

Perhitungan difusivitas secara teoritis dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan *Arrhenius*. Dengan menggunakan persamaan *Arrhenius*<sup>[4]</sup> (1) ini maka besar difusivitas dapat diketahui. Data koefisien difusi tanpa bergantung pada temperatur ( $D_0$ ) dan energi aktivasi ( $Q$ ) didapatkan dari literatur<sup>[3]</sup>, besar konstanta gas 8,31 J/mol K dan temperatur yang digunakan adalah 950°C. Dengan bantuan *Einstein's Mathematical Studies*<sup>[4]</sup> (2) maka besar *transition zone* yang akan didapatkan dapat diketahui pula.

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{1}$$

**Tabel 3. Hasil Perhitungan Difusivitas Secara Teoritis**

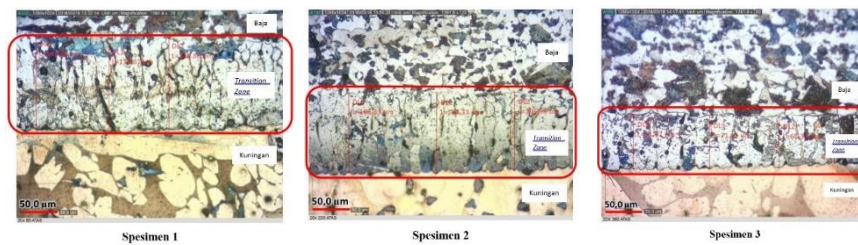
Jenis Difusi		Do (m2/s)	Q (J/mol)	D (m2/s)	x(m)
Zn	In Cu	0,000024	188.800	2,05278E-13	5,43691E-05
Fe	In Cu	0,00014	216.900	7,54189E-14	3,2955E-05
Cu	In Fe	0,000019	272.600	4,26495E-17	7,83679E-07

Nilai difusivitas yang paling tinggi adalah difusi *Zn in Cu*. Tetapi karena difusi tersebut merupakan *self-diffusion* maka tidak akan terbentuk *transition zone*.<sup>[5]</sup> Sehingga diambil nilai difusivitas kedua terbesar sebagai penunjuk difusi yang terjadi pada ketiga spesimen tersebut. Dapat disimpulkan bahwa *transition zone* yang terbentuk dari hasil *furnace brazing* merupakan difusi *Fe in Cu*. Pada perhitungan secara teoritis ini tidak terdapat faktor tekanan dan diasumsikan bahwa permukaan kuningan dan baja rata.

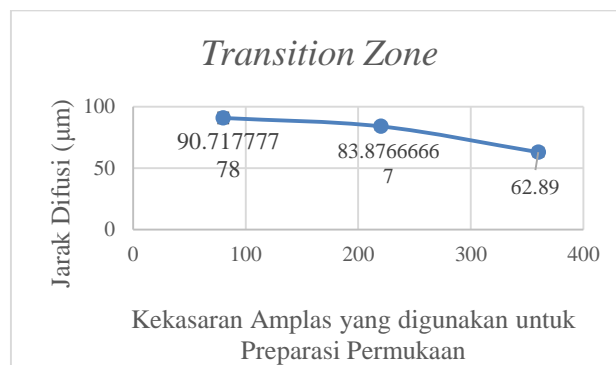
$$x = \sqrt{2Dt} \tag{2}$$

### 5. Hasil Metalografi *Transition Zone*

Dapat dilihat pada tabel dan grafik bahwa semakin halus permukaan maka tebal *transition zone* yang dihasilkan semakin rendah. Semakin kasar permukaan maka *surface area* akan semakin besar. Ketiga spesimen hanya memiliki perbedaan pada aspek kekasarannya. Sehingga dapat ditentukan bahwa kekasaran memberikan efek pada besar *transition zone* yang dihasilkan. Bila permukaan semakin kasar maka luas permukaan akan semakin besar. Hal ini akan memengaruhi besar difusivitas. Difusivitas akan membesar sehingga *transition zone* yang terbentuk juga semakin besar,



**Gambar 3. Hasil Metalografi Ketiga Spesimen**



**Gambar 4. Grafik Besar *Transition Zone* yang Dihasilkan dengan Kekasaran Kertas Amplas yang Digunakan**

Besar *transition zone* yang didapatkan dari percobaan memiliki nilai yang berbeda dengan hasil perhitungan secara teoritis. Maka dari itu perlu dilakukan perhitungan difusivitas dari percobaan. Perhitungan difusivitas percobaan dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan *Fick's Second Law*<sup>[6]</sup> (3). Data konsentrasi yang diperlukan dalam perhitungan didapatkan dari hasil pengujian EDS pada gambar 6.

$$C_{(x,t)} = \frac{(C_1+C_2)}{2} + \frac{(C_1-C_2)}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (3)$$

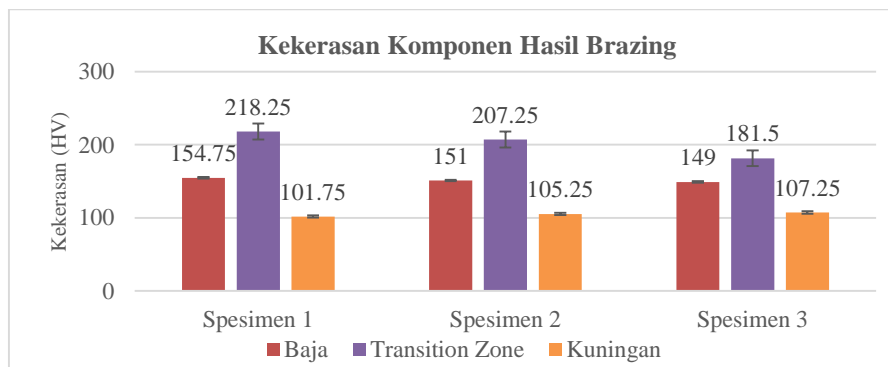
Bila dibandingkan, nilai difusivitas hasil percobaan lebih besar dibandingkan hasil perhitungan secara teoritis. Perbedaan dari kedua difusivitas tersebut adalah, pada perhitungan secara teori tidak diberikan faktor pembebanan dan kekasaran permukaan. Sedangkan pada percobaan terdapat faktor kekasaran dan pembebanan. Maka dari itu perbedaan nilai difusivitas keduanya menunjukkan bahwa pemberian pembebanan dan kekasaran permukaan memberikan besar difusi yang berbeda. Nilai difusivitas ini sesuai dengan besar *transition zone* yang dihasilkan. Semakin besar difusivitas yang dimiliki maka *transition zone* atau jarak difusi yang terbentuk juga akan semakin besar.

**Tabel 4. Perbandingan Nilai Difusivitas Perhitungan Teoritis dengan Percobaan**

	Diffusivity (m <sup>2</sup> /s)	Besar Transition Zone (µm)
<b>Teoritis (T)</b>	7.54189E-14	3.2955E-05
<b>Percobaan (P)</b>	3.09204E-13	9.07E-05
<b>Selisih (P-T)</b>	2.33785E-13	5.77628E-05

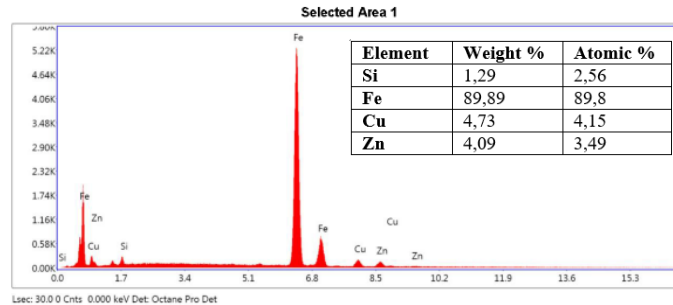
#### 6. Pengujian Kekerasan dan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS)

Pada gambar 5 terlihat bahwa sambungan pada spesimen 1, 2 dan 3 memiliki kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan kekerasan baja dan kuningan yang terdapat pada spesimen tersebut. Perbedaan kekerasan antara bagian *joint* atau sambungan tersebut menunjukkan bahwa terdapat suatu perubahan metalurgi yang menyebabkan adanya perbedaan kekerasan secara signifikan. Perubahan metalurgi yang terjadi pada sambungan diduga merupakan munculnya fasa intermetalik. Bila luas permukaan besar, fasa intermetalik yang terbentuk semakin banyak. Bila jumlah fasa intermetalik semakin banyak maka kekerasan dari *transition zone* juga akan meningkat. Sehingga dapat disimpulkan bahwa bila permukaan semakin halus, difusi yang terjadi semakin sedikit, fasa intermetalik yang terbentuk sedikit dan kekerasan yang dihasilkan semakin rendah dan begitu pula sebaliknya.



**Gambar 5. Grafik Hasil Pengujian Kekerasan Spesimen pada Area Baja, *Transition Zone* dan Kuningan**

Pengujian EDS yang dilakukan pada *transition zone* menunjukkan bahwa pada *transition zone* terdapat elemen Si, Fe, Cu dan Zn. Keempat unsur tersebut merupakan unsur-unsur pembentuk senyawa intermetalik yang terdapat pada *transition zone*. Unsur yang diperkirakan membentuk senyawa intermetalik adalah FeCu, FeZn dan CuZn (berdasarkan perbedaan keelektronegatifan yang besar di antara ketiga unsur tersebut).



**Gambar 6. Kurva Hasil EDS Pada Transition Zone Spesimen 1**

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, maka didapatkan kesimpulan bahwa semakin kasar permukaan rangkaian baja karbon rendah dengan *filler metal* kuningan pada hasil *furnace brazing* pada temperatur 950oC akan diperoleh *transition zone* yang semakin besar dan berlaku juga sebaliknya. Lalu bila permukaan baja karbon rendah dan *filler metal* kuningan semakin kasar maka *transition zone* yang terbentuk memiliki nilai kekerasan yang semakin tinggi. Tetapi tidak dapat dibuktikan apakah peningkatan kekerasan merupakan efek dari peningkatan jumlah fasa intermetalik. Hal ini berlaku pada spesimen yang telah diberi kekasaran permukaan dengan kertas amplas dengan kekasaran 80 – 360 *grit*. Sebaiknya dilakukan pengujian untuk mengidentifikasi jenis ikatan yang terbentuk pada *transition zone* yang dihasilkan.

## REFERENSI

- [1] Brazing Handbook. *American Welding Society Fifth Edition C3*. Miami: American Welding Society. 2011.
- [2] Oerlikon Metco. *An Introduction to Brazing (Fundamentals, Materials, Processing) Issue 4*. 2014.
- [3] Campbell, F.C. *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*. United States of America: ASM International. 2008.
- [4] Thelning, Karl-Erik. *Steel and its Heat Treatment*. India : Replika Press Pvt Ltd. 1984.
- [5] Callister, Willam D. dan David G. Rethwisch. *Materials Science and Engineering*. New York: John Wiley and Sons. 2011.
- [6] Shewmon, Paul G. *Transformations in Metals*. New York : McGraw-Hill Book Company. 1969.

## **ANALISIS SIX SIGMA UNTUK MENGURANGI CACAT PADA PRODUK BATANG KAWAT DI PABRIK WIRE ROD MILL**

Ratna Ekawati <sup>(1)</sup>, Nafila Amalia <sup>(2)</sup>

Jurusan Teknik Industri, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Agung Tirtayasa  
Jl. Jendral Soedirman Km. 03 Cilegon – Banten 42435  
\*Email : [re.tiuntirta@gmail.com](mailto:re.tiuntirta@gmail.com), [nafila.amaita@gmail.com](mailto:nafila.amaita@gmail.com)

### **Abstrak**

*Pabrik Wire Rod Mill memiliki tanggung jawab terhadap semua produk yang dibuat seperti produk batang kawat. Namun, persentase reject produk batang kawat tidak mengalami penurunan yang significant dalam satu tahun terakhir ini. Meskipun rata-rata persentase cacat produk tiap bulan tidak melebihi batas maksimal cacat produk perusahaan yaitu 0,8%, tetap perlu adanya perbaikan agar proses-proses berikutnya lebih baik dan produk cacat dapat diminimalisir. Metode yang peneliti gunakan dalam permasalahan tersebut adalah metode six sigma melalui 5 fase DMAIC (Define, Measure, Analyze, Improve dan Control). Six sigma dikatakan sebagai metode yang berfokus pada proses dan pencegahan cacat. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan jumlah CTQ (Critical To Quality), nilai DPMO dan level sigma pada proses produksi batang kawat, menentukan cacat yang paling dominan pada produk batang kawat, dan menentukan usulan perbaikan proses pengendalian produksi batang kawat. Dari hasil pengamatan dan analisa, dapat diketahui bahwa cacat creep speed merupakan cacat dominan terhadap produk batang kawat dengan persentase terbesar yaitu 40,9 % , nilai sigma yang diperoleh adalah 4.841854315  $\sigma$  dengan nilai DPMO sebesar 609.57364, dan untuk meminimasi cacat creep speed, perlu meningkatkan kualitas perawatan mesin sesuai tingkat utilitas mesin, meningkatkan kualitas tenaga kerja dengan pelatihan (training) secara rutin dan pembaharuan metode kerja dengan membuat papan petunjuk kerja.*

**Kata Kunci : Ctg, DPMO, DMAIC, Kualitas Produk**

### **1. PENDAHULUAN**

Suatu perusahaan tidak lepas dari produk yang dihasilkan, oleh karena itu perusahaan membutuhkan suatu cara yang dapat mewujudkan terciptanya kualitas yang baik pada produk yang dihasilkannya. Kualitas produk suatu perusahaan menjadi pertimbangan bagi para konsumen dalam membeli suatu barang. Semakin tinggi kualitas yang diberikan kepada konsumen maka semakin besar daya tarik konsumen terhadap barang tersebut sehingga suatu perusahaan dapat bersaing dengan perusahaan-perusahaan lain.

PT Krakatau Steel (Persero) Tbk adalah perusahaan yang mulai beroperasi pada 1977 dan telah berkembang menjadi produsen baja terbesar di Indonesia. Sebagai produsen baja terkemuka di Indonesia, PT Krakatau Steel (Persero) Tbk memiliki tanggung jawab terhadap semua produk yang dibuat dan produknya pun telah memenuhi standar industri baik Sertifikasi Nasional maupun Internasional. Namun, proses yang cukup panjang tidak menutup kemungkinan dapat menghasilkan produk cacat.

*Wire rod* dengan dimensi 5,5, mm adalah salah satu ukuran *wire rod* yang sering dipesan oleh konsumen. Oleh karena itu, peneliti lebih memfokuskan penelitian pada *wire rod* dengan dimensi 5,5 mm.

Pada bulan Agustus 2015, produk yang dihasilkan adalah 8335 ton sedangkan target perusahaan adalah 10.000 ton. Persentase *reject* sendiri sebesar 0,83%. Oleh karena itu, diperlukannya pengendalian kualitas yang tepat untuk tetap mempertahankan kualitas produknya dan tetap mempertahankan produksi batang kawat sesuai dengan target.

Metode yang digunakan untuk mengendalikan kualitas dalam penelitian ini adalah metode *six sigma*. Metode *six sigma* dikatakan sebagai metode yang berfokus pada proses dan pencegahan cacat (*defect*) (Snee, 1999).

**2. TINJAUAN PUSTAKA**

**Konsep Six Sigma**

*Six sigma* merupakan suatu konsep statistik yang mengukur dan mencerminkan kemampuan proses yang sebenarnya. Yang berkaitan dengan ciri-ciri seperti cacat per unit dan peluang untuk sukses dan gagal. ‘*Sigma*’ (huruf abjad Yunani ke-18) yaitu suatu istilah statistik yang menunjukkan penyimpangan standar (*standard deviation*) atau indikator dari tingkat variasi dalam seperangkat pengukuran proses (Brue, 2002), ‘*Six*’ (pada level enam) hanya ada 3,4 cacat dari sejuta kesempatan, artinya 99,99966% (mendekati sempurna) hanya kurang 0,0003% dari *zero defects*.

*Six sigma* adalah bertujuan yang hampir sempurna dalam memenuhi persyaratan pelanggan (Pande dan Cavanagh, 2002: 9 dalam Muhaemin, 2012). Jadi, *six sigma* merupakan suatu metode atau teknik pengendalian dan peningkatan kualitas dramatik yang merupakan terobosan baru dalam bidang manajemen kualitas. Beberapa terminologi yang menjadi kunci dalam konsep *Six sigma* (Gaspersz, 2002 dalam Djunaidi, 2014) adalah:

1. CTQ (*critical to quality*) dapat diartikan sebagai elemen dari proses atau kegiatan yang berpengaruh langsung terhadap pencapaian kualitas yang diinginkan
2. Unit (U) adalah jumlah produk yang diperiksa dalam inspeksi.
3. *Opportunities* (OP) adalah karakteristik kritis bagi kualitas atau karakteristik yang berpotensi untuk cacat.
4. D (*defect*) adalah kegagalan untuk memuaskan pelanggan
5. DPU (*defect opportunity*) adalah kejadian atau kondisi yang terstruktur yang memberikan kesempatan untuk tidak terpenuhinya kebutuhan pelanggan. 
$$DPU = \frac{D}{U} \dots\dots\dots (1)$$
6. DPO (*defect per opportunity*) adalah kegagalan per satu kesempatan. 
$$DPO = \frac{DPU}{CTQ} \dots\dots\dots (2)$$
7. DPMO (*defect per million opportunity*) adalah ukuran kegagalan dalam *six sigma* yang menunjukkan kegagalan per sejuta kesempatan. 
$$DPMO = DPO \times 1.000.000 \dots\dots (3)$$
8. Tingkat Sigma

Tingkatan Sigma dapat dengan mudah dihitung dengan Microsoft Excel menggunakan formula (Evans dan Lindsay, 2007 dalam Hetharia (2010)) sebagai berikut.

$$\text{Tingkat Sigma} = \text{NORMSINV}(1 - \text{dpmo}/1.000.000) + \text{SHIFT} \dots\dots (4)$$

**Tabel 2.1 Manfaat dari Pencapaian Beberapa Tingkat Sigma**

Tingkat Pencapaian Sigma	COPQ (Cost Of Poor Quality)	
	DPMO	COPQ (Cost Of Poor Quality)
1-sigma	691.462 (sangat tidak kompetitif)	Tidak dapat dihitung
2-sigma	308.538 (rata-rata industri Indonesia)	Tidak dapat dihitung
3-sigma	66.807	25-40% dari penjualan
4-sigma	6.210 (rata-rata industri USA)	15-25% dari penjualan
5-sigma	233	5-15% dari penjualan
6-sigma	3,4 (industri kelas dunia)	< 1% dari penjualan

Setiap peningkatan atau pergeseran 1-sigma akan memberikan peningkatan keuntungan

(Sumber: Gaspersz, 2002)

### 3. METODE PENELITIAN

#### 1. Data Primer

Data primer yaitu data yang cara pengambilannya dilakukan secara langsung. Untuk teknik observasi, peneliti mengamati secara langsung proses pembuatan batang kawat di pabrik WRM dari bahan baku (*billet*) diproses hingga menjadi produk batang kawat dan disimpan digudang sedangkan teknik wawancara, peneliti melakukan sesi tanya jawab kepada pihak perusahaan (khususnya inspektor dibagian *quality control*)

#### 2. Data Sekunder

Data sekunder yaitu data yang cara pengambilannya dilakukan secara tidak langsung atau data *given* perusahaan. Data yang diambil adalah data dari hasil laporan produksi batang kawat dan data *reject* (cacat) batang kawat dibagian *quality control* pada periode Januari sampai Desember 2015.

### 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam implementasi konsep *six sigma* terdiri dari 5 tahap yaitu DMAIC (*Define, Measure, Analyze, Improve and Control*). Namun, dalam penelitian ini peneliti membatasi penelitian sampai tahap *improve*.

#### Tahap Define

*Define* yaitu penetapan masalah yang juga merupakan keluhan dari pelanggan dan tujuan dari suatu produk atau spesifikasi yang diinginkan. Pada tahap ini dilakukan pembuatan *project charter*, *SIPOC diagram* dan menentukan CTQ.

#### 1. Project Charter

**Tabel 4.1. Project charter analisis Six Sigma**

Informasi Penelitian			
Institusi :	Jurusan Teknik Industri Universitas Sultan Ageng Tirtayasa	Nama Penelitian :	Analisis Six Sigma sebagai Metode Pengendalian Kualitas Untuk Mengurangi Cacat Pada Produk Batang Kawat di Pabrik <i>Wire Rod Mill</i> PT Krakatau Steel (Parsito) Tbk
Mulai :	4 Januari 2016	Peneliti :	Nafla Amalia
Sesai :	4 Februari 2016	Inspektor :	Idham
		Pembimbing :	Sudiatomo
Permasalahan	Tujuan dan Lingkup Penelitian		
Dari data <i>reject</i> dalam periode 1 tahun (Januari-Desember 2015), persentase <i>reject</i> pada <i>coil</i> tidak menurun secara <i>significant</i> meskipun rata-rata persentase <i>reject</i> pada perusahaan belum melebihi persentase maksimum cacat perusahaan yaitu 0,8%. Pada bulan Agustus 2015 diindikasikan, salah satu penyebab dominan tidak tercapainya target adalah karena adanya cacat produk.	Tujuan penelitian ini adalah menentukan level <i>sigma</i> produk kawat baja sehingga dapat mengetahui kualitas produk kemudian menentukan hal-hal yang mempengaruhi cacat produk. Setelah itu penelitian ini akan memberikan usulan perbaikan proses ke perusahaan untuk mengurangi jumlah cacat pada kawat baja. Lingkup penelitian ini adalah pada kualitas produk, dan tidak menghitung biaya produksi.		

#### 2. SIPOC Diagram



**Gambar 4.1 SIPOC Diagram**

- Supplier* adalah penyalur bahan baku dari *Billet Steel Plant* PT Krakatau Steel dan impor dari perusahaan baja Cina
- Input* adalah bahan baku yang digunakan dalam proses yaitu *billet* dengan spesifikasi 130 - 180 mm<sup>2</sup> dengan panjang 9 m
- Proses* adalah perubahan atau transformasi dari bahan baku hingga menjadi produk jadi, yaitu proses pemanasan, proses pembentukan (*Pre-Roughing Mill*, *Roughing Mill*, *Intermediate Mill*, *Pre-Finishing Blok Mill* dan *Finishing Blok Mill*) dan proses pendinginan
- Output* adalah hasil dari transformasi bahan baku yaitu batang kawat dengan diameter 5,5 mm – 20 mm



- e. *Customer* adalah pelanggan yang nantinya akan membeli produk, yaitu pemerintahan untuk membuat jalan, perusahaan-perusahaan baja atau manufaktur untuk membuat baut, jari-jari sepeda dan sebagainya dan PT Semen Padang untuk konstruksi bangunan pabrik
3. Menentukan Nilai CTQ  
 Penentuan CTQ (*Critical to Quality*) bertujuan untuk mengidentifikasi karakteristik-karakteristik yang berpotensi menjadi cacat pada hasil akhir

**Tabel 4. 2 CTQ (*Critical To Quality*)**

No	Karakteristik Kualitas
1	<i>Laps</i>
2	<i>Overfill</i>
3	<i>Underfill</i>
4	<i>Creep Speed</i>
5	Kusut Berat
6	Tidak Center
7	<i>Cross Roll/Un Round</i>
8	<i>Other Deft</i>
9	<i>Scratch</i>
10	<i>Scrappy</i>
11	<i>Roll Mark</i>
12	<i>Coil Banyak Potongan</i>

Produk batang kawat terdiri dari 12 jenis karakteristik kualitas yang terbagi menjadi 3 jenis kriteria (*surface defect, dimension defect* dan *mechanical defect*). Karakteristik kualitas ini akan dijadikan patokan atau tolak ukur untuk menghasilkan produk dengan kualitas yang baik.

**Tahap Measure**

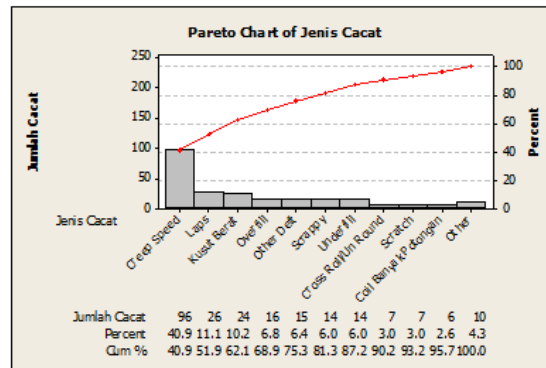
1. *Parreto Diagram*

*Parreto diagram* digunakan untuk mengetahui prioritas cacat dari 12 jenis cacat yang sering terjadi pada produksi batang kawat di PT Krakatau Steel (Persero) Tbk

**Tabel 4. 3 Perhitungan Diagram Pareto**

No	Jenis Cacat ( <i>Critical To Quality</i> )	Jumlah Cacat	% Cacat	%Kumulatif
1	<i>Laps</i>	26	11.06382979	11.06382979
2	<i>Overfill</i>	16	6.808510638	17.87234043
3	<i>Underfill</i>	14	5.957446809	23.82978723
4	<i>Creep Speed</i>	96	40.85106383	64.68085106
5	Kusut Berat	24	10.21276596	74.89361702
6	Tidak Center	6	2.553191489	77.44680851
7	<i>Cross Roll/Un Round</i>	7	2.978723404	80.42553191
8	<i>Other Deft</i>	15	6.382978723	86.80851064
9	<i>Scratch</i>	7	2.978723404	89.78723404
10	<i>Scrappy</i>	14	5.957446809	95.74468085
<b>Total</b>		<b>235</b>	<b>100</b>	

Berikut adalah diagram paretonya :

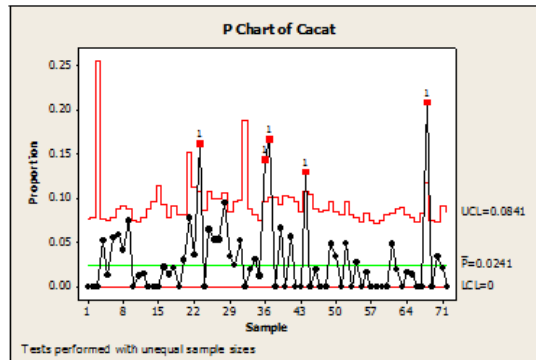


**Gambar 4. 2. Parreto Diagram**

Dapat dilihat persen jenis cacat *creep speed* memiliki persentasi paling tinggi yaitu 40.9% sedangkan cacat *laps* 11.1%, cacat kusut berat 10.2%, cacat *overfill* 6.8%, cacat *other deft* 6.4%, cacat *scrappy* 6%, cacat *underfill* 6%, cacat *cross roll/un round* 3%, cacat *scratch* 3% dan cacat *coil banyak potongan* 2.6%.

2. Peta Kendali p

Peta kendali digunakan untuk memonitor proses yang tidak terkendali dan menemukan penyebab khusus.



**Gambar 4. 3. Peta Kendali p**

Berdasarkan gambar peta kendali diatas, proses produksi batang kawat di PT Krakatau Steel (Persero) Tbk belum terkendali karena terdapat 5 data yang keluar dari batas kontrol atas (*upper limit*) yaitu pada sampel data ke 23, 36, 37, 44 dan 68. Sampel yang keluar batas kontrol atas ini disebabkan oleh adanya sebab khusus yang menyebabkan proses tidak terkendali dan peta p ini digunakan untuk memantau proses secara terus menerus.

3. RTY (*Rolled Troughput Yield*)

Ukuran *yield* ini mengidentifikasi dari suatu proses untuk menghasilkan produk bebas cacat (*defect free*). PT Krakatau Steel (Persero) Tbk menetapkan jumlah produk yang cacat adalah 0,8% dari total produksi dan artinya standar produk bebas cacat PT Krakatau Steel (Persero) Tbk adalah 9,92%.

Contoh perhitungan (11 Januari 2015) :

$\begin{aligned} \% \text{Produk Cacat} &= \frac{\text{Jumlah cacat}}{\text{Jumlah Produksi}} \times 100\% \\ &= \frac{3}{786} \times 100\% \\ &= 0.003816794 \end{aligned}$	$\begin{aligned} \% \text{RTY Aktual} &= 1 - \% \text{Produk Cacat} \\ &= 1 - 0.003816794 \\ &= 99.6183206 \end{aligned}$
Rata-rata % Produk Cacat	Rata-rata % RTY Aktual

$= \frac{\sum \% \text{ Produk Cacat}}{\text{Total pemeriksaan}}$ $= \frac{\sum 0.5266716}{72}$ $= 0.007314884$ $= 0.7314884\%$	$= \frac{\sum \% \text{ RTY Aktual}}{\text{Total pemeriksaan}}$ $= \frac{71.4733284}{72}$ $= 0.992685116$ $= 99.2685116\%$
---	--

Secara keseluruhan dalam satu tahun produk bebas cacat dapat dinilai baik atau kurang baiknya produksi perusahaan berdasarkan *persentase RTY (Rolled Troughput Yield)* target dengan *persentase RTY (Rolled Troughput Yield)* aktual. Jika RTY (*Rolled Troughput Yield*) aktual tidak melebihi target maka diindikasikan produksi perusahaan baik sedangkan jika RTY (*Rolled Troughput Yield*) aktual melebihi RTY (*Rolled Troughput Yield*) target maka diindikasikan produksi perusahaan kurang baik.

4. *Baseline* Kinerja Perusahaan

Perhitungan *baseline* kinerja perusahaan digunakan untuk mengetahui sejauh mana suatu produk dapat memenuhi kebutuhan spesifik pelanggan sebelum diserahkan ke pelanggan.

1. Menghitung nilai kapabilitas sigma

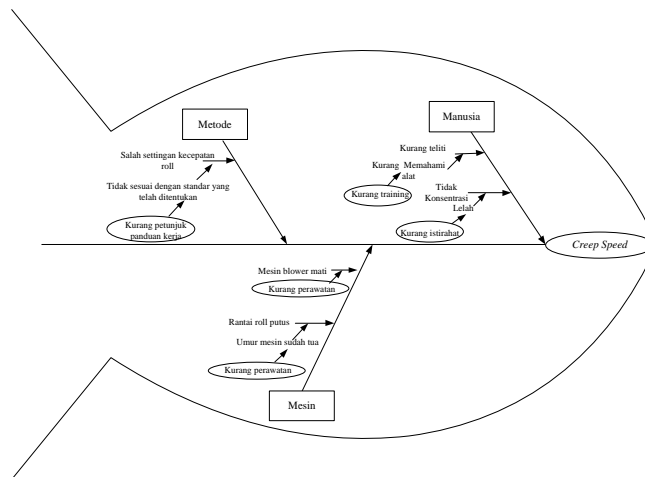
Menyatakan bahwa dari sejuta kesempatan yang ada akan terdapat 609.57364 kemungkinan bahwa proses akan menimbulkan *defect* atau *nonconforming* dan tingkat pencapaian PT Krakatau Steel (Persero) Tbk dalam memproduksi batang kawat cukup baik yaitu sebesar 4.841854315 *sigma* (mencapai 4 *sigma*)

**Tahap Analyze**

**Fishbone Diagram**

*Cause effect diagram* digunakan untuk mengidentifikasi penyebab kegagalan pada produk.

Jenis cacat *creep speed* merupakan salah satu kategori *mechanical defect* yang diakibatkan oleh pendinginan yang tidak merata sehingga hasil *tensile strength* akan berbeda pada setiap bagian *coil* jika diuji lab (tes mekanik).



**Gambar 4.4. Fishbone Diagram**

**Tahap Improve**

**Tabel4. 7. Metode 5W+1H**

No	Masalah	What Apa yang menjadi target perbaikan?	Why Kenapa perbaikan harus dilakukan?	Where Dimana perbaikan dilakukan?	When Kapan perbaikan dilakukan?	Who Siapa yang melakukan perbaikan itu?	How Bagaimana cara melakukan perbaikannya?
1	Tidak ada pelatihan rutin bagi operator	Operator yang kurang diberikan pelatihan dalam pengoperasian mesin dan bisa terbengkal dari senior sehingga kurang teliti	Agar proses produksi dapat termonitor dengan baik dan meminimalisir kesalahan dalam pengoperasian mesin	Control Room Proses Produksi di Pabrik WRM	Semiinggu sekali saat sebelum proses produksi sehingga ada evaluasi dari minggu sebelumnya.	Production Supervisor / Lead	Belahan secara rutin bila perlu dilakukan simulasi bagi karyawan baru dan dilakukan pengawasan secara berkala (arahana-arahana dalam bekerja) serta diberi sanksi bila terjadi kesalahan.
	Operator kurang iritabat	Operator yang mengalami kelelahan	Agar operator dapat bedokumentasi dalam bekerja	Pabrik Wire Rod Mill (WRM)	Setiap saat sebelum bekerja	Sesuai pekerja	Iritabat yang cukup dengan memberikan kelonggaran waktu iritabat =10 menit sehingga operator dapat merefreshkan diri setelah makan dan sholat
2	Mesin kurang perawatan	Rantai roll yang sering putus dan blower yang mati mengganggu proses produksi sehingga dapat menyebabkan produk yang dihasilkan cacat	Agar mesin dapat berjalan stabil sehingga tidak menyebabkan coil yang telah diproduksi kumut dan tidak mengganggu proses pendinginan pada coil tersebut	Pabrik Wire Rod Mill (WRM)	Dua minggu sekali dan pihak maintenance selalu standby jika ada kerusakan mesin	Bagian maintenance mesin	Dilakukan pengecekan akan tingkat utilitas mesin secara rutin dan perawatan mesin secara berkala.
		Tidak adanya panduan kerja yang ditempel sebagai panduan operator sehingga terjadi kesalahan dalam settingan kecepatan roll	Settingan kecepatan roll tidak sesuai dengan standar dan operator tidak dapat melihat panduan pengoperasian (terutama bagi pekerja baru) sehingga rentan kesalahan pengoperasian	Control Room Proses Produksi di Pabrik WRM	Pada saat rapat koordinasi pekerja pabrik WRM	Supervisor dan para penanggung jawab pabrik atau orang-orang yang mengerti standar operasi	Dilakukan rapat koordinasi dan pagaw panduan pengoperasian mesin di ruang kontrol
3	Kurang petunjuk dan panduan kerja	Tidak adanya panduan kerja yang ditempel sebagai panduan operator sehingga terjadi kesalahan dalam settingan kecepatan roll	Settingan kecepatan roll tidak sesuai dengan standar dan operator tidak dapat melihat panduan pengoperasian (terutama bagi pekerja baru) sehingga rentan kesalahan pengoperasian	Control Room Proses Produksi di Pabrik WRM	Pada saat rapat koordinasi pekerja pabrik WRM	Supervisor dan para penanggung jawab pabrik atau orang-orang yang mengerti standar operasi	Dilakukan rapat koordinasi dan pagaw panduan pengoperasian mesin di ruang kontrol

**KESIMPULAN**

1. Jumlah CTQ (*Critical To Quality*) adalah 12, nilai DPMO sebesar 609.57364 dan nilai sigma sebesar 4.841854315 sigma.
2. Jenis jenis cacat yang paling dominan adalah cacat *creep speed* dengan persentase terbesar yaitu 40,9 %.
3. Proses produksi batang kawat tidak terkontrol karena terdapat 5 data yang keluar dari batas kontrol atas (*upper limit*) yaitu pada sampel data ke 23, 36, 37, 44 dan 68 yang dikarenakan oleh *assignal causes*.
4. Faktor yang mempengaruhi cacat *creep speed* adalah faktor mesin faktor manusia dan faktor metode .
5. Usulan yang dapat dilakukan untuk mengurangi cacat *creep speed* yaitu untuk faktor manusia sebaiknya diberikan pelatihan secara rutin untuk operator, bila perlu dibuat simulasi bagi karyawan baru sebelum masuk area produksi. Untuk faktor mesin sebaiknya disiplin dalam pengecekan akan tingkat *utilitas* mesin secara rutin dan perawatan mesin secara berkala dan untuk faktor metode sebaiknya menambahkan peletakan papan panduan pengoperasian mesin diruang kontrol

**DAFTAR PUSTAKA**

Kurniawan, Indra. *Analisis Implementasi Konsep Six Sigma Motorola Sebagai Alat Pengendalian Produk (Studi Kasus Pada PT. Djuifa International Foods, Kab. Cilacap)*.2009. Bandung

Muhaemin, Achmad. *Analisis Pengendalian Kualitas Produk Dengan Metode Six Sigma Pada Harian Tribun Timur*. 2012. Lampung.

Oloan, Togar Partai, Fatoni , Zulkarnain. *Aplikasi Metode Six Sigma 'DMAIC' Untuk Meningkatkan Kualitas Produksi Pada PT Semen Baturaja Palembang*. 2015. Palembang

Rakasiwi, Hafiedza P, Haryono. *Analisis Six Sigma pada Produk Casing Pompa sebagai Metode Perbaikan Kualitas (Studi Kasus: Pt. Zenith Allmart Precisindo)*.2014.Surabaya.

Samadhi, Ari. *Penerapan Six Sigma Untuk Peningkatan Kualitas Produk Bimoli Classic (Studi Kasus : PY. Salim Ivomas Pratama – Bitung*. 2008. Manado

## Penerapan Teknologi Pengecoran Dinding Tipis pada Batang Piston

Rianti Dewi Sulamet-Ariobimo<sup>1,a</sup>, Gregah Yudha<sup>1</sup>, Yoska Oktaviano<sup>1</sup>, Yusep Mujalis<sup>1</sup> dan  
Tono Sukarnoto<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Trisakti, Jakarta, Indonesia

[riantiaribimo@trisakti.ac.id](mailto:riantiaribimo@trisakti.ac.id) dan [rianti.ariobimo@gmail.com](mailto:rianti.ariobimo@gmail.com)

### Abstrak

Keberhasilan dalam membuat plat dinding tipis besi tuang nodular (TWDI) dengan ketebalan 1 mm dengan menggunakan sistem pengecoran vertikal mendorong diterapkannya penggunaan teknologi tersebut untuk membuat komponen otomotif yang ringan. Jika komponen otomotif ringan maka konsumsi bahan bakar juga akan lebih hemat. Dengan menggunakan desain pengecoran plat dinding tipis dibuatlah lima buah desain untuk membuat sebuah komponen batang piston dinding tipis. Batang piston dinding tipis ini akan digunakan sebagai komponen pada Vespa PX150. Desain yang telah dibuat kemudian akan disimulasi dengan menggunakan Z-Cast. Hasil simulasi menunjukkan bahwa desain pengecoran plat tipis TWDI dengan sistem vertikal dapat diterapkan pada proses pengecoran komponen batang piston dinding tipis. Semakin banyak jumlah benda cor yang disusun secara vertikal maka pengaruh temperatur logam cair pada saluran masuk bertambah dan cacat penyusutan yang terjadi semakin kecil. Bagian paling sensitif terhadap temperatur saat pengisian adalah ujung kecil dan untuk terbentuknya cacat penyusutan adalah ujung besar.

**Kata kunci:** pengecoran komponen dinding tipis, sistem vertikal, batang piston, ujung besar, ujung kecil.

### PENDAHULUAN

Teknologi pengecoran dinding tipis (*thin wall casting* - TWC) membuka kesempatan bagi besi tuang nodular (DI) dan besi tuang austemper (ADI) untuk bersaing dengan aluminium dalam hal berat. Selama ini aluminium menjadi pilihan bahan dalam komponen otomotif karena aluminium dikenal sebagai material ringan (*light weight material*). Penggunaan material ringan pada komponen otomotif akan mengurangi berat sehingga konsumsi bahan bakarpun dapat dihemat. Penelitian Scherem menunjukkan bahwa setiap pengurangan berat sebanyak 250 lbs (113,6 kg) akan menghemat bahan bakar sebesar 1 mpg (0,425 km per liter) [1], yaitu adanya penambahan jarak yang ditempuh sebesar 0,425 km untuk setiap liter penggunaan bahan bakar. Penelitian yang dilakukan Hornung dalam Bockus menyampaikan bahwa setiap 100 kg pengurangan dari berat kendaraan akan menghemat 0,5 liter bahan bakar untuk 100 km, [2].

TWC didefinisikan sebagai pengecoran dengan ketebalan maksimum 5 mm menurut Caldera [3] dan 3 mm menurut Stefanescu [4]. Aplikasi TWC pada DI akan menghasilkan pengecoran dinding tipis besi tuang nodular (*thin wall ductile iron* – TWDI). Sedangkan penerapan TWC pada ADI akan menghasilkan pengecoran dinding tipis besi tuang nodular (*thin wall austempered ductile iron* – TWADI). Ketebalan TWDI yang dapat dibuat dalam bentuk plat adalah 1 mm [5,6]. Sedangkan Martinez menerapkan TWC untuk mengurangi berat komponen dengan membuat batang piston berongga (*hollow connecting rod*) TWADI dari sebuah mesin 2 silinder untuk menghasilkan 55 HP (40 kWh) pada 5500 rpm [7]. Penggunaan batang piston berongga ini menyebabkan terjadi pengurangan berat sebanyak 200 gram. Hasil pengujian secara mekanis dan aplikasi menunjukkan bahwa batang piston berongga mempunyai kemampuan setara dengan dengan batang piston biasa.

Soedarsono dkk [5,6,8,9,10,11,12] dalam penelitiannya terkait TWDI telah berhasil membuat sebuah desain pengecoran vertikal yang menghasilkan plat TWDI dengan matriks feritis penuh. Matriks feritis penuh ini adalah

persyaratan yang harus dipenuhi ketika akan dilakukan proses austempering untuk memperoleh ADI atau TWADI. Desain pengecoran ini kemudian akan diterapkan dalam membuat sebuah komponen dinding tipis.

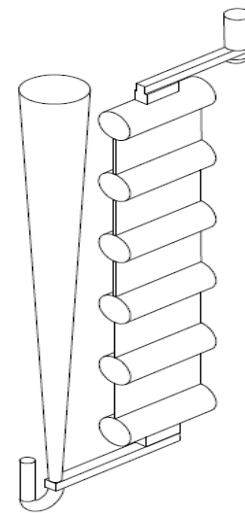
Adapun tujuan dari penelitian ini adalah melihat pengaruh penerapan desain pengecoran vertikal dinding tipis plat pada komponen batang piston dengan menggunakan simulasi.

**METODE PENELITIAN**

Penelitian diawali dengan melakukan proses karakterisasi dan pengukuran komponen batang piston yang akan dimodifikasi. Bentuk batang piston yang akan digunakan dapat dilihat pada Gambar 1. Batang piston ini digunakan pada Vespa PX150. Setelah diperoleh data-data dimensi dan kekuatan, maka akan dilanjutkan dengan pembuatan desain modifikasi. Pada tahap ini selain dilakukan pembuatan desain juga dilakukan perhitungan pengurang berat yang terjadi ketika dilakukan modifikasi. Setelah diperoleh desain modifikasi maka dilanjutkan dengan pembuatan desain pengecoran. Desain pengecoran akan menggunakan dasar desain pengecoran yang digunakan oleh Soedarsono dkk [5,6,8,9,10,11,12] seperti terlihat pada Gambar 2. Desain pengecoran akan dibuat menjadi 5 variasi desain seperti disampaikan pada Tabel 1.



**Gambar 1. Batang Piston**



**Gambar 2. Dasar Desain Pengecoran**

**Paten No. IDP000039503**

**Tabel 1. Penamaan Desain**

<b>Nama</b>	<b>Penjelasan</b>
DS-1	Hasil 1 benda cor
DS-2	Hasil 2 benda cor
DS-3	Hasil 3 benda cor
DS-4	Hasil 4 benda cor
DS-L	Hasil 1 benda cor dengan desain berbeda

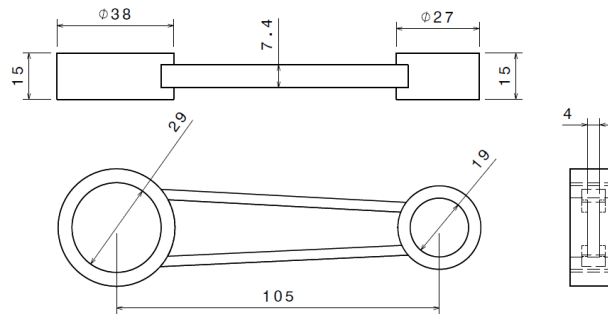
**Tabel 2. Hasil Identifikasi Batang Piston**

<b>Uraian</b>	<b>Hasil Analisa</b>
Volume (mm <sup>3</sup> )	17234
Berat (gram)	136,28
Informasi Bahan	Baja Karbon
Kadar Carbon (%)	0,17
Struktur Mikro	Ferit & Perlit

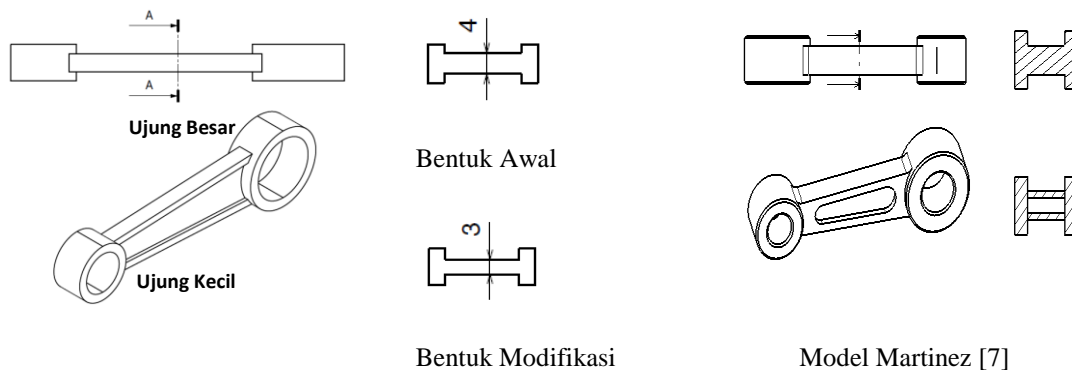
Selanjutnya desain-desain tersebut akan dievaluasi dengan menggunakan simulasi Z-Cast. Simulasi yang dilakukan akan meliputi simulasi untuk proses pengisian dan solidifikasi serta pembentukan cacat yang terjadi. Selain itu juga dilakukan evaluasi terhadap efisiensi pengecoran yang dikenal dengan *casting yield*.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

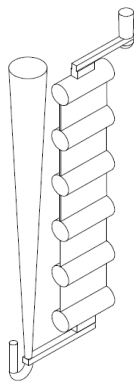
Hasil karakteristik dan pengukuran batang piston dapat dilihat pada Tabel 2. Dimensi pada batang piston dapat dilihat pada Gambar 3. Modifikasi dilakukan dengan mengurangi ketebalan batang. Ketebalan batang tersebut dikurangi secara bertahap dan pengurangan ketebalan pada penelitian ini adalah sebesar 1 mm seperti terlihat pada Gambar 4. Jika dibandingkan dengan pekerjaan yang dilakukan oleh Martinez dkk [7] maka proses pengurangan berat pada penelitian ini tidak dilakukan dengan membuat rongga pada batang piston melainkan hanya menipiskan daerah batang piston. Proses pembuatan rongga tidak dilakukan karena kekuatan benda padat lebih tinggi dibandingkan benda yang mempunyai rongga. Selain itu dalam desain rongga dibutuhkan inti. Penggunaan inti akan berarti terjadinya penambahan tahapan dalam desain dan proses pengecoran yang akan dilakukan. Berdasarkan perhitungan yang dilakukan, maka pengurangan ketebalan batang piston sebanyak 1 mm tersebut akan mengurangi berat sebanyak 13%.



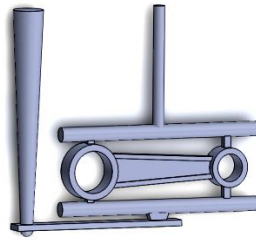
**Gambar 3. Dimensi Batang Piston**



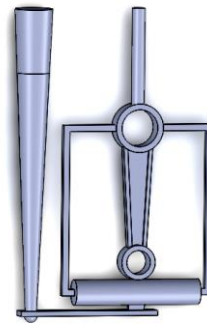
**Gambar 4. Desain Pengurangan Berat Komponan**



Dasar Desain Pengecoran

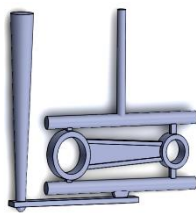


DS-1

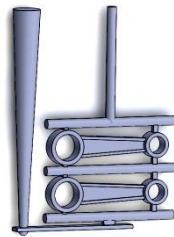


DS-L

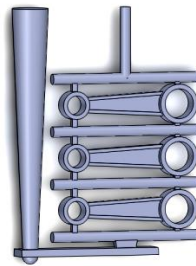
Gambar 5. Desain Pengecoran



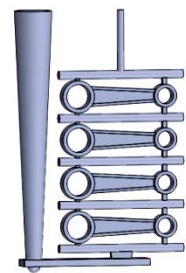
DS-1



DS-2



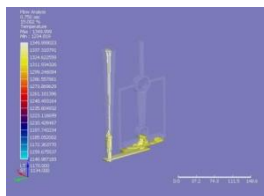
DS-3



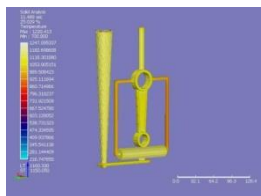
DS-4

Gambar 6. Desain Pengembangan Desain Pengecoran

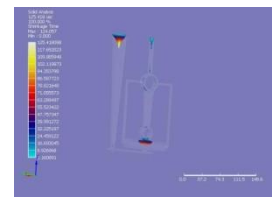
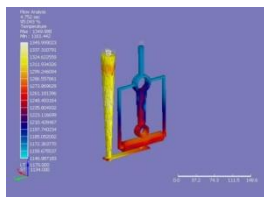
Mengambil dasar desain pengecoran plat tipis maka semua desain menggunakan sistem pengecoran vertikal. Desain awal yang dibuat adalah desain untuk menghasilkan 1 buah benda cor pada setiap cetakan. Dibuat 2 buah desain dengan perbedaan terletak pada posisi benda cor yang akan dihasilkan seperti terlihat pada Gambar 5. Pada desain yang diberi kode DS-1, benda cor dibuat tegak lurus terhadap saluran turun. Sedangkan pada desain DS-L posisi benda cor sejajar saluran turun. Desain DS-L Selanjutnya pengembangan desain dilakukan mengikuti desain DS-1 tetapi dilakukan penambahan benda cor yang dihasilkan seperti terlihat pada Gambar 6. Pada desain DS-2 dihasilkan 2 benda, desain DS-3 akan menghasilkan 3 benda dan DS-4 akan menghasilkan 4 benda.



Pengisian



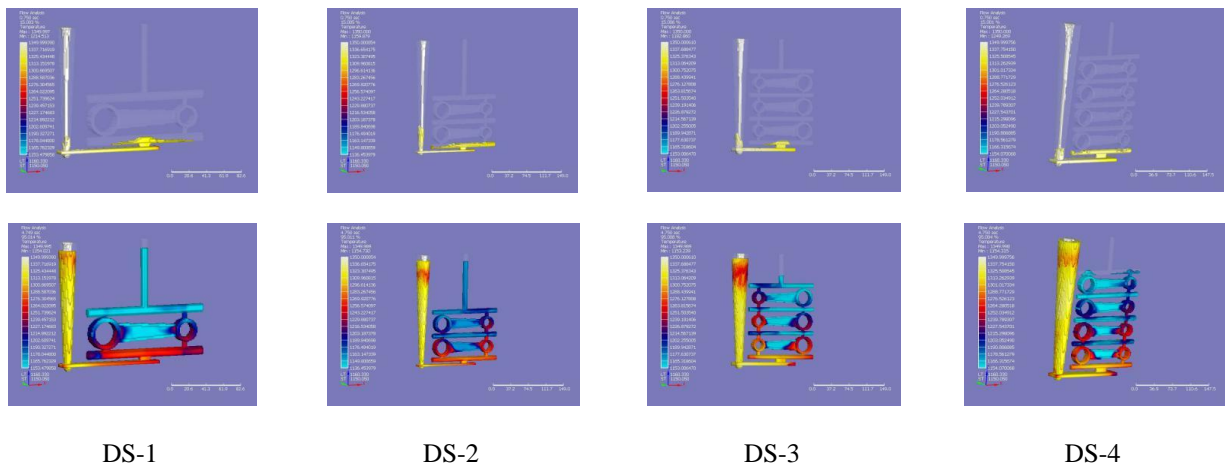
Solidifikasi



Cacat Penyusutan

Gambar 7. Hasil Simulasi DS-L

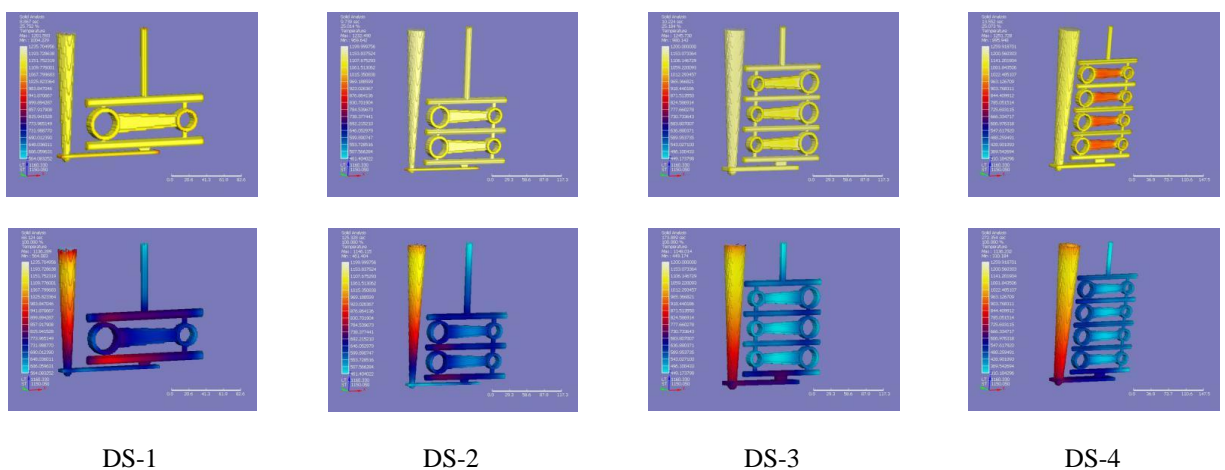




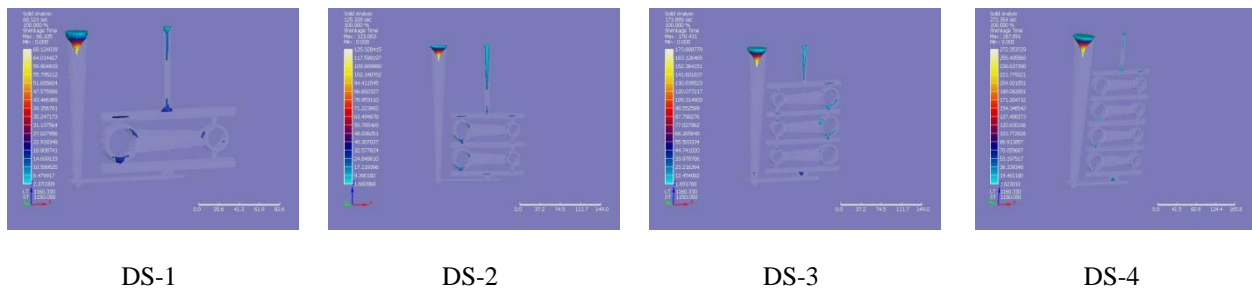
Gambar 8. Hasil Simulasi Proses Pengisian

Hasil simulasi pengisian logam cair seperti terlihat pada Gambar 7 yang dilakukan pada desain DS-L menunjukkan adanya perbedaan temperatur logam cair yang cukup luas pada seluruh bagian cetakan termasuk benda cor yang akan dihasilkan. Walaupun demikian tidak terjadi solidifikasi dini dan semua bagian cetakan dapat terisi penuh. Pada hasil simulasi untuk proses solidifikasi walaupun tetap terjadi perbedaan temperatur yang cukup luas tetapi benda cor terlihat dalam kondisi homogen kecuali pada ujung kecil. Simulasi penyusutan menunjukkan terjadinya penyusutan pada kedua ujung benda cor dengan penyusutan terbesar pada bagian ujung kecil.

Sedangkan hasil pengisian untuk desain DS-1 sampai dengan DS-4 menunjukkan tidak terjadinya solidifikasi dini dan semua bagian cetakan dapat terisi penuh seperti disampaikan pada Gambar 8. Pada akhir proses pengisian terlihat adanya variasi temperatur yang cukup luas pada seluruh bagian terisi, tetapi hal tersebut tidak terjadi pada bagian benda cor. Pada DS-1 menunjukkan bahwa posisi kedua saluran masuk terlihat lebih panas dibandingkan bagian lain tetapi sama untuk kedua titik. Hal yang sama juga dialami oleh DS-2, DS-3 maupun DS-4 hanya tidak ditemukan kesamaan temperatur pada kedua saluran masuk. Pengaruh temperatur logam cair pada saluran masuk bertambah dengan semakin banyaknya benda cor yang dibuat secara vertikal. Bagian saluran masuk yang paling terpengaruh adalah saluran masuk pada bagian ujung kecil. Jika dibandingkan dengan desain DS-L maka temperatur logam cair benda cor pada desain DS-1 sampai DS-4 lebih homogen dan perbedaan yang signifikan hanya terjadi pada posisi saluran masuk. Bagian yang paling sensitif untuk desain DS-L maupun DS-1 sampai DS-4 adalah ujung kecil.



Gambar 9. Hasil Simulasi Solidifikasi



Gambar 10. Hasil Simulasi Cacat Penyusutan

Hasil simulasi untuk proses solidifikasi DS-1 sampai DS-4, seperti terlihat pada Gambar 9, menunjukkan bahwa solidifikasi benda cor yang memiliki temperatur paling homogen adalah desain DS-1. Sedangkan untuk desain lainnya mempunyai homogenitas temperatur berturut-turut DS-2, DS-3 dan DS-4. Temperatur solidifikasi terendah terjadi pada DS-3 sedangkan tertinggi pada DS-1. Diversifikasi temperatur terbesar terlihat pada DS-4. Jika dibandingkan dengan desain DS-L maka benda cor desain DS1 sampai DS-4 mempunyai temperatur solidifikasi yang lebih homogen dibandingkan dengan desain DS-L. Pada desain DS-L kedua ujung masih mempunyai temperatur yang tinggi.

Hasil simulasi cacat penyusutan (*shrinkage*) disajikan pada Gambar 10. Penyusutan pada desain DS-1 mayoritas terjadi pada ujung besar dan sedikit pada ujung kecil. Hal yang sama juga terjadi pada kedua benda cor pada desain DS-2. Sedangkan pada DS-3, penyusutan hanya terjadi pada ujung besar untuk benda cor susunan kedua dan ketiga dihitung dari saluran masuk utama. Tidak ditemukan cacat penyusutan pada benda cor susunan pertama. Sedangkan pada DS-4 cacat penyusutan hanya terlihat pada saluran masuk pada kedua ujung. Kondisi ini menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah susunan benda cor, cacat penyusutan menjadi semakin kecil. Jika dibandingkan dengan desain DS-L terlihat bahwa penyusutan pada ujung besar DS-L cenderung berputar sedangkan pada DS1 sampai DS-4 cenderung terlokalisasi pada satu bagian tertentu.

**Tabel 3. Perhitungan Effisiensi**

Kode	Volume Benda Coran	Volume Total	Effisiensi
DS-1	41249,4	81519,6	51
DS-2	70717,0	164096,8	43
DS-3	100186,2	252194,8	40
DS-4	129654,0	413566,1	31
DS-L	56800,9	145715,5	39

Ketika dilakukan perhitungan efisiensi atau *casting yield*, seperti terlihat pada Tabel 3, terlihat bahwa efisiensi terbesar terjadi pada DS-1. Sedangkan efisiensi terkecil justru terjadi pada DS-4. DS-4 mempunyai jumlah benda cor yang dihasilkan terbanyak dibandingkan dengan desain lainnya. Hal ini menyebabkan jumlah susunan benda cor menjadi lebih banyak dan begitu pula sistem saluran tuang yang mendampinginya. Dengan semakin banyaknya sistem saluran tuang maka peluang untuk cacat penyusutan terjadi menjadi semakin kecil mengingat banyaknya pendukung yang akan mengisi kekurangan logam cair dalam proses solidifikasinya. Effisiensi yang dimiliki oleh DS-L pun termasuk dalam katagori rendah padahal desain DS-L menggunakan lebih sedikit sistim saluran tuang.

## **KESIMPULAN**

Penelitian ini menunjukkan bahwa secara simulasi desain pengecoran plat tipis TWDI dengan sistem vertikal dapat diterapkan pada proses pengecoran komponen batang piston dinding tipis. Tidak ditemukan terjadinya solidifikasi dini dan seluruh bagian cetakan dapat terisi penuh untuk semua desain yang dibuat. Proses solidifikasi pada benda cor cenderung homogen untuk desain pengecoran yang mengikuti desain pengecoran plat tipis. Semakin banyak jumlah benda cor yang disusun secara vertikal maka pengaruh temperatur logam cair pada saluran masuk bertambah dan cacat penyusutan yang terjadi semakin kecil.

Pada proses pengecoran komponen batang piston dinding tipis ini berdasarkan simulasi pengisian ujung kecil adalah bagian yang paling panas sedangkan berdasarkan simulasi cacat penyusutan maka ujung besar adalah bagian yang paling rentan terhadap terbentuknya cacat.

## **REFERENSI**

- [1] K.K. Schrems, J.A. Hawk, Ö.N. Doğan dan A.P. Druschitz: SAE Technical Paper Doc. No. : 2003-01-0828, 2003.
- [2] S. Bočkus, A. Venckūnas dan G. Žaldarys: *Materials Science*, 2008. 14(2): p.115.
- [3] M. Caldera, M. Chapetti, J.M. Massone, dan J.A. Sikora: *Mater. Sci. Technol*, Vol. 23 No. 8 (2007), pp. 1000.
- [4] D.M. Stefanescu, L.P. Dix, R.E. Ruxanda, C. Corbitt-Coburn, dan T.S. Piwonka: *AFS Trans*, Vol. 110 (2002), pp. 1149.
- [5] J.W. Soedarsono dan R.D Sulamet-Ariobimo: *AMM*, 415-417(2012), pp. 831.
- [6] B. Suharno, J.W. Soedarsono, T.P. Soemardi, dan R.D. Sulamet-Ariobimo: *AMR*, 277(2011), 66.
- [7] R.A. Martinez, R.E. Boeri dan J.A. Sikora in: *Proceeding of 2002 world conference on ADI, AFS*, 2002.
- [8] J.W. Soedarsono, B. Suharno dan R.D. Sulamet-Ariobimo, *AMR*. 415-417(2012), 831.
- [9] J.W. Soedarsono, B. Suharno dan R.D. Sulamet-Ariobimo, *AMM*. 152-154(2012), 1607
- [10] R.D. Sulamet-Ariobimo, J.W. Soedarsono dan B. Suharno, *AMR*. 652-654(2013), 2404.
- [11] R.D. Sulamet-Ariobimo, J.W. Soedarsono dan B. Suharno, *AMR*. 702(2013), 269.
- [12] R.D. Sulamet-Ariobimo, J.W. Soedarsono dan B. Suharno, *AMM*. 752-753(2015), 845.

## Pengaruh Kadar TiO<sub>2</sub>, Sudut Impak, Dan Feed Rate Terhadap Ketahanan Aus Lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub> Hasil Pelapisan Flame Spray

Aditianto Ramelan<sup>1, a</sup>, Riska Rachmantyo<sup>1</sup>, dan Richo Rezky Bukit<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup> PT Krakatau Posco, Cilegon, Indonesia

[aramelan@material.itb.ac.id](mailto:aramelan@material.itb.ac.id)

### Abstrak

Keausan menjadi salah satu masalah yang sering ditemui ketika material memiliki kondisi kerja yang saling bergesekan dengan partikel lain. Salah satu keausan yang paling sering ditemui yaitu fenomena keausan erosi. Karena keausan merupakan kerusakan permukaan, material dilapisi dengan material lain yang memiliki ketahanan aus lebih baik. Penguatan permukaan umumnya dilakukan dengan melapisi permukaan logam dengan campuran Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub> yang diaplikasikan menggunakan metoda tertentu. Penelitian ini dilakukan pada substrat baja karbon rendah untuk mengetahui pengaruh penambahan TiO<sub>2</sub> pada Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sudut impact pengujian, dan feed rate terhadap kekerasan dan ketahanan aus dari lapisan. Komposisi lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub> yang digunakan yaitu 97% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 3% TiO<sub>2</sub>, 87% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 13% TiO<sub>2</sub>, 60% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 40% TiO<sub>2</sub> keseluruhannya dalam persen berat. Variasi sudut impact dan feed rate yang digunakan 60°, 75°, 90° dan 0,94, 2,17, dan 3,21 gr/menit. Lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub> dibentuk di permukaan substrat dengan menggunakan metode flame spray dengan jarak pelapisan tetap yaitu 10 cm. Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai kekerasan menurun seiring dengan meningkatnya kadar TiO<sub>2</sub>. Hal ini diikuti oleh menurunnya kinerja lapisan ketika dilakukan pengujian dengan Jet Erosion Tester. Pada komposisi campuran Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan penambahan TiO<sub>2</sub>, 3%, 13% dan 40% diperoleh weight loss rata-rata berturut-turut 3,91; 4,32 dan 4,70 mg. Pada sudut impact 60°, 75° dan 90° weight loss rata-rata yang dialami lapisan adalah 3,32 mg, 3,86 mg dan maksimal sebesar 5,76 mg. Feed rate partikel alumina 0,94, 2,17 dan feed rate paling besar yaitu 3,21 gr/menit menyebabkan kehilangan rata-rata yang dialami lapisan sebesar 2,92; 4,47; dan terbesar 5,54 mg.

**Kata kunci:** thermal spraying, alumina-titania, wear resistant, uji erosi

### PENDAHULUAN

Secara umum, banyak benda teknik yang terbuat dari logam contohnya komponen-komponen otomotif, perkakas mesin, dan peralatan industri lainnya. Dalam aplikasinya, benda-benda yang terbuat dari logam ini akan mengalami kondisi kerja tertentu. Hal ini akan menyebabkan fenomena-fenomena yang tidak diinginkan dapat terjadi misalnya korosi dan keausan (*wear*). Hal tersebut dapat ditanggulangi dengan memodifikasi permukaan dari material logam untuk meningkatkan ketahanannya terhadap korosi dan aus. Teknik modifikasi permukaan ini disebut dengan istilah *Surface Engineering*. *Surface Engineering* meliputi segala bidang penelitian dan aktivitas teknik yang menjurus kepada disain, pembuatan, pemeriksaan dan pemanfaatan dari lapisan permukaan, baik dari segi teknologi maupun untuk pemakaian akhir produk, dengan sifat lapisan yang lebih baik dibandingkan logam intinya seperti anti-korosi, anti-fatigue, anti-aus, dan dekoratif [1]. Banyak jenis metode pelapisan yang digunakan, namun metode yang paling umum adalah metode pelapisan thermal. Perbedaan metode pelapisan akan menghasilkan sifat lapisan yang berbeda. Sifat lapisan yang paling sering diamati adalah kekerasan (*hardness*). Dalam kondisi aplikasi tertentu, lapisan dapat mengalami perubahan temperatur yang ekstrim akibat kondisi kerja yang dapat mengakibatkan *thermal shock* sehingga material inti terlepas dari material pelapis yang memiliki koefisien muai berbeda yang dapat berakibat buruk terhadap aspek fungsionalnya. Tujuan penelitian adalah untuk memahami pengaruh penambahan TiO<sub>2</sub> pada campuran Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sudut penembakan pada permukaan lapisan dan *feed rate* partikel erosi terhadap kekerasan, ketahanan aus lapisan tersebut hasil pelapisan dengan metode *conventional flame spray* dengan menggunakan alat CDS 8000.

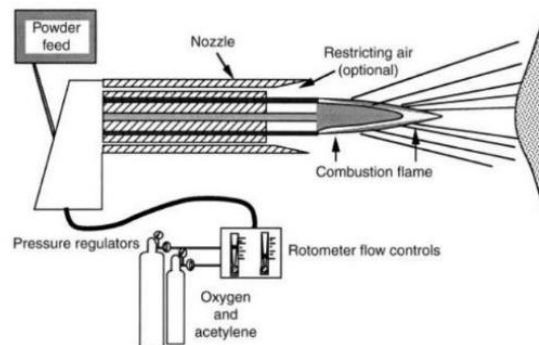
*Thermal Spray Coatings* adalah suatu metode pelapisan material dimana material pelapis (logam/non logam; dalam bentuk serbuk, kawat, ataupun batang) dilelehkan dengan menggunakan suatu sumber energi (api, busur listrik, busur plasma menjadi kondisi leleh maupun semi leleh dan disemprotkan ke substrat dengan tekanan udara. Partikel yang disemprotkan ke permukaan substrat akan membentuk suatu bentuk lapisan dengan struktur lamella [2]. Lapisan dari partikel *coating* pada pelapisan termal akan menghasilkan kualitas lapisan tertentu bergantung pada prosesnya. Kondisi lapisan pada substrat dipengaruhi oleh :

- Laju pendinginan partikel pelapis pada substrat
- Kenaikan temperatur yang dialami permukaan substrat
- Ketebalan dari partikel pelapis
- Banyaknya porositas pada material pelapis

Aplikasi dari proses pelapisan dapat ditemui di berbagai bidang, terutama untuk proses *repair & maintenance*. Aplikasi proses pelapisan yang paling sering ditemui antara lain:

- Perlindungan terhadap aus
- Perlindungan terhadap korosi
- Isolasi termal
- Isolasi maupun konduksi listrik
- Perlindungan terhadap radiasi
- Perbaikan terhadap bagian yang rusak

*Flame spraying* dapat menggunakan material pelapis berupa *powder*, *wire* dan *rod*. Dalam proses *powder flame spraying*, partikel *powder* akan meleleh karena api dan diakselerasi ke arah permukaan substrat [3]. Metode *Conventional flame spray* ditemukan tahun 1910 dan masih banyak dipakai di zaman sekarang. *Conventional flame spray* menggunakan gas bakar untuk menghasilkan panas. Gas bakar yang paling sering digunakan adalah *oxyacetylene*. Api dihasilkan oleh campuran antara gas bakar dan oksigen yang kemudian menghasilkan api yang keluar dari *torch* kemudian ke *nozzle*. Dalam metode *flame spray*, rasio gas bakar-Oksigen menentukan panas yang keluar dari *nozzle*. Namun *conventional flame spray* memiliki kelemahan yaitu sulit untuk membuat produk lapisan dengan porositas kurang dari 2% [2]. Berikut mekanisme *Conventional Flame Spray* pada gambar 1.



**Gambar 1.** Mekanisme konvensional *flame spray* [4]

## METODE

Material yang digunakan sebagai substrat adalah baja karbon rendah sedangkan *powder coating* yang digunakan memiliki komposisi sebagai berikut :  $\text{Al}_2\text{O}_3$  97% +  $\text{TiO}_2$  3% ditulis sebagai “A97+T3”;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  87% +  $\text{TiO}_2$  13% ditulis sebagai “A87+T13” ; dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  60% +  $\text{TiO}_2$  40% ditulis sebagai “A60 + T40”. Material baja karbon rendah sebagai substrat adalah baja karbon rendah termasuk material yang sering digunakan sebagai benda-benda teknik. Penggunaan baja karbon rendah juga mempermudah proses metalografi saat membedakan antara substrat dengan *intermediate layer* NiAl dan coating campuran  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$ . Dimensi spesimen yang digunakan adalah 10 x 10 x 5 mm. Sebelum dilakukan proses pelapisan, sampel di *sand blasting* terlebih dahulu agar diperoleh kekasaran permukaan yang sesuai sehingga lapisan dapat menempel dengan baik. Berikut ini adalah parameter-parameter yang digunakan pada pengujian ini :

- Jenis Powder :  $\text{Al}_2\text{O}_3$  97% +  $\text{TiO}_2$  3%;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  87% +  $\text{TiO}_2$  13%; dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  60% +  $\text{TiO}_2$  40%.
- Feed rate: 0,94 gr/menit, 2,17 gr/menit, 3,21 gr/menit
- Sudut Impak : 60°, 75°, 90°

- Waktu : 2 menit (konstan)

Proses Pengujian Jet Erosion dilakukan dengan:

1. Membersihkan spesimen dengan *air compressor* dan melakukan penimbangan dengan timbangan elektronik (tingkat ketelitian 0,0001 gram)
2. Nyalakan sumber daya alat *Jet Erosion Test*.
3. Pastikan *chamber* bersih dari serbuk pengotor dengan *air compressor*
4. Taruh spesimen pada holder 90° dan masukan pada alat *Jet Erosion*
5. Atur kecepatan partikel dengan mengatur tekanan pada 0,2 bar dan set waktu untuk 2 menit.
6. Kemudian atur *feed rate* 0,94 gr/menit.
7. Putar tuas start ke kiri bersamaan dengan menekan tombol *start* pada *timer*
8. Setelah 2 menit keluarkan *holder* dari *chamber* kemudian bersihkan spesimen dengan *air compressor*
9. Hitung berat akhir spesimen.
10. Lakukan langkah 3-9 dengan variasi *feed rate* 2,17 gr/menit dan 3,21 gr/menit juga *holder* 75° dan 60°.

Kekerasan adalah ketahanan suatu material terhadap terjadinya deformasi plastis pada satu titik atau lokal akibat pembebanan [5]. Uji kekerasan pada spesimen dilakukan dengan metode *micro Vickers* dengan pembebanan sebesar 50 gram. Pengujian ini dilakukan pada bagian penampang substrat dan *coating* masing-masing sebanyak 10 kali.

### HASIL dan PEMBAHASAN

Penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi dari parameter yaitu *feed rate*, komposisi paduan *coating*, dan sudut impact terhadap ketahanan aus erosi dari material ditinjau dari berat yang hilang selama pengujian. Dari hasil *coating* metode *conventional flame spray* dengan komposisi *powder* “A97+T3”, “A87+T13”, dan “A60+T40”, hasil pengujian yang kita peroleh adalah penampilan pelapisan, data kekerasan dan beban yang hilang selama pengujian erosi berlangsung. Data yang diperoleh dari masing-masing percobaan dengan variabel *feed rate* (gr/menit), sudut impact dan komposisi lapisan adalah data kekerasan lapisan (VHN), berat awal spesimen, berat akhir spesimen.

Data kekerasan pada tabel 1, menunjukkan bahwa kekerasan lapisan dengan kadar Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> paling tinggi memiliki kekerasan yang paling tinggi pula. Penambahan TiO<sub>2</sub> menyebabkan kekerasan dari campuran menurun. Hasil pengujian kekerasan “A87+T13” memiliki nilai kekerasan diantara “A97+T3” dan “A60+T40”.

**Tabel 1.** Kekerasan lapisan *coating* pada berbagai komposisi

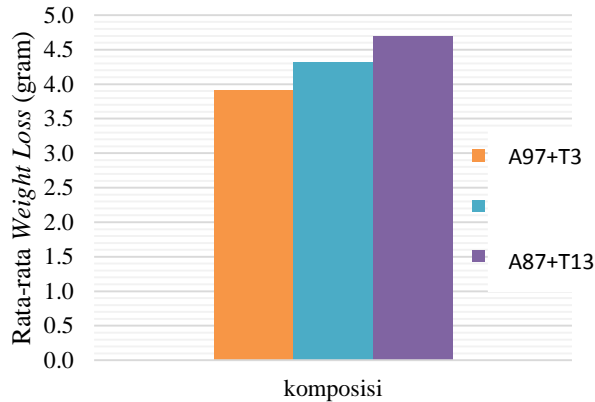
	A97+T3	A87+T13	A60+T40
	954	707	507
	896	620	615
	1066	865	526
	989	710	691
	1022	645	569
	865	631	509
	880	604	466
	1142	650	577
	836	668	549
	880	742	557
	941	-	577
Rata-rata	952	684	558
stdev	95	77	60

**Tabel 2.** Data variasi *feed rate* dan sudut impact terhadap material *coating*

A97+T3			A87+T13			A60+T40		
Sudut (°)	<i>Feed rate</i> (gr/menit)	<i>weight loss</i> (mg)	Sudut (°)	<i>Feed rate</i> (gr/menit)	<i>weight loss</i> (mg)	Sudut (°)	<i>Feed rate</i> (gr/menit)	<i>weight loss</i> (mg)
60	0,94	1,3	60	0,94	1,7	60	0,94	2,4
60	2,17	3,7	60	2,17	3,8	60	2,17	4,0
60	3,21	4,0	60	3,21	4,2	60	3,21	4,8

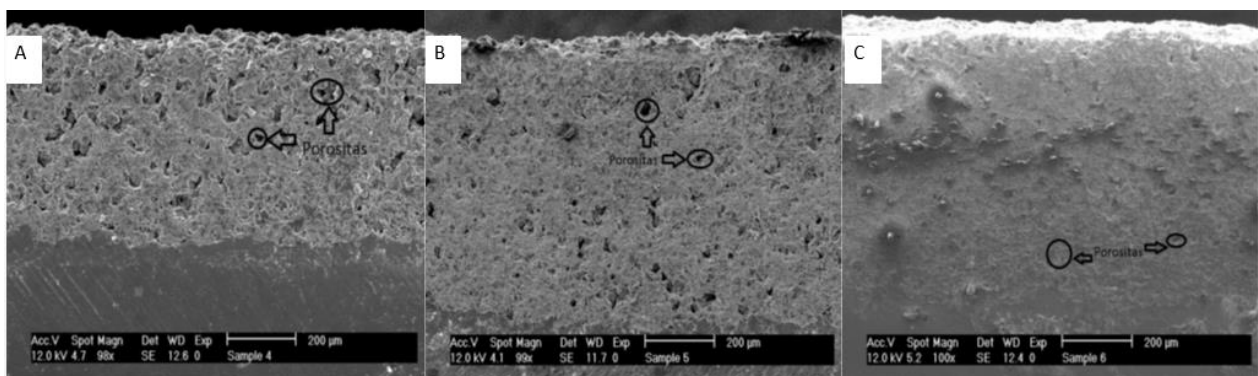
75	0,94	3,1	75	0,94	2,3	75	0,94	2,9
75	2,17	3,9	75	2,17	4,0	75	2,17	4,4
75	3,21	4,4	75	3,21	4,7	75	3,21	5,0
90	0,94	3,7	90	0,94	4,3	90	0,94	4,6
90	2,17	4,7	90	2,17	5,8	90	2,17	5,9
90	3,21	6,4	90	3,21	8,1	90	3,21	8,3

Variasi Komposisi terhadap Ketahanan Aus Lapisan



**Gambar 2.** Grafik rata-rata *weight loss* terhadap komposisi di berbagai sudut dan *feed rate*

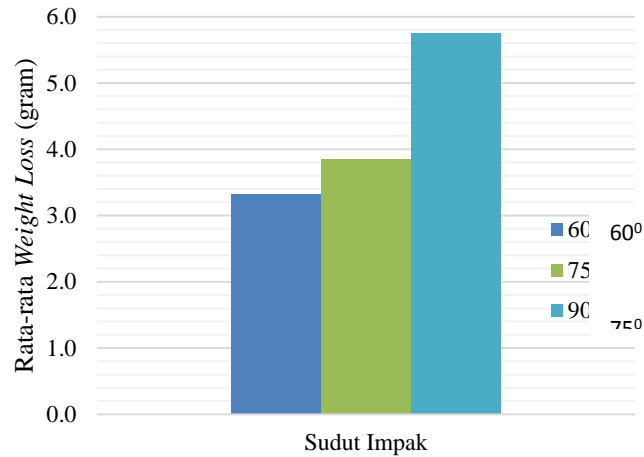
Dari data di atas diperoleh bahwa ketahanan aus material dengan komposisi alumina paling tinggi memiliki *weight loss* paling kecil. Hal ini sesuai dengan nilai kekerasan masing-masing komposisi. Komposisi “A97+T3” memiliki kekerasan paling tinggi yaitu 952 VHN. Pada komposisi ini ketahanan aus paling sedikit yaitu hanya 3,91 mg. Pada komposisi yang memiliki TiO<sub>2</sub> semakin tinggi kekerasan semakin menurun yang berakibat kepada ketahanan aus yang semakin menurun. Pada komposisi “A87+T13” yang memiliki kekerasan 684 VHN, ketahanan ausnya lebih rendah terlihat dari berat yang hilang selama pengujian sebesar 4,32 mg. Pada komposisi “A60+T40” *weight loss* yang diperoleh dari pengujian paling besar yaitu sebesar 4,70 mg sesuai dengan nilai kekerasannya yang paling rendah dibandingkan komposisi lainnya yaitu sebesar 558 VHN.



**Gambar 3.** SEM *cross section coating* (a) “A97+T3”; (b) “A87+T13”; (c) “A60+T40” [6]

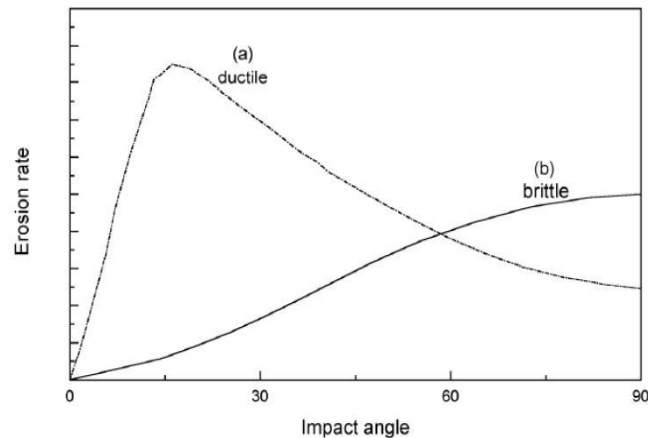
Ditinjau dari gambar penampang hasil SEM dari ketiga lapisan tersebut, alumina “A97+T3” memiliki porositas yang paling besar. Porositas memiliki peran yang penting pada *wear resistance* pada lapisan. Namun, perbedaan kekerasan antara “A97+T3” dibandingkan dengan yang “A87+T13” dan “A60+T40”, lebih berperan penting pada tahanan aus erosinya sehingga “A97+T3” tetap memiliki ketahanan aus yang lebih baik dibanding kedua lapisan lainnya walaupun porositasnya lebih banyak.

Variasi Sudut terhadap Ketahanan Aus Lapisan



**Gambar 4.** Grafik rata-rata *weight loss* terhadap sudut impact di berbagai sudut dan *feed rate*

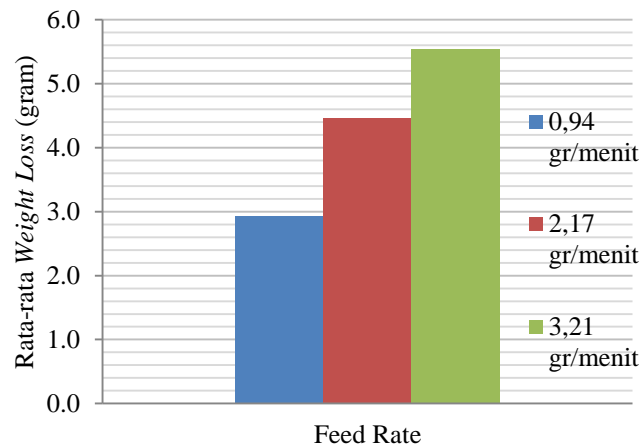
Dari data percobaan di atas, dapat dilihat bahwa perubahan sudut impact berpengaruh terhadap berat yang hilang selama pengujian. Material yang diuji adalah lapisan dengan komposisi  $Al_2O_3 + TiO_2$ . Lapisan tergolong material keramik dan bersifat getas. Menurut literatur, material getas akan memiliki *weight loss* paling signifikan ketika sudut impact  $90^\circ$ . Dari literatur diperoleh bahwa perubahan *weight loss* terhadap berbagai jenis material digambarkan oleh Gambar 5. berikut :



**Gambar 5.** Kurva yang menunjukkan variasi perbedaan laju erosi terhadap sudut impact (a) untuk material ulet dan (b) untuk material getas [3]



Variasi *Feed Rate* terhadap Ketahanan Aus Lapisan



**Gambar 6.** Grafik rata-rata *weight loss* terhadap *feed rate* di berbagai sudut dan komposisi

Semakin tinggi *feed rate* akan menyebabkan *weight loss* yang semakin besar. *Feed rate* 0,94 gr/menit pada berbagai komposisi Titania dan sudut menyebabkan *weight loss* rata-rata sebesar 2,92 mg, *feed rate* 2,17 gr/menit pada berbagai komposisi Titania dan sudut menyebabkan *weight loss* rata-rata sebesar 4,47 mg, dan *feed rate* 3,21 gr/menit pada berbagai komposisi Titania dan sudut menyebabkan *weight loss* rata-rata sebesar 5,54 mg. Pada kondisi masing-masing pengujian, perubahan *feed rate* dan sudut terhadap *weight loss* ada yang memiliki trend berubah. Hal ini dapat disebabkan karena kesalahan pengujian dan keterbatasan dari spesimen uji. Jumlah spesimen uji untuk tiap pengujian hanya berjumlah satu dan skala *weight loss* dalam mg yang dapat memicu jumlah *error* yang tinggi. Namun secara keseluruhan dapat disimpulkan bahwa material *coating* “A97+T3” memiliki ketahanan aus yang paling tinggi di berbagai sudut dan *feed rate* dibandingkan dengan “A87+T13” dan “A60+T40”.

## KESIMPULAN

Pada komposisi campuran  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan penambahan  $\text{TiO}_2$ , 3%, 13% dan 40% diperoleh *weight loss* rata-rata berturut-turut 3,91, 4,32 dan 4,70 mg. Semakin tinggi kadar  $\text{TiO}_2$  pada lapisan  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiO}_2$  akan menurunkan kekerasan lapisan rata-rata 952, 684, dan 558 VHN. Pada sudut *impact*  $60^\circ$ ,  $75^\circ$  dan  $90^\circ$  *weight loss* rata-rata yang dialami lapisan adalah 3,32 mg, 3,86 mg dan maksimal 5,76 mg. Semakin besar *feed rate* yang diberikan akan menyebabkan *weight loss* yang semakin besar. *Feed rate* partikel alumina 0,94, 2,17 dan 3,21 gr/menit menyebabkan kehilangan rata-rata yang dialami lapisan sebesar 2,92, 4,47 dan 5,54 mg. Seperti tampak dari gambar SEM bahwa penambahan  $\text{TiO}_2$  menurunkan porositas, akan tetapi kekerasan lapisan juga menurun sehingga keausan meningkat, hal ini kontradiktif sehingga penelitian lebih lanjut perlu dilakukan untuk menambah pemahaman terkait hal tersebut.

## REFERENSI

- [1] Burakowski, T., & Wierzchon, T. *Surface Engineering of Metals*. Boca Raton, Florida: CRC Press LLC. 1999.
- [2] Davis, J. *Handbook of Thermal Spray Technology*. ASM International. 2004.
- [3] Pawlowski, L. *The Science and Engineering of Thermal Spray Coating (Second Edition)*. England: John Wiley & Sons Inc. 2008.
- [4] Retrieved from FST Global Thermal Spray: <http://www.fst.nl/upload/images/Cold-Spray2.jpg> (diakses pada 14 Agustus 2014).
- [5] William D. Callister, J. *Materials Science and Engineering An Introduction 8th Edition*. Asia: John Wiley & Sons Inc. 2011.
- [6] Ramelan, A., Anindyaputri, B.A., dan Sasmita, F, *Characterization of Alumina Based Coating with Addition of 3wt%, 13wt%, and 40wt%  $\text{TiO}_2$  Deposited by Flame Spray Method in Spraying Distance of 10 cm*. Proceeding of SENAMM VII 2014. Hal 58-62.

## **Sintesa Paduan ODS Fe-12Cr Menggunakan APS Dengan variasi kandungan ZrO<sub>2</sub> dan Waktu Milling Dalam Rangka Studi Proses Pembentukan Fasa Pertama**

**Rohmad Salam, Sumaryo, Bandriyana, Agus Sujatno, Arbi Dimiyati**

*Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, PSTBM-BATAN, Puspiptek, Indonesia*

### **Abstrak**

Telah dilakukan sintesa baja paduan Fe-12Cr-ZrO<sub>3</sub> menggunakan Arc Plasma Sintering (APS) yang dikembangkan di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM-BATAN) dengan tujuan mempelajari proses pembentukan paduan. Sampel paduan dibuat dari bahan dasar serbuk Fe, 12% Cr dan ZrO<sub>3</sub> yang digiling menggunakan HEM, lalu dipres pada tekanan 20 ton menjadi sampel berbentuk koin. Sampel koin ini kemudian dipadatkan (consolidation) dengan proses sinter menggunakan alat APS selama 2 dan 4 menit. Karakterisasi dilakukan menggunakan teknik metalografi dan scanning electron microscopy (SEM). Hasil analisa menunjukkan bahwa mikrostruktur bahan setelah sinter 2 menit terdiri dari fasa matrik Fe masih mengandung porositas dan beberapa fasa Cr yang tersebar relative merata diseluruh volume bahan. Setelah sinter 4 menit sampel menunjukkan mikrostruktur yang sama tetapi tidak matrik Fe tidak lagi poros. Seperti dikonfirmasi oleh hasil pengukuran EDX line scan pinggiran butiran Cr terdiri dari fasa FeCr yang mengindikasikan terjadinya proses awal pembentukan paduan yang disebabkan oleh interdifusi elemen Fe dan Cr kedua arah. Properti kekerasan paduan setelah 4 menit sinter menunjukkan peningkatan nilai Vickers sesuai dengan lamanya milling. Sampel paduan dengan tambahan ZrO<sub>2</sub> sebanyak 0,5% memiliki kekerasan rerata 297 HVN, sedangkan sampel dengan tambahan ZrO<sub>2</sub> sebanyak 1% FeCr lebih rendah yaitu 85 HVN.

**Kata Kunci:** Paduan Fe-12Cr-ZrO<sub>3</sub>, Metalografi, SEM-EDX, APS.

### **Pendahuluan**

Salah satu teknik produksi baja paduan tahan panas dengan dispersi partikel oksida (ODS) yang trend di dunia saat ini adalah teknik metalurgi serbuk dengan sintering. Keunggulan teknik ini adalah terutama karena komposisi kimia bahan dapat ditentukan secara pasti, sebaran bahan campuran dapat dibuat merata dan homogen sejak awal preparasi. Akan tetapi produksi baja dengan sintering memerlukan energi dan waktu yang lama.

Baru-baru ini diperkenalkan teknologi sintering yang dikenal dengan nama *Spark Plasma Sintering* (SPS). Waktu yang diperlukan untuk sintering sebuah sampel sekitar 30 menit hingga beberapa jam. Penelitian menggunakan teknik SPS telah banyak dipublikasi secara internasional. Hasil sintering dengan SPS menunjukkan homogenitas yang baik, karena teknik ini dapat mencapai suhu yang sangat tinggi hingga 2300 °C. Akan tetapi alat ini masih membutuhkan energi yang cukup besar, sehingga diperlukan alternatif lain.

Dalam kerangka proyek unggulan BATAN yang akan datang dengan pembangunan reaktor daya eksperimen (RDE), pengembangan material temperature tinggi di pusat sains dan teknologi bahan maju (PSTBM-BATAN) menjadi salah satu prioritas utama kegiatan riset tahun ini. Salah satu kegiatan yang dilakukan adalah pengembangan alat sintesa bahan baja ODS dengan menggunakan teknologi plasma, yang disebut *Arc Plasma Sintering* (APS). Proyek ini didukung Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi melalui program SINas

2015 dan 2016 serta DIPA 2015. APS adalah alat khusus didisain untuk sintesa material dengan titik leleh yang tinggi yang sulit dilakukan menggunakan teknik pelelehan (melting) dan sintering konvensional.

Penelitian dalam tulisan ini adalah untuk membuat baja paduan ODS dengan penambahan partikel oksida ZrO<sub>2</sub> dalam rangka mempelajari pembentukan paduan dari fase awal terjadinya. Karakterisasi sampel dilakukan dengan metalografi mikrostruktur, dengan penekanan pada proses preparasi sampel, pengamatan struktur detil dan sifat mekanik bahan. Selain menggunakan teknik metalografi, penelitian ini didukung oleh pengukuran menggunakan SEM-EDX

## **METODA PENELITIAN**

### **Material**

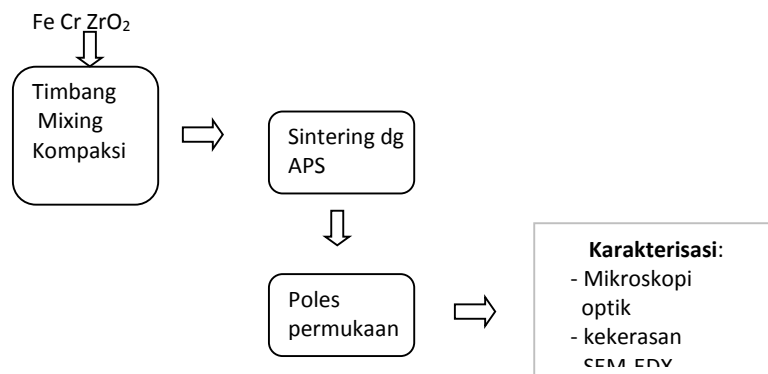
Material yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk Fe dan Cr dengan campuran tambahan partikel ZrO<sub>3</sub> sebesar 0,5 dan 1,0 %-berat. Bahan ini merupakan studi awal dengan target pengembangan material temperatur tinggi sebagai bahan struktur pada reaktor daya. Komposisi kimia paduan material ditunjukkan pada Tabel 1, merupakan komposisi campuran serbuk sebelum dilakukan sintering dengan APS.

Tabel 1. Komposisi kimia campuran bahan sebelum sintering dengan APS.

No	Nama Sampel	Fe [% berat]	Cr [% berat]	ZrO <sub>3</sub> [% berat]
1	Fe-12Cr-0,5ZrO <sub>3</sub>	87.5	12	0,5
2	Fe-12Cr-0,5ZrO <sub>3</sub>	87.5	12	0,5
3	Fe-12Cr-0,5ZrO <sub>3</sub>	87.5	12	0,5
4	Fe-12Cr-1,0ZrO <sub>3</sub>	87	12	1
5	Fe-12Cr-1,0ZrO <sub>3</sub>	87	12	1
6	Fe-12Cr-0,5ZrO <sub>3</sub>	87	12	1

Keseluruhan kegiatan yang dilakukan ditunjukkan secara skematis Gambar 1. Bahan paduan dipersiapkan sebagai berikut: pertama bahan Fe, Cr, ZrO<sub>3</sub> ditimbang hingga akurasi 0,005 gr, lalu dilakukan pencampuran dengan alat milling dengan arah x-y. Campuran dengan perbedaan waktu 1, 2 dan 3 jam kemudian dikompaksi di dengan mesin press dengan beban tekan 20 ton menggunakan dais dan waktu tekan selama 1 menit untuk menghasilkan bahan berbentuk koin dengan diameter 15 mm. Selanjutnya sampel dilakukan sintering di dalam APS selama 2 dan 4 menit dalam lingkungan gas Argon. Penjelasan detil tentang APS telah dipublikasikan pada [1].

Sampel paduan Fe, Cr, ZrO<sub>2</sub> hasil sintering kemudian di poles menggunakan kertas amplas hingga tingkat kekasaran 4000, lalu dietsa selama 5 detik dengan larutan nital 40 %.

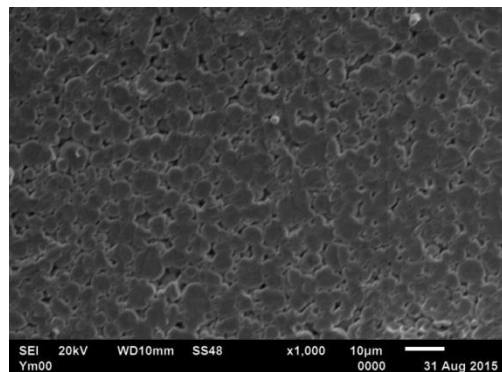


Gambar 1. Diagram alir kegiatan penelitian.

Karakterisasi sampel dilakukan secara metalografi menggunakan mikroskop optik dan SEM, sementara uji kekerasan dilakukan menggunakan alat pengukur kekerasan mikro Vickers pada beban 200 g.

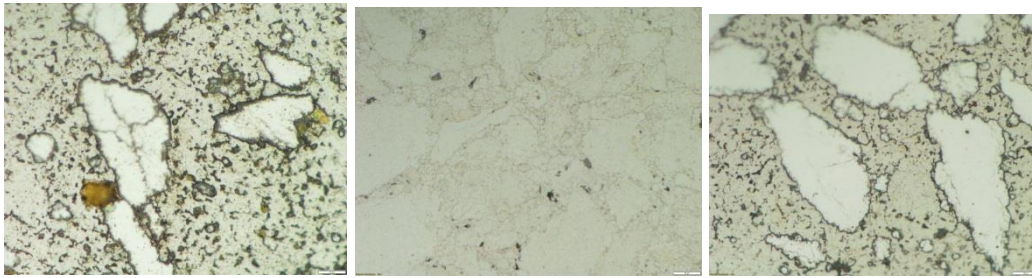
### Hasil dan diskusi

Seperti telah diterangkan di atas, sampel bentuk koin dihasilkan dari proses kompresi dengan tekanan optimum 20 ton. Tampilan struktur mikro penampang sampel setelah kompresi dalam dilihat pada gambar 2. Sampel terdiri dari partikel Fe dan Cr serta ZrO<sub>2</sub> yang tersebar merata di seluruh penampang. Tampak bahwa sampel menunjukkan porositas sekitar 10 %.



Gambar 2. Citra SEM sampel setelah kompresi.

Hasil pemotretan mikroskop optik ditunjukkan pada gambar 3. Sampel dengan milling 1 jam dan 2 jam menunjukkan mikrostruktur yang mirip, terutama terdiri dari matrik dengan struktur feritik (berwarna gelap) dan partikel berwarna terang yang tersebar relatif merata pada bidang pengamatan. Setelah etsa permukaan partikel berwarna terang lebih tinggi dari matrik, yang menunjukkan bahwa partikel terang memiliki ketahanan yang relatif tinggi dibanding matriknya. Sebagian besar partikel terang memiliki pinggiran dengan ketebalan yang berbeda-beda. Pinggiran tersebut memiliki ketahanan terhadap etsa seperti partikelnya.



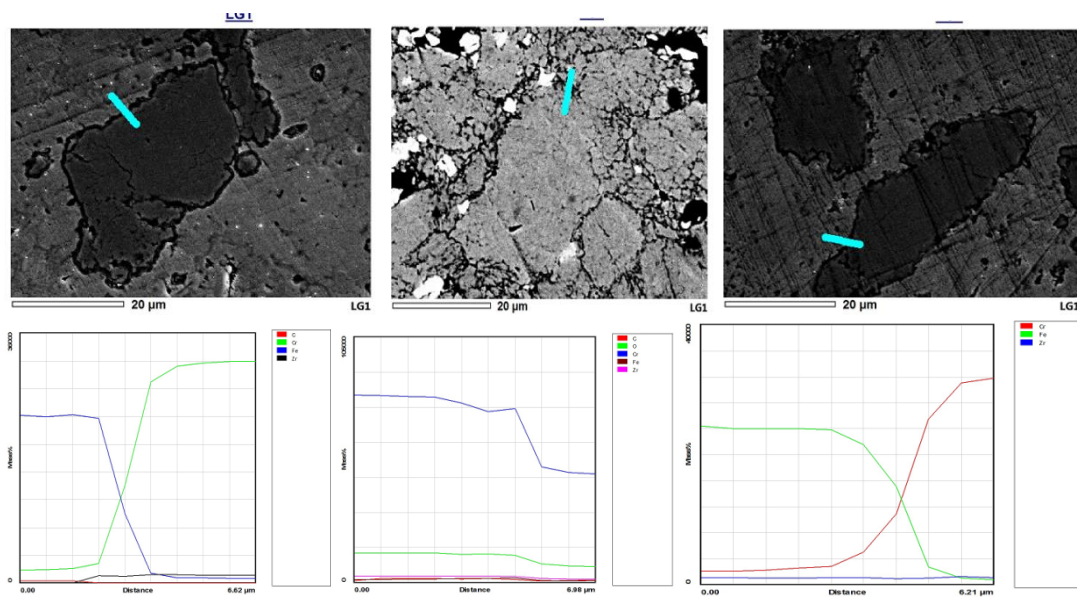
Gambar 3. Sampel ODS hasil pemotretan dengan mikroskop optik dimilling 1, 2 dan 3 jam.

Hasil uji kekerasan ditunjukkan pada Tabel 2 untuk sampel dengan lama milling 1, 2 dan 3 jam. Nilai Vickers memberikan nilai yang plausible bahwa dengan lamanya milling nilai kekerasan semakin meningkat. Pada milling 3 jam peningkatan dapat mencapai 100% dibanding kekerasan sampel yang dimilling selama 2 jam. Ini menunjukkan bahwa proses pembentukan paduan dipercepat akibat proses milling. Sampel dengan milling lebih lama memiliki homogenitas partikel Fe dan Cr yang lebih tinggi, yang menyebabkan homogenitas pembentukan paduan. Sehingga secara global meningkatkan kekerasan.

Tabel 2 Hasil uji kekerasan

No.	Sampel	Lama Mixing	Hardness HVN
1	Fe-12Cr-0,5ZrO <sub>3</sub>	1 jam	112
2	Fe-12Cr-0,5ZrO <sub>3</sub>	2 jam	146
3	Fe-12Cr-0,5ZrO <sub>3</sub>	3 Jam	297

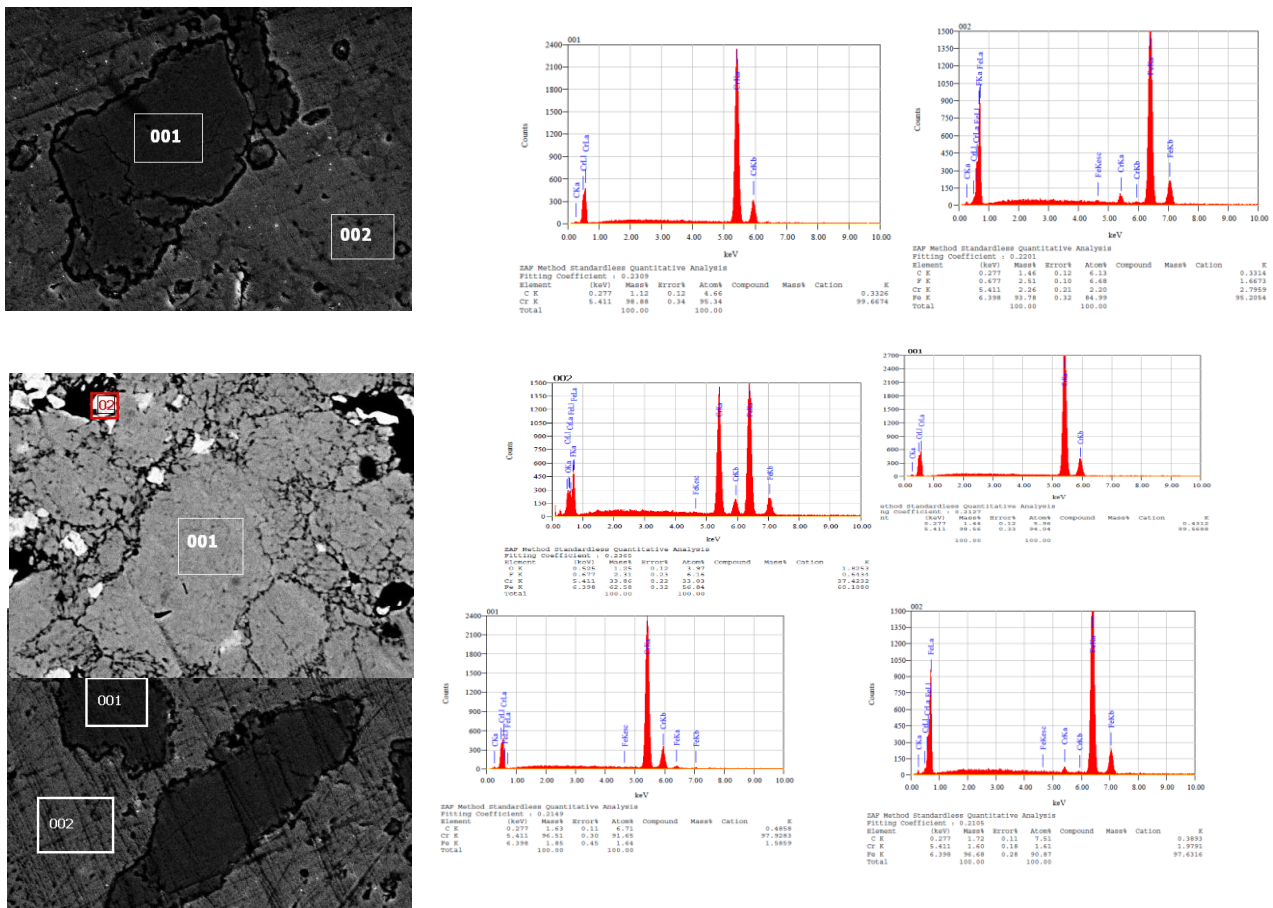
Hasil analisis SEM dan EDX ditunjukkan pada Gambar 4, kembali memberikan konfirmasi struktur yang telah diamati dengan metalografi. Pada gambar SEM terlihat struktur feritik dari fasa matrik Fe seperti yang telah diperkirakan pada gambar optik. Posisi permukaan fasa partikel terang (dalam gambar SEM terlihat gelap), lebih jelas terlihat lebih tinggi dari permukaan fasa gelap (di sini terlihat terang). Setelah sintering 4 menit struktur fasa-fasa terlihat padat, hampir tidak meninggalkan jejak porositas dari hasil kompresi.



Gambar 4. Citra SEM dan EDX line scan sampel ODS.

Dari hasil pengukuran EDX line scan didapatkan informasi bahwa matrik terutama terdiri dari Fe, partikel terang terdiri dari Cr seperti ditunjukkan pada gambar 3. Sedangkan pinggiran setiap partikel terdiri dari paduan Fe dan Cr. Ini membuktikan bahwa pembentukan paduan murni disebabkan oleh difusi dua arah kedua elemen Fe dan Cr. Bentuk kurva Cr yang cekung menunjukkan bahwa difusi elemen Cr terjadi lebih cepat dari pada Fe [2]. Pemaduan atau proses alloying akan didominasi oleh difusi Cr ke dalam matriks Fe. Tentang teknik analisis dengan EDX telah dipublikasi dalam referensi [3].

Gambar 5 memberikan penegasan tentang fasa-fasa yang muncul pada sampel setelah sintering 4 menit. Berbeda dengan citra mikroskop optik, citra SEM menunjukkan contrast terbalik, yang disebabkan oleh mekanisme pembentukan gambar oleh elektron dengan detector BSE. Dari pengukuran EDX didapatkan bahwa fasa matriks berwarna terang di seluruh sampel adalah fasa Fe. Sedangkan fasa gelap adalah Cr.



Gambar 5. Citra SEM dan hasil EDX pada sampel ODS.

### Kesimpulan

Sampel baja ODS berbasis Fe-12Cr-ZrO<sub>3</sub> telah berhasil produksi menggunakan teknologi plasma dengan APS dan dianalisa menggunakan mikroskop optik, SEM dan EDX. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa sampel setelah sintering dengan APS terdiri dari matrik fasa Fe dan partikel fasa Cr dengan pinggiran terdiri dari paduan fasa FeCr. Diawal pembentukan paduan baik fasa Fe maupun Cr tumbuh dengan sempurna, ditunjukkan dengan homogenitas mikrostruktur yang tampak. Kekerasan fasa Cr sama untuk kedua sampel. Pada sampel dengan milling 3 jam diketahui memiliki kekerasan paling tinggi.

### Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Riset dan Teknologi dan Dikti atas dukungannya finansialnya dalam kerangka program SINas 2016 dengan judul “Pengembangan Material Suhu Tinggi Berbasis Baja ODS dengan Ultrasonic Enhanced Arc Plasma Sintering untuk untuk Aplikasi Industri Baja, Power Engineering dan Nuklir”.

#### **Daftar pustaka**

1. A. Dimiyati, APS, New Challenge for low emission bio-waste treatment, Proc. of Asia-Pacific Microscopy Conference 11<sup>th</sup> (2016), 36.
2. Bandriyana, A. Dimiyati, A. Sujatno, Microscopy of Alloy Formation on Arc Plasma Sintered ODS Steel, Proc. of Int. Seminar ASTECHNOVA (2016),
3. A. Sujatno, R. Salam, B. Bandriyana, A. Dimiyati, Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium, Seminar Nasional X, SDM Teknologi Nuklir (2014), 346-354.

## Lapisan Intermetalik pada Interface Sambungan Las Spot TIG Welding Material Tak Sejenis Antara Baja dan Aluminium

Triyono<sup>1, a</sup>, Nurul Muhayat<sup>1</sup>, dan Arifudin Anggoro<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Sebelas Maret Surakarta, Indonesia

[triyono74@staff.uns.ac.id](mailto:triyono74@staff.uns.ac.id)

### Abstrak

Pengaruh arus listrik dan holding time pada pembentukan lapisan intermetalik las spot TIG material tak sejenis antara SS 400 dan AA 5083 telah diteliti. Penelitian ini dilakukan dengan arus listrik sebesar 70, 80, 90 dan 100 A dan holding time sebesar 6, 7 dan 8 detik. Gas pelindung yang digunakan pada penelitian ini adalah argon dengan laju alir gas sebesar 10 l/menit. Pembentukan lapisan intermetalik diteliti menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) yang dilengkapi dengan Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). Hasil penelitian menunjukkan bahwa ketebalan lapisan intermetalik tertinggi terdapat pada variasi arus 100A/ 8 detik dan terendah pada variasi arus 70A/ 6 detik. Ketebalan lapisan intermetalik bervariasi bergantung pada masukan panas di interface sambungan las. Lapisan intermetalik yang terbentuk di hasil lasan berupa lapisan kontinu di daerah pusat las dan lapisan diskontinu di daerah tepi las. Lapisan intermetalik juga memiliki dua morfologi, morfologi seperti lidah di sisi SS 400 dan morfologi seperti jarum di sisi AA 5083. Senyawa intermetalik yang terbentuk pada lapisan intermetalik tidak seragam di sepanjang interface sambungan las. Lapisan intermetalik yang terbentuk terdiri dari beberapa senyawa intermetalik. Lapisan intermetalik terdiri dari fasa  $Fe_3Al$ ,  $Fe_2Al_5$ ,  $FeAl_3$ ,  $FeAl$ ,  $Fe_2Al_3$  dan  $FeAl_2$ .

**Kata kunci:** Spot TIG welding, SS 400, AA 5083, material tak sejenis, arus listrik, holding time, lapisan intermetalik, senyawa intermetalik

### PENDAHULUAN

Pengelasan merupakan salah satu cara penyambungan logam yang banyak digunakan dalam industri otomotif. Penyambungan logam dengan proses pengelasan memiliki banyak keuntungan antara lain prosesnya cepat, biaya murah dan mudah pemakaiannya (Purwaningrum dan Fatchan, 2013).

Salah satu metode pengelasan yang banyak digunakan dalam struktur kendaraan adalah pengelasan titik. Pouranvari (2011) mengatakan bahwa dalam konstruksi kendaraan modern memiliki 2000 sampai 5000 sambungan las titik. Metode las titik ini banyak digunakan karena tidak memerlukan bahan tambah sehingga berat kendaraan tetap terjaga.

Seiring dengan berkembangnya zaman, bahan bakar merupakan kebutuhan primer yang tidak dapat tergantikan. Namun, ketersediaan bahan bakar yang semakin menipis mendorong manusia untuk mengoptimalkan penggunaan bahan bakar. Salah satu cara untuk mengoptimalkan bahan bakar dalam kendaraan yaitu dengan mengaplikasikan sambungan las material tak sejenis antara baja dan aluminium paduan dalam konstruksi kendaraan. Sambungan las antara baja dan aluminium paduan ini dapat mengurangi berat kendaraan sehingga dapat meningkatkan efisiensi bahan bakar dan mengontrol polusi udara (Qiu dkk., 2009). Contoh Aplikasi penggunaan sambungan las antara baja dan aluminium paduan yang telah diterapkan yaitu pada dudukan mesin Honda Accord 2013 (Shen dkk., 2015). Namun, penyambungan dua jenis material ini sulit dilakukan karena perbedaan sifat fisik dan sifat thermal serta terjadi pembentukan lapisan reaksi intermetalik di interface sambungan las (Qiu dkk., 2009).



Lapisan reaksi intermetalik yang terbentuk dapat mempengaruhi kualitas dari sambungan las antara baja dan aluminium (Qiu dkk., 2010). Oleh karena itu, penting untuk mempelajari pembentukan lapisan reaksi intermetalik pada sambungan las antara baja dan aluminium. Beberapa penelitian tentang pembentukan lapisan reaksi intermetalik di *interface* menggunakan beberapa metode pengelasan telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Qiu dkk (2009) mempelajari tentang reaksi intermetalik di *interface* sambungan las material tak sejenis antara aluminium AA 5052/SUS 304 dan AA 5052/SPCC pada metode *resistance spot welding* dengan *cover plate*. Chen dan kovacevic (2004) mempelajari pengaruh kedalaman *probe* pada *friction stir welding* terhadap pembentukan reaksi intermetalik di *interface* sambungan las antara AA 6061/AISI 1018. Bozzi dkk (2010) mempelajari pengaruh kecepatan rotasi dan penetrasi *tool* pada *friction stir spot welding* terhadap pembentukansenyawa intermetalik di *interface* sambungan las material tak sejenis antara AA 6016/IF-steel.

Penelitian ini menggunakan metode *spot TIG welding*. *Spot TIGwelding* merupakan pengelasan titik yang hanya dilakukan pada satu sisi saja. Pengetahuan tentang reaksi intermetalik di *interface* lasan menggunakan material AA 5083 dengan SS 400 metode pengelasan *spot TIG* belum pernah dilaporkan. Sehingga, kebutuhan untuk memperoleh pengetahuan tentang reaksi intermetalik yang terbentuk di *interface* lasan menggunakan pengelasan *spot TIG welding* material tak sejenis antara AA 5083 dengan SS 400 menjadi fokus utama dalam penelitian ini.

## METODE PENELITIAN

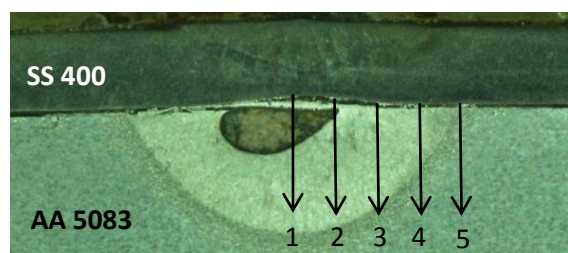
Pengelasan dilakukan menggunakan mesin las *spot TIG welding* EWM Tetrix 351. Material yang digunakan dalam penelitian adalah plat aluminium AA 5083 tebal 2,5 mm dan plat SS 400 tebal 1,2 mm dipotong dengan ukuran 30x30 mm. Konfigurasi sambungan menggunakan konfigurasi *lap joint* dengan SS 400 ditempatkan diatas AA 5083.

Pengelasan dilakukan dengan 4 variasi arus listrik dan 3 variasi *holding time* dengan gas pelindung yang digunakan adalah argon. Variasi arus listrik yang digunakan yaitu 70 A, 80 A, 90 A dan 100 A dengan masing-masing variasi arus listrik dilakukan pengelasan pada *holding time* 6, 7 dan 8 detik. Laju alir gas pelindung yang digunakan sebesar 10 L/menit.

Pengujian yang dilakukan pada spesimen adalah pengujian SEM dan EDS. Pengujian SEM dan EDS dilakukan dengan alat SEM VEGA3 TESCAN. Sebelum dilakukan pengujian, spesimen dietsa terlebih dahulu menggunakan larutan *nital reagent* untuk daerah SS 400 (1 mL HNO<sub>3</sub>, 10 ml aquades) dan *modified poulton's reagent* untuk daerah AA 5083 (6 gram CrO<sub>3</sub>, 15 ml HCl, 20 ml HNO<sub>3</sub> dan 1,25 ml HF, 21,25 ml aquades).

## HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

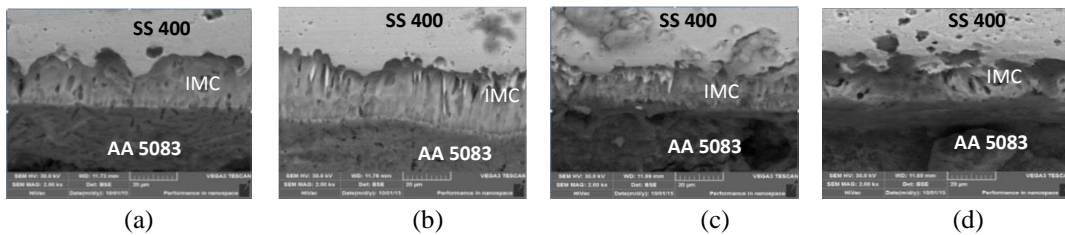
Hasil pengelasan dipotong pada garis tengah nugget lalu dietsa dan menghasilkan morfologi seperti pada Gambar 1. Uji SEM dilakukan pada 5 titik uji dari daerah pusat sampai daerah tepi lasan. Pembagian titik uji dilakukan untuk mengetahui morfologi lapisan intermetalik dari daerah pusat sampai daerah tepi lasan. Namun dalam makalah ini gambar SEM yang ditampilkan hanya gambar di pusat nugget.



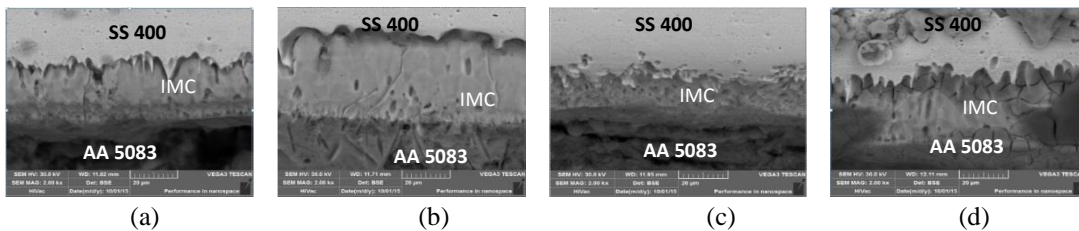
Gambar 1. Skema pengujian foto SEM

Hasil pengamatan SEM untuk sambungan las dengan *holding time* 6, 7 dan 8 detik masing-masing ditunjukkan oleh Gambar 2, 3 dan 4. Hasil pengamatan foto SEM menunjukkan terbentuknya lapisan intermetalik di *interface* sambungan las antara SS 400 dengan AA 5083 di semua variasi pengelasan. Lapisan intermetalik terbentuk akibat terjadinya proses difusi antara atom Fe dan Al di *interface* sambungan las (David dan PSM team, 2014).

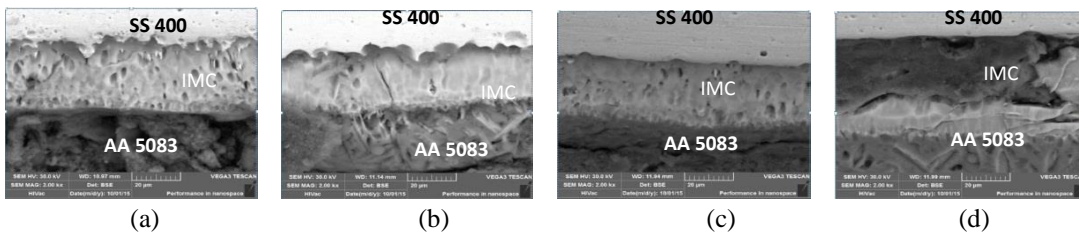
Hasil pengamatan foto SEM menunjukkan lapisan intermetalik kontinyu yang tebal terbentuk didaerah pusat lasan dan ketebalannya menurun menjauhi pusat lasan membentuk lapisan diskontinyu di daerah tepi lasan. Hal ini disebabkan oleh masukan panas yang menyebabkan perbedaan temperatur di masing-masing daerah lasan sehingga bentuk lapisan di daerah pusat dan tepi juga berbeda. Pembentukan lapisan intermetalik di *interface* sambungan bergantung pada temperatur yang dihasilkan di masing-masing daerah lasannya (Fereiduni dkk., 2015). Pada proses pengelasan spot TIG, sumber panas yang berasal dari busur listrik terpusat di titik pusat lasan sehingga masukan panas yang tinggi terjadi di daerah pusat lasan. Hal ini menyebabkan terbentuknya lapisan intermetalik kontinyu yang tebal di daerah pusat lasan akibat keterlarutan atom Al ke daerah Fe yang semakin banyak karena waktu pendinginan yang lebih lama. Sedangkan, lapisan intermetalik diskontinyu yang terbentuk didaerah tepi lasan disebabkan oleh masukan panas yang rendah akibat terjadinya *heat loss*. Masukan panas rendah akibat *heat loss* ini menyebabkan waktu pendinginan semakin cepat sehingga keterlarutan atom Al ke daerah Fe juga menjadi semakin sedikit. Hasil ini sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Qiu dkk (2009) menggunakan metode *resistance spot welding*. Lapisan intermetalik kontinyu disebabkan masukan panas yang tinggi terjadi dipusat lasan (Qiu dkk., 2009). Lapisan diskontinyu di tepi lasan disebabkan terjadinya *heat loss* sehingga masukan panas didaerah tepi menurun (Qiu dkk.,2009).



Gambar 2. Hasil uji SEM variasi arus listrik (a) 70 A (b) 80 A (c) 90 A (d) 100 A *holding time* 6 detik



Gambar 3. Hasil uji SEM variasi arus listrik (a) 70 A (b) 80 A (c) 90 A (d) 100 A *holding time* 7 detik



Gambar 4. Hasil uji SEM variasi arus listrik (a) 70 A (b) 80 A (c) 90 A (d) 100 A *holding time* 8 detik

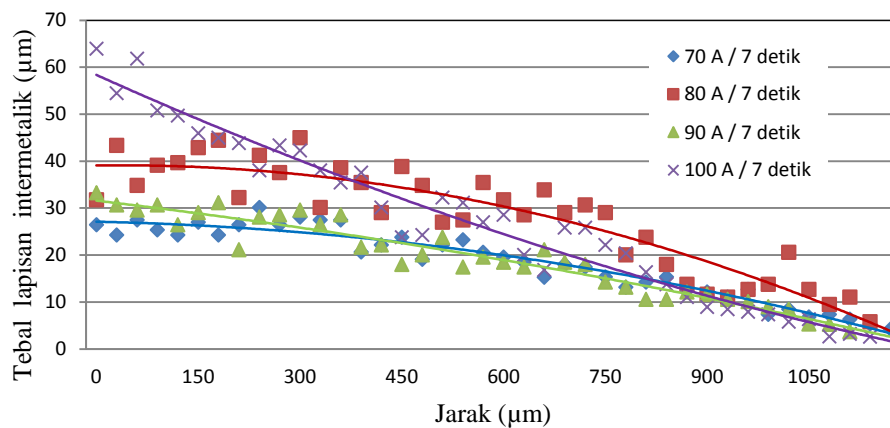
Morfologi lapisan seperti jarum memiliki ukuran yang tipis divariasi arus 70 A dan ukurannya meningkat sampai arus 100 A. Lapisan seperti lidah disebabkan oleh proses difusi interstiti atom Al ke daerah Fe. Pada prosesnya, diameter atom Al memiliki ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan diameter atom Fe sehingga secara interstiti atom Al terlarut ke daerah atom pelarut yaitu atom Fe. Tebal lapisan seperti lidah ini berbeda-beda dari daerah pusat sampai daerah tepi disebabkan oleh penetrasi atom Al yang dipengaruhi oleh masukan panas di masing-masing daerah lasannya. Peningkatan masukan panas menyebabkan pertumbuhan lapisan intermetalik seperti lidah menjadi lebih tebal (Zhang dkk., 2007).

Hasil pengamatan foto SEM juga menunjukkan lapisan seperti jarum terbentuk di daerah AA 5083. Lapisan intermetalik seperti jarum terbentuk ketika keterlarutan atom Fe ke dalam aluminium cair menurun saat proses

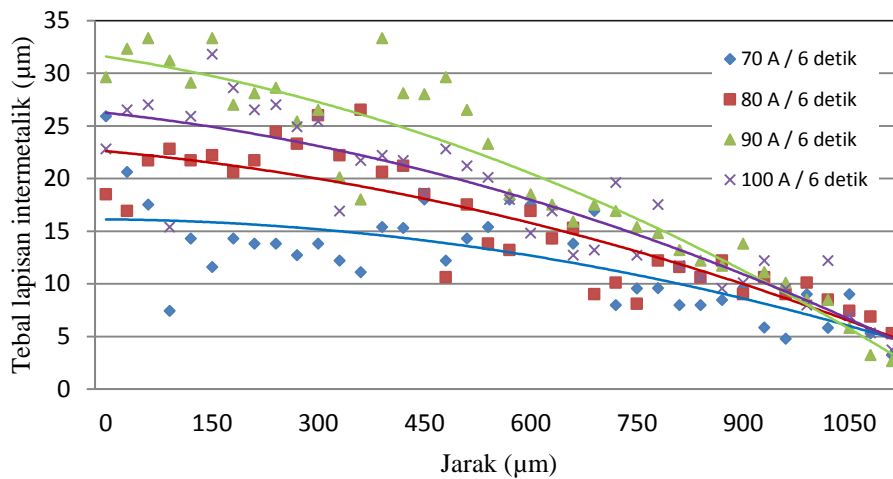
pendinginan dan kemudian terpresipitasi di dalam aluminium cair. Lapisan intermetalik seperti jarum terpresipitasi lebih banyak, tebal dan ukurannya lebih panjang disebabkan masukan panas yang tinggi sedangkan lapisan intermetalik seperti jarum tipis, ukurannya pendek bahkan menghilang disebabkan oleh masukan panasnya rendah (Shao dkk., 2015).

Ketebalan lapisan intermetalik merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi kekuatan tarik dari sambungan las. Maka, untuk mengetahui ketebalan lapisan intermetalik diukur mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Qiu dkk (2009). Hasil pengukuran tebal lapisan intermetalik pada variasi *holding time* 6, 7 dan 8 detik masing-masing ditunjukkan oleh Gambar 5, 6 dan 7. Hasil pengukuran tebal lapisan intermetalik menunjukkan ketebalan lapisan intermetalik menurun dari daerah pusat lasan sampai daerah tepi lasan di setiap variasi arus dan *holding time*. Hasil ini disebabkan oleh distribusi temperatur di daerah lasan. Temperatur pengelasan tinggi terjadi di daerah pusat lasan dan temperatur pengelasan rendah terjadi di daerah tepi lasan akibat terjadinya *heat loss* (Qiu dkk., 2009). Temperatur tinggi di pusat lasan menyebabkan *cooling rate* rendah sehingga ketebalan lapisan intermetalik lebih besar. Temperatur rendah di daerah tepi lasan akibat *heat loss* menyebabkan *cooling rate* tinggi sehingga ketebalan lapisan intermetaliknya rendah. Temperatur sangat berpengaruh pada laju pertumbuhan difusi dan tebal lapisan intermetalik di *interface* sambungan las (Fereiduni dkk., 2015). Tebal lapisan intermetalik juga memiliki ketebalan yang berbeda-beda dari titik pusat lasan sampai daerah tepi lasan. Beda temperatur menyebabkan masukan panas yang berbeda di sepanjang *interface* hasil sambungan las sehingga jumlah atom Al yang terdifusi ke daerah Fe tidak seragam.

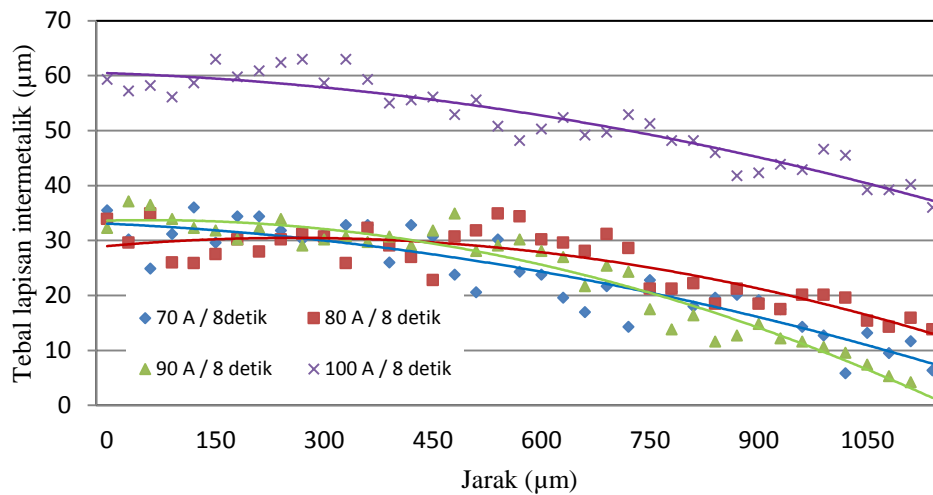
Tebal lapisan intermetalik meningkat seiring dengan peningkatan masukan panas. Peningkatan masukan panas disebabkan oleh peningkatan parameter pengelasan yaitu arus listrik dan *holding time*. Ketebalan lapisan intermetalik merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi kekuatan dari sambungan las. Semakin tebal lapisan intermetalik di *interface* sambungan las dapat menurunkan kekuatan tarik dari sambungan las (Springer dkk., 2011). Hal ini disebabkan oleh semakin tebal lapisan intermetalik maka semakin banyak atom Al yang terkandung dalam lapisan intermetalik tersebut sehingga lapisan intermetalik akan bersifat getas dan sangat rapuh.



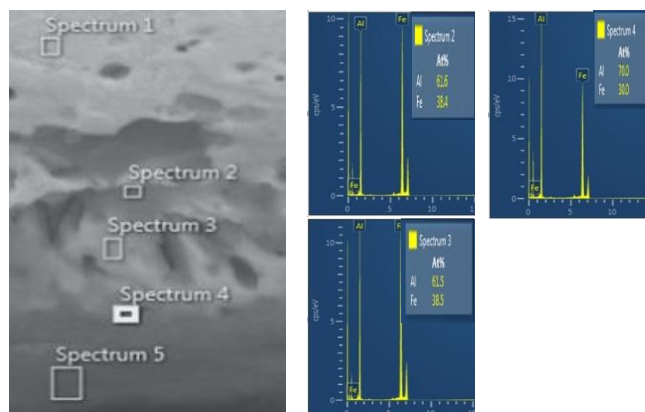
Gambar 5. Tebal lapisan intermetalik variasi pengelasan *holding time* 6 detik



Gambar 6. Tebal lapisan intermetalik variasi pengelasan *holding time* 7 detik



Gambar 7. Tebal lapisan intermetalik variasi pengelasan *holding time* 8 detik



Gambar 8. Uji EDS arus listrik 70 A *holding time* 6 detik

Hasil EDS menunjukkan nilai atom Al yang berdifusi ke daerah Fe memiliki nilai persentase atomik yang tidak seragam untuk masing-masing parameter. Contoh pengambilan data EDS ditunjukkan oleh Gambar 8. Difusi atom Al ke daerah Fe memiliki nilai persentase atomik yang berbeda disebabkan oleh masukan panas yang berbeda. Masukan panas tinggi menyebabkan temperatur tinggi dan *cooling rate* rendah sehingga atom Al yang berdifusi ke daerah Fe semakin banyak. Masukan panas rendah menyebabkan temperatur rendah dan *cooling rate* tinggi sehingga atom Al yang berdifusi ke daerah Fe semakin sedikit. Temperatur sangat berpengaruh terhadap laju pertumbuhan difusi di sepanjang *interface* sambungan las (Fereiduni dkk., 2015).

Penentuan senyawa intermetalik mengacu pada jumlah unsur Al dalam persentase atomik di lapisan intermetalik yang dilakukan uji EDS. Senyawa intermetalik ditentukan dengan diagram biner Fe-Al. Pada diagram biner Fe-Al (Potesser dkk., 2006), reaksi Fe-Al membentuk lapisan intermetalik FeAl (50% Al), FeAl<sub>2</sub> (66-67% Al), Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> (69,7-73,2% Al), Fe<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (58-63% Al), FeAl<sub>3</sub> (74-76% Al) dan Fe<sub>3</sub>Al (25% Al) dalam persentase atomik.

Difusi atom Fe dan Al di sepanjang *interface* sambungan membentuk senyawa intermetalik yang berbeda-beda (Meco dkk., 2015). Dalam makalah ini, uji EDS dilakukan untuk semua sampel, namun tidak semua ditampilkan. Berdasarkan uji EDS, senyawa intermetalik yang terbentuk di *interface* sambungan las pada penelitian ini berupa senyawa intermetalik Fe<sub>3</sub>Al, Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl<sub>3</sub>, FeAl, Fe<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> dan FeAl<sub>2</sub>. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Liu dkk (2014), senyawa Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> dan FeAl<sub>3</sub> terbentuk pada kisaran temperatur 700-900°C dan senyawa FeAl dan Fe<sub>3</sub>Al terbentuk pada temperatur lebih dari 1000°C. Bila dilihat dari prinsip termodinamika, pembentukan senyawa intermetalik bergantung pada kondisi termodinamika dan tingkat energi bebas dari senyawa intermetalik tersebut (Sun dkk., 2015). Urutan tingkat energi bebas senyawa intermetalik berdasarkan data termodinamika adalah  $\Delta G^\circ \text{Fe}_2\text{Al}_5 < \Delta G^\circ \text{FeAl}_3 < \Delta G^\circ \text{FeAl}_2 < \Delta G^\circ \text{FeAl} < 0 << \Delta G^\circ \text{Fe}_3\text{Al}$ . Difusi Al ke daerah Fe membentuk senyawa Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> terlebih dahulu sedangkan senyawa intermetalik yang lain timbul akibat proses pemanasan berikutnya (Su dkk., 2013). Senyawa intermetalik yang terbentuk di *interface* sambungan las memiliki sifat yang berbeda-beda. Senyawa intermetalik yang memiliki kandungan atom Fe lebih banyak memiliki sifat yang lebih baik dibandingkan dengan senyawa intermetalik yang memiliki kandungan atom Al yang lebih banyak. Menurut Su dkk (2013), senyawa intermetalik yang memiliki kandungan Al lebih banyak seperti Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl<sub>3</sub> dan FeAl<sub>2</sub> dapat memperburuk kualitas sambungan las karena sifatnya yang getas.

## KESIMPULAN

Berdasarkan analisa data dan pembahasan, penelitian ini menghasilkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Reaksi intermetalik yang terbentuk pada pengelasan *spot TIG* berupa lapisan intermetalik kontinu di daerah pusat dan ketebalannya menurun menjauhi pusat lasan menjadi lapisan intermetalik diskontinu di daerah tepi lasan. Lapisan intermetalik memiliki dua morfologi lapisan yaitu lapisan intermetalik seperti lidah disisi SS 400 dan lapisan intermetalik seperti jarum disisi AA 5083.
2. Nilai ketebalan lapisan intermetalik tertinggi terdapat pada variasi arus 100 A / 8 detik. Nilai ketebalan lapisan intermetalik terendah terdapat pada variasi arus 70 A / 6 detik. Nilai ketebalan lapisan intermetalik tidak seragam bergantung terhadap masukan panas di masing-masing daerah lasannya. semakin tinggi masukan panas maka semakin tinggi ukuran dari lapisan intermetalik di *interface* sambungan las. masukan panas bergantung terhadap parameter pengelasan yang dilakukan.
3. Fasa intermetalik yang terbentuk di sepanjang daerah *interface* hasil lasan berbeda-beda. Fasa intermetalik secara keseluruhan yang terbentuk yaitu Fe<sub>3</sub>Al, Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl<sub>3</sub>, FeAl, Fe<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> dan FeAl<sub>2</sub>. Penulisan jurnal harap menggunakan kaidah yang sesuai dengan *template* ini.

## REFERENSI

- Bozzi, S., Helbert-Etter, A.L., Baudin, T., Criqui, B., and Kerbiguet, J.G., 2010, *Intermetallic compounds in Al 6016/IF-steel friction stir spot welds*, Materials Science and Engineering, A. Vol. 527, pp. 4505–4509.
- Chen, C.M. and Kovacevic, R., 2004, *Joining of Al 6061 alloy to AISI 1018 steel by combined effects of fusion and solid state welding*, International Journal of Machine Tools & Manufacture, Vol. 44, pp. 1205–1214.
- David, A.K. and PSM Team, 2014, *Study of metallurgic and mechanical properties of laser welded heterogeneous joints between DP600 galvanised steel and aluminium6082*, Materials and Design, Vol . 64, pp. 184-195.

- Fereiduni, E., Movahedi, M., and Kokabi, A.H., 2015, *Aluminium/steel made by an alternative friction stir spot welding process*, Journal of Material Processing Technology, Vol. 224, pp. 1-10.
- Haddadi, F., and Farha, F.A., *The Effect of Interface Reaction on Vibration Evolution and Performance of Aluminium to Steel High Power Ultrasonic Spot Joints*, Materials and Design, Vol. 89, pp. 50-57.
- Liu, X., Lan, S., and Ni J., 2014, *Analysis of process parameters effect on friction stir welding of dissimilar aluminium alloy to advanced high strength steel*, Material and Design, Vol. 59, pp. 50-62.
- Meco, S., Pardal, G., Ganguly, S., Williams, S., and Mcpherson, N., 2015, *Application of laser in seam welding of dissimilar steel to aluminium joints for thick structural components*, Optics and lasers in engineering, Vol. 67, pp. 22-30.
- Potesser, M., Schoeberl, T., Antrekowitsch, H., and Bruckner, J., 2006, *The characterization of the intermetallic Fe-Al layer of steel-aluminium weldings*, EPD Congress 2006, the Minerals, Metals & Materials Society.
- Purwaningrum, Y. and Fatchan, M., 2013, *Pengaruh Arus Listrik Terhadap Karakteristik Fisik-Mekanik Sambungan Las Titik Logam Dissimilar Al-Steel*, ROTASI , Vol. 15, No. 1, pp. 16-22.
- Pouranvari, M., 2011, *Effect of Welding Current on the Mechanical Response of Resistance Spot Welds of Unequal Thickness Steel Sheet in Tensile Shear Loading Condition*, International Journal of Multidisciplinary Science and Engineering, Vol. 2, pp. 6.
- Qiu, R., Iwamoto, C., and Satonaka, S., 2009, *Interfacial microstructure and strength of steel/aluminum alloy joints welded by resistance spot welding with cover plate*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 209, pp. 4186–4193.
- Qiu, R., Shi, H., Zhang, K., Tu, Y., Iwamoto, C., and Satonaka, S., 2010, *Interfacial characterization of joint between mild steel and aluminum alloy welded by resistance spot welding*, Material Characterization, Vol. 61, pp. 684-688.
- Shao, L., Shi, Y., Huang, J.K., Wu, S.J., 2015, *Effect of joining parameters on microstructure of dissimilar metal joints between aluminium and galvanized steel*, Material and Design, Vol. 66, pp. 453-458.
- Shen, Z., Chen, Y., Haghshenas, M., and Gerlich, A.P., 2015, *Role of Welding Parameters on Interfacial Bonding in Dissimilar Steel/Aluminum Friction Stir Welds*, Engineering Science and Technology, Vol. 18, pp. 270-277.
- Springer, H., Kostka, A., and dos Santos, J.F., 2011, *Influence of Intermetallic Phases and Kirkendall-Porosity on Mechanical Properties of Joints Between Steel and Aluminium*, Material Engineering Science, Vol. 528, pp. 4630-4642.
- Su, Y., Hua, X., Wu, Y., 2013, *Effect of input current modes on intermetallic layer and mechanical property of aluminum–steel lap joint obtained by gas metal arc welding*, Materials Science & Engineering A, Vol. 578, pp. 340-345.
- Sun, J., Yan, Q., Gao, W., and Huang, J., 2015, *Investigation of laser welding on butt joints of Al/Steel dissimilar materials*, Materials and Design, vol. 83, pp. 120-128.
- Zhang, H.T., Feng, J.C., He, P., and Hackl, H., 2007, *Interfacial Microstructure and Mechanical Properties of Aluminium Zinc Coated Steel Joints Made by a Modified Metal Inert Gas Welding-Brazing Process*, Material Characterization, Vol. 58, pp. 582-592.

## PENGARUH GAYA PUTAR VERTIKAL TERHADAP SEGREGASI MAKRO PADUAN SN-BI PADA KOMPOSISI EUTEKTIK DAN HIPEREUTEKTIK

Riyan Afrizal<sup>1a</sup>, Yeni M. Zulaida<sup>1b</sup>, Anistasia Milandia<sup>1</sup>, Suryana<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departemen Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

E-mail :a. [Riyanafrizal884@yahoo.com](mailto:Riyanafrizal884@yahoo.com)

b. [yenimuriani@ft-untirta.ac.id](mailto:yenimuriani@ft-untirta.ac.id)

### Abstrak

*Segregasi makro adalah ketidakseragaman komposisi kimia pada unsur paduan saat logam menjadi padat. Segregasi makro terjadi disetiap pengecoran logam yang mana membuat aliran interdendritik melambat dikarenakan penyusutan geometri, deformasi padatan atau gravitasi. Gravitasi dapat menimbulkan segregasi makro yang disebabkan karena perbedaan densitas dari padatan dan cairan. Segregasi makro eutektik terjadi karena pembekuan yang cepat sedangkan segregasi pada hipereutektik dikarenakan terbentuknya fasa Bi primer diantara cairan eutektik. Makrosegregasi dapat dicegah dengan mengontrol aliran cairan, salah satunya dengan gaya putaran. Penelitian ini ingin mengamati pengaruh kecepatan putar terhadap pembentukan segregasi makro pada komposisi eutektik dan hipereutektik paduan Sn-Bi. Paduan eutektik dan hipereutektik yang sedang membeku di putar pada kondisi fasa padat cair dengan variasi kecepatan 85 rpm dan 115 rpm. Hasil menunjukkan bahwa pada paduan eutektik, terdapat struktur dendrit kaya Sn di bagian atas ingot. Pada paduan hipereutektik yang diputar pada kecepatan tertinggi, Bi primer yang pada awalnya berkumpul di bawah kemudian terdorong ke atas hingga setengah bagian ingot hingga struktur makro menjadi lebih seragam.*

**Kata Kunci :** Sn - Bi, Segregasi makro, dan kecepatan putaran

### PENDAHULUAN

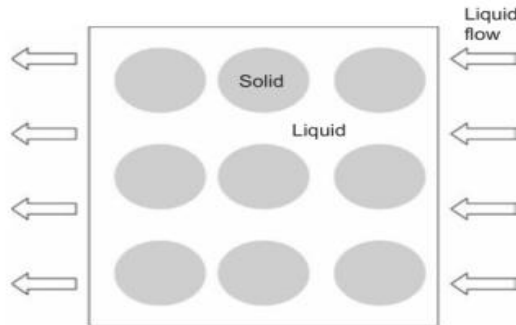
Segregasi makro ditandai dengan perbedaan komposisi disetiap bagiannya dibandingkan dengan komposisi awalnya. Dikatakan segregasi makro karena perbedaan komposisi skala yang relatif besar dari millimeter hingga meter[1]. Segregasi makro disebabkan karena adanya pergerakan cairan atau padatan selama solidifikasi yang dapat menyebabkan perbedaan komposisi kimia dari nilai awal[2]. Gravitasi dapat menimbulkan segregasi makro yang disebabkan karena perbedaan densitas dari setiap unturnya. Perbedaan densitas pada temperatur rendah padatan/cairan terhadap logam cair di sekelilingnya menyebabkan aliran, fenomena aliran ini disebut konveksi. Segregasi makro dalam paduan Al – Cu dengan komposisi eutektik terjadi selama solidifikasi secara konveksi [3]. Pada paduan Pb – Sn dengan komposisi hipereutektik mengalami konveksi selama solidifikasi dengan arah keatas membentuk segregasi makro yang longitudinal[4].

Segregasi makro yang terjadi akibat pergerakan aliran dapat dilihat pada gambar 1, dimana larutan unsur dasar yang memiliki volume kecil memasuki daerah *mushy zone* kemudian larutan setempat berdifusi kedalam fase padat[2]. Perbedaan temperatur larutan dapat menyebabkan perbedaan densitas antara cairan/padatan dan cairan yang disekelilingnya. Aliran padatan bergerak kebawah terjadi ketika cairan/padatan lebih berat dibandingkan cairan sekelilingnya dan begitu juga sebaliknya. Pengontrolan solidifikasi dan gaya putar dapat mendorong keatas larutan yang memiliki densitas lebih besar. Pada penelitian ini ingin menganalisa pengaruh kecepatan putar terhadap pembentukan segregasi makro pada komposisi eutektik dan hipereutektik. Segregasi

makro dapat dievaluasi menggunakan persamaan Eq1 dan Eq2, yang mana Cs adalah komposisi yang diukur sedangkan Co adalah komposisi awal[2].

$$\text{Jumlah segregasi } (\Delta C): \Delta C = C_S - C_o \tag{1}$$

$$\text{Indeks rasio segregasi (IRS) : } C_{\max}/C_{\min} \text{ or } (C_{\max} - C_{\min})/C_o \tag{2}$$

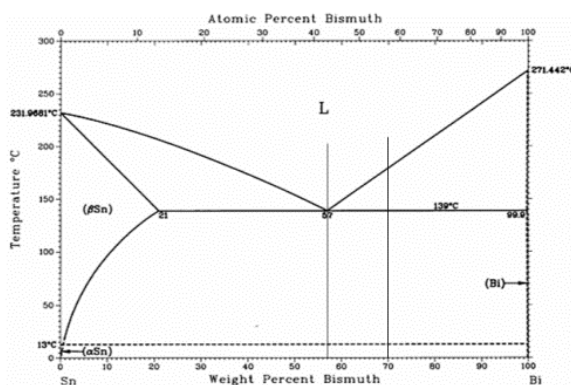


**Gambar 1. Mekanisme pergerakan cairan ke padatan[5]**

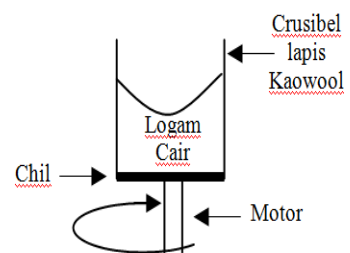
**METODE PERCOBAAN**

Penelitian ini menggunakan material paduan Sn-Bi dengan dua jenis paduan digunakan, eutektik and hipereutektik. Komposisi yang diamati adalah 43Sn – 57Bi dan 30Sn – 70Bi dalam persen berat yang dapat dilihat pada gambar 2. Paduan ini digunakan untuk pengamatan aliran cairan saat diberikan putaran selama solidifikasi. Paduan dicairkan menggunakan tungku listrik dengan menggunakan krusibel logam dengan temperatur superheat sekitar 10<sup>0</sup>C. Setelah mencair kemudian dilakukan proses putaran, sebelum dilakukan proses putaran temperatur disesuaikan hingga 150<sup>0</sup>C. Pemutaran dilakukan dengan kecepatan 85 rpm, dan 11 5rpm selama 5 menit sesuai dengan percobaan pendahuluan.. Dinding cetakan di bagian atas dan samping ditutup dengan menggunakan bahan isolator/kaowool sedangkan di bagian bawah dibiarkan terbuka dengan tujuan agar dapat mengontrol arah solidifikasi menjadi satu arah dari bawah krusibel yang dapat dilihat pada gambar 3.

Distribusi struktur dendrit diamati secara makro dan mikro. Material paduan hasil coran dipotong menjadi dua bagian untuk pengambilan gambar struktur makro dengan kamera digital makro. Sampel percobaan yang sudah dipreparasi kemudian . Setelah itu di lakukan proses penggerindaan dan pemolesan menggunakan alumina kemudian setelah permukaan spesimen halus dan rata selanjutnya di etsa menggunakan campuran larutan HCL, FeCl<sub>3</sub>, etanol, dan aquades untuk menampilkan struktur makro. Struktur dendrit dapat dilihat menggunakan mikroskop optik dengan pembesaran 50 – 200X. SEM EDX digunakan untuk menganalisa kandungan komposisi paduan Sn – Bi. Data pendistribusian komposisi diambil dibagian tengah ingot/coran, dari bawah pengecoran hingga bagian atas pengecoran. Data ini diambil setelah paduan logam membeku sempurna.



**Gambar 2. Diagram Kesetimbangan Sn – Bi[6]**

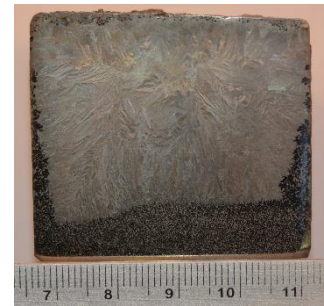


**Gambar 3. Skematik Proses Putaran**



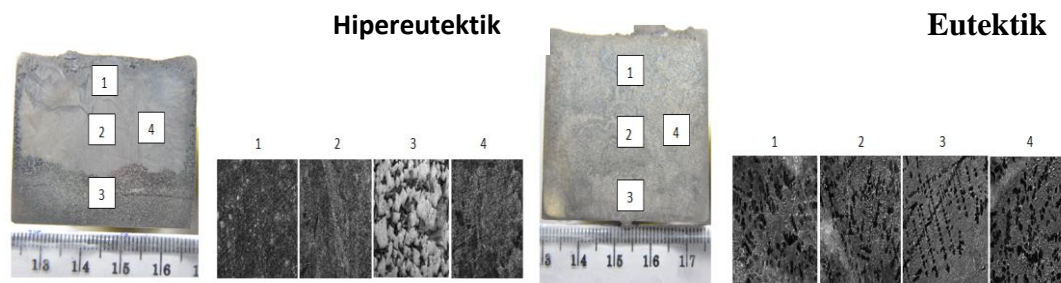
## HASIL DAN DISKUSI

Proses pembekuan Bi-Sn komposisi hipereutektik pada temperatur eutektik kelarutan Sn sangat rendah dalam Bi hanya 0.1% wt seperti terlihat di dalam diagram kesetimbangan gambar 2. Pada temperatur solidifikasi pengintian dimulai dari temperatur yang rendah menuju ke temperatur yang tinggi. Sebelum dilakukan pemutaran struktur makro paduan pada kondisi eutektik struktur dendrit kaya Sn mendominasi daerah bagian atas dan samping ingot sedangkan pada komposisi hipereutektik butiran fasa Bi primer berkumpul dibawah, seperti terlihat pada gambar 4.

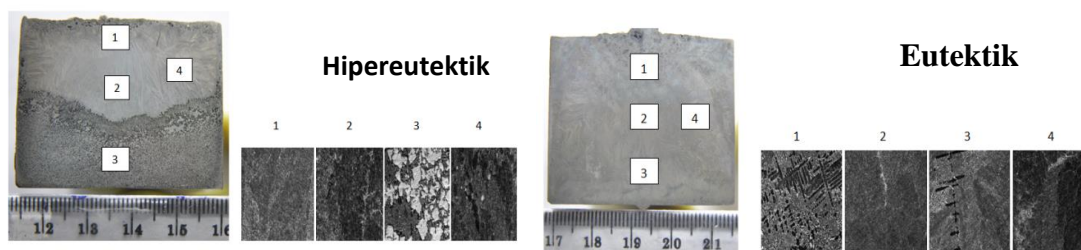


**Gambar 4. Struktur makro paduan Sn-Bi 30 wt% tanpa pemutaran**

Hasil pengamatan makro dan mikro pada komposisi hipereutektik dan eutektik dilihat pada gambar 5 dan 6. Terlihat pada struktur mikro komposisi hipereutektik phase Bi primer yang ditunjukkan sebagai butir berwarna putih berkumpul dibagian bawah ingot. Pada komposisi hipereutektik, Fasa Bi primer akan membeku terlebih dahulu membentuk fasa padat pada temperatur liquidus. Seiring dengan turunnya temperatur fasa padat tersebut tumbuh dan mulai bergerak kebawah karena densitas yang lebih tinggi dari pada keadaan cair. Gaya gravitasi mendorong kebawah selama solidifikasi. Dalam pengamatan komposisi eutektik struktur dendrit yang kaya Sn terlihat mengumpul dibagian atas ingot[6].

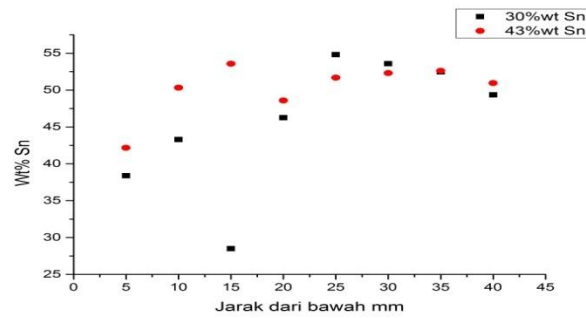


**Gambar 5. Struktur makro dan mikro pada kecepatan 85 rpm**



**Gambar 6. Struktur makro dan mikro pada kecepatan 115 rpm**

Perbedaan kecepatan putar menghasilkan perbedaan yang signifikan terhadap struktur makro dan mikro. Terlihat pada gambar 5 dengan kecepatan 85 rpm phase Bi primer terdorong kedinding cetakan selama solidifikasi dan pada komposisi eutektik, struktur dendrit yang hancur terlempar kesetiap bagian dikarenakan struktur dendrit kaya Sn memiliki densitas yang rendah dalam cairan. Semakin tinggi kecepatan putar, semakin pula gaya yang besar yang diberikan dapat mendorong kuat Bi primer hingga bagian tengah ingot pada komposisi hipereutektik. Sedangkan pada komposisi eutektik struktur dendrit kaya Sn terlempar ke bagian atas ingot. Dari hasil data yang di peroleh dari SEM/EDS kemudian dapat dihitung jumlah dan rasio segregasi seperti terlihat pada pada tabel 1.



**Gambar 7. Distribusi Sn dalam perbedaan paduan pada kecepatan 115 rpm**

**Tabel 1. Hasil pengamatan SEM/EDS**

Jarak (mm)	Komposisi 43% wt Sn	Jumlah segregasi ( $\Delta C$ ): $\Delta C = C_s - C_o$	Komposisi 30% wt Sn	Jumlah segregasi
5	42.17	-0.83	38.39	8.39
10	50.32	7.32	43.3	13.3
15	53.57	10.57	28.5	-1.5
20	48.58	5.58	46.26	16.26
25	51.69	8.69	54.81	24.81
30	52.31	9.31	53.58	23.58
35	52.6	9.6	52.47	22.47
40	50.94	7.94	49.36	19.36
IRS	0.265116		0.877	

Segregasi makro ditandai dari perbedaan komposisi pada area yang besar. Efek gaya putar membuat struktur eutektik terdorong ke bagian atas terlihat pada gambar 6 yang menghasilkan kandungan Sn pada kedua paduan meningkat dari bagian bawah hingga atas ingot. Distribusi kandungan Sn pada kedua paduan akibat gaya putar yang diberikan menghasilkan distribusi Sn yang serupa dari bagian bawah hingga atas ingot pada kecepatan 115 rpm. Konsentrasi larutan yang tinggi mungkin disebabkan kontraksi solidifikasi dalam daerah yang membeku terlebih dahulu.

### KESIMPULAN

Kecepatan putaran dapat menghasilkan perbedaan struktur makro dan mikro pada paduan Sn-Bi dengan komposisi eutektik dan hipereutektik. Dari analisa struktur mikro, dengan kecepatan putaran 115 rpm dapat mendorong fasa Bi primer hingga kebagian tengah ingot pada komposisi hipereutektik selama solidifikasi sedangkan pada komposisi eutektik terlihat struktur dendritik kaya Sn berkumpul dibagian atas ingot. Setelah di beri putaran dengan kecepatan 85 rpm menghasilkan struktur dendrit kaya Sn yang terdapat disetiap bagian ingot. Indeks rasio segregasi komposisi eutektik dan hipereutektik setelah di lakukan perhitungan adalah berturut-turut 0.265116 dan 0.877.

### DAFTAR PUSTAKA;

- [1] C. Beckermann, "Macroseggregation," *ASM Handbook, Vol. 15 Cast.*, vol. 15, pp. 348–352, 2008.
- [2] ASM International Handbook Committee, "Metals Handbook. Vol. 15," p. 937, 1988.
- [3] X. Zhang, Q. Zhao, J. Guo, Q. Xing, L. Deng, X. Hou, and C. Fang, "Effects of spiral magnetic field on structures transformation and macroseggregation of Sn-Pb alloy," *Acta Metall. Sin. (English Lett.)*, vol. 26, no. 3, pp. 345–351, 2013.
- [4] V. Laxmanan, a. Studer, L. Wang, J. F. Wallace, and E. a. Winsa, "Gravitational macroseggregation in binary Pb-Sn alloy ingots," 1987.

- [5] C. Beckermann, "Modeling of macrosegregation: Past, present and future," *Proc. Mert. C. Flemings Symp. Solidif. Mater. Process.*, no. June, pp. 297–310, 2000.
- [6] Y. M. Zulaida and Suryana, "Macrosegregation and Dendritic structure formation in different solute composition," *AIP Conf. Proc.*, vol. 20011, 2016.

**SESI PARAREL :**  
**REKAYASA MATERIAL**

## PRELIMINARY STUDI PENGGUNAAN MATERIAL KOMPOSIT DAN KARAKTERISTIK PROSES MANUFAKTUR PESAWAT TERBANG TANPA AWAK

Herlina<sup>1</sup>, Muki Satya Permana<sup>2</sup>, Rochim Suratman<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Teknik Penerbangan, Universitas Nurtanio, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup>Teknik Mesin, Universitas Pasundan, Bandung, Indonesia

<sup>3</sup>Teknik Mesin dan Dirgantara, ITB, Bandung, Indonesia

<sup>1</sup>[herlinadheni@gmail.com](mailto:herlinadheni@gmail.com)

<sup>2</sup>[mkpermana@yahoo.com](mailto:mkpermana@yahoo.com)

<sup>3</sup>[rochim\\_suratman@yahoo.com](mailto:rochim_suratman@yahoo.com)

### Abstrak

PTTA Wulung atau Drone dikembangkan pertama kali oleh BPPT. Saat ini pengembangannya dilakukan oleh PT Dirgantara Indonesia dengan target pengembangan tiga aspek yaitu; peningkatan *reliability*, penambahan fitur *autopilot* dan peningkatan *endurance*. Untuk meningkatkan *endurance* diperlukan peningkatan kemampuan terbang wulung dari empat jam ke enam jam sehingga konstruksi pesawat Wulung harus lebih ringan dari versi sebelumnya. Oleh sebab itu, maka perlu dilakukan perbaikan *configuration airframe* terhadap konsep struktur (*layer* dan *core*). Hal ini dilakukan untuk mengurangi berat kosong dan menambah volume bahan bakar PTTA dari 35 liter menjadi 55 liter. Berkaitan dengan targetnya adalah memperoleh optimasi orientasi dan ketebalan serat skin wing terhadap kekuatan serat untuk menghasilkan *strength-to-weight-ratio* yang tinggi. Untuk itu maka dilakukan proses manufaktur material pada konfigurasi *layer unidirectional* (0)6, (0/0/90)s, (0/+45/-45/90/2)s, (0,+45/-45/90)s, (0/90/+45/-45)s dan *fabric p/w* (0/90)/6, (0/90/0/90)s, (+45/-45/+45/-45)s, (0/90/+45/-45)s. Hasil pengujian menunjukkan kuat tarik tertinggi didapat dari laminat *unidirectional* (1988,97 156,6) MPa dan *fabric p/w* (497,46 ± 24,91) MPa. Selanjutnya dilakukan pemodelan CFD pada kecepatan jelajah 40, 60, 80 Knots melalui Permukaan Sayap Pesawat (PSP) ditampilkan dalam bentuk kontur, vektor serta kurva. Dari hasil analisis di atas didapatkan distribusi nilai kegagalan struktur untuk semua kondisi yaitu memiliki kecenderungan nilai indeks kegagalan yang sama. Hal ini ditunjukkan dengan indeks kegagalan antara 0 sampai 0.125.

**Kata kunci** : Wulung, *Unidirectional*, *Fabric*, *Strength-to-weight-ratio*, CFD Wulung

### I. PENDAHULUAN

Pesawat Terbang Tanpa Awak (PTTA) yang secara Internasional dikenal dengan nama UAV (*Unmanned Aerial Vehicle*) atau *Drone* adalah jenis pesawat bertenaga yang tidak membawa pilot atau manusia. PTTA berbeda dari ukuran sebuah pesawat komersial dari sisi dimensi, dirancang untuk memiliki kemampuan bermanuver yang dikontrol dari *ground* misalnya gerakan memutar. Sejak tahun 2013, *Drone* yang dinamai Wulung telah diproduksi oleh PT Dirgantara Indonesia (PT DI). Spesifikasi berat kosong maksimum PTTA adalah sebesar 55 kg, berat muatan (diluar bahan bakar) 25 kg, kecepatan jelajah 60 knots (111 km/jam), panjang pesawat 4,32 meter, tinggi pesawat 1,32 meter, bentang sayap 6,34 meter, berat lepas landas 125 kg, ketinggian terbang maksimal 10.000 kaki di atas permukaan tanah. Pesawat tersebut dilengkapi kamera pengintai yang dihubungkan dengan pusat pengendali di darat. Spesifikasi Wulung yang berbobot 120 kg mempunyai jarak tempuh dari titik peluncuran sampai titik operasi hingga 100 km dengan waktu terbang (*Flight Endurance*) selama empat jam. Selama mengudara, kru di GCS memantau secara *real time* kondisi pesawat termasuk mengetahui kondisi bahan bakar dan baterai. Untuk misi taktis pengintaian, kru GCS secara otomatis bisa memberi perintah pemotretan di udara karena Wulung telah dilengkapi dengan kamera berlensa optik. Selain itu, dilengkapi pula dengan peralatan tambahan berupa teknologi FLIR (*Forward Looking Infra Red*) agar mampu melihat di kegelapan malam. Kemampuan tersebut diperkuat dengan GPS (*Global Positioning System*) untuk menentukan koordinat foto hasil pengintaian. Sebelum pesawat tinggal landas, kru di darat telah memplot (*setting*) jarak tempuh (*way point*) yang menjadi rute atau lintasan terbang Wulung. Wulung dapat diset hingga 100 *way point*. Wulung dapat terbang siang dan malam, walaupun tidak dirancang terbang untuk segala cuaca.[1]

Target pengembangan Wulung terbagi kedalam tiga aspek yaitu peningkatan *reliability*, penambahan fitur *autopilot*, dan peningkatan *endurance*. Target pengembangan Wulung ini lebih diarahkan terhadap peningkatan *endurance* yaitu untuk meningkatkan kemampuan durasi terbang Wulung dari empat jam ke enam jam.[2] Pada prototipe Wulung akan dilakukan peningkatan kapasitas tangki bahan bakar dari 35 liter menjadi 55 liter.

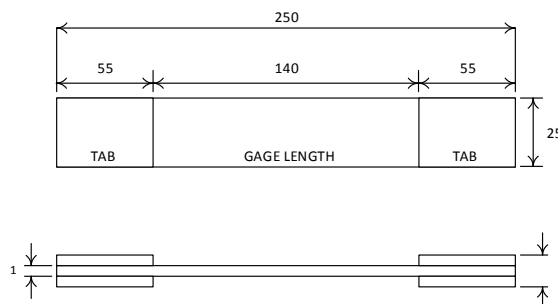
Konsekuensi dari penambahan bobot tambahan bahan bakar ini membuat konstruksi pesawat Wulung harus lebih ringan dari versi sebelumnya agar berat maksimum saat lepas landas tetap sebesar 125 kg. Oleh sebab itu, maka diperlukan perbaikan *airframe configuration* terhadap konsep struktur (*layer* dan *core*). Hal ini dilakukan untuk dapat mengurangi berat kosong dan menambah volume bahan bakar PTTA Wulung.[1]

Mengingat luasnya pembahasan target pengembangan Wulung, maka penelitian ini dititikberatkan pada pengamatan karakteristik material Wulung terhadap peningkatan *endurance*. Masalah yang diselesaikan dalam konteks penelitian ini adalah bagaimana mengoptimasi orientasi dan ketebalan serat *skin wing* terhadap kekuatan serat sehingga menghasilkan *strength-to-weight ratio* yang tinggi. Tujuan penelitian adalah mengembangkan proses manufaktur material *skin wing* Wulung, melakukan pengujian mekanik pada material karbon/epoksi yang digunakan adalah jenis prepeg CYCOM 5276-1 G40 800 UD dan CYCOM 5276-1 G30-500PW Fabric buatan Cytec Engineered Materials, melakukan pengamatan mikroskop pada arah serat, melakukan analisis topografi arah serat dengan menggunakan mikroskop optik, melakukan pemodelan *Computational Fluid Dynamics (CFD)* pada berbagai kecepatan jelajah. Namun demikian, pembatasan masalah yang ditetapkan dalam penelitian ini adalah jenis serat karbon yang digunakan adalah Cytec Cycom 5276-1 G40 800 UD dan 5276 -1 G30-500PW Fabric. Kecepatan jelajah pada simulasi menggunakan CFD hanya sebesar 40, 60 dan 80 *knots*. Proses manufaktur yang dilakukan hanya pada konfigurasi layer berupa *fabric* dan *unidirectional (UD)*. Strategi penyelesaian masalah untuk penelitian ini adalah dengan cara eksperimental dan numerik. Metode ekperimental dilakukan dengan cara mengembangkan proses manufaktur pada berbagai orientasi serat karbon. Setelah dilakukan proses manufaktur, selanjutnya dilakukan pengujian mekanik yaitu uji tarik, yang merujuk pada standar ASTM D 3039. Penyelesaian secara numerik digunakan untuk menghitung kekuatan serat pada berbagai orientasi serat dan membandingkan dengan hasil pengujian mekanik.

## II. METODOLOGI

### A. Penyelesaian secara Eksperimental

Proses manufaktur dilakukan pada laminat komposit karbon/epoksi *UD* dan *fabric*. Terdapat dua jenis susunan laminat untuk UD yaitu  $(0)_5$ ,  $(0/0/90/90)_s$ ,  $(0/+45/-45/90/1/2)_s$ ,  $(0/90/+45/-45)_s$ ,  $(0,+45/-45/90)_s$ , dan untuk fabric yaitu  $(0/90)_6$ ,  $(0/90/0/90)_s$ ,  $(0/90/+45/-45)_s$ ,  $(+45/-45/+45/-45)_s$ . Kemudian dilakukan pengujian tarik spesimen diuji dengan menggunakan UTM (*Universal Testing Machine*). Standar yang digunakan untuk spesimen uji tarik adalah ASTM D 3039 sebagaimana diperlihatkan pada gambar 2.[12] Pengujian dilakukan pada saat suhu 3C dengan laju penarikan sebesar 2 mm/menit.



**Gambar 2. Dimensi Spesimen Uji Tarik**

Spesimen hasil pengujian diamati dengan menggunakan mikroskop optik Olympus SZX7 Image Analyzer. Dalam tahapan proses ini, peralatan utama yang digunakan adalah peralatan *vacuum*, mesin *autoclave* untuk polimerisasi prepeg karbon/epoksi, prepeg kaca/epoksi dan film adesif, mesin *diamond saw* untuk memotong panel, mesin UTM (*Universal Testing Machine*) untuk uji tarik dan mikroskop optik untuk mengamati kegagalan pada spesimen hasil pengujian. Prepeg karbon/epoksi yang digunakan adalah prepeg CYCOM 5267-1 G40 800 UD dan CYCOM 5267-1 G30-500PW Fabric buatan Cytec Engineered Materials. Material lain yang digunakan adalah prepeg kaca/epoksi untuk pembuatan tab spesimen uji tarik dan film adesif untuk mengikat komposit karbon/epoksi dengan kaca/epoksi. Kemudian, material pendukung yang digunakan adalah *release agent*, *peel ply (air weave)*, *release film*, *breather*, *vacuum bagging film*, *sealant tape*, dan plat aluminium, plat plastik, untuk proses *vacuum bagging*. Metode *vacuum bagging* merupakan teknik manufaktur yang diterapkan dalam pembuatan sayap Wulung. *Vacuum bagging*, pada dasarnya, adalah proses yang diterapkan setelah *laying-up* material *fiber* diatas permukaan cetakan dan membasahi dengan cairan matriks. Cetakan ditutupi oleh plastik yang mencegah adanya saluran udara, dan *vacuum* diterapkan selama periode pengobatan cairan matriks.

Pembuatan spesimen uji tarik diawali dengan persiapan mengeluarkan material prepeg karbon/epoksi dan prepeg *glass/epoksi* dari *cold storage* dengan suhu  $-18^{\circ}\text{C}$  dilanjutkan dengan pemotongan prepeg karbon/epoksi dan prepeg *glass/epoksi* di ruang *lay up* yang mempunyai suhu  $-18^{\circ}\text{C}$ . Kemudian, karbon/epoksi dan *glass/epoksi* di *lay up* secara terpisah. Setelah itu, prepeg yang sudah di *lay up* dipolimerisasi. Karbon/epoksi dan *glass/epoksi*

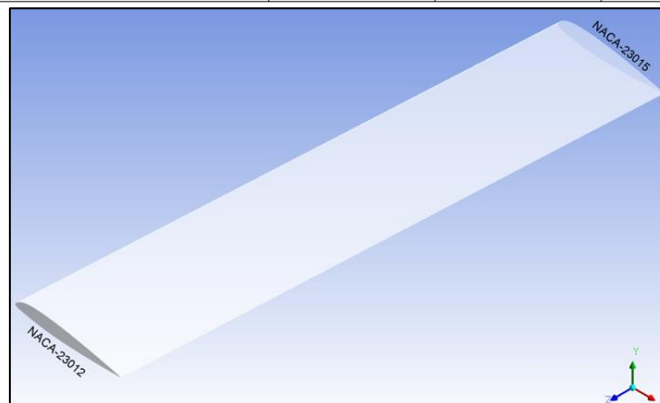
yang sudah dipolimerisasi digabung dengan film adesif. Setelah itu, film adesif dipolimerisasi. Karbon/epoksi dan glass/epoksi yang sudah digabung dipotong untuk membentuk spesimen uji tarik. Gambar 2 memperlihatkan dimensi dan bentuk spesimen uji.

**Computational Fluid Dynamic (CFD)**

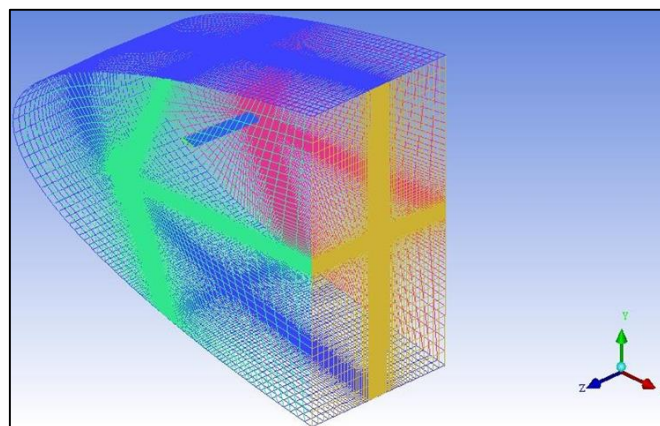
*Pre-processing* menggunakan Software Gambit dengan Geometri *Wing* Wulung yang melalui sayap fiber komposit UAV Wulung.[8]

**Tabel 1. Spesifikasi dan geometri UAV Wulung<sup>(10)</sup>**

GEOMETRY	WING	H. TAIL	V. TAIL
AREA (sq. m)	3.93	0.90	0.53
ASPECT RATIO	10.23	4.44	1.36
TAPER RATIO	1.00	1.00	0.52
SWEEP C/4 deg.	0.00	0.00	19.37
INCIDENCE (deg.):	6.00	-1.50	NA
DIHEDRAL (deg)	3.00	0.00	NA
TWIST (deg)	-2.00	0.00	NA
ROOT T/C (%)	15	12	12
TIP T/C (%)	12	12	12
ROOT CHORD (mm)	620	450	821
TIP CHORD (mm)	620	450	425
MAC (mm)	620	450	644
SPAN (mm)	6340	2000	845
TAIL ARM (mm)	NA	2506.50	2336.00
TAIL VOL. COEFF.	NA	0.926	0.050
AIRFOIL AT ROOT	NACA 23015	NACA 0012	NACA 0012
AIRFOIL AT TIP	NACA 23012	NACA 0012	NACA 0012



**Gambar 3 Geometri *wing* wulung menggunakan airfoil NACA 23015 dan NACA 23012**



**Gambar 4 *Meshing* domain komputasi udara yang melalui *Wing* wulung berjumlah 1.5 juta cell**

#### IV HASIL DAN PEMBAHASAN

##### A Hasil Uji Tarik Laminat Unidirectional (UD)

Berikut tabel 2 data dari hasil rata-rata uji tarik dengan berbagai orientasi (laminat) UD digambarkan dengan susunan grafik diberikan pada gambar 5.

**Tabel 2 Hasil uji tarik laminat UD**

Kode	No spesimen	Susunan laminat	Tensile stress (Mpa)	Tensile strain %
A	TT-PP-0001-NM	(0)5	1988,97	1,90
B	TT-PP-0007-NM	(0/0/90)s	1745,47	2,26
C	TT-PP-0009-NM	(0/+45/-45/90 <sup>1/2</sup> )s	929,70	1,76
D	TT-PP-0011-NM	(0/90/+45/-45)s	992,82	2,35
E	TT-PP-0013-NM	(0/45/-45/90)s	941,86	2,02

**Gambar 5. Hasil Uji Tarik Laminat UD**

Dari hasil gambar diatas orientasi atau laminat yang susunannya searah, yaitu laminat (0)<sup>5</sup> kuat tariknya adalah (1988,97 ± 156,69) MPa. Ini merupakan kuat tarik maksimal dari suatu laminat yang terbuat dari komposit karbon/epoksi UD, karena arah semua serat searah dengan arah pembebanan.

##### B Hasil Uji Tarik Fabric

Berikut tabel 3 data dari hasil rata-rata uji tarik laminat fabric digambarkan dengan susunan grafik diberikan pada Gambar 6.

**Tabel 3 Hasil Uji Tarik Laminat Fabric**

Kode	No spesimen	Susunan laminat	Tensile stress (MPa)	Tensile strain %
A	TT-PP-0002-NM	(0/90)6	497,46	1,63
B	TT-PP-0006-NM	(0/90/0/90)s	492,17	1,25
C	TT-PP-0008-NM	(+45/-45/+45/-45)s	230,64	6,93
D	TT-PP-0010-NM	(0/90/+45/-45)s	337,58	1,29

**Gambar 6. Hasil Uji Tarik Laminat Fabric P/W**

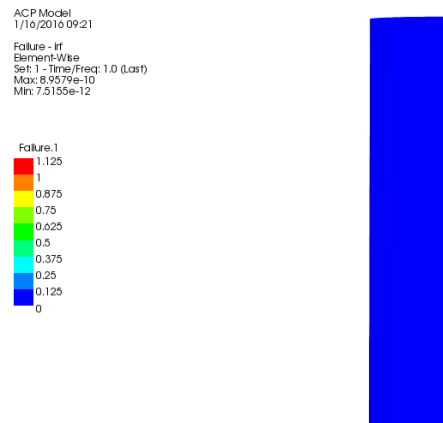
Untuk orientasi atau laminat yang multiarah, yaitu laminat (0/90) kuat tariknya adalah (497,46 ± 24,91) MPa dengan regangan saat gagal (1,63 ± 0,49)%. Ini merupakan pengujian kuat tarik maksimal dari suatu laminat yang terbuat dari karbon/epoksi fabric.

##### Hasil Simulasi Numerik (CFD)

Proses Simulasi Numerik dilakukan pada orientasi atau laminat (0/90/-45/+45)s dengan asumsi mempunyai berbagai arah serat yang berbeda.

Kegagalan fungsi struktur (*failure*) yang terjadi pada struktur FC-UD yang terdiri dari CFC-UD dan GFC-UD pada LS-PSP dan US-PSP akibat beban aerodinamika yang dihasilkan dari aliran udara yang melalui PSP dengan kecepatan 40 Knots, 60 Knots, 80 Knots mempunyai kecenderungan nilai indeks yang sangat kecil yang sama yaitu tidak mengalami kegagalan struktur sehingga cukup ditampilkan untuk kondisi beban yang terbesar yang diakibatkan kecepatan 80 Knots seperti tampak pada Gambar 7.





**Gambar 7 Kontur kegagalan struktur FC-UD (diwakili CFC-UD) pada PSP akibat aliran 80 Knots**

Indeks tersebut menunjukkan bahwa struktur tidak mengalami kerusakan akibat beban aerodinamika. Struktur yang mengalami kerusakan akan mempunyai nilai indeks mendekati 1 sampai 1.25.

## V KESIMPULAN

Orientasi atau laminat (0)<sup>5</sup> kuat tariknya adalah (1988,97 ± 156,69) MPa, merupakan kuat tarik maksimal dari komposit karbon/epoksi *Unidirectional* (UD), karena arah semua serat searah dengan arah pembebanan. Sedangkan orientasi atau laminat yang multiarah (0/90)<sub>s</sub> kuat tariknya adalah (497,46 ± 24,91) MPa, kuat tarik maksimal dari karbon/epoksi fabric. Dari kedua data tersebut massa jenis yang lebih rendah adalah fabric, maka dari data tersebut UD yang dapat memenuhi target *skin wing* Wulung untuk meningkatkan *strength-to-weight-ratio* sehingga dapat meningkatkan volume bahan bakar.

Penerapan simulasi CFD jenis *Unidirectional* (UD) terhadap orientasi dan ketebalan serat *skin wing* Wulung sehingga menghasilkan *strength-to-weight-ratio* yang tinggi pada orientasi atau laminat (0/90/-45/+45)<sub>s</sub>, membuktikan bahwa pada orientasi struktur tersebut stabil karena tidak mengalami kerusakan akibat beban aerodinamika.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis berterima kasih kepada Universitas Nurtanio, Tim Dosen ITB dan UNPAS serta Tim Engineering Data Management PTTA Wulung dan Tim Divisi Bounding Composite PT Dirgantara Indonesia atas bantuan dan kesempatan melakukan penelitian.

## DAFTAR PUSTAKA

- 150313, "Proposal Pengembangan PTTA Wulung NW01-100", Bidang Pengembangan Produk Khusus dan Strategis; PT Dirgantara Indonesia, 2014.
- 150313, "Roadmap Pengembangan UAV 2015 2019", Bidang Pengembangan Produk Khusus dan Strategis; PT Dirgantara Indonesia, 2014.
- Unmanned Vehicle Systems International web site, "<http://www.uvs-international.org/>", diakses pada 23 Mei 2015.
- Bambang Kismono Hadi, "Mekanika Struktur Komposit", Catatan Kuliah ITB, 2012.
- [http://www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Brochure-Data-Sheets/Prepreg\\_Technology.pdf](http://www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Brochure-Data-Sheets/Prepreg_Technology.pdf), diakses pada 19 Januari 2016.
- SP Systems Guide to Composites
- Process Manufacturing FRP* (Fiber Reinforced Polymer /Plastic), Bidang Pengembangan Produk Khusus dan Strategis; PT Dirgantara Indonesia, 2014.
- Sugianto "Komputasi Dinamika Fluida Menggunakan FLUENT" 2011.
- D019NW1002, "PTTA Wulung Technical Description", PT Dirgantara Indonesia, 2014.
- D042NW2004, "PTTA Wulung Stress & Strength Analysis" PT Dirgantara Indonesia, 2014.
- COM13/PCC630/02/2012, "Mechanical Properties of Composite for Structure Part", Coordination Memo CN 235 PT Dirgantara Indonesia, 2012.
- American Society for Testing and Materials. *Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials*. ASTM Standard D 3039.

## **Karakteristik Sifat Tarik Serat Bambu Petung (*Dendrocalamus asper*)**

Hermawan Judawisastra<sup>1, a</sup>, Untung Ari Wibowo<sup>1</sup>, Achmadana Putratama<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Kelompok Keahlian Ilmu dan Teknik Material, Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>hermawan.judawisastra@material.itb.ac.id

### **Abstrak**

*Penggunaan serat bambu sebagai penguat dalam material komposit menarik banyak perhatian karena memiliki sifat tarik spesifik tinggi, ramah lingkungan, dengan sumber yang dapat terbaharui. Dari 76 spesies bambu yang tumbuh tersebar di seluruh Indonesia, Bambu Petung (*Dendrocalamus asper*) merupakan salah satu dari tiga spesies terbesar yang berpotensi menjadi sumber serat teknik berkekuatan tinggi untuk aplikasi material komposit polimer. Penelitian ini dilakukan untuk mengkaji sifat tarik bambu petung. Sifat tarik dievaluasi berdasarkan posisi sumber serat, yaitu ketinggian dan kedalaman radial batang bambu. Ekstraksi serat dilakukan menggunakan kombinasi ekstraksi mekanik dan perlakuan alkali. Distribusi serat pada penampang melintang bambu diamati dengan observasi visual dan analisa citra pada penampang melintang. Morfologi serat dan diameter serat diperoleh melalui pemeriksaan mikroskop optik dan Scanning Electron Microscope (SEM). Sifat Tarik serat ditentukan dengan uji tarik pada bundel serat. Kristalinitas dan kandungan selulosa serat dikarakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD) dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). Distribusi serat tertinggi terdapat pada tepi luar batang. Serat bambu petung terdiri dari bundel serat dengan diameter 195-361  $\mu\text{m}$  dan serat ultimate dengan diameter 14,5-14,7  $\mu\text{m}$ . Bundel serat bambu petung memiliki kekuatan tarik 179-310 MPa dan kekakuan tarik 4,6-7,9 GPa. Nilai kekuatan dan kekakuan tarik bundel serat bambu petung tertinggi diperoleh pada serat yang berasal dari bagian bawah tepi luar batang. Hal ini disebabkan karena serat pada daerah tersebut memiliki kristalinitas dan kadar selulosa yang tinggi.*

**Kata kunci:** serat, bambu, bambu petung, sifat tarik, kekuatan

### **PENDAHULUAN**

Material komposit polimer berpenguat serat merupakan jenis komposit yang paling banyak digunakan dibandingkan material komposit lainnya. Material serat digunakan sebagai penguat karena sifat mekanik spesifik yang tinggi dibanding material struktural lain seperti baja dan aluminium [1]. Serat penguat yang banyak digunakan umumnya merupakan serat sintesis, yang memiliki kekurangan dalam hal dampak lingkungan seperti: tidak mudah didegradasi oleh alam, energi pemrosesan tinggi, emisi karbon yang tinggi, dan sumbernya yang tidak dapat diperbaharui [2]. Untuk mengatasi masalah tersebut, serat hayati mulai banyak diteliti sebagai alternatif bahan penguat komposit [3].

Berdasarkan sumbernya, serat hayati dapat dibagi menjadi tiga, yaitu: serat tumbuhan, serat hewani, dan serat mineral [2]. Serat tumbuhan merupakan serat yang banyak diteliti sebagai bahan penguat komposit karena sumbernya yang melimpah, kekakuan spesifiknya yang sebanding dengan serat gelas, serta sifatnya yang ramah lingkungan [4]. Namun, terdapat juga masalah berupa inkonsistensi dari morfologi dan dimensi serat hayati yang menghasilkan variasi sifat mekanik yang luas. Jenis tumbuhan yang sering digunakan sebagai sumber serat penguat komposit ialah flax, kenaf, dan rami [2].

Bambu merupakan salah satu jenis tanaman yang mulai banyak diteliti sebagai sumber serat untuk aplikasi komposit [5], [6]. Bambu merupakan tanaman yang dikenal memiliki sifat mekanik tinggi [7]. Selain itu, bambu memiliki laju pertumbuhan tinggi (91,3 cm/hari) dan khususnya di Indonesia, memiliki jumlahnya yang melimpah (37,93 juta rumpun bambu pada tahun 2003) [8]. Setiap spesies bambu akan memiliki serat dengan persebaran, kandungan, serta sifat mekanik berbeda-beda bergantung pada posisi ketinggian dan kedalaman batang [2].

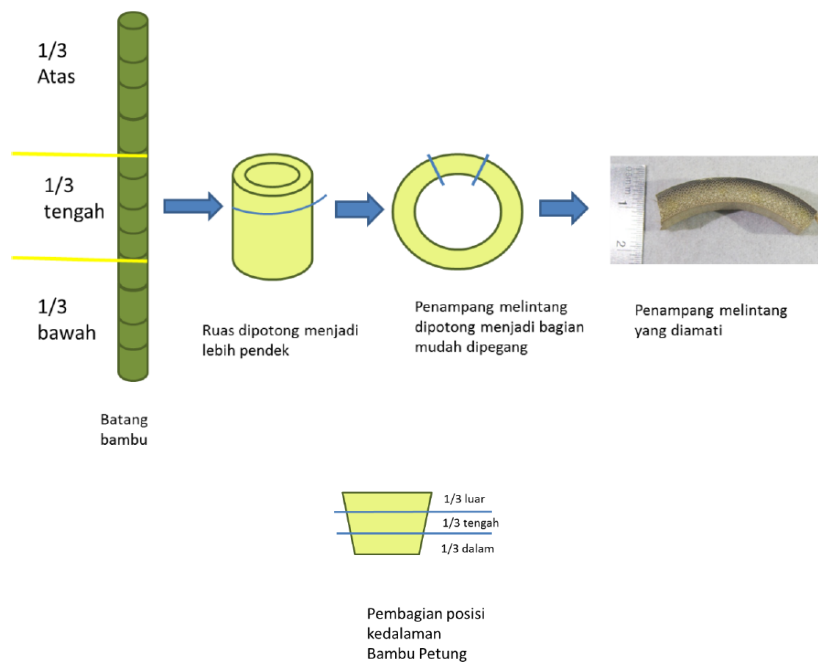
Bambu Petung (*Dendrocalamus asper*) merupakan salah satu dari tiga spesies bambu yang paling banyak tersebar di Indonesia [9]. Pola pertumbuhan, persebaran tumbuh, dan sifat-sifat biologi bambu-bambu tersebut telah dipelajari [10]. Namun, morfologi dan sifat tarik serat, serta pengaruh posisi tinggi dan kedalaman batang terhadap sifat tarik serat dari spesies bambu tersebut belum pernah dikaji untuk pembuatan serat penguat komposit. Penelitian ini difokuskan pada karakterisasi sifat tarik dari serat bambu petung, serta mengkaji pengaruh dari posisi ketinggian dan kedalaman batang terhadap sifat tarik serat bambu petung.

**METODE**

Bambu petung yang digunakan berusia 2 tahun, diperoleh dari Hutan Penelitian Bambu, Arcamanik, Bandung. Pengamatan serat dilakukan pada serat yang diambil dari strip bambu dengan variasi ketinggian batang dan kedalaman radial batang bambu dengan pengambilan spesimen seperti terdapat pada **Tabel 2**. Posisi pengambilan spesimen terdapat pada **Gambar 1**.

**Tabel 2.** Variasi ketinggian batang dan kedalaman batang bambu petung

No	Kode Spesimen	Posisi Ketinggian Batang	Posisi Kedalaman Batang
1	PBL	1/3 dari bawah	1/3 ketebalan dari luar
2	PBD	1/3 dari bawah	1/3 ketebalan dari dalam
3	PAL	1/3 dari atas	1/3 ketebalan dari luar
4	PAD	1/3 dari atas	1/3 ketebalan dari dalam



**Gambar 1.** Skema pengambilan sampel uji dari batang bamboo petung

Serat bambu diperoleh dengan ekstraksi kimiawi dan mekanik. Ekstraksi kimiawi terdiri dari proses delignifikasi strip bambu dalam NaOH 20% v/v selama 1 jam dan pencucian dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2% v/v. Strip bambu kemudian dikeringkan pada temperatur 105°C selama 60 menit. Ekstraksi mekanik dilakukan dengan pengerolan strip bambu yang sudah kering menggunakan mesin *Softening*, Balai Besar Tekstil Bandung. Serat bambu dipisahkan satu sama lain dengan sikat kawat.

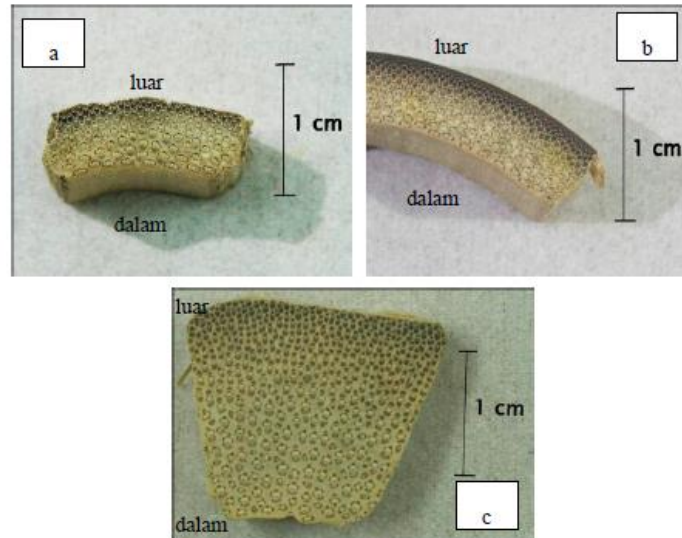
Distribusi serat pada penampang melintang bambu diamati dengan observasi visual dan analisa citra penampang melintang menggunakan ImageJ (NIH, USA). Morfologi serat dan diameter serat diperoleh melalui pemeriksaan mikroskop optik dan Scanning Electron Microscope (JEOL JSM-6360LA, PSG Bandung). Sifat tarik dievaluasi melalui uji tarik serat menggunakan mesin Textechno Favigraph, dengan beban 1000 cN. Kristalinitas dan kandungan selulosa serat dikarakterisasi dengan X-Ray Diffraction (Bruker D8 Advance, Teknik Kimia ITB) dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (Shimadzu IRPrestige-21, Kimia ITB).

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

*Morfologi Serat Bamboo Petung*

**Gambar 2** dan **Tabel 3** menunjukkan hasil pengamatan visual penampang melintang bambu petung. Batang bambu bagian bawah memiliki ketebalan paling besar. Hal ini sesuai dengan pola pertumbuhan bambu yang menunjukkan bagian bawah bambu tumbuh terlebih dahulu dibandingkan bagian lainnya [6]. Keberadaan

serat dapat diindikasikan dengan warna gelap berbentuk titik. Intensitas warna gelap meningkat dari sisi dalam ke sisi luar. Hal ini menunjukkan secara visual distribusi serat meningkat dari sisi dalam ke sisi luar. Kuantifikasi distribusi serat dapat dilihat pada **Tabel 3**. Distribusi serat tertinggi hingga terendah terdapat pada posisi atas, tengah, dan bawah, berturut-turut. Dilihat dari kedalaman batang, bagian 1/3 sisi luar merupakan daerah dengan kerapatan serat tertinggi baik posisi atas, bawah maupun tengah. Semakin ke dalam, persentase serat terlihat makin kecil pada batang bagian atas dan tengah, sesuai dengan pengamatan visual penampang melintang bambu petung. Hal ini dikarenakan pola pertumbuhan transversal bambu secara sentrifugal [6].



**Gambar 2.** Citra makro penampang melintang bagian atas (a), tengah (b), dan bawah (c).

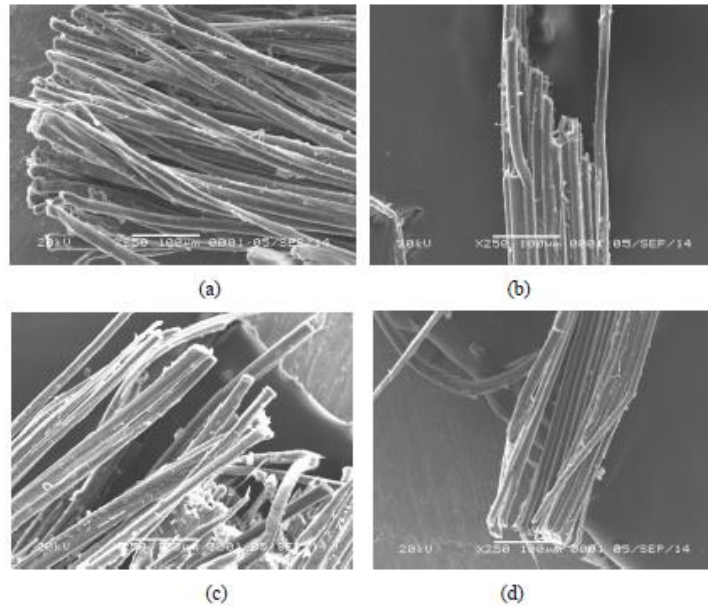
**Tabel 3.** Hasil pengamatan distribusi serat melalui pengamatan visual dan analisa citra.

Bagian Batang	Tebal Batang (cm)	Persentase Serat (%)			
		Total	Distribusi Berdasarkan Kedalaman		
			1/3 luar	1/3 tengah	1/3 dalam
Atas	0,6	41,43	51,7	28,6	23,6
Tengah	0,6	41,19	76,8	26,6	19,3
Bawah	1,7	36,44	64,8	22,7	36,4

Hasil karakterisasi SEM pada serat bambu petung terdapat pada **Gambar 3**. Citra SEM menunjukkan morfologi serat bambu petung berupa *ultimate fiber*. Hasil pengukuran diameter serat pada citra SEM seperti terdapat pada **Tabel 4**, menunjukkan bambu petung memiliki diameter serat 14,5-14,7  $\mu\text{m}$ . Nilai tersebut dapat digolongkan ke dalam nilai diameter *ultimate fiber* Bambu Petung (*Dendrocalamus asper*) seperti yang diperoleh pada penelitian sebelumnya yaitu 17-19  $\mu\text{m}$  [11]. Hasil berbeda terlihat pada pengukuran diameter serat pada citra mikroskop optik (**Tabel 4**). Diperoleh diameter serat sekitar 195-361  $\mu\text{m}$ , jauh lebih tinggi dibandingkan dengan pengukuran pada citra SEM. Hal ini menandakan bahwa serat bambu petung yang diperoleh dari ekstraksi adalah bundel serat, bukan *ultimate fiber*. Bundel serat merupakan beberapa *ultimate fiber* yang terikat menjadi satu [2]. Variasi diameter bundel serat yang lebar merupakan karakteristik serat-serat hayati, disebabkan oleh perilaku botani tumbuhan.

**Tabel 4.** Hasil pengukuran diameter serat bambu petung.

No	Kode Sampel	Diameter Serat ( $\mu\text{m}$ )	Diameter Bundel Serat ( $\mu\text{m}$ )		
			Rata-rata	Max	Min
1	PAD	14,6 $\pm$ 2,8	271 $\pm$ 108	540	134
2	PAL	14,5 $\pm$ 1,7	206 $\pm$ 85	416	99
3	PBD	14,6 $\pm$ 1,1	361 $\pm$ 223	803	79
4	PBL	14,7 $\pm$ 3,5	195 $\pm$ 84	412	75



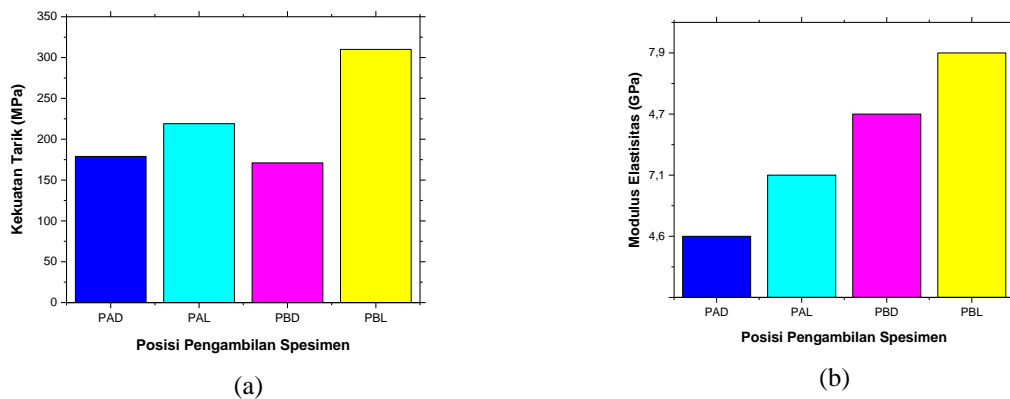
**Gambar 3.** Citra SEM serat bambu pada (a) batang atas tepi luar (PAD); (b) batang atas tepi dalam (PAL); (c) batang bawah tepi dalam (PBD); dan (d) batang bawah tepi luar (PBL)

*Sifat Tarik Bundel Serat Bambu Petung*

Hasil uji tarik bundel serat bambu petung terdapat pada **Tabel 5** dan **Gambar 4**. Nilai kekuatan tarik dan modulus elastisitas tertinggi dimiliki oleh serat di bagian bawah tepi luar (PBL) yaitu berturut turut sebesar 310 MPa dan 7,9 GPa. Hal ini dikarenakan pola pertumbuhan bambu secara akropetal, di mana sel serat pada bagian bawah batang bambu tumbuh lebih dulu [11], sehingga kandungan selulosa pada serat di bagian bawah tepi luar (PBL) lebih tinggi dibanding bagian atasnya (PAL). Serat dengan kandungan selulosa lebih tinggi akan memiliki kekuatan dan kekakuan lebih tinggi [7]. Selain itu, pola pertumbuhan bambu di arah radial berlangsung secara sentrifugal, berarti batang bambu bagian dalam akan tumbuh terlebih dulu dibanding bagian luar. Hal ini dapat disebabkan oleh pendewasaan serat berlangsung lebih dulu pada bagian luar batang. Pendewasaan sel serat di bagian luar yang lebih dulu menyebabkan kandungan selulosa pada bagian tersebut lebih tinggi sehingga memiliki kekuatan lebih tinggi [6], [12]. Nilai kekuatan dan kekakuan tarik serat bambu petung masuk dalam rentang karakteristik bundel serat bambu yaitu 8-836 MPa dan 9-310 GPa [13].

**Tabel 5.** Hasil pengujian tarik serat bambu petung.

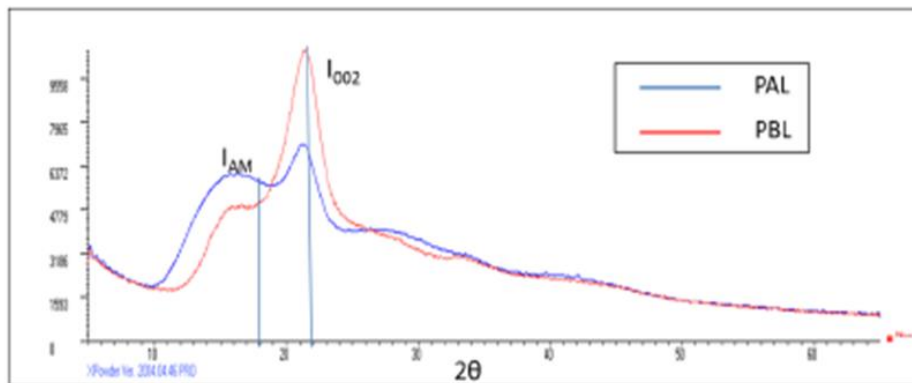
No	Kode Spesimen	Kekuatan Tarik (MPa)	Modulus Elastisitas (GPa)
1	PAD	179 ± 120	4,6 ± 2,9
2	PAL	219 ± 157	7,1 ± 5,5
3	PBD	171 ± 99	4,7 ± 4,0
4	PBL	310 ± 208	7,9 ± 5,7



**Gambar 4.** Perbandingan (a) kekuatan tarik dan (b) modulus elastisitas serat bambu petung.

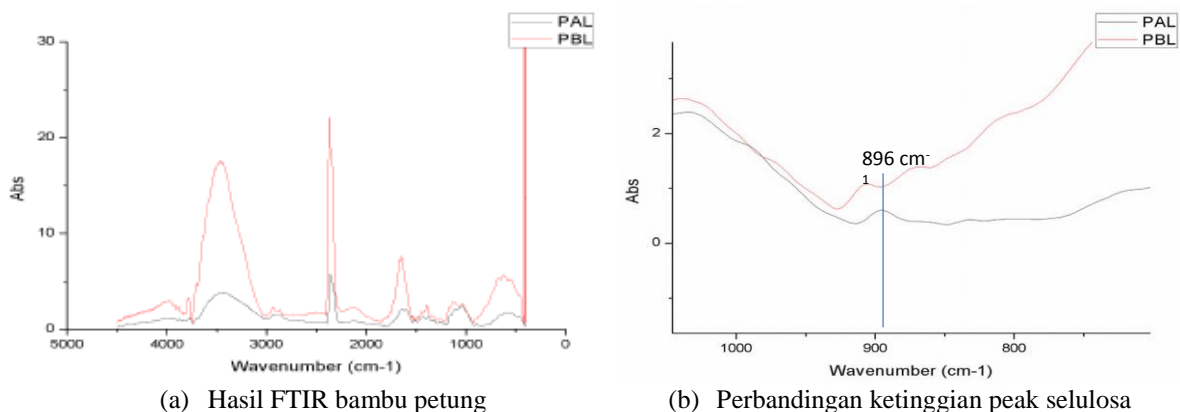
Hasil Karakterisasi XRD dan FTIR Serat Bambu Petung

Hasil pengujian XRD ditunjukkan pada kurva yang terdapat pada **Gambar 5**. Serat di bagian atas tepi luar (PAL) dan bagian bawah tepi luar (PBL) memiliki puncak serupa dengan puncak kristalin selulosa bambu pada  $22^\circ$  dan amorf pada  $18^\circ$  [15]. Hal ini bahwa menunjukkan kandungan utama dalam serat adalah selulosa.



**Gambar 5.** Hasil pengujian XRD pada spesimen PAL dan PBL.

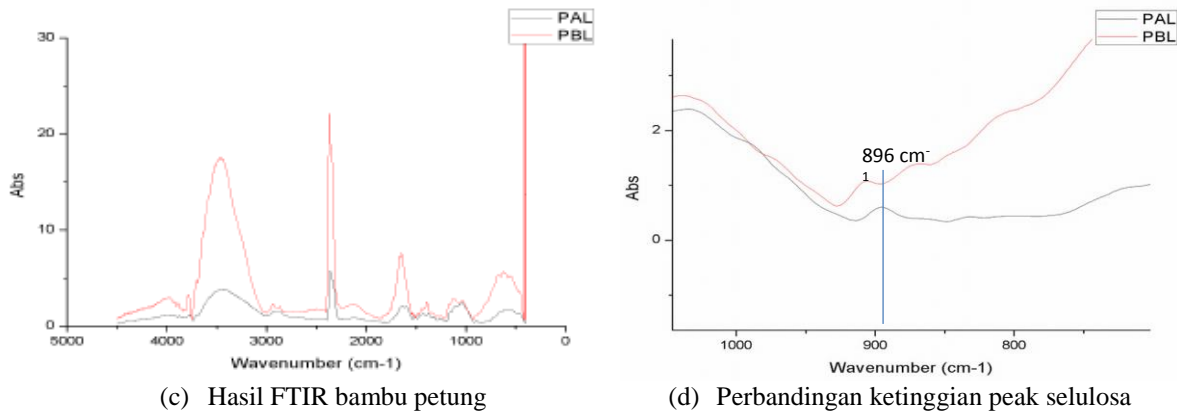
Kristalinitas pada spesimen PAL dan PBL adalah 55,8% dan 67,7%, berturut-turut. Perbedaan kristalinitas ini disebabkan oleh derajat polimerisasi selulosa lebih tinggi pada yang diakibatkan oleh pertumbuhan bambu secara akropetal [6]. Nilai kristalinitas serat PBL lebih tinggi dibanding PAL juga membuktikan tren nilai kekuatan dan kekakuan tarik PBL yang lebih tinggi dari PAL.



(a) Hasil FTIR bambu petung

(b) Perbandingan ketinggian peak selulosa

**Gambar 6** menunjukkan hasil karakterisasi FTIR pada spesimen bagian atas sisi luar (PAL) dan bagian bawah sisi luar (PBL). Puncak-puncak yang terdeteksi dirangkum dalam **Tabel 6**. Terdeteksi puncak absorbansi mirip dengan absorbansi selulosa bambu pada bilangan gelombang antara  $3500-3200\text{ cm}^{-1}$ ,  $3000-2850\text{ cm}^{-1}$ ,  $1500-1400\text{ cm}^{-1}$ ,  $1320-1000\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini menandakan bahwa penyusun utama dari serat bambu petung hasil ekstraksi adalah selulosa. Puncak spesimen PAL lebih tinggi dibanding PBL pada  $896\text{ cm}^{-1}$ , menandakan bahwa kandungan selulosa pada PBL lebih tinggi dibanding PAL. Hal ini juga disebabkan oleh pola pertumbuhan bambu secara akropetal di mana batang bambu bagian bawah tumbuh lebih dulu dibanding bagian atasnya [6]. Hal ini mendukung hasil XRD di mana serat PBL memiliki nilai kristalinitas lebih tinggi dibanding serat PAL. Hal ini juga sesuai dengan tren nilai kekuatan dan kekakuan tarik serat PBL lebih tinggi dibanding serat PAL.



**Gambar 6.** Hasil karakterisasi FTIR pada spesimen PAL dan PBL.

**Tabel 6.** Puncak-puncak FTIR karakteristik serat bambu petung.

Bilangan Gelombang Karakteristik (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi	Puncak Terdeteksi (cm <sup>-1</sup> )	
		PAL	PBL
3500-3200	O-H regangan	3446	2464
3000-2850	C-H regangan	2902	2992
1500-1400	C-C regangan (aromatik)	1431	1402
1320-1000	C-O regangan	1225	1109

## KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa serat bambu petung terdiri dari bundel serat dengan diameter 195-361  $\mu\text{m}$  dan serat ultimate dengan diameter 14,5-14,7  $\mu\text{m}$ . Bundel serat bambu petung memiliki kekuatan tarik rata-rata 179-310 MPa dan kekakuan tarik rata-rata 4,6-7,9 GPa. Nilai kekuatan dan kekakuan tarik bundel serat bambu petung tertinggi diperoleh pada serat yang berasal dari bagian bawah tepi luar batang bambu. Hal ini diakibatkan karena serat pada lokasi tersebut memiliki nilai kristalinitas dan kadar selulosa yang lebih tinggi dibandingkan serat yang berasal dari posisi lain.

## REFERENSI

- [1] M. F. Ashby, "Materials Selection in Mechanical Design Third Edition," *Design*, p. 624, 2005.
- [2] A. K. Mohanty, M. Misra, and L. T. Drzal, *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. 2005.
- [3] F. P. La Mantia and M. Morreale, "Green composites: A brief review," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 42, no. 6, pp. 579–588, 2011.
- [4] P. Wambua, J. Ivens, and I. Verpoest, "Natural fibres: Can they replace glass in fibre reinforced plastics?," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 9, pp. 1259–1264, 2003.
- [5] H. P. S. Abdul Khalil, I. U. H. Bhat, M. Jawaid, A. Zaidon, D. Hermawan, and Y. S. Hadi, "Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review," *Materials and Design*, vol. 42, pp. 353–368, 2012.
- [6] F. Nogata and H. Takahashi, "Intelligent functionally graded material: Bamboo," *Compos. Eng.*, vol. 5, no. 7, pp. 743–751, 1995.
- [7] T. Y. Lo, H. Z. Cui, and H. C. Leung, "The effect of fiber density on strength capacity of bamboo," *Mater. Lett.*, vol. 58, no. 21, pp. 2595–2598, 2004.
- [8] W. Liese, "Research on bamboo," *Wood Sci. Technol.*, vol. 21, no. 3, pp. 189–209, 1987.
- [9] D. Kehutanan, "Indonesia Bamboo Species," 2007.
- [10] Morisco, *Rekayasa Bambu*. Yogyakarta: Nafitri Offset, 1999.
- [11] S. Dransfield and E. A. Widjaja, *PROSEA : Plant Resources of South-East Asia 7, Bamboos*. 1995.
- [12] Y. Huang, B. Fei, P. Wei, and C. Zhao, "Mechanical properties of bamboo fiber cell walls during the culm development by nanoindentation," *Ind. Crops Prod.*, vol. 92, pp. 102–108, Dec. 2016.
- [13] W. Ge, C. Hong, Y. Zi-xuan, and S. Q. Shi, "Tensile Properties Of Bamboo Units In Different Sizes," *Proc. 55th Int. Conv. Soc. Wood Sci. Technol. August 27-31, 2012 - Beijing, CHINA*, pp. 1–12, 2012.
- [14] I. M. Ward and J. Sweeney, *An Introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers*, vol. 17. 2004.
- [15] W. Ruland, "X-ray determination of crystallinity and diffuse disorder scattering," *Acta Crystallogr.*, vol. 14, no. 11, pp. 1180–1185, Nov. 1961.

## **Pengaruh Fraksi Volume Serat Serta Panjang Serat Terhadap Sifat Mekanik Komposit Polipropilena Berpenguat Serat Lidah Mertua**

**Ikhsan Purnomo<sup>1, a</sup>, Mardiyati<sup>2</sup>, dan Steven<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Metallurgi Material, Fakultas Teknik dan Desain, Institut Teknologi dan Sains Bandung, Jalan Ganesha Boulevard, Lot-A1 CBD Kota Deltamas, Bekasi, Indonesia

<sup>2,3</sup>Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Insitut Teknologi Bandung, Jalan Ganesha no.10, Bandung, Indonesia

[<sup>a</sup>ikhsan.purnomo@rocketmail.com](mailto:<sup>a</sup>ikhsan.purnomo@rocketmail.com)

### **Abstrak**

*Serat lidah mertua (*Sansevieria trifasciata*) merupakan salah satu jenis serat hayati yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai penguat pada material komposit. Secara umum, sifat mekanik dari material komposit berpenguat serat alam sangat dipengaruhi oleh fraksi volume serat serta panjang serat yang digunakan dalam proses pembuatan komposit. Untuk mempelajari pengaruh fraksi volume serat serta panjang serat terhadap sifat mekanik komposit, dilakukan studi mengenai pembuatan dan pengujian komposit polipropilena berpenguat serat sansevieria pada berbagai fraksi volume serat sansevieria (0, 5, 10, dan 15% (w/w)) serta berbagai panjang serat (kontinyu dan pendek) yang ditambahkan. Pembuatan komposit dilakukan dengan menggunakan proses tekan panas dengan tekanan 100 kN pada temperatur 170°C. Pengukuran dan pengujian yang dilakukan dalam penelitian ini adalah pengujian tarik, pengukuran densitas serta perhitungan kandungan void. Dari hasil pengukuran, dapat disimpulkan bahwa seiring peningkatan fraksi volume serat didalam komposit berpenguat serat kontinyu, kekuatan tarik dan kekakuan dari komposit yang dihasilkan semakin tinggi. Kekuatan tarik dan kekakuan tertinggi komposit serat kontinyu adalah 53.07 MPa dan 2841 MPa pada fraksi volume serat 15%. Sedangkan kekuatan dan kekakuan tertinggi komposit serat pendek adalah 13.26 MPa dan 1106 MPa pada fraksi*



*volume serat 0%. Selain itu, dari penelitian ini juga dapat disimpulkan bahwa komposit yang dibuat dengan menggunakan serat kontinu memiliki sifat mekanik yang lebih baik dibandingkan dengan komposit yang dibuat dengan menggunakan serat pendek.*

**Kata kunci:** Komposit, Lidah mertua, *Sansevieria trifasciata*, Serat hayati, Sifat mekanik

## 1. PENDAHULUAN

Saat ini, serat hayati telah digunakan sebagai penguat pada komposit. Penggunaan serat hayati sebagai penguat komposit ini dikarenakan sifat mekaniknya yang cukup baik<sup>[1]</sup>. Keunggulan serat hayati ini, selain tersedia di alam secara melimpah, keunggulan serat hayati yang lainnya yaitu tidak mengganggu kesehatan, lebih ramah lingkungan dan memiliki densitas yang lebih rendah dari serat sintesis yang biasa digunakan sebagai penguat komposit, yakni serat gelas<sup>[2]</sup>.

Lidah mertua (*Sansevieria trifasciata*) merupakan tanaman yang banyak tumbuh di Afrika, India dan Indonesia<sup>[3]</sup>. Serat dari tanaman ini, memiliki sifat mekanik yang baik serta densitas yang rendah sehingga cocok untuk digunakan sebagai penguat pada komposit<sup>[4][5]</sup>. Namun belum banyak studi yang dilakukan mengenai pemanfaatan serat lidah mertua ini sebagai penguat pada komposit polimer, khususnya polimer termoplastik.

Secara umum, pemanfaatan serat hayati sebagai penguat pada komposit polimer dapat berupa serat panjang/kontinu dan serat pendek<sup>[6]</sup>. Serat panjang maupun serat pendek keduanya memiliki kelebihan masing-masing. Serat kontinu memiliki keunggulan pada sifat mekanik komposit yang dihasilkan, sedangkan serat pendek memiliki keunggulan pada kemudahan pemrosesannya.

Pada penelitian ini, dilakukan studi mengenai pengaruh fraksi volume serat dan panjang serat terhadap sifat mekanik komposit polipropilena berpenguat serat sansevieria. Polipropilena digunakan sebagai matriks karena merupakan salah satu jenis polimer yang memiliki sifat mekanik dan ketahanan lingkungan yang cukup baik. Serta memiliki kemampuan proses yang baik.

## 2. METODE PERCOBAAN

### 2.1. Bahan

Serat sansevieria diperoleh dari Lembang, Bandung. Pelet polipropilena diperoleh dari PT. Chandra Asri Petrochemical. Natrium Hidroksida diperoleh dari PT. Bratachem, Bandung. Aqua dm (demineralisasi) dan aqua DI (deionisasi) diperoleh dari Program Studi Kimia, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia.

### 2.2. Metode Percobaan

**Proses Pembuatan Komposit.** Serat lidah mertua diambil dari daun lidah mertua, dicuci dan dikeringkan lalu dipotong dengan ukuran kurang lebih 1 cm untuk komposit berpenguat serat acak dan dipotong dengan ukuran 20 cm untuk komposit berpenguat serat kontinu, lalu disusun pada cetakan bersama dengan pelet polipropilena kemudian diproses dengan mesin tekan panas pada tekanan 100kN, temperatur 180°C, selama 10 menit.

### 2.3. Karakterisasi dan Pengujian

**Pengujian Tarik.** Pengujian Tarik dilakukan dengan mengacu pada ASTM D-3039. Kecepatan penarikan dari komposit adalah sebesar 5 mm/menit. Pengujian Tarik dilakukan di Laboratorium Teknik Produksi Program Studi Teknik Mesin, Institut Teknologi Bandung dengan menggunakan alat RTF-1310.

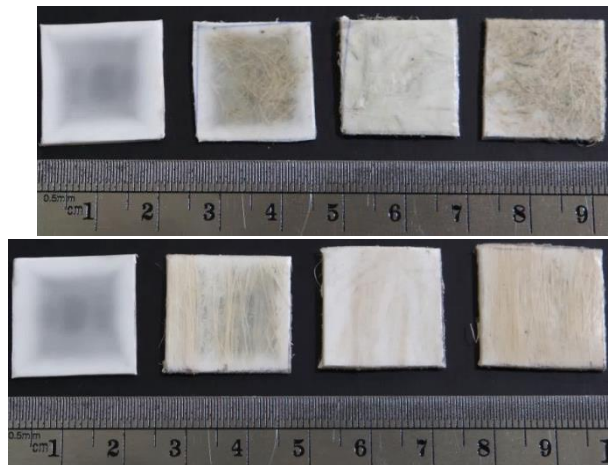
**Pengujian Densitas dan Fraksi Volume Void.** Pengujian densitas komposit dilakukan di Program Studi Teknik Material Institut Teknologi Bandung dengan menggunakan piknometer. Pengujian densitas dilakukan dengan mengacu pada ASTM D-792. Pengukuran dan perhitungan fraksi volume bahan penyusun komposit dilakukan dengan mengacu pada ASTM D-3171.

### 3. HASIL DAN ANALISIS

Penampakan visual dari serat sansevieria, pelet polipropilena (PP) dan komposit sansevieria/PP dengan berbagai fraksi volume serat dapat dilihat pada **Gambar 1.1 dan 1.2.**



**Gambar 1.1 (a) Serat acak sansevieria, (b) serat unidirectional sansevieria dan (c) PP**



**Gambar 1.2 (a) Komposit sansevieria acak/PP dan (b) komposit sansevieria kontinyu/PP**

#### 3.1 Hasil Pengujian Fraksi Volume Void Komposit

Pengujian fraksi volume void komposit dilakukan dengan mengacu pada ASTM D-3171. Hasil pengujian fraksi volume bahan penyusun komposit ditunjukkan pada **Tabel 1.**

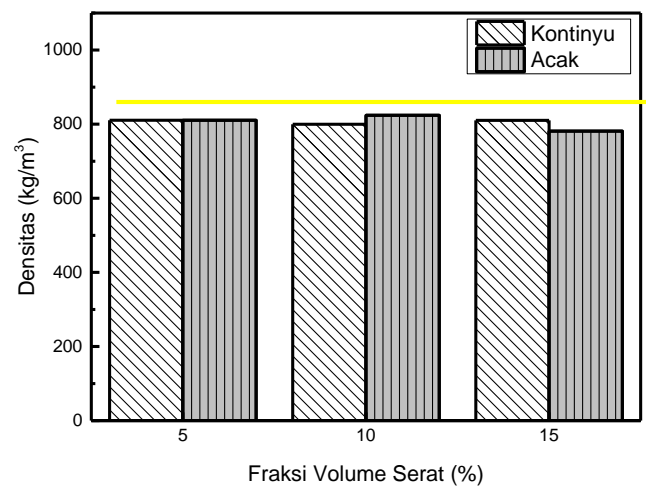
**Tabel 1. Hasil pengukuran fraksi volume void komposit berpenguat serat kontinyu dan serat pendek.**

Fraksi Volume Serat (%)	Fraksi Volume Void (%)
<b>Komposit serat kontinyu</b>	
5	5,82
10	6,86
15	5,79
<b>Komposit serat pendek</b>	
5	5,40
10	3,99
15	9,17

Dari **Tabel 1**, dapat dilihat bahwa untuk komposit sansevieria kontinyu/PP, fraksi volume void terbesar dihasilkan oleh komposit yang memiliki fraksi volume serat 10%, yakni 6,86%. Sementara, komposit sansevieria acak/PP, fraksi volume void terbesar dihasilkan oleh komposit yang memiliki fraksi volume serat 15%, yakni 9,17%. Secara umum, komposit sansevieria/PP baik serat kontinyu maupun pendek memiliki fraksi volume void yang cukup tinggi, yakni diatas 5%. Hal ini dimungkinkan karena sifat serat sansevieria yang hidrofilik sedangkan polipropilena yang hidrofobik sehingga polipropilena cukup sulit membasahi serat pada saat proses tekan panas komposit.

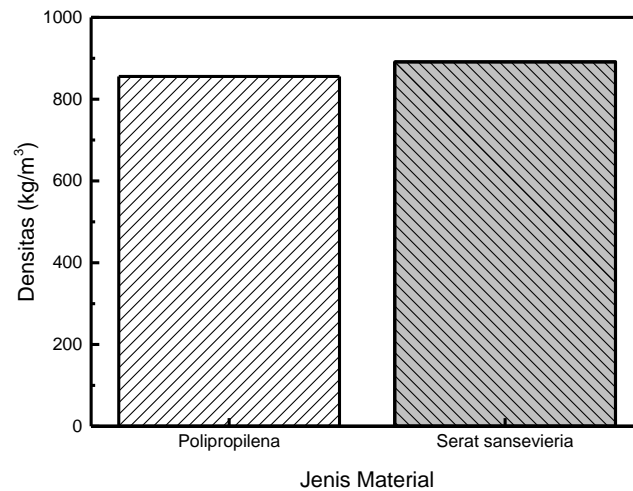
### 3.2 Hasil Pengujian Densitas

Pengujian densitas komposit dilakukan dengan mengacu pada ASTM-D792. Hasil pengujian densitas komposit polipropilena berpenguat serat panjang dan pendek dapat dilihat pada **Gambar 2**.



**Gambar 2.** Hasil pengujian densitas komposit sansevieria/PP acak dan kontinyu

Dari **Gambar 2**, dapat terlihat bahwa untuk komposit sansevieria kontinyu/PP, nilai densitas tertinggi dihasilkan oleh komposit yang memiliki fraksi volume serat 10%, yakni 824,16 kg/m<sup>3</sup>. Sementara, komposit sansevieria acak/PP, fraksi volume void terbesar dihasilkan oleh komposit yang memiliki fraksi volume serat 5%, yakni 810,58 kg/m<sup>3</sup>. Secara umum, nilai densitas dari komposit sansevieria/PP berada dibawah nilai densitas polipropilena maupun serat sansevieria. Hal ini disebabkan karena adanya void pada komposit sehingga densitas komposit berkurang dari semestinya. Nilai densitas polipropilena dan serat sansevieria dapat dilihat pada **Gambar 3**.

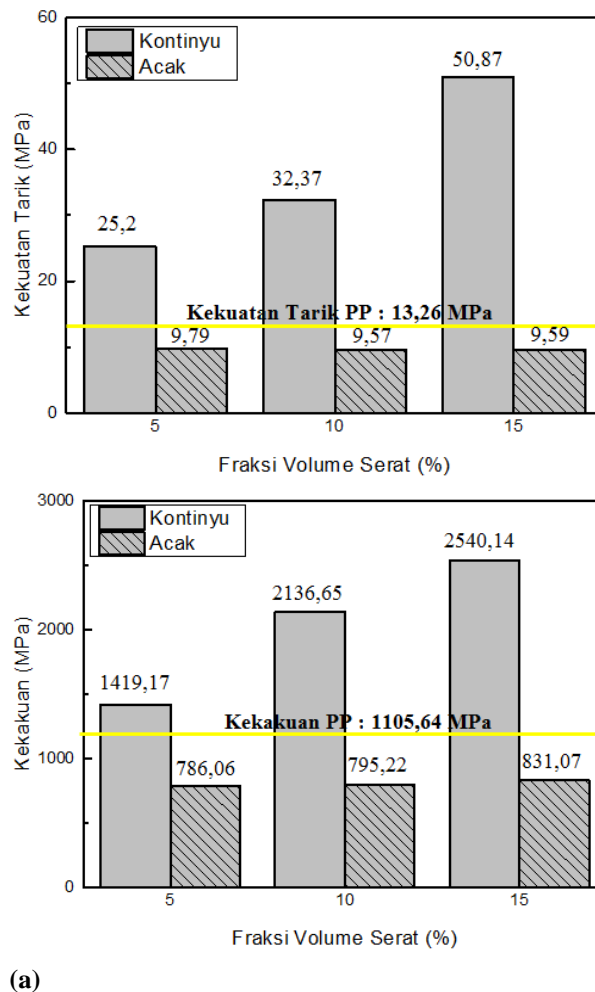


**Gambar 3.** Nilai densitas dari polipropilena dan serat sansevieria

Dari **Gambar 3**, dapat terlihat bahwa densitas serat sansevieria lebih tinggi dari matriksnya, yakni polipropilena. Berdasarkan teori, nilai densitas komposit yang dihasilkan akan berada diantara nilai densitas matriks dan densitas serat.

### 3.3 Hasil Pengujian Tarik

Pengujian tarik komposit dilakukan dengan mengacu pada ASTM D-3039. Hasil pengujian tarik dari polipropilena dan komposit polipropilena berpenguat serat panjang dan pendek sansevieria pada berbagai fraksi volume serat ditunjukkan pada **Gambar 4**.



Gambar 4. (a) Kekuatan tarik dan (b) kekakuan komposit sansevieria/PP

Dari **Gambar 4**, dapat dilihat bahwa kekuatan tarik dan kekakuan komposit tertinggi diperoleh oleh komposit sansevieria kontinyu/PP dengan fraksi volume serat 15%, yakni 50,87 MPa dan 2540,14 MPa. Secara umum,, dapat dilihat bahwa kekuatan tarik dan kekakuan komposit sansevieria/PP serat kontinyu lebih tinggi dibandingkan kekuatan tarik dan kekakuan komposit sansevieria/PP serat pendek. Selain itu dapat dilihat pula bahwa kekuatan tarik dan kekakuan pada komposit sansevieria/PP serat kontinyu semakin meningkat seiring meningkatnya fraksi volume serat, sedangkan kekuatan dan kekakuan komposit sansevieria/PP serat pendek cenderung sama pada variasi fraksi volume serat yang berbeda. Hal ini dikarenakan pada komposit sansevieria/PP serat kontinyu, ikatan antarmuka serat-matriks lebih banyak dari ikatan antarmuka serat-matriks pada komposit sansevieria/PP serat pendek sehingga beban dari matriks yang diterima pada saat pengujian tarik dapat ditransfer dengan lebih baik kepada serat.

#### 4. KESIMPULAN

Dalam penelitian ini telah berhasil dibuat komposit polipropilena berpenguat serat panjang dan pendek. Komposit berpenguat serat kontinyu dengan panjang serat 20 cm memiliki kekuatan tarik dan kekakuan yang lebih tinggi dari komposit berpenguat serat pendek dengan ukuran 1 cm. Kekuatan tarik dan kekakuan komposit tertinggi diperoleh pada komposit berpenguat serat panjang pada fraksi volume serat 15% dengan kekuatan tarik sebesar 50,87 MPa dan kekakuan 2540,14 MPa.

## **UCAPAN TERIMA KASIH**

Ucapan terima kasih kami hanturkan kepada Ikatan Alumni Institut Teknologi Bandung (IA-ITB) atas dana penelitian yang telah diberikan untuk penelitian ini. Ucapan terima kasih juga kami hanturkan kepada PT. Chandra Asri Petrochemical Tbk, atas hibah pelet polipropilena yang diberikan, serta Laboratorium Teknik Produksi FTMD ITB atas bantuan yang diberikan untuk melakukan pengujian tarik komposit sansevieria/PP.

## **REFERENSI**

- [1] A. L. Duc, B. Vergnes, T. Budtova, Polypropylene/natural fiber composites: analysis of fiber dimensions after compounding and observations of fiber rupture by rheo-optics, *Composites: Part A* 42 (2011) 1727-1737.
- [2] T. P. Sathiskumar P. Navaneethkrishnan, S. Shankar, Tensile and Flexural Properties of Snake Grass Natural Fiber Reinforced Isophthalic Polyester Composites, *Composites Science and Technology* (2012).
- [3] B. Juan Chahinian, *The Splendid Sansevieria, An Account of Species* (2005) 132.
- [4] Mardiyati, Steven, Raden Reza Rizkiansyah, A.Senoaji, R. Suratman, Effects of Alkali Treatment on The Mechanical and Thermal Properties of Sansevieria trifasciata Fiber, *AIP Conf. Proc.* 1725, 020043-1–020043-5.
- [5] S. S. Munawar, K. Umemura, S. Kawai, Characterization of the morphological, physical, and mechanical properties of seven non-wood plant fiber bundles, *J Wood Sci* (2007) 53: 108-113.
- [6] N. Saba, M. Jawaid, O. Y. Alothman, M. T. Paridah, A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites, *Construction and Building Materials* 106 (2016) 149-159.

**Studi Potensi Damar dengan  
Penambahan Variasi Komposisi Albumin  
sebagai Bahan Baku Adhesif Kayu Meranti,  
Kayu Ulin, dan Kayu Jati .  
Muhammad Fadhil Pradana, Mardiyati, Rochim Suratman**

Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Bandung, Indonesia

[fadhilprada@gmail.com](mailto:fadhilprada@gmail.com)

**Abstrak**

*Indonesia merupakan salah satu negara penghasil damar terbesar di Asia terutama jenis damar mata kucing. Damar mata kucing telah lama menjadi komoditi ekspor yang diperdagangkan dalam bentuk bongkahan getah yang diperoleh dari penyadapan pohon *Shorea javanica*. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menemukan potensi damar sebagai adhesif. Pembuatan adhesif pada penelitian ini tidak hanya menggunakan damar tetapi juga ditambahkan albumin yang berasal dari putih telur. Hasil ekstraksi damar berupa  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin dicampur dengan albumin dengan variasi komposisi 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8. Adheren yang digunakan adalah Kayu Meranti, Kayu Ulin, dan Kayu Jati. Pengujian daya rekat dilakukan dengan menggunakan alat uji geser dengan standard ASTM D 905. Nilai Ultimate shear strength terbaik dihasilkan oleh komposisi 0,8 pada Kayu Meranti dengan nilai 476,47 N. Data yang telah dihasilkan dari performa adhesif damar kemudian dibandingkan dengan lem putih PVAc yang merupakan adhesif komersil. Lem Putih PVAc memiliki nilai Ultimate shear strength yang jauh melampaui adhesif damar. Akan tetapi, nilai yang tinggi tersebut dikarenakan adanya aditif atau filler yang ditambahkan pada lem PVAc. Untuk menghasilkan nilai yang sama tingginya, maka adhesif damar perlu ditambahkan zat aditif tertentu.*

**Kata kunci:** adhesif, Albumin, Damar  $\alpha$ -resin, Damar  $\beta$ -resin, PVAc

**1. PENDAHULUAN**

Pohon damar (*Shorea javanica*) merupakan jenis tumbuhan kayu yang tumbuh di Indonesia. Salah satu hasil alam yang dapat dimanfaatkan dari jenis pohon damar adalah untuk diambil getahnya. Pohon yang termasuk ke dalam famili Dipterocarpaceae ini memiliki getah yang memiliki sifat sebagai resin alam <sup>[1]</sup>. Terdapat dua jenis damar yang dikenal secara umum yaitu damar batu dan damar mata kucing. Jenis damar yang memiliki kualitas paling baik adalah damar mata kucing dikarenakan cara panen yang langsung diambil dari kulit pohon yang telah dilukai sehingga pengotor di dalamnya relatif sedikit.

Sifat fisik yang dimiliki oleh damar diantaranya adalah sangat rapuh dan mudah melekat pada temperatur kamar. Selain itu damar juga mudah larut dalam minyak astiri atau pelarut organik non polar, sedikit larut dalam pelarut polar, tidak larut dalam air, tidak tahan terhadap panas, mudah terbakar, tidak mudah menguap, dan dapat berubah warna apabila disimpan di tempat yang terbuka dalam waktu yang lama <sup>[2]</sup>. Damar banyak digunakan sebagai bahan baku di berbagai industri, seperti halnya pembuatan cat, lilin, plastik, bahan isolator, bahan campuran pernis, bahan pengisi kertas, dan industri pangan serta obat-obatan.

Salah satu aplikasi yang dapat dimanfaatkan dan dikembangkan pada damar adalah sifat adhesifnya. Adhesif adalah suatu material yang diaplikasikan kepada dua permukaan benda atau lebih dengan tujuan untuk mengikat permukaan-permukaan tersebut secara permanen dengan proses ikatan adhesif <sup>[3]</sup>. Secara umum, media yang menjadi wadah aplikasi bagi zat adhesif dikenal dengan dengan nama adherend. Adhesif adalah zat non logam yang mampu mengikat suatu material lain dengan cara ikatan permukaan (adhesion), dan ikatan tersebut cukup memadai untuk mempengaruhi internal strength (cohesion). Zat non logam yang biasa digunakan untuk dijadikan adhesif adalah polimer.

Daya lekat yang terjadi antara adhesif dengan kayu dapat ditinjau pada dua mekanisme yaitu mekanisme mekanik dan mekanisme kimia. Mekanisme mekanik yang utama dalam menciptakan daya lekat pada kayu adalah

*mechanical interlocking* yang sangat dipengaruhi oleh vessel atau pori pada kayu. Bentuk vessel yang besar dan terdistribusi merata akan menghasilkan daya rekat yang lebih kuat <sup>[4]</sup>.

Pada penelitian ini, damar digunakan sebagai bahan baku pembuatan adhesif pada kayu. Potensi dan performa damar sebagai pengikat dari adhesif yang ditambah dengan pengikat lain berupa albumin pada beberapa jenis kayu akan dikaji dan dibandingkan dengan adhesif atau lem kayu yang digunakan secara komersil. Jenis kayu yang digunakan pada penelitian ini adalah Kayu Ulin, Jati, dan Meranti.

## 2. METODE PENELITIAN

### 2.1 BAHAN

Pada penelitian ini digunakan Damar Mata Kucing yang diambil dari Pulau Sumatera. Lem putih PVAc dengan merk dagang FOX yang diproduksi P.T. Dynea Indria, Jakarta. Putih telur yang telah diambil dan dipisahkan dari telur ayam. Kayu yang digunakan sebagai media adhesif adalah Kayu Ulin, Kayu Jati, dan Kayu Meranti.

### 2.2 PREPARASI SAMPEL

Damar Mata Kucing *native* yang telah dihaluskan dicampur etanol dengan perbandingan massa 1:10. Campuran tersebut diekstraksi dengan menggunakan refluks pada temperatur 66 °C dan diaduk dengan *magnetic stirrer* berkecepatan 300 rpm. Hasil ekstraksi yang berupa  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin dilarutkan di dalam toluen dengan perbandingan massa 1:1. Larutan tersebut ditambahkan variasi komposisi albumin 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8 dan diaplikasikan di permukaan Kayu Ulin, Jati, Meranti yang bentuk spesimennya disesuaikan dengan ASTM D 905. PVAc juga diaplikasikan pada kayu dengan cara yg sama. Tiap spesimen ditunggu selama 7 hari sampai benar-benar kering sebelum dilakukan pengujian.

### 2.3 PENGUJIAN DAN KARAKTERISASI

#### 2.3.1 PENGUJIAN GESER

Sampel diuji dengan menggunakan *holder* uji tekan yang telah dibuat berdasarkan desain pengujian pada ASTM D 905. Pengujian tekan pada sampel dilakukan di Laboratorium Teknik Produksi, program studi Teknik Mesin, FTMD, Institut Teknologi Bandung. Alat uji yang digunakan adalah *Tensilon RTF-1310*.

#### 2.3.2 FTIR

Karakterisasi dilakukan dengan alat FTIR *Shimadzu Prestige 21* yang berada di program studi Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Bandung. Sampel digerus dengan KBr untuk dijadikan pelet bagi sampel padat yang sulit dihasilkan. Sampel yang dikarakterisasi adalah  $\alpha$ -resin,  $\beta$ -resin, PVAc, dan  $\alpha$ -resin :  $\beta$ -resin (1:1). Spektrum yang direkam oleh FTIR ini memiliki *range* panjang gelombang antara 500-4000  $\text{cm}^{-1}$ .

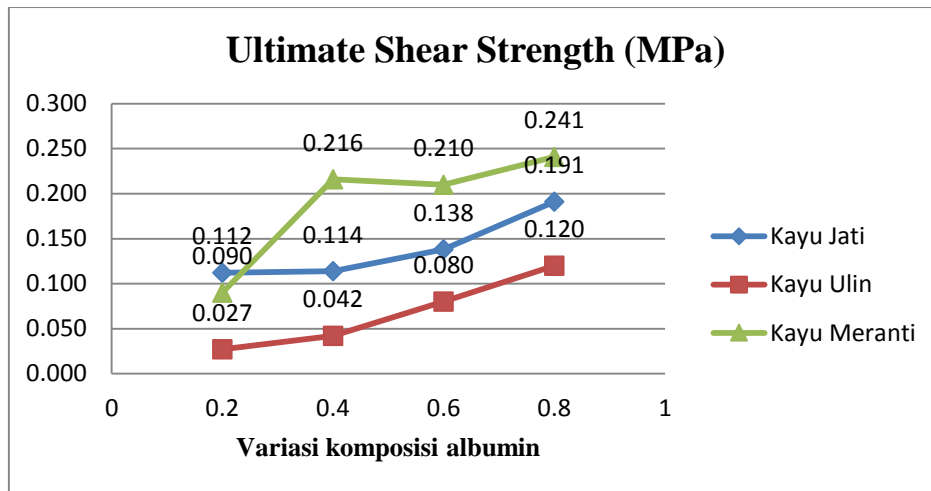
#### 2.3.3 TGA

Karakterisasi TGA dilakukan dengan alat *Linseis STA PT 1600* yang berada di di Laboratorium Instrumentasi Analisis, program studi Teknik Kimia, FTI, Institut Teknologi Bandung. Sampel yang dikarakterisasi adalah  $\alpha$ -resin,  $\beta$ -resin, PVAc, dan  $\alpha$ -resin :  $\beta$ -resin (1:1).

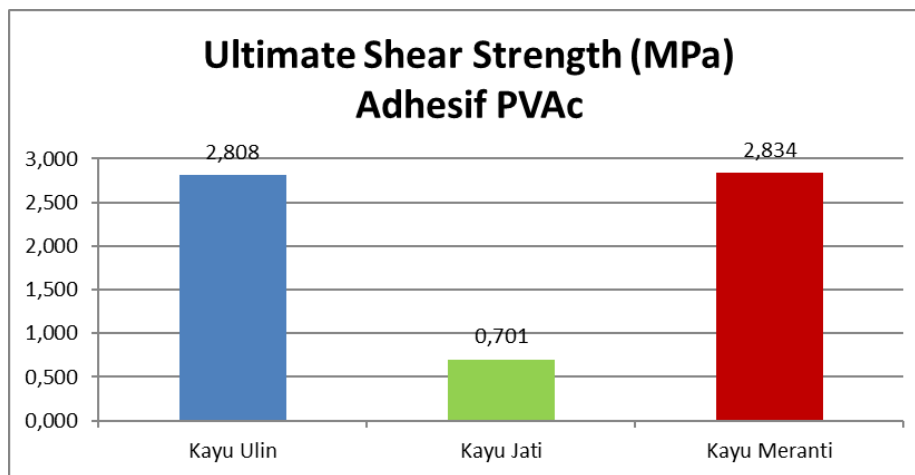
## 3. HASIL DAN DISKUSI

Hasil pengujian geser dari spesimen kayu yang menggunakan adhesif damar dengan campuran variasi komposisi albumin dapat dilihat pada Gambar 1. Untuk adhesif lem putih PVAc, hasil pengujian gesernya dapat dilihat pada Gambar 2.





**Gambar 1.** Kurva *Ultimate Shear Strength* pada komposisi adhesif damar : albumin dengan perbandingan massa 1 : 0,2 ; 1 : 0,4 ; 1 : 0,6 ; 1 : 0,8.

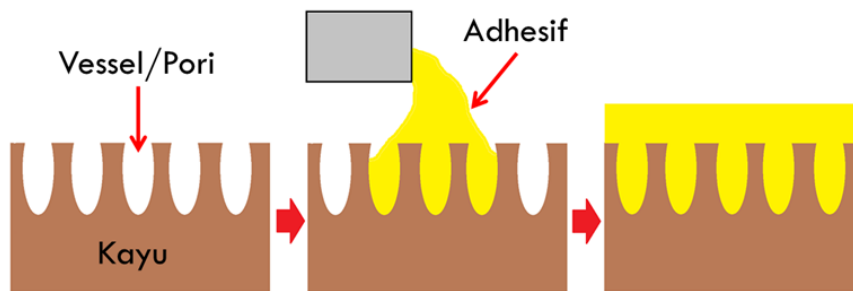


**Gambar 2.** Perbandingan *Ultimate Shear Strength* lem putih PVAc pada Kayu Ulin, Jati, dan Meranti.

Gambar 1 menunjukkan bahwa kurva pada setiap jenis kayu memiliki *trend* yang sama yaitu kurva akan mengalami kenaikan seiring dengan penambahan massa albumin. Hal ini membuktikan bahwa ikatan yang terbentuk dengan kayu menjadi lebih kuat dengan adanya albumin. Pada penelitian ini tidak dilakukan penerapan adhesif pada kayu dengan komposisi albumin yang lebih tinggi dari 0,8 dikarenakan performa daya lekatnya akan menurun pada komposisi tertentu.

*Ultimate shear strength* dari lem putih PVAc menunjukkan nilai terendah dimiliki oleh PVAc pada Kayu Jati dan nilai tertinggi dimiliki oleh Kayu Ulin. Trend yang dihasilkan dari kurva ini memiliki perbedaan dengan kurva yang dihasilkan oleh adhesif damar. Perbedaannya adalah dari urutan kayu yang berpotensi menghasilkan daya lekat dengan adhesif. Penyebab perbedaan *trend* ini disebabkan oleh morfologi pada kayu yang memiliki pengaruh dalam proses pengerasan adhesif PVAc. Kayu Jati memiliki *ultimate shear strength* yang paling kecil dikarenakan adhesif PVAc tidak mengalami pengerasan secara keseluruhan sehingga beban pada saat pengujian pun tidak terdistribusi merata dan gagal lebih cepat.

*Mechanical interlocking* terjadi pada adhesif dengan kayu. Hal ini merupakan salah satu mekanisme yang menyebabkan timbulnya sifat adhesi. Bentuk vessel yang besar dan terdistribusi merata pada kayu akan menghasilkan daya rekat yang lebih kuat seperti halnya nilai *ultimate shear strength* yang tinggi pada Kayu Meranti. Gambar 3 menunjukkan pemodelan dari mekanisme penguncian ini dan Tabel 1 menunjukkan bentuk dari permukaan kayu yang sudah diperbesar dengan mikroskop optik.

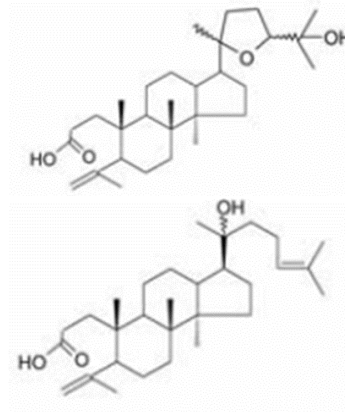
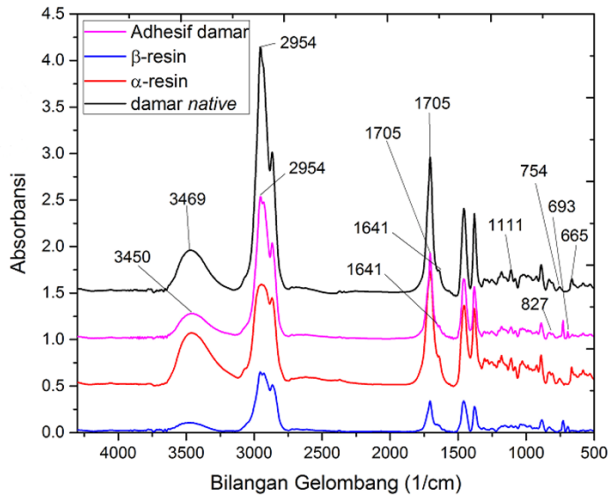


**Gambar 3. Sistem *mechanical interlocking* adhesif pada pori kayu**

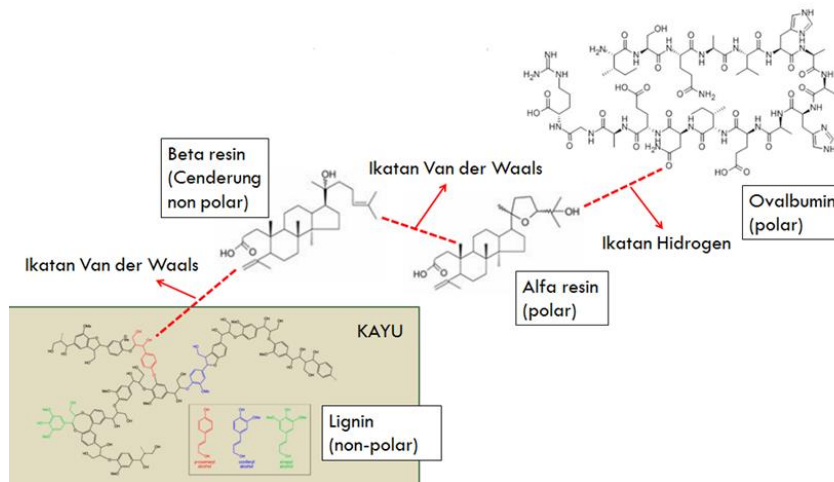
**Tabel 1. Hasil pengamatan permukaan kayu dengan mikroskop optik.**

	Arah Tangensial	Arah Radial	Arah Tansversal
Kayu Meranti			
Kayu Jati			
Kayu Ulin			

Jenis ikatan kimia yang terjadi antara adhesif dengan adherend dapat berupa ikatan Van der Waals (Dipol-dipol) atau ikatan hidrogen. Setelah dilakukan karakterisasi FTIR, diketahui bahwa  $\beta$ -resin memiliki sifat yang cenderung sedikit polar dibandingkan dengan  $\alpha$ -resin.  $\alpha$ -resin memiliki sifat yang lebih polar dikarenakan memiliki gugus polar yang lebih banyak dibandingkan  $\beta$ -resin yaitu gugus alkohol, gugus karboksilat, dan gugus eter. Sedangkan pada  $\beta$ -resin hanya terdapat dua gugus polar yaitu gugus alkohol dan gugus karboksilat saja. Gugus polar tersebut tentunya digunakan sebagai gugus yang akan membentuk ikatan antara adhesif dengan adherend. Hasil karakterisasi FTIR dapat dilihat pada Gambar 3 dan pemodelan ikatan kimia yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.

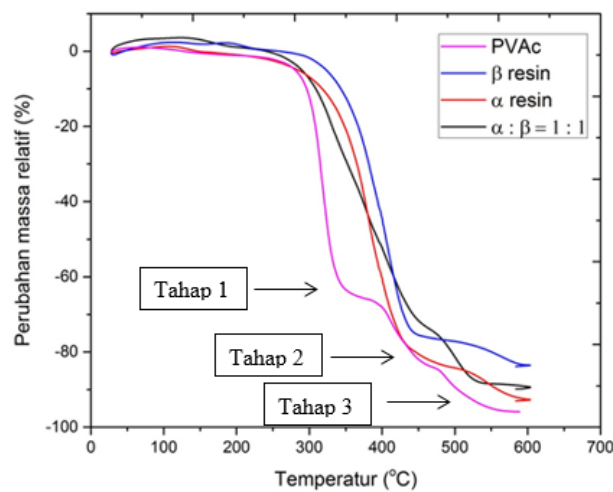


Gambar 4. (kiri) Spektrum FTIR berbagai macam kondisi damar serta (kanan atas) struktur  $\alpha$ -resin dan (kanan bawah) struktur  $\beta$ -resin.



Gambar 5. Pemodelan ikatan kimia yang terjadi antara lignin,  $\beta$ -resin,  $\alpha$ -resin, dan ovalbumin.

Untuk membuktikan adanya perbedaan kandungan yang dalam adhesif dari damar yang terdiri atas  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin dengan PVAc dapat dilihat pada kurva TGA pada Gambar 6.



Gambar 6. Kurva TGA

Hasil yang ditunjukkan dari kurva TGA adalah adanya dua tahap degradasi pada  $\alpha$ -resin,  $\beta$ -resin, dan  $\alpha : \beta$  (1 : 1). Struktur yang lebih tidak teratur akan mengalami degradasi terlebih dahulu dibandingkan struktur yang teratur.  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin yang memiliki struktur tidak teratur akan terdegradasi pada tahap 1, sedangkan pada tahap 2 struktur yang terdegradasi akan menyusun diri.  $\beta$ -resin pada tahap 1 memiliki temperatur degradasi yang paling tinggi. Hal ini dapat dilihat pada kurva TGA  $\beta$ -resin berada di posisi lebih kanan daripada  $\alpha$ -resin. Ketika digabungkan dengan  $\alpha$ -resin, temperatur degradasinya menurun. Sedangkan temperatur degradasi PVAc memiliki nilai yang paling rendah dibandingkan dengan sampel lainnya, tetapi persen massa yang hilang lebih sedikit. Pada PVAc, temperatur degradasi memiliki nilai yang paling kecil dan persentasi massa yang hilang lebih besar. Hal ini disebabkan strukturnya yang relatif amorf sehingga mudah mengalami degradasi ketika diberikan kenaikan temperatur. Kecilnya persentasi massa yang hilang pada PVAc ini menunjukkan adanya unsur kimia tambahan untuk mendapatkan sifat adhesi yang lebih kuat dibandingkan damar.

#### 4. KESIMPULAN

Damar Mata Kucing yang telah diekstraksi dengan etanol dapat menghasilkan 73%  $\alpha$ -resin dan 27%  $\beta$ -resin. Kedua resin ini digunakan sebagai bahan dasar/pengikat dari adhesif damar yang dicampur dengan albumin untuk menaikkan daya lekatnya. Morfologi dari permukaan kayu yang akan diaplikasikan sangat berpengaruh terhadap kuatnya daya lekat. Hal ini dikarenakan semakin besar pori maka peristiwa *mechanical interlocking* juga semakin besar. Dapat dibuktikan dengan aplikasi adhesif damar pada Kayu Meranti dengan komposisi albumin 0,8 yang menghasilkan *ultimate shear strength* paling besar. Adhesif alami seperti damar dengan tambahan albumin belum dapat menyaingi lem komersil seperti lem putih PVAc karena adanya zat kimia tambahan untuk meningkatkan daya lekatnya tetapi tetap menunjukkan potensi sifat adhesi. Hal tersebut ditunjukkan dengan *trend* dari *ultimate shear strength* yang selalu meningkat.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Gusti, R. E., & Zulnely. (2014). Sifat Fisio Kimia Damar Mata Kucing Hasil Pemurnian Tanpa Pelarut. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan Vol.32 No.3*, 167.
- [2] Mulyono, N., & Apriyantono, A. (2004). Sifat Fisik, Kimia, dan Fungsional Damar. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan Vol. 15 No.3*, 245
- [3] Landrock, A. H. (2009). *Adhesive Technology Handbook*. Elsevier.
- [4] Frihart, C. R. (2005). Adhesive Bonding and Performance Testing of Bonded Wood Products. *Journal of ASTM International Vol.2 No.7*.

## Pembuatan *Coating* Berbahan Dasar Lignin yang Diisolasi dari Limbah *Kraft Black Liquor*

Silvia Mar'atus Shoimah,<sup>1,a</sup>, Mardiyati<sup>2</sup>, Steven<sup>3</sup>, dan Arif Basuki<sup>4</sup>

<sup>1,2,3,4</sup>Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Insitut Teknologi Bandung, Jalan Ganesha no.10, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>[mardiyati@material.itb.ac.id](mailto:mardiyati@material.itb.ac.id)

### Abstrak

Lignin merupakan polimer alam paling melimpah kedua setelah selulosa dan merupakan polimer aromatik terbanyak di bumi. Saat ini, lignin banyak dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi, antara lain sebagai bahan perekat, bahan bakar, UV stabilizer, surfaktan, agen pewarna, aditif polimer, prekursor serat karbon, bioplastik, dan lain-lain. Lignin dapat diperoleh melalui ekstraksi langsung dari tumbuhan atau dengan mengisolasi dari limbah black liquor. Black liquor merupakan limbah yang dihasilkan dari industri pulp dan kertas. Produksi pulp di Indonesia mencapai 7,9 juta ton per tahun dan dihasilkan limbah black liquor hingga 7 juta ton setiap tahunnya. Kandungan lignin dalam black liquor dapat mencapai hingga 46% dari total padatan kering black liquor. Pada penelitian ini, lignin yang terkandung dalam limbah kraft black liquor dari industri pulp and paper diisolasi dengan metode asidifikasi dengan variasi pH 0, 2, 4, 6 dan 8 dengan dua variasi perlakuan hasil saringan, yaitu tanpa pencucian dan pencucian dengan DI pH 7. Endapan lignin hasil isolasi diuji kemurniannya dengan klason lignin yang dilakukan berdasarkan standar TAPPI T-222. Dari pengujian yang telah dilakukan, diperoleh hasil terbaik adalah endapan lignin hasil adifikasi dengan pH 2 yang dicuci dengan DI pH 7, dimana kemurnian yang didapat 86,5% dan presipitat kering yang didapat sebesar 22,83%. Lignin hasil isolasi, diaplikasikan sebagai bahan dasar coating baja dan diuji performa kekuatan lekat dan kekerasan. Lignin yang menempel pada substrat baja menunjukkan lignin sangat potensial untuk dijadikan bahan dasar coating baja.

**Kata kunci:** asidifikasi, black liquor, coating, lignin

### PENDAHULUAN

Lignin merupakan polimer hayati paling melimpah kedua setelah selulosa dan merupakan polimer aromatik terbanyak di alam. Lignin bersama selulosa dan hemiselulosa merupakan komponen utama penyusun tumbuhan yang ketiganya membentuk suatu sistem yang disebut lignoselulosa<sup>[1]</sup>. Lignin dapat diperoleh melalui ekstraksi langsung dari tumbuhan atau dengan mengisolasi dari limbah *black liquor*. *Black liquor* merupakan limbah yang dihasilkan oleh industri *pulp and paper*<sup>[2]</sup>.

Lignin yang banyak terkandung dalam limbah *black liquor* dan potensi limbah *kraft black liquor* yang dapat mencemari lingkungan mendorong banyak penelitian untuk memanfaatkan kembali limbah *black liquor* untuk diolah menjadi bahan yang lebih bermanfaat<sup>[3,4,5]</sup>. Saat ini, lignin telah banyak dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi, antara lain sebagai bahan perekat, bahan bakar, UV *stabilizer*, agen pewarna, aditif polimer, surfaktan, bahan baku vanilin, bahan pengisi karet, disulfonasi menjadi lignosulfonat, prekursor serat karbon, campuran untuk polimer termoplastik bahan baku bioplastik, pupuk dan pestisida, binder dan resin, serta karbon aktif, serta *coating*<sup>[6]</sup>. Saat ini *coating* dari lignin mulai dikembangkan di dunia dengan cara *chemical modification*, namun penelitiannya masih sangat sedikit. Sementara di Indonesia sendiri belum ada penelitian mengenai pembuatan *coating* berbasis lignin.

Oleh karena itu pada penelitian ini, lignin yang terkandung dalam limbah *kraft black liquor* dari salah satu perusahaan kertas di Indonesia akan diisolasi dengan metode asidifikasi menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Tingkat kemurnian

lignin yang diperoleh dari limbah *black liquor* kemudian dibandingkan dengan lignin komersial dari Biochoice-Domtar. Lignin hasil isolasi *kraft black liquor* dan lignin komersial dari Biochoice-Domtar akan diaplikasikan sebagai bahan dasar untuk *coating* baja. Pada penelitian ini akan dikaji potensi dan performa lignin untuk dijadikan bahan dasar *coating*. *Coating* lignin akan diuji performa kekuatan lekat dan kekerasannya.

## **METODE**

### **Bahan**

*Black liquor* yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari PT. Riau Andalan *Pulp and Paper*. Asam sulfat yang digunakan diperoleh dari PT. Pudak, Bandung. Aqua DI diperoleh dari Program Studi Kimia ITB, dan Aseton yang digunakan diperoleh dari PT. Justus Kimia Raya Bandung.

### **Metoda penelitian**

#### **Proses isolasi lignin dari limbah *black liquor*.**

Lignin dari 16 gram limbah *kraft black liquor* diisolasi melalui cara presipitasi (pengendapan) dengan metode asidifikasi menggunakan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) 6M. Terdapat 5 variasi pH yang dilakukan, yaitu pH 0, 2, 4, 6, dan 8. Setelah dilakukan presipitasi, larutan disaring dengan menggunakan kertas saring dan diberikan perlakuan tanpa pencucian dan dicuci dengan menggunakan air aqua DI pH 7. Kemudian, lignin dikeringkan hingga berat lignin yang tersaring konstan.

#### **Proses *coating***

Lignin dilarutkan dengan aseton dengan perbandingan antara lignin : aseton adalah 1:10. Larutan dihomogenkan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Lignin yang terlarut aseton dan yang tidak terlarut aseton dipisahkan melalui proses penyaringan. Lignin yang terlarut aseton (filtrat) diuapkan pada temperatur  $80^\circ C$  hingga perbandingan filtrat lignin dibanding aseton 1 : 3. Larutan filtrat lignin-aseton dituang dan diratakan di atas permukaan baja yang telah dipickling.

### **Pengukuran dan pengujian**

#### **Pengujian Klason Lignin**

Pengujian klason lignin dilakukan dengan mengacu pada TAPPI T-222. Satu gram lignin yang telah ditumbuk halus dilarutkan ke dalam 15 mL asam sulfat 72%, kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet 300 rpm selama 2 jam. Setelah 2 jam, sampel dipindahkan ke dalam labu destilasi dan diencerkan dengan menambahkan air hingga konsentrasi asam sulfat mencapai 3%. Larutan dipanaskan dengan temperatur  $300^\circ C$  dan diaduk dengan pengaduk magnet 300 rpm selama 5 jam. Volume dijaga agar tetap konstan dengan menggunakan refluks. Endapan lignin dipisahkan dari filtratnya dengan cara disaring dengan menggunakan kertas saring. Hasil saringan dicuci dengan air agar bebas asam. Endapan yang terdapat pada kertas saring dikeringkan selama 3 hari di udara dan dilanjutkan di oven pada temperatur  $95^\circ C$ , dan dilakukan penimbangan setiap 1 jam hingga berat konstan. Persentase lignin dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 1

$$\text{Kadar lignin} = \frac{A}{B} \times 100\% \quad (1)$$

A = massa endapan lignin kering (garam)

B = massa lignin awal (gram)

#### **Pengujian kekuatan lekat**

Pengujian kekuatan lekat dilakukan dengan mengacu pada standar ASTM D 4145 menggunakan alat *pull off* dengan kapasitas maksimum *pull off* sebesar 7 MPa, diameter dolly 20 mm dan lem araldite (epoksi). Pengujian dilakukan setelah lem yang direkatkan melalui dolly ke substrat dibiarkan selama tiga hari. Pengujian dilakukan di Laboratorium Pengujian Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) Bandung.

#### **Pengujian kekerasan**

Pengujian kekerasan dilakukan dengan mengacu pada standar ASTM D 3363 menggunakan alat uji kekerasan Sheen dengan berbagai tingkat kekerasan pensil mulai dari yang ter lunak hingga yang terkeras (9B-9H), Pengujian dilakukan hingga didapatkan pensil terkeras yang tidak dapat merusak *coating*. Pengujian dilakukan di Laboratorium Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) Bandung.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

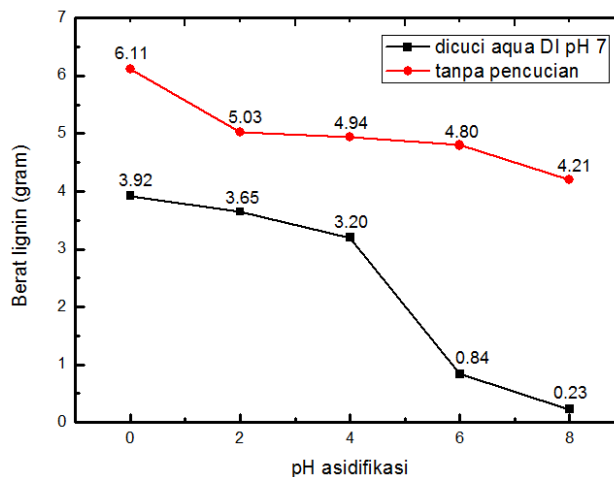
Hasil dan pembahasan dibagi menjadi dua bahasan, yaitu hasil dan pembahasan isolasi lignin dari limbah *kraft black liquor* serta performa *coating* lignin pada substrat baja.

**Hasil dan Pembahasan Isolasi Lignin dari Limbah *Kraft Black Liquor***

Hasil isolasi lignin dari limbah *kraft black liquor* dengan menggunakan metode asidifikasi yang diberikan perlakuan tanpa pencucian dan dicuci dengan aqua DI pH 7 dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 1.

**Tabel 1. Hasil isolasi lignin dari limbah *kraft black liquor***

pH asidifikasi	Berat lignin (tanpa pencucian) (gram)	Berat lignin (dicuci aqua DI pH 7) (gram)
0	6.11	3.92
2	5.03	3.65
4	4.94	3.20
6	4.80	0.84
8	4.21	0.23



**Gambar 1. Hasil isolasi lignin dari limbah *kraft black liquor***

Dari Tabel 1 dan Gambar 1 dapat dilihat bahwa seiring dengan penurunan pH asidifikasi, maka berat presipitat lignin yang dihasilkan semakin banyak. Hal tersebut dikarenakan, untuk menurunkan pH semakin rendah dibutuhkan jumlah  $H^+$  yang semakin banyak. Jumlah  $H^+$  yang semakin banyak menyebabkan jumlah molekul lignin yang mengalami protonasi semakin banyak. Terjadinya protonasi tersebut menyebabkan jarak antar lignin menjadi semakin dekat, menyebabkan kelarutan lignin didalam air menjadi berkurang, dan mendorong terjadinya presipitasi. Oleh karena itu, semakin banyak jumlah  $H^+$  yang ditambahkan ke dalam larutan *kraft black liquor* atau semakin rendahnya pH presipitasi dapat mempresipitasi lignin dalam jumlah yang lebih besar.

Selain itu, dari Tabel 1 dan Gambar 1 juga dapat dilihat bahwa proses isolasi lignin tanpa diberikan perlakuan pencucian menghasilkan presipitat lignin yang lebih banyak dibandingkan dengan proses isolasi lignin yang diberikan perlakuan pencucian. Hal tersebut dikarenakan proses pencucian mampu melarutkan kembali senyawa garam yang terbentuk pada saat proses presipitasi. Terlarutnya garam pada saat proses pencucian dapat menyebabkan berat presipitat yang dihasilkan menjadi semakin rendah namun kemurnian lignin didalam presipitat semakin tinggi. Kemurnian lignin hasil isolasi dari limbah *kraft black liquor* yang mengalami proses pencucian dan tanpa pencucian dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2. Kemurnian lignin hasil isolasi**

pH asidifikasi	Presentase lignin didalam presipitat (tanpa pencucian)	Persentase lignin didalam presipitat (dengan pencucian)
0	45.5	76.67
2	65	86.5
4	60	84
6	48	84

Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa kemurnian lignin tertinggi dimiliki oleh lignin hasil yang diisolasi dengan pH 2 dan diberikan perlakuan pencucian, yaitu sebesar 86.5%. Selain itu dari Tabel 2 dapat dilihat pula kemurnian lignin didalam presipitat lebih tinggi ketika proses isolasi diberikan perlakuan pencucian dibandingkan tanpa diberikan perlakuan pencucian. Hal tersebut menunjukkan proses isolasi lignin lebih baik dilakukan dengan memberikan perlakuan pencucian dibandingkan tanpa diberikan perlakuan pencucian.

#### **Performa *coating* lignin pada substrat baja**

Hasil dari pengujian performa *coating* lignin pada substrat baja dapat dilihat pada Tabel 3. Untuk membandingkan kualitas lignin hasil isolasi, dilakukan pula pengujian performa *coating* dari lignin yang telah dijual secara komersial, yaitu lignin DOMTAR serta performa *coating* dari akrilik.

**Tabel 3. Performa *coating* lignin hasil isolasi, lignin DOMTAR dan akrilik.**

Material Coating	Kekuatan Lekat (MPa)	Kekerasan (Pensil)	Kekerasan (KHN)
Lignin DOMTAR	0.5	3B-4B	4.33
Lignin hasil isolasi	0.5	3B-4B	4.33
Akrilik	0.94	9H	34.9

Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa kekerasan maupun kekuatan lekat lignin yang diperoleh dari isolasi memiliki nilai yang sama dengan kekerasan dan kekuatan lekat dari lignin komersial yaitu lignin DOMTAR. Hal tersebut menunjukkan kualitas lignin yang diperoleh dari hasil isolasi telah cukup baik karena mampu menyaingi performa dari lignin komersial. Selain itu, apabila dibandingkan dengan *coating* akrilik yang telah dijual dipasaran, baik kekerasan maupun kekuatan lekat dari *coating* lignin masih jauh berada dibawah *coating* akrilik. Kemungkinan hal tersebut dikarenakan *coating* akrilik telah ditambahkan berbagai jenis aditif yang mampu meningkatkan kualitas atau performa dari *coating* akrilik yang digunakan.

#### **KESIMPULAN**

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan isolasi lignin dari limbah kraft black liquor dari salah satu industri kertas di Indonesia. Presipitasi dengan jumlah terbesar dihasilkan oleh lignin yang dipresipitasi dengan pH 2 tanpa diberikan perlakuan pencucian. Namun kemurnian lignin tertinggi dihasilkan oleh lignin yang diisolasi pada pH 2 dengan melalui proses pencucian, yaitu sebesar 86.5%. Performa *coating* lignin hasil isolasi telah menyamai *coating* lignin komersial, yaitu lignin DOMTAR. Namun performa *coating* hasil isolasi belum bisa menyamai *coating* akrilik.

#### **UCAPAN TERIMA KASIH**

Ucapan terima kasih kami hanturkan kepada Balai Besar Logam dan Mesin (BBLM), Balai Besar Bahan dan Barang teknik (B4T) atas bantuan dan fasilitasnya yang diberikan dalam proses pengujian yang dilakukan dalam penelitian ini. Terima kasih juga kami hanturkan kepada PT. RAPP yang telah memberikan dukungan dalam penelitian ini berupa bahan baku penelitian, yaitu limbah *kraft black liquor*.



**REFERENSI**

- [1] N. R. W. Hoyong Chung, "Extraction and Types of Lignin," in *Lignin in Polymer Composites*, ed USA, 2016.
- [2] J. Olson, *Separation of Lignin and Hemicellulose from Black Liquor and Pre-treated Black Liquor by Nanofiltration*. Lund University: Sweden, 2013.
- [3] A. S. Santoso. (2001) *Kualitas Kopolimer Lignin Fenol Formaldehida sebagai Perekat Kayu Lapis*. Majalah Polimer Indonesia.
- [4] A. F. Fazada, "Ekstraksi, Pemurnian, dan Karakterisasi Lignin dari Limbah Black Liquor PT. RAPP serta Lignin Komersil Biochoice-Domtar sebagai Prekursor Serat KArbon," Sarjana, Teknik Metalurgi dan Material, ITSB, Bandung, 2015.
- [5] M. Norgren, "On the Physical Chemitry of Kraft Lignn: Fundamental and Applications," Lund University, 2001.
- [6] W. Zhu, "Equilibrium of Lignin Precipitation," Degree of Licentiate of Engineering, Departement of Chemical and Biological Engineering, Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweden, 2013.

## **Karakteristik Sifat Tarik Serat Bambu Ampel Hijau (*Bambusa vulgaris var Schrad*)**

Hermawan Judawisastra<sup>1, a</sup>, Untung Ari Wibowo<sup>1</sup>, Bryna Mariska<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Kelompok Keahlian Ilmu dan Teknik Material, Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>*hermawan.judawisastra@material.itb.ac.id*

### **Abstrak**

*Sebagai sumber hayati, serat bambu berpotensi sebagai serat penguat untuk material komposit polimer karena sifat mekanik spesifiknya mampu bersaing dengan serat sintetik dan kelimpahannya yang besar di alam. Dari 76 spesies bambu yang tumbuh tersebar di seluruh Indonesia, bambu ampel hijau atau *Bambusa vulgaris var vitata Schrad* merupakan satu dari 3 spesies terbesar, dan berpotensi menjadi material penguat komposit polimer. Penelitian ini dilakukan untuk mengkaji sifat tarik serat bambu ampel hijau. Serat diperoleh dengan proses ekstraksi mekanik dengan mengambil spesimen dari variasi ketinggian batang dan posisi ketebalan batang. Distribusi serat diamati dengan analisa citra pada penampang melintang bambu. Diameter bundel serat dan serat ditentukan dengan mikroskop optik dan Scanning Electron Microscope (SEM). Sifat tarik diperoleh dengan pengujian tarik pada bundel serat. Kristalinitas dan kandungan selulosa diuji dengan X-ray Diffraction (XRD) dan Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. Distribusi serat tertinggi terdapat pada bagian bawah tepi luar batang. Bundel serat bambu memiliki diameter 108-212  $\mu\text{m}$  dan serat ultimate memiliki diameter 9,4-9,9  $\mu\text{m}$ . Hasil pengujian tarik menunjukkan bahwa bundel serat bambu ampel hijau memiliki kekuatan tarik 114-314 Mpa dan modulus elastisitas 3,2-7,0 Gpa. Bagian bawah tepi luar batang bambu ampel hijau memiliki kekuatan dan kekakuan tertinggi. Hal ini sesuai dengan hasil distribusi serat dan didukung dengan nilai kristalinitas tinggi pada daerah tersebut mencapai 69%. Hasil FTIR juga menunjukkan kadar selulosa yang lebih tinggi pada daerah tersebut.*

**Kata kunci:** *serat, bambu, bambu ampel, sifat tarik, kekuatan*

### **PENDAHULUAN**

Secara umum material penguat komposit terbagi 3 yaitu partikel, serat, dan struktur. Jenis penguat serat menarik perhatian banyak peneliti karena memiliki cacat yang lebih sedikit dibandingkan material berukuran besar. Hal ini menyebabkan kekuatan serat lebih baik dibandingkan dalam kondisi *bulk material*. Serat memiliki susunan kristal searah sehingga memiliki kekuatan tarik pada arah kristalin yang tinggi. Kemampuan serat untuk dianyam dan dipilin memudahkan para desainer untuk mengukur dan membuat konfigurasi serat dengan arah penguatan yang diinginkan[1].

Serat digolongkan menjadi dua golongan yaitu serat hayati dan serat sintesis. Serat hayati bersumber dari hewan, dan tumbuhan, terdiri dari dua jenis serat utama yaitu protein dan selulosa. Meskipun kehomogenan serat hayati tidak sebaik serat sintesis, jenis serat ini tetap diminati karena sumbernya dapat diperbaharui, ekonomis, dan mampu didegradasi oleh alam. Pada akhir tahun 1930, komposit berpenguat serat hayati mulai diteliti dalam upaya menurunkan bobot komponen pesawat terbang [2], [3].

Salah satu sumber serat hayati yang banyak diteliti adalah bambu. Bambu merupakan tumbuhan dengan laju pertumbuhan tercepat, mencapai 91,3 cm/hari. Serat bambu dapat memiliki diameter ultimate 3  $\mu\text{m}$  dengan kekuatan hingga 2036 MPa [4]. Meninjau nilai kekuatan matriks polimer yang umumnya berkisar pada 20-40 MPa, serat ini dapat digunakan sebagai alternatif penguat komposit polimer. Variasi sifat mekanik dan fisik serat bambu dipengaruhi lokasi sumber serat pada batang bambu. Serat bambu dari bagian pangkal bawah dan ujung atas akan memiliki sifat mekanik dan fisik berbeda. Perbedaan ini juga terjadi pada serat dari lokasi kedalaman yang berbeda [5], [6].

Hingga tahun 2007 terdapat 76 spesies bambu yang tumbuh menyebar di Indonesia. Di antara spesies-spesies tersebut, Bambu Petung (*Dendrocalamus asper*), Bambu Ampel Hijau (*Bambusa vulgaris var. vitata*), dan Bambu Kuning (*Bambusa vulgaris var. striata*) merupakan tiga spesies yang paling banyak dan tersebar di Indonesia dengan keberadaannya di delapan pulau yaitu di Sumatera, Jawa, Madura, Bali, Nusa Tenggara,

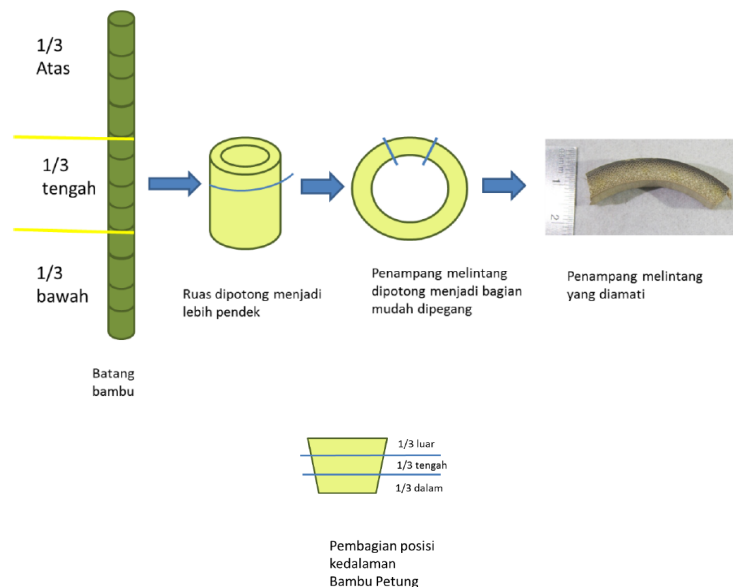
Kalimantan, Maluku dan Irian Jaya [7]. Pola pertumbuhan dan pemanfaatan partikel bambu ampel hijau sebagai penguat beton telah diteliti, namun aspek mekanik seratnya untuk penguat komposit belum pernah diteliti. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui sifat tarik serat bambu ampel hijau. Kajian sifat tarik serat bambu dilakukan dengan variasi sumber serat yang berasal dari variasi posisi ketinggian dan kedalaman batang.

**METODE**

Bambu ampel hijau yang diteliti memiliki usia 2 tahun dan diperoleh dari Hutan Penelitian Bambu, Arcamanik, Bandung. Pengamatan serat dilakukan pada serat yang diperoleh dari strip bambu dengan variasi ketinggian batang dan kedalaman radial batang bambu. Posisi pengambilan spesimen uji dapat dilihat pada Gambar 1.

**Tabel 7.** Variasi ketinggian batang dan kedalaman batang bambu ampel hijau

No	Kode Spesimen	Posisi Ketinggian Batang	Posisi Kedalaman Batang
1	ABL	1/3 dari bawah	1/3 ketebalan dari luar
2	ABD	1/3 dari bawah	1/3 ketebalan dari dalam
3	AAL	1/3 dari atas	1/3 ketebalan dari luar
4	AAD	1/3 dari atas	1/3 ketebalan dari dalam



**Gambar 7.** Skema pengambilan specimen uji dari batang bamboo ampel hijau

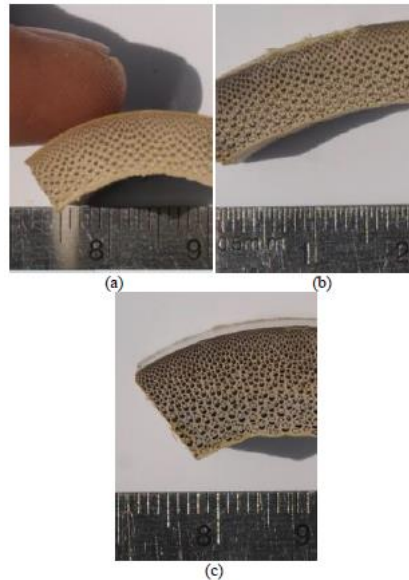
Serat bambu diperoleh melalui ekstraksi kimiawi dan mekanik. Ekstraksi kimiawi adalah proses delignifikasi strip bambu dalam NaOH 20% v/v selama 1 jam yang dilanjutkan dengan pencucian dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2% v/v. Strip bambu lalu dikeringkan pada temperatur 105°C selama 60 menit. Ekstraksi mekanik adalah pengerolan strip bambu yang sudah kering menggunakan mesin *Softening*, Balai Besar Tekstil Bandung. Kemudian serat bambu dipisahkan satu sama lain dengan sikat kawat.

Distribusi serat penampang melintang bambu dikaji melalui observasi visual dan analisa citra penampang melintang dengan menggunakan ImageJ (NIH, USA). Morfologi serat termasuk diameter serat diamati melalui pemeriksaan mikroskop optik dan Scanning Electron Microscope (JEOL JSM-636OLA, PSG Bandung). Sifat tarik dikaji dengan menggunakan uji tarik serat menggunakan mesin Textechno Favigraph, dengan beban 1000 cN. Penentuan kristalinitas dan kandungan selulosa serat dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (Bruker D8 Advance, Teknik Kimia ITB) dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (Shimadzu IRPrestige-21, Kimia ITB).

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

*Morfologi Serat Bambu Ampel Hijau*

Hasil pengamatan visual pada penampang melintang bambu dan fraksi seratnya terdapat pada Gambar 2 dan Tabel 3. Batang bambu bagian bawah memiliki ketebalan paling besar, berbeda dengan bagian tengah dan atas. Ketebalan batang bambu bagian tengah dan atas tidak jauh berbeda. Perbedaan ketebalan ini terjadi sesuai dengan pola pertumbuhan bambu yang menunjukkan bagian bawah bambu tumbuh terlebih dahulu dibandingkan bagian lainnya [8].



**Gambar 8.** Citra foto makro penampang melintang bagian atas (a), tengah (b), dan bawah (c).

**Tabel 8.** Hasil pengamatan distribusi serat melalui pengamatan visual dan analisa citra.

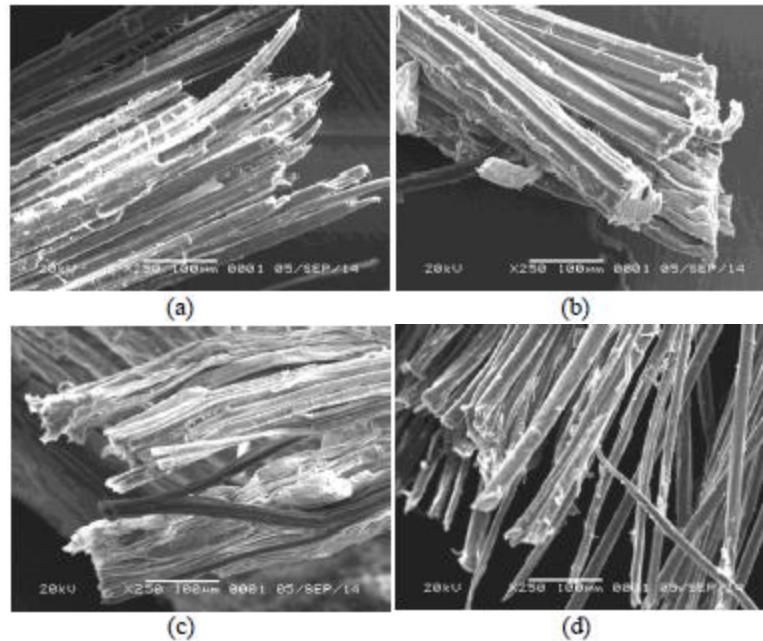
Posisi Batang	Tebal Batang (cm)	Fraksi Serat (%)			
		Total	Distribusi Berdasarkan Kedalaman		
			1/3 luar	1/3 tengah	1/3 dalam
Atas	0,6	40,8	80	32	10
Tengah	0,9	41,3	62	35	28
Bawah	1,5	41,4	56	39	29

Gambar 2, menunjukkan persebaran serat yang tidak merata di sepanjang penampang melintang bambu. Serat ditunjukkan dengan warna gelap kehitaman dengan matriks berwarna putih. Gradasi warna kehitaman teramati menurun dari bagian luar ke bagian dalam Hal ini menunjukkan fraksi serat terhadap matriks pada bagian luar lebih tinggi dari tengah dan lebih dari dalam. Hasil ini dikonfirmasi dengan hasil pengukuran fraksi serat secara kuantitatif menggunakan analisa citra (Tabel 3). Pola pertumbuhan transversal bambu secara sentrifugal, merupakan penyebab peningkatan fraksi serat bambu dari dalam ke luar [9].

Hasil pengukuran diameter serat dengan mikroskop optik dan citra SEM serat dapat dilihat pada Tabel 3 dan Gambar 3, berturut-turut. Citra SEM terlihat menunjukkan bahwa serat terdiri atas beberapa serat-serat kecil. Serat-serat ini merupakan *ultimate fiber* dengan diameter 9,4-9,9  $\mu\text{m}$ . Diameter serat ini masuk dalam rentang diameter serat bambu (*ultimate fiber*) pada umumnya yang berkisar pada 3-19  $\mu\text{m}$  [4], [10]. Citra SEM juga menunjukkan bahwa serat bambu ampel hijau memiliki morfologi bundel serat. Keberadaan bundel serat dikonfirmasi dengan hasil pengukuran diameter serat menggunakan mikroskop optik yang menunjukkan diameter serat sekitar 121-212  $\mu\text{m}$ . Dari variasi diameter bundel serat yang dihasilkan, terlihat sebaran diameter serat yang lebar. Hal ini merupakan karakteristik serat-serat hayati, disebabkan oleh perilaku botani tumbuhan [11].

**Tabel 9.** Hasil pengukuran diameter serat.

No	Kode Spesimen	Diameter Serat ( $\mu\text{m}$ )	Diameter Bundel Serat ( $\mu\text{m}$ )
1	ABL	$9,9 \pm 1,6$	$212 \pm 94$
2	ABD	$9,8 \pm 1,2$	$108 \pm 194$
3	AAD	$9,6 \pm 1,8$	$209 \pm 174$
4	AAL	$9,4 \pm 1,7$	$121 \pm 152$



**Gambar 9.** Citra SEM serat bambu ampel hijau (a) batang atas tepi luar (AAD); (b) batang atas tepi dalam (AAL); (c) batang bawah tepi dalam (ABD); dan (d) batang bawah tepi luar (ABL)

#### *Sifat Tarik Serat Bambu Ampel Hijau*

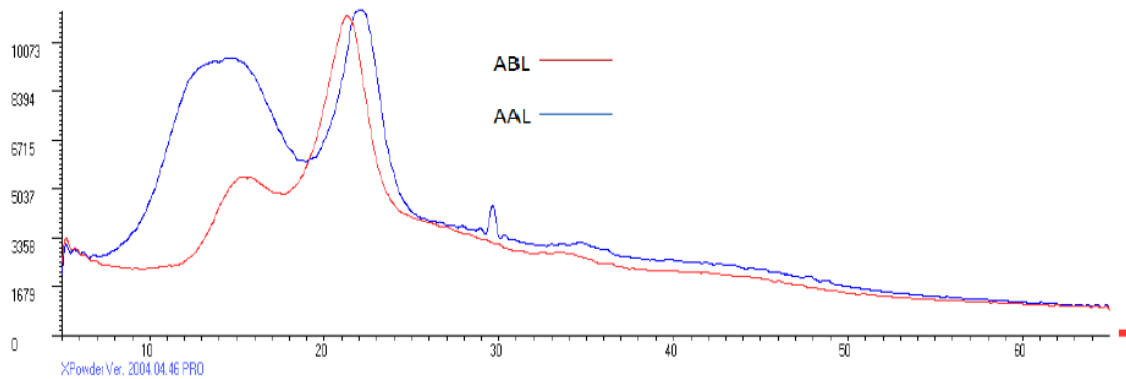
Hasil uji tarik serat bambu ampel hijau terdapat pada Tabel 5. Nilai kekuatan dan kekakuan tarik serat bambu ampel hijau masuk dalam rentang karakteristik bundel serat bambu yaitu 8-836 MPa dan 9-310 GPa [4]. Nilai kekuatan tarik dan modulus elastisitas tertinggi dimiliki oleh serat di bagian bawah tepi luar (ABL) sebesar 314 MPa dan 7,0 GPa, sedangkan yang terendah terdapat pada bagian bawah sisi dalam (ABD) yaitu sebesar 114 MPa dan 3,2 GPa. Fenomena ini dikarenakan pola pertumbuhan bambu secara akropetal, di mana sel serat pada bagian bawah batang bambu tumbuh lebih dulu kemudian menuju ke atas [12], sehingga kandungan selulosa pada serat di bagian bawah lebih tinggi dibanding bagian atasnya. Serat dengan kandungan selulosa lebih tinggi akan memiliki kekuatan dan kekakuan lebih tinggi [6]. Selain itu pola pertumbuhan bambu di arah radial berlangsung secara sentrifugal, sehingga batang bambu bagian dalam akan tumbuh terlebih dulu dibanding bagian luar. Hal ini dapat disebabkan oleh pendewasaan serat berlangsung lebih dulu pada bagian luar batang. Pendewasaan sel serat di bagian luar yang lebih dulu menyebabkan kandungan selulosa pada bagian tersebut lebih tinggi sehingga memiliki kekuatan lebih tinggi [9], [13].

**Tabel 10.** Hasil pengujian tarik serat bambu ampel.

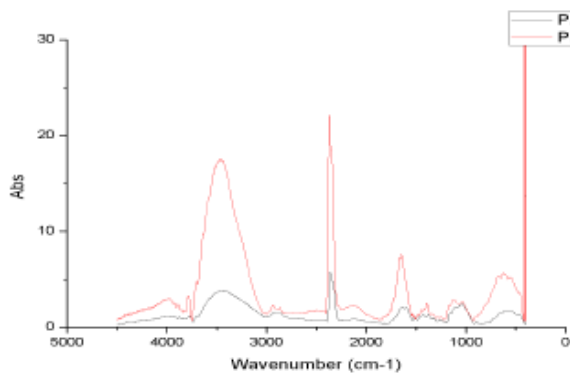
No	Kode Spesimen	Kekuatan Tarik (MPa)	Modulus Elastisitas (GPa)
1	ABL	$314 \pm 185$	$7,0 \pm 4,4$
2	ABD	$114 \pm 101$	$3,2 \pm 3,8$
3	AAD	$158 \pm 131$	$4,0 \pm 3,4$
4	AAL	$173 \pm 197$	$4,3 \pm 4,7$

Hasil Karakterisasi XRD dan FTIR Serat Bambu Ampel Hijau

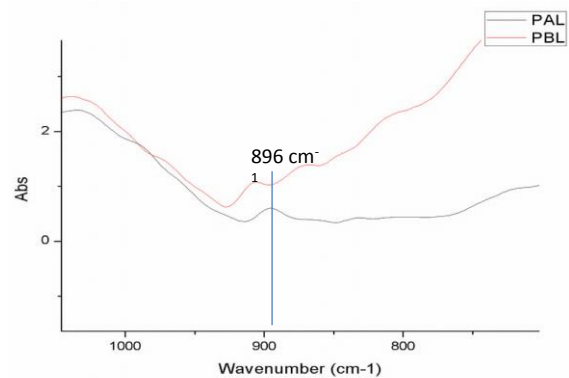
Gambar 5 menunjukkan hasil karakterisasi XRD pada serat di bagian atas tepi luar (AAL) dan bagian bawah tepi luar (ABL). Serat AAL dan ABL memiliki puncak serupa dengan puncak kristalin selulosa bambu pada  $22^\circ$  dan amorf pada  $18^\circ$  [15]. Hal ini mengkonfirmasi bahwa kandungan utama dalam serat adalah selulosa. Kristalinitas pada spesimen AAL dan ABL adalah 65% dan 69%, berturut-turut. Perbedaan kristalinitas pada serat AAL dan ABL disebabkan oleh derajat polimerisasi selulosa yang lebih tinggi yang diakibatkan oleh pola pertumbuhan bambu secara akropetal [9]. Nilai kristalinitas serat ABL yang lebih tinggi dari AAL juga mengkonfirmasi tren nilai kekuatan dan kekakuan tarik ABL yang lebih tinggi dari AAL.



Gambar 10. Hasil pengujian XRD pada spesimen AAL dan ABL.

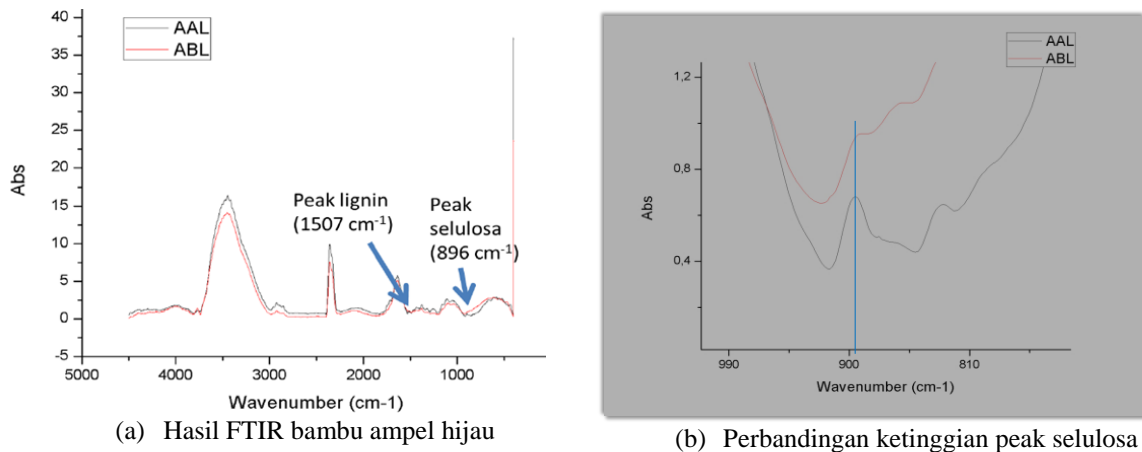


(e) Hasil FTIR bambu petung



(f) Perbandingan ketinggian peak selulosa

Gambar 6 dan Tabel 6 menunjukkan hasil karakterisasi FTIR pada spesimen bagian atas sisi luar (AAL) dan bagian bawah sisi luar (ABL). Puncak absorbansi mirip dengan absorbansi selulosa bambu dapat dideteksi pada bilangan gelombang antara  $3500-3200\text{ cm}^{-1}$ ,  $3000-2850\text{ cm}^{-1}$ ,  $1500-1400\text{ cm}^{-1}$ ,  $1320-1000\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik gugus O-H, C-H, C-C, dan C-O. Gugus fungsi tersebut berkorelasi dengan selulosa. Peak selulosa ( $896\text{ cm}^{-1}$ ) spesimen ABL lebih tinggi dibanding AAL. Hal ini menunjukkan bahwa kandungan selulosa pada bagian bawah sisi luar bambu ABL lebih tinggi dari bagian atas luar bambu AAL. Fenomena ini juga disebabkan oleh pola pertumbuhan bambu secara akropetal di mana batang bambu bagian bawah tumbuh lebih dulu dibanding bagian atasnya sehingga memiliki kandungan selulosa yang lebih tinggi [9]. Hal ini mendukung hasil uji yang menunjukkan bahwa serat ABL memiliki nilai sifat mekanik dan kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan serat AAL.



**Gambar 11.** Hasil karakterisasi FTIR pada spesimen AAL dan ABL

**Tabel 11.** Puncak-puncak FTIR karakteristik serat bambu ampel.

Bilangan Gelombang Karakteristik (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi	Puncak Terdeteksi (cm <sup>-1</sup> )	
		ABL	AAL
3500-3200	O-H regangan	3462	3447
3000-2850	C-H regangan	2924	2924
1500-1400	C-C regangan (aromatik)	1433	1379
1320-1000	C-O regangan	1101	1112

## KESIMPULAN

Morfologi serat ampel menunjukkan distribusi serat tertinggi pada bagian bawah tepi luar batang dengan bundel serat bambu berdiameter 108-212  $\mu\text{m}$  dan serat *ultimate* berdiameter 9,4-9,9  $\mu\text{m}$ . Hasil pengujian tarik menunjukkan bahwa bundel serat bambu ampel hijau memiliki kekuatan tarik 114-314 MPa dan modulus elastisitas 3,2-7,0 GPa. Bagian bawah tepi luar batang bambu ampel hijau memiliki kekuatan dan kekakuan tertinggi. Hal ini sesuai dengan hasil distribusi serat dan didukung dengan nilai kristalinitas tinggi pada daerah tersebut mencapai 69%. Hasil FTIR juga menunjukkan kadar selulosa yang lebih tinggi pada daerah tersebut.

## REFERENSI

- [1] R. M. JONES, "Mechanics of composite materials," *Mechanics of Composite Materials*, no. 2. p. 519, 1999.
- [2] F. P. La Mantia and M. Morreale, "Green composites: A brief review," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 42, no. 6, pp. 579–588, 2011.
- [3] M. a. Fuqua, S. Huo, and C. a. Ulven, "Natural Fiber Reinforced Composites," *Polym. Rev.*, vol. 52, no. 3, pp. 259–320, 2012.
- [4] W. Ge, C. Hong, Y. Zi-xuan, and S. Q. Shi, "Tensile Properties Of Bamboo Units In Different Sizes," *Proc. 55th Int. Conv. Soc. Wood Sci. Technol. August 27-31, 2012 - Beijing, CHINA*, pp. 1–12, 2012.
- [5] H. P. S. Abdul Khalil, I. U. H. Bhat, M. Jawaid, A. Zaidon, D. Hermawan, and Y. S. Hadi, "Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review," *Materials and Design*, vol. 42. pp. 353–368, 2012.
- [6] T. Y. Lo, H. Z. Cui, and H. C. Leung, "The effect of fiber density on strength capacity of bamboo," *Mater. Lett.*, vol. 58, no. 21, pp. 2595–2598, 2004.
- [7] D. Kehutanan, "Indonesia Bamboo Species," 2007.
- [8] H. Purnobasuki, "Perkembangan Batang Bambu Ampel," Institut Teknologi Bandung, 1995.
- [9] F. Nogata and H. Takahashi, "Intelligent functionally graded material: Bamboo," *Compos. Eng.*, vol. 5, no. 7, pp. 743–751, 1995.
- [10] P. Wambua, J. Ivens, and I. Verpoest, "Natural fibres: Can they replace glass in fibre reinforced plastics?," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 9, pp. 1259–1264, 2003.
- [11] A. K. Mohanty, M. Misra, and L. T. Drzal, *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. 2005.

- [12] S. Dransfield and E. A. Widjaja, *PROSEA : Plant Resources of South-East Asia 7, Bamboos*. 1995.
- [13] Y. Huang, B. Fei, P. Wei, and C. Zhao, "Mechanical properties of bamboo fiber cell walls during the culm development by nanoindentation," *Ind. Crops Prod.*, vol. 92, pp. 102–108, Dec. 2016.
- [14] I. M. Ward and J. Sweeney, *An Introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers*, vol. 17. 2004.
- [15] W. Ruland, "X-ray determination of crystallinity and diffuse disorder scattering," *Acta Crystallogr.*, vol. 14, no. 11, pp. 1180–1185, Nov. 1961.



## Sintesis Material Superkonduktor $MgB_2$ Melalui Proses Reaksi Padat

Sigit Dwi Yudanto<sup>1, a</sup>, Mona Sintia<sup>2</sup>, dan Agung Imaduddin<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Banten, Indonesia

<sup>2</sup> Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Sumatra Utara, Sumatra Utara, Indonesia

<sup>3</sup> Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Banten, Indonesia

email: <sup>a</sup>sd.yudanto@gmail.com

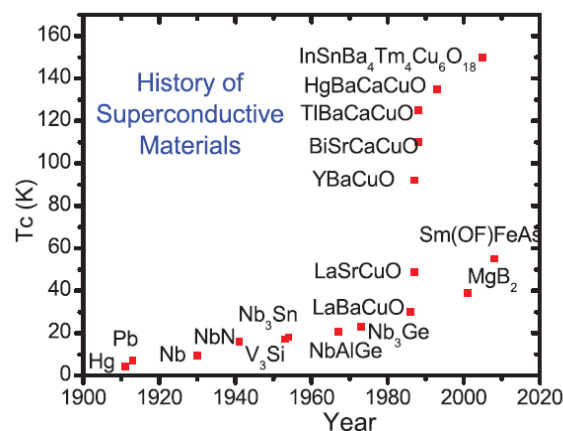
### Abstrak

Telah dilakukan percobaan sintesis material superkonduktor  $MgB_2$  menggunakan proses reaksi padat. Sintesis menggunakan bahan baku serbuk magnesium (Mg) dan boron (B). Proses sintesis diawali dengan penimbangan bahan baku dengan perbandingan  $Mg:B = 1:2$ , dilanjutkan dengan penggerusan menggunakan agate mortar selama 1 jam. Serbuk hasil penggerusan dimasukkan pipa stainless steel tipe SS304 dengan diameter luar 12,5 mm dan ditekan 165 MPa. Pipa yang berisi serbuk campuran Mg dan B selanjutnya disinter pada suhu  $800^\circ C$  selama 2 jam dengan kondisi atmosfer udara bebas. Sampel hasil penyinteran dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X, dan Cryogenic Magnet System. Identifikasi fasa melalui difraksi sinar-X menunjukkan bahwa fasa  $MgB_2$  telah terbentuk. Nilai suhu kritis onset ( $T_c$  onset) sebesar  $\sim 44$  K.

Kata kunci: superkonduktor,  $MgB_2$ , sintesis, fasa, suhu kritis

### PENDAHULUAN

Sejak ditemukan sifat superkonduktivitasnya oleh Nagamatsu, dkk pada tahun 2001, magnesium diboride ( $MgB_2$ ) menjadi superkonduktor yang sangat menjanjikan<sup>[1]-[3]</sup>. Superkonduktor paduan logam ini mempunyai nilai suhu kritis  $\sim 39$  K. Suhu kritis  $MgB_2$  lebih tinggi dibandingkan dengan superkonduktor berbasis Nb, yaitu NbTi dan Nb<sub>3</sub>Sn, dimana suhu kritis NbTi dan Nb<sub>3</sub>Sn adalah 10 dan 18 K<sup>[3]</sup>. Sehingga superkonduktor  $MgB_2$  ini diharapkan dapat menggantikan NbTi dan Nb<sub>3</sub>Sn dikarenakan bahan baku pembuatan superkonduktor  $MgB_2$  relatif lebih murah dibandingkan dengan superkonduktor NbTi dan Nb<sub>3</sub>Sn. Sampai saat ini, Nb<sub>3</sub>Sn sudah diaplikasikan pada peralatan elektronik, misalnya Magnet Magnetic Resonance Imaging (MRI), dan kabel listrik. Perkembangan material superkonduktor dari tahun ke tahun ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Perkembangan material superkonduktor<sup>[3]</sup>

Berdasarkan deskripsi mengenai material superkonduktor  $MgB_2$ , maka dilakukan percobaan untuk membuat material superkonduktor  $MgB_2$  yang mempunyai peluang untuk menggantikan NbTi dan  $Nb_3Sn$ . Salah satu metode sintesis material termoelektrik adalah metode *solid state reaction* (reaksi padatan)<sup>[4]-[9]</sup>.

## METODE

Percobaan sintesis superkonduktor  $MgB_2$  menggunakan proses reaksi padat (*solid state reaction*) dengan teknik *powder in tube* (PIT). Sintesis menggunakan bahan baku serbuk magnesium (98,5%) dan boron (99%). Proses sintesis diawali dengan penimbangan bahan baku sesuai dengan stoikiometri, yaitu  $Mg:B=1:2$ . Setelah penimbangan, serbuk dicampur dan digerus menggunakan *agate mortar* selama 1 jam. Hasil gerusan dimasukkan kedalam pipa *stainless steel* tipe SS304 dengan diameter luar 12,5 mm dan selanjutnya ditekan dengan tekanan 165 MPa. Sampel disinter pada tungku tubular dengan suhu  $800^\circ C$  yang ditahan selama 2 jam dengan kondisi atmosfer udara bebas. Setelah *sintering*, sampel dibiarkan dingin didalam tungku hingga mencapai suhu kamar dan dikeluarkan dari pipa secara mekanik untuk dilakukan karakterisasi.

Karakterisasi sampel menggunakan difraksi sinar-x untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Difraksi sinar-x menggunakan radiasi *Cu ka* (dengan panjang gelombang 1,541 Å). Pengukuran dilakukan pada sudut  $2\theta = 10 - 80$ . Pengukuran hambatan jenis (*resistivity*) untuk mengetahui suhu kritis menggunakan *cryogenic magnet system* dengan metode *four points probe*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

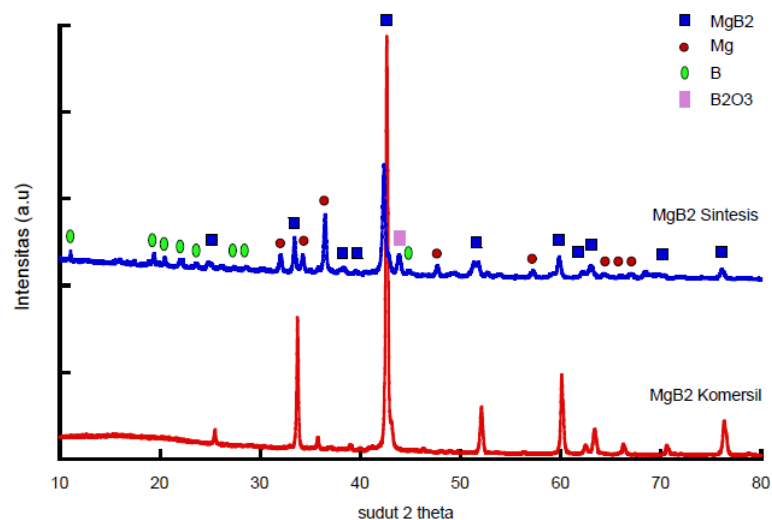
Pada sintesis superkonduktor  $MgB_2$  dengan bahan Mg dan B, reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan reaksi 1.



Dari persamaan reaksi 1 memperlihatkan reaksi yang sederhana antara Mg dan B. Berdasarkan diagram fasa sistem Mg-B<sup>[4], [10], [11]</sup>, pembentukan fasa  $MgB_2$  terjadi pada suhu  $650 - 900^\circ C$ . Magnesium akan mengalami pelelehan pada suhu  $650^\circ C$ , dan boron pada suhu  $2300^\circ C$ . Menurut Neson Varghese, dkk<sup>[6]</sup>, pembentukan  $MgB_2$  terbaik pada suhu  $800^\circ C$ , sehingga pada percobaan ini suhu *sintering* yang digunakan adalah  $800^\circ C$  yang ditahan selama 2 jam dengan kondisi atmosfer udara bebas. Artinya pada saat proses *sintering*, tungku dibiarkan terbuka dan sampel dibiarkan dingin didalam tungku sampai suhu kamar.

### Analisis difraksi sinar-x

Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-x untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Pola difraksi sinar-x sampel hasil sintesis ditunjukkan pada **Gambar 2**.



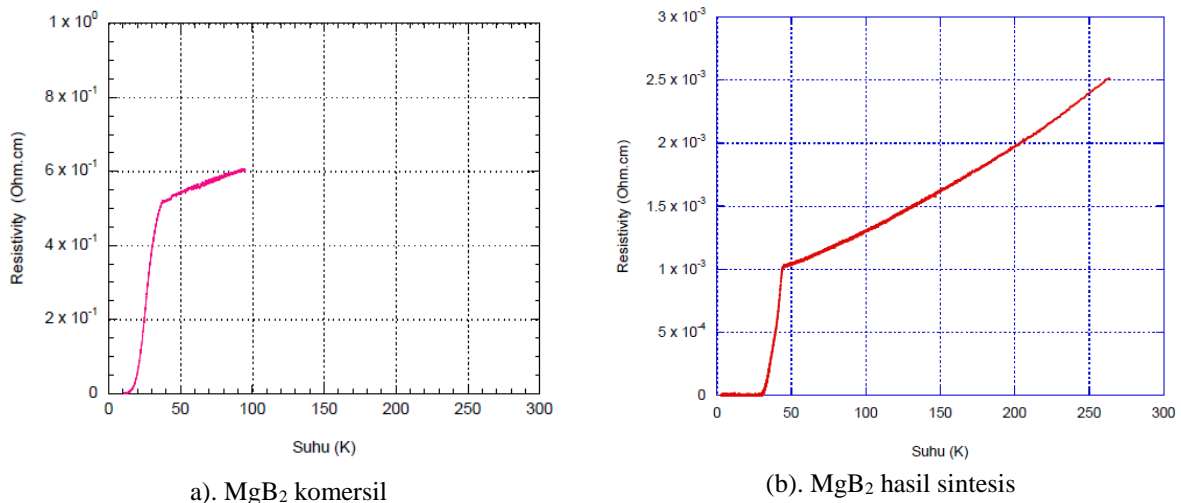
**Gambar 2.** Pola difraksi sinar-x  $MgB_2$  komersil dan hasil sintesis

**Gambar 2** memperlihatkan bahwa fasa  $MgB_2$  telah terbentuk. Hal ini dapat dilihat dari puncak-puncak pola difraksi pada sudut 25,26; 33,40; 42,32; 51,75; 59,7; 62,17; 66,07; 70,43 dan 76,15. Fasa  $MgB_2$  ini sesuai dengan *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) PDF-2 No. 074-0982<sup>[12]</sup>. Selain fasa  $MgB_2$ , fasa-fasa

lain yang teridentifikasi adalah Mg, B dan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Meskipun puncak-puncak fasa magnesium dan boron masih terlihat tetapi puncak-puncak tertinggi milik MgB<sub>2</sub> dan sebagian milik Mg. Sehingga dapat dikatakan mayoritas fasa yang terbentuk adalah MgB<sub>2</sub>. Untuk membuktikan apakah fasa MgB<sub>2</sub> adalah fasa mayoritas yang terbentuk maka dilakukan pengujian hambatan jenis.

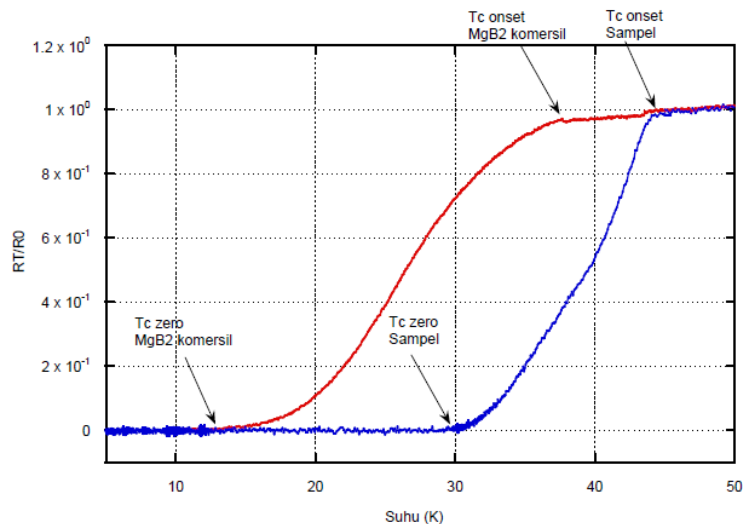
**Analisis superkonduktivitas**

Untuk mengetahui apakah sampel hasil sintesis mempunyai sifat superkonduktivitas, maka dilakukan pengujian hambatan jenis menggunakan *cryogenic magnet system*. Suatu material dapat disebut superkonduktor jika pada suhu tertentu mempunyai hambatan jenis (0) Ω.cm. Suhu dimana hambatan jenis suatu material mulai turun sampai nol inilah yang disebut suhu kritis *onset* (*T<sub>c onset</sub>*), sedangkan suhu dimana hambatan jenis sama dengan nol (0) disebut suhu kritis *zero* (*T<sub>c zero</sub>*). Kurva hambatan jenis terhadap suhu MgB<sub>2</sub> komersial dan hasil sintesis ditunjukkan pada **Gambar 3**.



**Gambar 3. Kurva hambatan jenis terhadap suhu, a). MgB<sub>2</sub><sup>[13]</sup> dan b). sampel hasil sintesis**

Kurva hambatan jenis terhadap suhu pada **Gambar 3** terlihat bahwa nilai hambatan jenis sampel MgB<sub>2</sub> hasil sintesis lebih kecil dari hambatan jenis MgB<sub>2</sub> komersial. Nilai hambatan jenis MgB<sub>2</sub> hasil sintesis sebesar 1,3x10<sup>-3</sup> Ω.cm, sedangkan MgB<sub>2</sub> komersial sebesar 6x10<sup>-1</sup> Ω.cm pada suhu 100K. Perbandingan suhu kritis antara MgB<sub>2</sub> komersial dengan MgB<sub>2</sub> hasil sintesis ditunjukkan pada **Gambar 4**.



**Gambar 4. Perbandingan kurva hambatan jenis terhadap suhu MgB<sub>2</sub> komersial<sup>[13]</sup> dan sampel hasil sintesis yang dinormalisasi**

**Gambar 4** memperlihatkan kurva hambatan jenis terhadap suhu sampel MgB<sub>2</sub> komersil dan sampel hasil sintesis yang dinormalisasi. Pada MgB<sub>2</sub> komersil nilai suhu kritis *onset* ( $T_c$  *onset*) sebesar 37,50 K dan suhu kritis *zero* ( $T_c$  *zero*) sebesar 11,45 K<sup>[13]</sup>. Sedangkan pada MgB<sub>2</sub> hasil sintesis mempunyai nilai suhu kritis *onset* ( $T_c$  *onset*) sebesar 44,23 K dan suhu kritis *zero* ( $T_c$  *zero*) sebesar 29,17 K. Selisih nilai suhu kritis onset antara MgB<sub>2</sub> komersil dengan MgB<sub>2</sub> hasil sintesis ini kemungkinan disebabkan oleh adanya fasa lain yang mempengaruhinya. Pada saat proses *sintering*, campuran bahan baku serbuk magnesium dan boron yang dimasukkan kedalam pipa *stainless steel* tipe SS304, serbuk magnesium mengalami pelelehan, sehingga magnesium berdifusi kedalam boron. Meskipun magnesium yang meleleh ini berdifusi kedalam boron, berdasarkan hasil difraksi sinar-x, magnesium dan boron masih terdapat didalam sampel MgB<sub>2</sub>. Jadi dengan demikian, kemungkinan dengan adanya magnesium dan boron yang belum bereaksi inilah yang menyebabkan naiknya nilai suhu kritis. Selain itu, hasil ini memungkinkan adanya nilai suhu kritis baru superkonduktor MgB<sub>2</sub> yang selama ini sebesar ~40K<sup>[1]-[3], [7], [13], [14]</sup>. Data suhu kritis MgB<sub>2</sub> komersil dan MgB<sub>2</sub> hasil sintesis ditunjukkan pada **Tabel 1**.

**Tabel 1. Nilai suhu kritis onset ( $T_c$  onset) dan zero ( $T_c$  zero) MgB<sub>2</sub> komersil dan hasil sintesis**

Spesimen	$T_c$ onset (K)	$T_c$ zero (K)
MgB <sub>2</sub> komersil <sup>[13]</sup>	37,50	11,45
MgB <sub>2</sub> hasil sintesis	44,23	29,17

Suhu kritis *onset* dan *zero* sampel hasil sintesis yang ditunjukkan pada **Tabel 1** menunjukkan selisih yang cukup besar dibandingkan dengan MgB<sub>2</sub> komersil. Demikian juga dengan hasil sintesis yang dilakukan oleh Neson Varghese, dkk dengan menggunakan metode dan teknik yang hampir sama. Hasil yang diperoleh Neson Varghese, dkk adalah 38,5 K<sup>[6]</sup>.

## KESIMPULAN

Sintesis superkonduktor MgB<sub>2</sub> melalui proses reaksi padat dengan teknik *powder in tube* (PIT) telah berhasil dilakukan. Berdasarkan hasil difraksi sinar-x, fasa-fasa yang terbentuk antara lain, MgB<sub>2</sub>, Mg, B dan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Meskipun masih terdapat fasa-fasa penyusun, tetapi nilai suhu kritis MgB<sub>2</sub> hasil sintesis lebih besar dari MgB<sub>2</sub> komersil. Suhu kritis MgB<sub>2</sub> hasil sintesis adalah ~44K. Kemungkinan penyebab naiknya suhu kritis MgB<sub>2</sub> hasil sintesis adalah adanya fasa lain, yaitu magnesium dan boron.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis ucapkan kepada Pemerintah Indonesia yang telah membiayai penelitian ini melalui kegiatan Penguatan Kompetensi Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI Tahun Anggaran 2016.

## REFERENSI

- [1] J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani, and J. Akimitsu, "Superconductivity at 39 K in magnesium diboride," *Lett. to Nat.*, vol. 410, no. March, pp. 2–3, 2001.
- [2] G. Fuchs, B. Holzapfel, K. H. M.Uller, and L. Schultz, "Superconductors: Basic Properties and Materials Development of MgB<sub>2</sub>," in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, vol. 41, 2006, pp. 1–6.
- [3] A. Moys, *Superconductor*. 2010.
- [4] S. Sen, D. K. Aswal, A. Singh, T. V. C. Rao, K. P. Muthe, J. C. Vyas, S. K. Gupta, and V. C. Sahni, "Preparation and Characterization of MgB<sub>2</sub> Superconductor," *BARC Newsletter*, no. 133, pp. 133–151, 2002.
- [5] N. Horzum, "Synthesis and characterization of MgB<sub>2</sub> superconducting wires," 2008.
- [6] N. Varghese, K. Vinod, A. Rao, Y. K. Kuo, and U. Syamaprasad, "Enhanced superconducting properties of bulk MgB<sub>2</sub> prepared by in situ Powder-In-Sealed-Tube method," *J. Alloys Compd.*, vol. 470, pp. 63–66, 2009.
- [7] Q. Yao, "Study of synthesis, structures and superconducting properties of magnesium diboride MgB<sub>2</sub>," 2004.
- [8] A. Yamamoto, J. Shimoyama, S. Ueda, Y. Katsura, I. Iwayama, S. Horii, and K. Kishio, "Universal relationship between crystallinity and irreversibility field of MgB<sub>2</sub>," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 1, no. 002, pp. 2–4, 2005.
- [9] Z. Ma and Y. Liu, "Sintering Process and Its Mechanism of MgB<sub>2</sub> Superconductors," in *Sintering of Ceramics - New Emerging Techniques*, 2012.
- [10] S. Kim, D. S. Stone, J. Cho, C. Jeong, C. Kang, and J. Bae, "Phase stability determination of the Mg – B binary system using the CALPHAD method and ab initio calculations," *J. Alloys Compd.*, vol. 470, pp.

- 85–89, 2009.
- [11] Z. Liu and D. G. Schlom, “Thermodynamics of the Mg – B system: Implications for the deposition of MgB<sub>2</sub> thin films,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, no. 23, pp. 3678–3680, 2001.
- [12] “求由Al, Mg, B三种元素组成的合金的晶体结构，至少含有其中两种元素:cry:,” 2016. [Online]. Available: <http://muchong.com/html/201311/6573915.html>. [Accessed: 12-Jun-2016].
- [13] S. D. Yudanto, A. Imaduddin, B. Siswayanti, and S. Herbirowo, “Analisis hambatan jenis penambahan nano SiC pada superkonduktor MgB<sub>2</sub> tanpa perlakuan panas,” in *Prosiding Seminar Material Metalurgi*, 2015, pp. 287–292.
- [14] Q. Yang, J. Sha, X. Ma, Y. Ji, and D. Yang, “Aligned single crystal MgB<sub>2</sub> nanowires,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 17, pp. 31–33, 2004.

## **Sintesis Partikel Karbon Submikron dengan Metode Kominusi Menggunakan Planetary Ball Mill**

**Wahyuaji Narottama Putra<sup>1a</sup>, Alfari Radian Wahyudya<sup>1</sup>, Sri Harjanto<sup>1b</sup>**

<sup>1</sup>Departemen Teknik Metalurgi & Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok 16424, Indonesia

[a](mailto:wahyuaji@metal.ui.ac.id)[b](mailto:harjanto@metal.ui.ac.id)

### **Abstrak**

*Dewasa ini, teknologi perangkat elektronik telah mengalami perkembangan yang sangat signifikan. Peningkatan dari sisi kecepatan dan kinerja ini dapat dicapai dengan adanya miniaturisasi dimensi perangkat. Akan tetapi, panas yang dihasilkan dapat mencapai temperatur yang cukup tinggi dan mengganggu keandalan perangkat elektronik tersebut. Sistem pendingin cair konvensional, dengan menggunakan air atau ethylene glycol, sudah tidak dapat menghilangkan panas dan menurunkan temperatur. Untuk mengatasinya, partikel nano dengan nilai konduktifitas panas yang tinggi ditambahkan ke dalam cairan, sehingga disebut nanofluida. Namun saat ini, biaya pembuatan nanofluida masih mahal dan sulit untuk fabrikasi massal. Penelitian ini memiliki fokus pada pembuatan nanofluida yang relatif lebih murah dengan menggunakan metode kominusi dengan planetary ball mill. Air terdistilasi digunakan sebagai cairan dasar, dan serbuk karbon digunakan sebagai partikel nano. Serbuk karbon tersebut perlu diproses dahulu untuk mencapai ukuran partikel submikron. Konsentrasi karbon dalam sampel divariasikan antara 1% hingga 10%. Milling dilakukan selama 15 jam dengan kecepatan 500 rpm. Particle size analyzer dilakukan untuk mengukur dimensi partikel karbon, sedangkan X-ray diffraction digunakan untuk identifikasi. Pengujian konduktifitas termal dilakukan untuk melihat perubahan karakteristik sampel. Hasil menunjukkan bahwa dimensi minimum partikel karbon adalah 347.9  $\mu\text{m}$  dengan peningkatan konduktifitas termal sebanyak 2.809% setiap peningkatan 1% karbon.*

**Kata kunci:** nanofluida, nanopartikel karbon, kominusi, planetary ball mill, konduktifitas termal

### **PENDAHULUAN**

Nanofluida adalah campuran antara partikel padat yang memiliki diameter dalam skala nanometer (1-100 nm) dengan fluida dasarnya. Partikel padat yang dicampur biasanya memiliki konduktifitas panas yang jauh lebih baik daripada cairan. Oleh sebab itu, nanofluida merupakan salah satu perkembangan teknologi yang diperhitungkan karena karena efektif sebagai fluida perpindahan panas. Tabel 1 menunjukkan konduktifitas termal dari beberapa material.

Sebagai contoh pemakaian nanofluida adalah di bidang perangkat elektronik. Saat ini banyak dijumpai peralatan-peralatan berdimensi kecil yang memiliki kemampuan luar biasa, misalnya chip komputer, memiliki ukuran sangat kecil dan mempunyai kecepatan proses luar biasa cepat. Dalam suatu aplikasi tertentu chip tersebut dapat bekerja dan menghasilkan flux kalor sebesar 200 W/cm<sup>2</sup> atau 2.000.000 W/m<sup>2</sup>, sedangkan nilai konduktifitas termal air hanya 0,613 W/mK. Oleh karena itu sistem pendinginan yang baik dan tepat dengan penggunaan nanofluida, sangatlah dibutuhkan agar kestabilan fungsi dari peralatan tersebut terjamin.

Dalam bidang manufaktur, nanofluida juga dapat memegang peranan penting. Salah satu metode untuk meningkatkan kekuatan material logam adalah dengan metode perlakuan panas. Pada perlakuan ini, logam dipanaskan dalam temperatur dan durasi tertentu, kemudian didinginkan dengan cepat untuk mendapatkan struktur mikro yang diinginkan. Proses pendinginan cepat memerlukan media dengan kemampuan transfer panas yang tinggi, sehingga nanofluida dapat menjadi kandidat yang cukup tepat untuk proses ini.

Tabel 1. Nilai Konduktifitas Termal Beberapa Material<sup>[1]</sup>

	Material	Thermal Conductivity (W/m · K) <sup>a</sup>
Metallic solids	Silver	429
	Copper	401
	Aluminum	237
Nonmetallic solids	Diamond	3300
	Carbon nanotubes	3000
	Silicon	148
	Alumina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	40
Metallic liquids	Sodium at 644 K	72.3
Nonmetallic liquids	Water	0.613
	Ethylene glycol	0.253
	Engine oil	0.145

Pembuatan nanofluida secara umumnya dilakukan dengan teknologi modern pada produksi skala kecil dan dengan biaya produksi tinggi. Mengingat pentingnya peran nanofluida ke depan, penelitian ini menitikberatkan kepada teknologi konvensional untuk produksi skala besar dengan biaya produksi lebih murah, yaitu dengan proses kominusi dengan peralatan *high-speed milling*. Salah satu peralatan tersebut adalah *planetary ball mill*. Dalam teknologi nano hal ini lazim dikenal dengan sebutan *top-down*. Pada dasarnya proses kominusi dengan menggunakan proses *planetary ball mill* diharapkan sudah dapat menghasilkan partikel skala nano pada beberapa material tertentu, untuk kemudian dicampurkan ke dalam fluida. Proses ini termasuk dalam pembuatan nanofluida secara fisika dengan proses terpisah (*two steps*)<sup>[2]</sup>.

#### METODE PENELITIAN

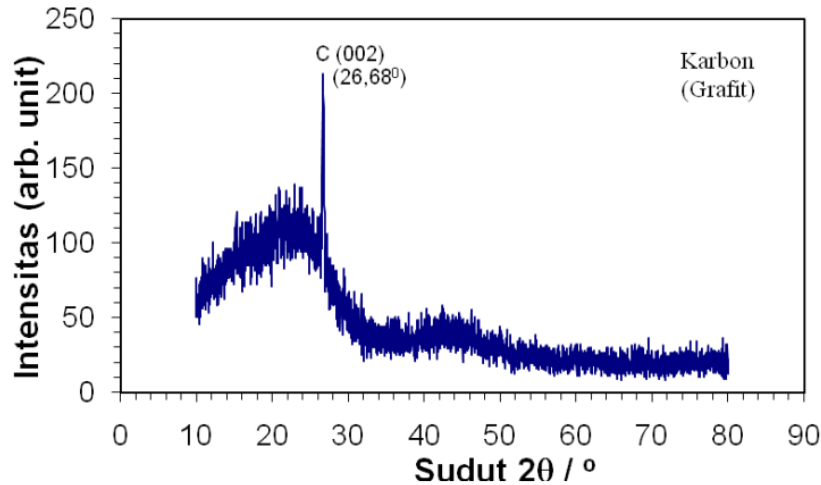
Untuk proses sintesis nanofluida, serbuk karbon dan air distilasi digunakan sebagai komponen utama pada penelitian ini. Serbuk karbon dengan ukuran awal sekitar 5 mm, dilakukan penumbukan dan pengayakan hingga didapatkan partikel berukuran kurang dari 90 µm. Partikel karbon ini memiliki massa jenis 1,8 gram/ml, sedangkan untuk air distilasi yang digunakan memiliki pH 7,0 dengan massa jenis 1 gram/ml.

Partikel karbon tersebut kemudian dilarutkan dalam air dengan konsentrasi sebesar 15% volum sebanyak 100 ml untuk proses kominusi. Durasi kominusi yang dilakukan pada penelitian ini adalah selama 30 jam dengan rasio putar dan berhenti alat adalah 1:1, sehingga total kominusi efektif adalah sekitar 15 jam. Kecepatan putar yang digunakan yaitu 500 rpm. Setelah kominusi selesai dilakukan, nanofluida tersebut diencerkan kembali menjadi beberapa variabel konsentrasi yaitu 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 8% dan 10%.

Setelah nanofluida selesai disintesis, beberapa pengujian karakterisasi dapat dilakukan. *Particle Size Analyzer* (PSA) dilakukan untuk mengetahui distribusi rata-rata dan ukuran partikel. Pengujian ini dilakukan pada partikel karbon sebelum dan sesudah milling. Untuk identifikasi partikel, dilakukan pengujian *X-ray Diffraction* (XRD) dengan sudut penembakan antara 10° - 80°. Pengukuran nilai konduktifitas termal dilakukan dengan menggunakan alat uji portable digital, untuk mengetahui perubahan nilai koefisien sampel hasil sintesis.

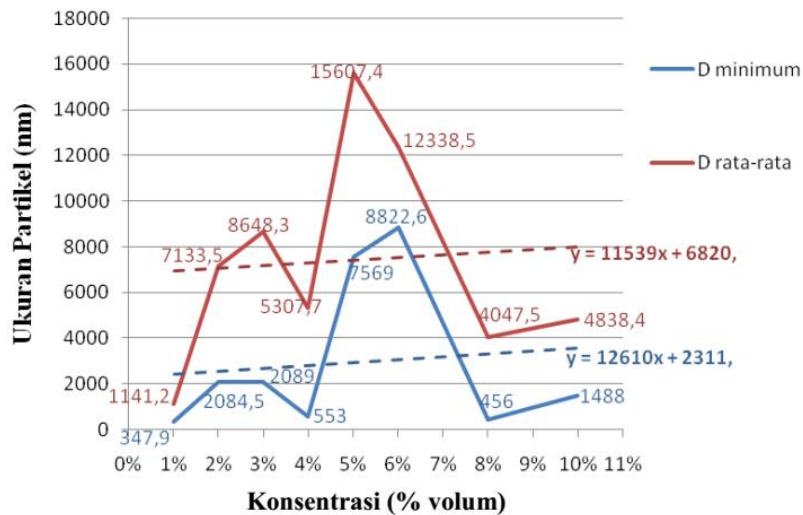
#### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan data yang didapat dari pengujian XRD pada Gambar 1, terdapat peak yang terlihat jelas pada nilai sudut 26,68°. Jika dibandingkan dengan grafik referensi PCPDF #080415, terlihat jelas bahwa peak utama juga terdapat pada sudut 26°. Hal ini menunjukkan bahwa karbon yang digunakan sebagai sampel penelitian ini adalah karbon dengan alotropi grafit.



**Gambar 1. Grafik hasil XRD menggunakan radiasi Cu. Peak terjadi pada sudut 26,68°**

Hasil pengujian PSA untuk sampel awal setelah penumbukan menunjukkan ukuran partikel karbon sebelum pelarutan memiliki dimensi terkecil sebesar 302 nm, dengan rata-rata dimensi sekitar 1,2 μm. Setelah partikel tersebut dilarutkan untuk proses kominusi, data menunjukkan bahwa serbuk karbon memiliki distribusi yang cukup kasar. Hal ini dapat disebabkan oleh terjadinya aglomerasi saat pelarutan serbuk karbon menjadi system koloid. Apabila digunakan garis *trendline* sebagai kecenderungan, terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi partikel karbon dalam fluida, maka dimensi partikel akan semakin besar. Gambar 2 menunjukkan fenomena tersebut. Peningkatan kecenderungan ini terjadi karena pekatnya sistem koloid membuat aglomerasi semakin rentan terjadi mengingat penelitian ini tidak menggunakan stabiliser sistem koloid. Dari keseluruhan variable konsentrasi, diameter minimum partikel tidak ada yang lebih kecil dari sampel awal dan tidak mencapai target awal penelitian, yaitu di bawah 100 nm. Dimensi rata-rata partikel masih dalam kisaran 1,1 – 15,6 μm, sedangkan dimensi minimum partikel berada pada angka 347,9 μm atau dapat dianggap sebagai partikel submikron.

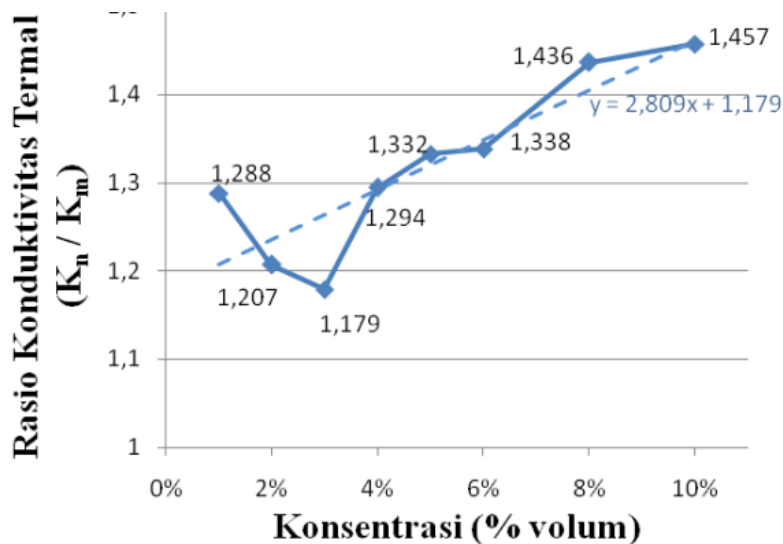


**Gambar 2. Grafik hubungan antara diameter partikel dengan konsentrasi sampel. Garis putus-putus menunjukkan trendline peningkatan dimensi partikel terhadap konsentrasi.**

Pengukuran konduktifitas dilakukan untuk mengukur peningkatan koefisien termal yang terjadi pada masing-masing sistem koloid yang memiliki konsentrasi karbon berbeda. Pengukuran dilakukan tiga kali kemudian dirata-rata untuk memperkecil penyimpangan data selama pengukuran. Adanya partikel padat dalam fluida dalam sistem koloid akan meningkatkan koefisien konduktifitas termal. Pada Gambar 3, terlihat adanya anomali konduktifitas termal pada sampel dengan variasi konsentrasi karbon sebesar 1% - 3%. Ini disebabkan oleh konsentrasi aktual partikel yang terdispersi tidak terukur secara tepat sehingga menyebabkan asumsi awal terhadap peningkatan



konduktifitas termal tidak sesuai. Grafik rasio konduktifitas termal beranjak naik secara bertahap dari variabel 4% sampai 10%. Hal ini sesuai literatur<sup>[3]</sup> dimana konduktifitas termal meningkat seiring konsentrasi partikel solid terdispersi. Jika ditarik garis *trendline* sebagai kecenderungan, maka dapat terlihat peningkatan konduktifitas termal terhadap peningkatan konsentrasi partikel karbon. Persamaan garis dari *trendline* adalah  $y = 2,809x + 1,179$ . Ini berarti peningkatan konduktifitas termal sebesar kurang lebih 2,809% terhadap peningkatan 1% partikel karbon dalam air.



Gambar 3. Grafik hubungan antara rasio konduktifitas termal dengan konsentrasi sampel. Garis putus-putus menunjukkan *trendline* peningkatan rasio konduktifitas termal terhadap konsentrasi.

Akan tetapi ada hal yang perlu diingat dari pengukuran konduktifitas termal ini. Setiap kehadiran partikel padat dalam fluida pada sistem koloid akan meningkatkan konduktifitas termal sistem, terlepas dari berapa ukuran partikel padat tersebut. Jika dilihat dari analisa ukuran partikel dari uji PSA, maka terlihat tidak adanya partikel <100 nm pada masing-masing variabel. Artinya kenaikan konduktifitas termal sistem koloid pada sampel ini disebabkan bukan oleh partikel skala nano, melainkan partikel skala mikron dan submikron.

Partikel dengan ukuran mikron sebenarnya dihindari dalam aplikasi pendingin terutama pada aplikasi bidang elektronika. Dimensi partikel tersebut dianggap dapat membuat sumbatan pada saluran pendingin, dan kurang dapat menghantarkan panas karena kecilnya total luas permukaan partikel. Besarnya massa partikel mikron juga beresiko merusak dinding saluran system pendingin karena adanya gaya abrasi<sup>[4]</sup>. Namun secara umum penelitian ini dapat menunjukkan bahwa partikel karbon dapat digunakan untuk meningkatkan konduktifitas termal dari nanofluida.

## KESIMPULAN

Dari hasil karakterisasi dalam penelitian ini, dapat diketahui bahwa pembuatan partikel nano belum dapat dicapai secara maksimal dengan menggunakan metode kominusi. Kominusi partikel karbon dalam air dengan alat *planetary ball mill* pada kecepatan 500 rpm dan durasi 30 jam, hanya mampu menghasilkan partikel karbon ukuran 347,9 nm, belum sampai pada skala nano (1 – 100 nm) sehingga masih masuk dalam kategori partikel submikron. Aglomerasi partikel juga menjadi masalah dalam sintesis nanofluida. Dispersi dan kompatibilitas sistem koloid karbon dan air tanpa adanya penambahan aditif dan kontrol pH, terlihat kurang baik secara visual karena terdapat banyak endapan pada konsentrasi karbon 1% - 10% terhadap volum air. Konduktifitas termal sistem koloid karbon dan air mengalami peningkatan sebesar kurang lebih 2,809% untuk setiap peningkatan kadar karbon sebesar 1%, berdasar garis *trendline* yang ditarik pada grafik rasio peningkatan konduktifitas termal. Secara garis besar, sistem koloid karbon dan air hasil proses kominusi 30 jam yang dilakukan pada penelitian ini masih belum dapat dikategorikan sebagai nanofluida.

## REFERENSI

- [1]. Stephen U.S. Choi. (1999). *"Nanofluid Technology: Current Status and Future Research"*. Energy Systems Division, Argonne National Laboratory. USA.
- [2]. W. Yu, D.M. France, S.U.S. Choi, and J.L. Routbort. (2007). *"Review and Assessment of Nanofluid Technology for Transportation and Other Applications"*. Energy Systems Division, Argonne National Laboratory. USA.
- [3]. Wang X, Xu X, Choi SUS. (1999) *"Thermal Conductivity of Nanoparticle-Fluid Mixture"*. J Therm Phys Heat Transfer 13:474-80. Argonne National Laboratory. USA
- [4]. Lingjie J. Guo, Xing Cheng. (2003). *"Method of Forming Nanofluidic Channels"*. Bloomfield Hills, MI 48303. USA

## **Pengaruh Perendaman Air Terhadap Struktur dan Sifat Kayu Ulin**

**Muhammad Iqbal Yusrian<sup>1,a</sup>, Mardiyati<sup>2</sup>, Arif Basuki<sup>3</sup>.**

<sup>1</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

[iqbal.yusrian@gmail.com](mailto:iqbal.yusrian@gmail.com)

### **Abstrak**

*Kayu merupakan material alam yang sering dipakai dalam bidang konstruksi. Kayu ulin merupakan tumbuhan endemik yang hanya tumbuh di beberapa wilayah di Indonesia. Pada penelitian ini akan dikaji pengaruh perendaman kayu ulin dalam air hingga 21 hari terhadap sifat kimia, fisika dan mekaniknya. Untuk mengetahui kandungan kimia kayu ulin dilakukan pengujian dengan metode Chesson-Datta. Dengan menggunakan metode Chesson-Datta diperoleh kandungan lignoselulosa dari kayu ulin sebelum di rendam sebagai berikut : Zat ekstraktif sebesar 25.5 %, hemiselulosa sebesar 8.3%, selulosa sebesar 47.4 %, dan lignin sebesar 18.8 %. Pada kondisi setelah direndam 7 hari kayu ulin memiliki kandungan Zat ekstraktif sebesar 17.78 %, hemiselulosa sebesar 9.26 %, selulosa sebesar 52.41%, dan lignin sebesar 20.55 %. Untuk mengetahui sifat fisik kayu ulin dilakukan pengujian densitas, dan diperoleh densitas kayu ulin sebesar 0.93 g/cm<sup>3</sup>. Untuk mengetahui kekuatan mekanik dari kayu ulin ini dilakukan uji tekan kering dan uji tekan basah sejajar dan tegak lurus serat. Nilai kuat tekan tertinggi diperoleh untuk spesimen kayu ulin yang direndam 10 hari sebesar 36.23 Mpa untuk kuat tekan sejajar arah serat sedangkan untuk kuat tekan tegak lurus serat sebesar 40.37 Mpa. Pada analisis struktur mikro kayu ulin didapatkan ukuran dinding sel dari kayu ulin berkurang. Hal tersebut menunjukkan bahwa kerapatan antar serat selulosa yang terdapat pada dinding sel semakin rapat sehingga mempengaruhi kekuatan mekanik kayu ulin.*

**Kata Kunci :** analisis struktur mikro, Chesson-Datta, kayu ulin, uji tekan kering, uji tekan basah

### **PENDAHULUAN**

Kayu merupakan salah satu material yang sudah sangat lama digunakan dalam dunia engineering. Balai Penelitian Hutan menyebutkan bahwa hutan Indonesia memiliki sekitar 4000 jenis kayu dan 400 diantaranya merupakan jenis yang penting untuk Indonesia [1]. Kayu sendiri memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan material lain, salah satunya kayu bersifat *biodegradable*, sehingga sudah selayaknya kayu dapat dimanfaatkan dan dikembangkan dengan sangat efektif di Indonesia. Akan tetapi, penelitian mengenai hubungan struktur dan sifat kayu di Indonesia terutama sifat mekanik sendiri masih jarang dilakukan, sehingga wawasan keilmuan material kayu belum berkembang dengan baik.

Kayu sudah digunakan sejak lama dengan berbagai aplikasi. Kayu biasa digunakan untuk konstruksi bangunan dan pembuatan jembatan. Untuk penggunaan kayu dengan aplikasi tertentu diperlukan sifat kayu yang sesuai agar dapat digunakan dengan optimal. Sifat kayu sangat ditentukan oleh struktur yang dimiliki oleh kayu tersebut. Oleh karena itu diharapkan di masa yang akan datang, penggunaan kayu dapat di maksimalkan sesuai dengan sifat dan karakteristik kayu yang di butuhkan, sehingga dapat menunjang pembangunan di Indonesia dengan optimal. Untuk mengetahui sifat kayu, diperlukan penelitian mengenai struktur dan morfologi dari kayu tersebut, karena struktur dan morfologi suatu kayu akan mempengaruhi sifat dari suatu kayu.

Kayu ulin merupakan salah satu kayu khas Indonesia. Kayu ini juga memiliki keunikan tersendiri di banding kayu lainnya antara lain yaitu kayu ini tahan rayap, dan tahan terhadap cuaca ekstrim. Sebagai contoh,

kayu lainnya pada umumnya akan mengalami penurunan kualitas ketika diberikan air[2], lain halnya dibandingkan dengan kayu ulin. Kayu ulin akan mengalami peningkatan sifat mekanik ketika terkena air. Pada komunitas pengguna kayu ulin Indonesia terdapat tradisi melakukan perendaman kayu ulin dalam air hingga tujuh hari untuk mendapatkan kualitas kayu ulin yang lebih baik, tanpa ada penjelasan ilmiah yang mendukung perendaman tersebut selain kebiasaan yang diturunkan dari satu generasi ke generasi berikutnya. Oleh karena itu pada penelitian ini dilakukan kajian efek perendaman kayu ulin dalam air terhadap sifat kimia, fisika dan mekaniknya agar kayu ulin dapat dimanfaatkan lebih optimal.

## **METODE**

### **Chesson-Datta**

Karakterisasi Chesson-Datta dilakukan menggunakan prinsip melarutkan komponen kayu, sehingga dihitung perbedaan massa setelah dan sebelum dilarutkan.

### **FTIR**

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia dan struktur rantai yang ada pada kayu ulin. Karakterisasi ini dilakukan di Jurusan Kimia, FMIPA Institut Teknologi Bandung dengan menggunakan alat FTIR Prestige 21 Shimadzu buatan Jepang.

### **Uji Densitas**

Pengukuran densitas didapat dengan menggunakan spesimen berukuran kecil. Spesimen tersebut dipanaskan dengan temperatur 130° C kemudian sampel ditimbang, hal tersebut dilakukan berkali kali hingga spesimen kayu massanya konstan. Kemudian spesimen tersebut diukur volumenya. Perhitungan densitas menggunakan tiga spesimen yang mewakili ujung atas dan bawah arah longitudinal dari setiap kayu.

### **Uji Kembang Susut**

Pengukuran kembang susut suatu kayu dapat menggunakan spesimen yang kecil dengan ukuran 2.5 x 2.5 x 5 mm. Spesimen tersebut di panaskan kemudian di timbang, lalu diukur ukuran arah radial dan ukuran arah tangensial dari kayu tersebut. Kemudian kayu di rendam di dalam air dan diukur setiap harinya pertambahan massa, ketebalan radial dan ketebalan tangensial hingga tidak bertambah lagi, lalu di lihat pertambahannya sehingga akan di dapat kembang maximal suatu kayu dari keadaan kering hingga keadaan jenuh kayu tersebut.

### **Uji Tekan**

Pengujian tekan ini dilakukan pada kayu dengan menggunakan standard ASTM D-143 dan SNI 03-3958-1995. Pengujian ini dilakukan di lab Metalurgi dan Material Prodi Teknik Material ITB dengan menggunakan alat Tarno Grocki.

### **Analisis Struktur Mikro**

Pengamatan struktur mikro dilakukan untuk menentukan ukuran dinding sel pada setiap kayu. Tahapan proses yang dilakukan pada karakterisasi struktur mikro kayu hampir sama dengan proses metallografi tetapi ada perbedaan pada bagian polishing.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **1. Chesson-Datta**

Karakterisasi Chesson-Datta dilakukan untuk mengetahui kandungan lignoselulosa pada kayu ulin. Data yang di dapat dengan metode Chesson-Datta dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. Kandungan lignoselulosa kayu ulin**

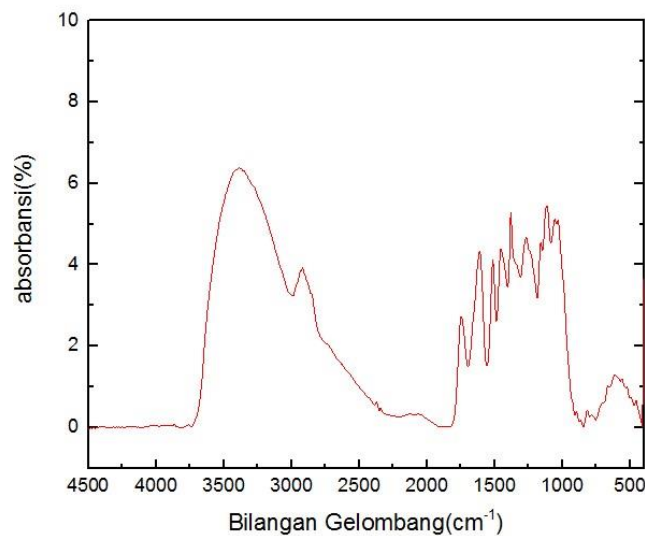
	Sebelum Perendaman	Setelah Perendaman	Literatur Hardwood
Ekstraktif (%)	27.7	17.78	45 ± 2

Hemiselulosa (%)	7.75	9.16	30 ± 5
Selulosa (%)	45.2	52.31	20 ± 4
Lignin (%)	19.4	20.75	5 ± 4

Nilai kandungan selulosa yang terdapat pada kayu ulin hampir sama dengan kandungan selulosa yang terdapat pada kayu hardwood, akan tetapi kandungan ekstraktif yang ada pada kayu ulin jauh lebih besar dari kandungan ekstraktif pada kayu hardwood yang terdapat pada literatur. Dari data tersebut dapat terlihat perbedaan jumlah kandungan zat ekstraktif dan kandungan hemiselulosa yang berbeda jauh. Hal ini dapat disebabkan oleh perbedaan jenis kayu, atau kayu ulin ini memiliki kandungan yang unik dibandingkan dengan kayu hardwood biasanya.

## 2. FTIR

Analisis FTIR kayu ulin dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi kandungan lignoselulosa yang terdapat dalam kayu ulin. Gambar 1 menunjukkan spektra yang diperoleh dari pengukuran FTIR kayu ulin.



**Gambar 1. Hasil FTIR kayu ulin**

Tabel 2 menunjukkan puncak yang terdapat pada kayu ulin hasil pengujian FTIR.

**Tabel 2. Puncak FTIR**

Bilangan Gelombang Literatur (cm <sup>-1</sup> )	Peak (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi
897	897	Selulosa
1025-1035	1032	C-O-C
1140-1165	1161	<i>Guaicyl Lignin</i> and C-O
1400-1450	1452	C-H bend
1500-1515	1514	Rantai Aromatik
1550-1700	1612	<i>conjugated</i> C=O and C=C
1720-1750	1748	Grup asetil
2850-2970	2918	C-H stretch <i>alaknes</i>
3200-3550	3391	O-H

Dari Tabel 2 dapat disimpulkan bahwa kayu ulin termasuk dalam golongan hardwood karena memiliki gugus *guaicyl lignin* di dalamnya. Di dalam kayu ulin juga terdapat kandungan lignoselulosa pada rentang bilangan gelombang 800-1800 cm<sup>-1</sup>. Menurut literature[3], pada panjang gelombang 897 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya kandungan selulosa. Pada panjang gelombang 1514 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya ikatan *stretch* C=C cincin aromatic lignin. Pada panjang gelombang 1748 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya grup asetil yang menandakan adanya kandungan hemiselulosa.

### 3. Uji Densitas

Tabel 3 menunjukkan hasil pengujian densitas kayu ulin.

**Tabel 3. Data Densitas Kayu Ulin**

SAMPEL	VOLUM (cm <sup>3</sup> )	BERAT (g)	DENSITAS (g/cm <sup>3</sup> )
1	13.16	12.31	0.94
2	13.65	12.57	0.92
Rata Rata			0.93

Berdasarkan literatur kayu ulin memiliki berat jenis antara 0,88 sampai 1,19 kg/m<sup>3</sup> [1]. Hasil pengukuran densitas pada penelitian ini menunjukkan bahwa densitas kayu ulin tersebut masih sesuai dengan yang terdapat pada literatur. Densitas suatu kayu berbanding lurus dengan kekuatannya. Hal ini disebabkan oleh panjang serat yang terdapat pada kayu. Semakin panjang rantai polimer, semakin mudah dan kuat untuk membuat ikatan rantai satu dengan lainnya. Dengan kata lain ketika rantai polimer semakin panjang maka kayu akan memiliki sifat semakin kuat. Semakin meningkatnya densitas maka semakin sedikit cabang polimer yang terdapat dalam kayu sehingga menyebabkan jumlah *free volume* semakin sedikit. Selain itu densitas yang tinggi menunjukkan ketebalan dinding sel yang lebih besar, hal ini dapat meningkatkan kekuatan karena serat utama yang memberikan kekuatan pada kayu terdapat pada dinding sel.

### 4. Uji Kembang Susut

Persentase penambahan volume kayu ulin dapat dipaparkan pada Tabel 4.

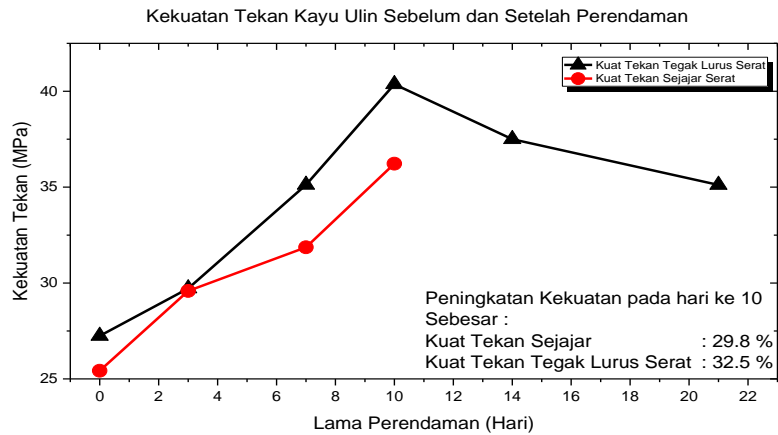
**Tabel 4. Data persentase penambahan volume kayu ulin**

	Ulin	Literatur
	(%)	(%)
Tangensial	6.25	4.2
Radial	3.85	8.3
Weight	7.13	-

Dapat terlihat dari data Tabel 4 menunjukkan penambahan volume yang terjadi ketika kayu direndam dalam air. Hal ini disebabkan oleh adanya air yang masuk ke dalam sel kayu. Ketika kayu menyerap air, sebagian dari air itu akan terikat dengan sel yang terdapat dalam kayu. Pertambahan panjang pada arah tangensial dan radial dari kayu ulin tersebut masih sesuai dengan literatur [1] yang dapat mencapai 4.2 % arah radial dan 8.3% pada arah tangensial. Hal ini terjadi karena kayu ulin sudah mencapai masa jenuhnya, dimana semua pori pada kayu ulin sudah terisi oleh air. Perbedaan penambahan volume ini terjadi karena perbedaan arah sel yang variatif yang mengakibatkan kayu akan memiliki sifat anisotropi.

### 5. Uji Tekan

Pengujian tekan dilakukan pada dua arah, yaitu pengujian tekan searah serat dan pengujian tekan tegak lurus arah serat yang dilakukan setelah proses perendaman dalam air dalam jangka waktu yang berbeda beda.

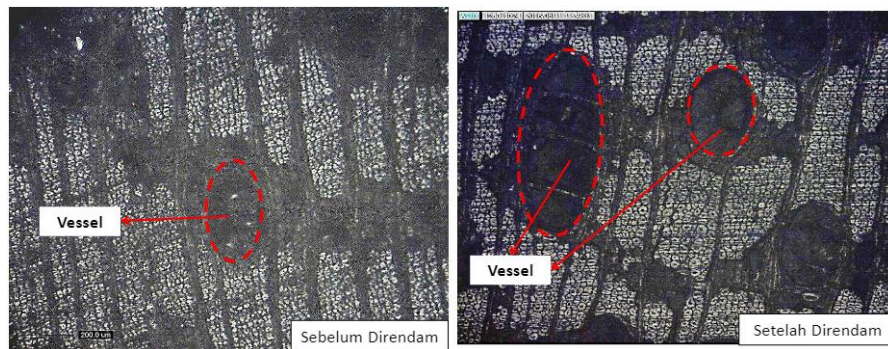


**Gambar 2. Kekuatan tekan kayu ulin**

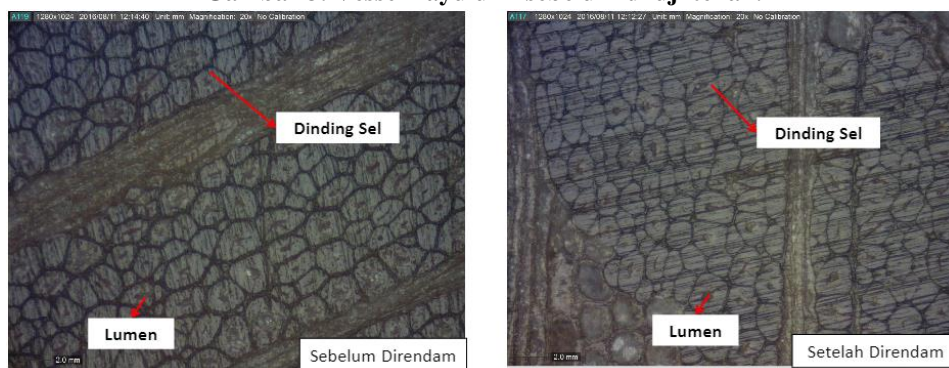
Seperti yang dapat dilihat dari gambar 2, pada kayu ulin cenderung terjadi pertambahan kekuatan kayu yang telah direndam dalam air pada jangka waktu 21 hari yang melebihi kekuatan kayu ketika keadaan kering. Hal ini diduga karena adanya perubahan ukuran dinding sel yang akan dijelaskan pada analisis struktur mikro. Hal tersebut disebabkan karena di dalam dinding sel terdapat lignoselulosa, dimana lignoselulosa tersebut mengandung selulosa yang memberikan kontribusi kekuatan pada kayu. Dapat diduga apabila ukuran dinding sel berubah maka akan mengakibatkan kekuatan dari kayu berubah juga. Selain itu terdapat perbedaan kekuatan yang diterima oleh kayu dalam keadaan sejajar dan tegak lurus serat. Hasil pengujian menunjukkan bahwa kekuatan kayu pada kondisi tegak lurus serat memiliki kekuatan yang lebih tinggi, hal ini dapat disebabkan oleh adanya lingkaran tahun yang ada pada kayu. Ketika kayu diberikan pembebanan dengan orientasi lingkaran tahun  $90^\circ$  akan memiliki kekuatan yang lebih baik dibandingkan dengan kekuatan kayu ketika diberikan pembebanan pada orientasi lingkaran tahun  $45^\circ$  dan  $0^\circ$ . Oleh karena itu kekuatan kayu ketika diberikan pembebanan dengan orientasi lingkaran tahun  $90^\circ$  dapat memiliki kekuatan yang sangat tinggi. Karena pada lingkaran tahun biasanya memiliki dinding sel yang lebih rapat sehingga dapat menahan beban lebih kuat dibandingkan dengan daerah lainnya dalam kayu.

### 6. Analisis Struktur Mikro

Struktur mikro dari kayu ulin sebelum dilakukan uji tekan dapat dilihat pada Gambar 4 dan Gambar 5.



**Gambar 3. Vessel kayu ulin sebelum di uji tekan.**



**Gambar 4. Dinding sel dan lumen kayu ulin sebelum di uji tekan.**

Setelah dilakukan perhitungan ketebalan sel, didapatkan hasil seperti terlihat pada Tabel 5.

**Tabel 5. Data ketebalan sel dalam kayu ulin**

Sebelum Ditekan			Setelah Ditekan		
	Perendaman			Perendaman	
	0 hari ( $\mu\text{m}$ )	7 hari ( $\mu\text{m}$ )		0 hari ( $\mu\text{m}$ )	7 hari ( $\mu\text{m}$ )
Dinding Sel	13.26 $\pm$ 2.61	12.30 $\pm$ 2.43	Dinding Sel	8.81 $\pm$ 2.36	7.92 $\pm$ 2.33
Lumen	8.05 $\pm$ 3.48	15.65 $\pm$ 3.41	Lumen	10.66 $\pm$ 3.56	19.77 $\pm$ 3.64
Vessels	242.45 $\pm$ 76.53	247.71 $\pm$ 74.51	Vessels	Rusak	

Setelah melakukan sampling pada 10 ketebalan dinding sel, terjadi penurunan ketebalan dinding sel sebanyak  $\pm$  10%. Seperti yang di jelaskan pada penjelasan sebelumnya bahwa kayu ulin sendiri mengalami penambahan volume maximal ketika di rendam dengan air pada hari ke 3 sebanyak 3.8%. Akan tetapi pada penelitian ini terdapat penurunan ketebalan hingga  $\pm$  10%. Hal ini disebabkan oleh ukuran lumen yang bertambah besar dan menekan dinding sel sehingga kerapatan dinding sel meningkat. Hal ini diduga dapat terjadi karena zat ekstraktif yang terdapat pada dinding sel terlarut dalam air ketika dilakukan perendaman sehingga dinding sel yang ditinggalkan oleh zat ekstraktif dapat ditekan oleh lumen yang mengakibatkan kerapatan dari dinding sel tersebut meningkat. Ukuran Lumen yang bertambah besar di sebabkan oleh air yang diserap oleh kayu, maka lumen harus mengikat air sampai batas maximal yang mengakibatkan ukuran lumen bertambah besar. Sehingga mengakibatkan kekuatan tekan kayu ulin bertambah.

#### **KESIMPULAN**

Dari hasil Chesson-Datta, kandungan zat ekstraktif dalam kayu ulin mengalami penurunan yang diduga merupakan salah satu komponen yang memberikan kekuatan pada kayu ulin. Setelah dilakukan pengujian tekan didapatkan kekuatan tekan kayu ulin meningkat dengan kekuatan sebesar 40.37 MPa untuk tegak lurus serat (10 hari) dan 36.23 MPa untuk tegak lurus serat (10 hari). Dari hasil analisis struktur mikro didapatkan ukuran dinding sel mengalami penurunan setelah dilakukan perendaman, dimana diakibatkan oleh keluarnya zat ekstraktif dalam dinding sel yang mengakibatkan peningkatan kekuatan pada kayu ulin.

#### **REFERENSI**

- [1] A. Martawijaya, Atlas Kayu Indonesia Jilid 1, Bogor: Departemen Kehutanan , 2005.
- [2] O. J.M.Dinwoodie, Timber Its Nature and Behaviour, 29 West 35th Street, New York: Taylor & Francis e-Library, 2004.
- [3] D. D. B. H. Mizi fan, "Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres," in *Fourier Transform - Materials Analysis*, Shanghai, InTech, 2012.



## **Pembuatan Kertas dari Limbah Kulit Jagung dan Karakterisasinya**

**Mardiyati<sup>1, a</sup>, Fathimah Azzahro<sup>2</sup>, Steven<sup>3</sup>, Arif Basuki<sup>4</sup>**

<sup>1,2,3,4</sup>Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Insitut Teknologi Bandung, Jalan Ganesha no.10, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>Mardiyati@material.itb.ac.id

### **Abstrak**

*Permintaan kertas dunia diprediksi akan meningkat sebesar 2,1% setiap tahunnya. Hingga saat ini 90% bahan baku kertas masih menggunakan 40% kayu hasil hutan dunia, sehingga luas hutan dunia terus mengalami penurunan. Indonesia merupakan negara dengan laju pengurangan hutan tertinggi di dunia dengan 840.000 ribu hektar hutan berkurang setiap tahunnya. Salah satu solusi potensial terhadap permasalahan tersebut adalah dengan memanfaatkan limbah kulit jagung sebagai bahan baku kertas. Dalam penelitian ini, telah dilakukan pembuatan kertas dari ekstrak selulosa limbah kulit jagung yang diberikan perlakuan alkali (NaOH 5%, 2 jam) dan hidrolisis (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.2M, 2 jam), kemudian dicampurkan pati, gliserol, dan variasi jumlah PVA. Sampel kertas kulit jagung diuji densitas, uji tulis garis, serta dilakukan pengujian tarik dan kemudian dibandingkan dengan kertas buram dan HVS komersial. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kertas dapat dibuat dari limbah kulit jagung dengan densitas kertas sebesar 0.51-0.55 gr/cm<sup>3</sup>. Densitas kertas kulit jagung lebih mendekati densitas kertas buram (0.51 gr/cm<sup>3</sup>) daripada densitas kertas HVS (0.76 gr/cm<sup>3</sup>). Hasil pengujian sifat tulis garis (difusifitas tinta) menunjukkan bahwa difusifitas tinta kertas kulit jagung lebih mendekati kertas buram dengan selisih lebar tinta 2.14% lebih besar. Hasil pengujian tarik kertas kulit jagung yang diperoleh lebih rendah daripada kertas buram dan HVS yakni 5.56-8.1 MPa.*

**Kata kunci:** Densitas, kekuatan tarik, kertas, kulit jagung, uji tulis

### **PENDAHULUAN**

Konsumsi kertas dunia mencapai 300 juta ton setiap tahunnya<sup>[1]</sup>. Jumlah tersebut akan terus naik seiring dengan naiknya permintaan kertas yang mencapai 2.1% setiap tahunnya. Pada tahun 2020, diperkirakan permintaan kertas akan mencapai hingga 490 juta ton<sup>[2]</sup>. Saat ini, industri kertas masih bergantung pada 40% hasil hutan untuk memenuhi kebutuhan bahan bakunya. Setiap produksi 1 ton kertas akan membutuhkan 2 - 4 ton pohon sebagai bahan baku pembuatan kertas<sup>[3]</sup>. Disisi lain, luas hutan dunia terus berkurang, yakni sekitar 5,2 juta hektar setiap tahunnya. Indonesia merupakan negara dengan laju pengurangan hutan tertinggi di dunia yaitu mencapai 840.000 hektar pertahun<sup>[4]</sup>. Laju penghijauan kembali lahan hutan membutuhkan waktu cukup panjang, yang membuat industri kertas harus segera menemukan alternatif bahan baku untuk produksi kertas. Pada penelitian ini, akan dilakukan pembuatan kertas dari limbah kulit jagung dengan cara ekstraksi serat selulosa kulit jagung dengan perlakuan alkali (NaOH 5%, 2 jam) dan hidrolisis (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,2 M, 2 jam) untuk mendapatkan bubur kertas. Kertas dibuat dengan mencampurkan bubur kertas kulit jagung dengan pati, PVA dan gliserol, dengan komposisi PVA yang divariasikan. Produk kertas berbahan dasar kulit jagung yang dihasilkan kemudian dilakukan uji densitas, kemampuan tulis, serta kekuatan tariknya dan dibandingkan dengan hasil pengujian kertas buram dan HVS komersial.

### **METODE**

#### **Bahan**

Kulit jagung diperoleh dari Kabupaten Lembang, Bandung. NaOH dan asam sulfat yang digunakan diperoleh dari PT. Pudak, Bandung. PVA dan Gliserol diperoleh dari Bratachem, Bandung. Aqua dm diperoleh dari Program

Studi Kimia ITB.

### **Metoda Penelitian**

Pada subbab berikut akan dipaparkan metoda penelitian yang meliputi proses delignifikasi, hidrolisis, serta pembuatan kertas dari kulit jagung.

#### **Delignifikasi**

Kulit jagung dicuci bersih menggunakan air, kemudian dikeringkan, dipotong 3cm dan dimasukkan ke dalam larutan NaOH 5% pada temperatur 100°C selama 2 jam. Larutan NaOH dan Kulit Jagung didinginkan, kemudian disaring dan dibilas dengan Aqua dm.

#### **Hidrolisis**

Kulit jagung yang telah dihilangkan ligninnya dimasukkan kedalam larutan  $H_2SO_4$  0.2 M dan dipanaskan selama 2 jam. Larutan  $H_2SO_4$  dan kulit jagung didinginkan, kemudian disaring dan dibilas dengan Aqua dm. Bubur kulit jagung dikeringkan selama 24 jam.

#### **Pembuatan Kertas Kulit Jagung**

Bubur kulit jagung kering sebanyak 9 gr ditimbang, dicampur dengan Aqua dm sebanyak 150 gr kemudian diblender (a). Pati sebanyak 6 gr ditimbang dan dilarutkan ke dalam 50 gr Aqua dm (b). Aqua dm, gliserol dan PVA dgn berbagai komposisi dicampurkan (PVA1=5,2% w/w; PVA3=14,3% w/w; PVA5=21,7% w/w), kemudian dipanaskan hingga mencapai temperatur 86°C dengan kecepatan pengadukan 1000 rpm (c). Bubur kulit jagung (a) dan larutan pati (b) dicampurkan ke larutan (c) pada temperatur 86°C. *Screen* sablon dilapisi kain dan dibasahi dengan air. Campuran bubur kertas dituangkan kedalam *screen* sablon, ditunggu selama 5 menit. *Screen* sablon dimasukkan ke dalam kotak pengering selama 24 jam, kemudian kertas diambil dari kain.

### **Pengujian**

Pada subbab ini akan dijelaskan mengenai metoda pengujian yang dilakukan, yakni pengujian densitas kertas, pengujian tulis dan pengujian tarik.

#### **Uji Densitas**

Pengujian densitas dilakukan untuk mengetahui jumlah massa permeter kubik. Sampel uji ditimbang massanya dan diukur dimensinya, yakni meliputi panjang, lebar dan tebal menggunakan jangka sorong dan densitas dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$D = m / V \tag{1}$$

D = densitas sampel kertas (gr/m<sup>3</sup>)

m = massa sampel kertas (gr)

V = volume sampel kertas (cm<sup>3</sup>)

#### **Pengujian Tulis**

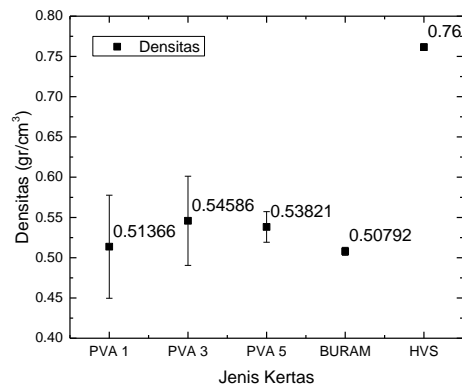
Pengujian tulis dilakukan untuk mengetahui kemampuan tulis kertas dengan melihat besar diameter tinta tulis. Pengukuran kualitas tulis dilihat dari besar diameter garis tinta. Garis dibuat menggunakan pena "Calligraphy 0.3". Pengukuran diameter garis dilakukan dengan Mikroskop Stereo di Laboratorium Metalurgi & Teknik Material FTMD ITB dengan perbesaran lensa objektif 6.4x menggunakan *software* DINO-capture.

#### **Pengujian Tarik**

Pengujian tarik dilakukan dengan mengacu pada ASTM D 828-97 dengan penyesuaian ukuran sampel dan kecepatan penarikan. Pengujian tarik dilakukan dengan menggunakan mesin uji tarik Tensilon RTF 1310 di Laboratorium Teknik Produksi Teknik Mesin FTMD ITB. Beban maksimum alat uji tarik adalah 1000 N dan kecepatan penarikan yang digunakan adalah sebesar 12.7 mm/menit. Sampel pengujian tarik memiliki dimensi 12.7 cm x 1.27 cm dan *gauge length* (jarak antar grip) sepanjang 9 cm.

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Densitas adalah sifat paling penting dalam kertas, karena densitas berkaitan dengan porositas, kekakuan, kekerasan, dan kekuatan kertas [5]. Hasil pengujian densitas kertas kulit jagung dengan variasi jumlah PVA dan dibandingkan dengan kertas buram dan HVS komersial dapat dilihat pada **Gambar 1**.



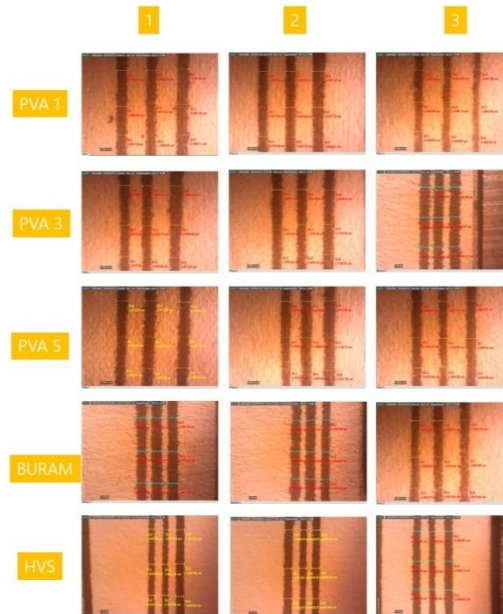
**Gambar 1.** Data hasil pengujian densitas kertas kulit jagung, buram, dan HVS

Perbedaan jumlah PVA pada kertas kulit jagung tidak berpengaruh secara signifikan terhadap densitas kertas. Nilai densitas kertas kulit jagung mendekati nilai densitas kertas buram, dan jauh lebih rendah dibandingkan densitas kertas HVS. Dalam literatur<sup>[5]</sup> dinyatakan bahwa densitas ditentukan oleh banyaknya ikatan antar serat, material pengisi void pada kertas dan adanya proses *wet-pressing* yang dilakukan selama pemrosesan yang dapat mengurangi volume void pada kertas. Semakin banyak jumlah serat dalam 1 cm<sup>3</sup> maka akan semakin banyak kemungkinan terjadinya ikatan antar serat dan semakin sedikit void yang dihasilkan. Proses *wet-pressing* dalam industri kertas yang dialami oleh kertas buram dan HVS, memberikan penekanan pada bubur kertas dalam cetakan sehingga kerapatan antar serat meningkat, dan jumlah void berkurang, sehingga densitas menjadi lebih tinggi. Hal ini sesuai dengan hasil pengukuran kerapatan serat yang menunjukkan bahwa kertas buram dan HVS memiliki kerapatan serat tinggi sebab diproses dalam industri dan menggunakan *wet-pressing*. Hasil perhitungan kerapatan serat untuk masing-masing jenis kertas menggunakan aplikasi *Lince Grain Size* ditunjukkan oleh **Tabel 1**. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa kerapatan serat pada kertas kulit jagung (PVA 1, PVA 3, PVA 5) lebih rendah dibandingkan dengan kerapatan serat pada kertas buram dan HVS.

**Tabel 1.** Hasil perhitungan kerapatan serat pada kertas

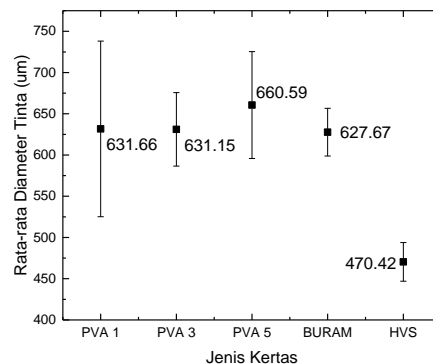
Jenis Kertas	Kerapatan serat (%)
PVA 1	26.24
PVA 3	25.09
PVA 5	28.42
Buram	90.67
HVS	90.49

Nilai kerapatan serat kertas HVS dan Buram hampir sama namun nilai densitas kedua kertas tersebut berbeda, sebab jenis serat serta massa dari bahan penyusun yang digunakan dalam kedua kertas tersebut juga berbeda. Hasil pengujian tulis kertas dapat dilihat pada **Gambar 2**. Dari hasil pengujian tulis kertas akan dapat dilihat kemampuan tulis kertas. Kertas dengan kemampuan tulis yang baik akan memiliki difusifitas tinta yang rendah, karena akan menjaga ukuran dimensi tulis yang dilakukan saat penulisan. Semakin besar lebar/diameter garis yang terukur pada kertas hasil pengujian menunjukkan bahwa kualitas tulis kertas tersebut rendah. Sebaliknya, semakin kecil ukuran diameter garis hasil pengukuran menunjukkan bahwa kualitas tulis kertas semakin baik (seperti ditunjukkan oleh sampel HVS pada **Gambar 2**).



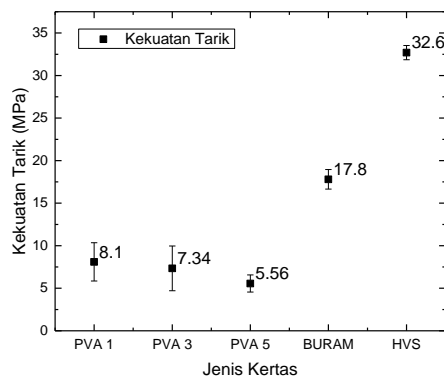
**Gambar 2.** Hasil pengujian tulis kertas kulit jagung, buram dan HVS

**Gambar 3** menunjukkan hasil pengukuran diameter tinta. Dari hasil pengujian didapatkan bahwa perbedaan kandungan PVA pada kertas kulit jagung tidak mempengaruhi besar diameter tinta pada kertas kulit jagung.



**Gambar 3.** Hasil pengukuran diameter tinta

Tinta yang digunakan dalam penelitian ini bersifat polar, sehingga dapat dengan mudah terlarut pada PVA yang bersifat polar. Jika nilai rata-rata kertas kulit jagung dibandingkan terhadap nilai diameter tinta pada kertas buram dan HVS maka diameter tinta pada kertas buram 2.1% lebih kecil dibandingkan dengan diameter kertas kulit jagung. Sedangkan diameter tinta pada kertas HVS 26.63% lebih kecil dibandingkan dengan diameter tinta pada kertas kulit jagung. Hal ini menunjukkan bahwa difusifitas tinta pada kertas kulit jagung mendekati nilai difusifitas tinta pada kertas buram dan lebih tinggi dibandingkan dengan kertas HVS. Difusifitas tinta pada kertas HVS adalah yang paling rendah artinya kemampuan tulis kertas HVS adalah yang paling baik di antara kertas-kertas dalam penelitian ini. Hasil pengujian tarik kertas dapat dilihat pada **Gambar 4**.



**Gambar 4.** Hasil pengujian tarik kertas kulit jagung, buram dan HVS

Hasil pengujian didapatkan bahwa perbedaan kandungan PVA pada kertas kulit jagung tidak mempengaruhi besar kekuatan tarik pada kertas kulit jagung secara signifikan. Nilai kekuatan tarik kertas kulit jagung lebih rendah dibandingkan kekuatan tarik kertas buram dan HVS. Seperti telah dijelaskan sebelumnya bahwa kertas HVS dan buram dibuat pada industri dan mengalami proses *wet-pressing*. Pada literatur<sup>[6]</sup> dinyatakan bahwa proses *wet-pressing* dapat meningkatkan volume padatan dari 20% menjadi 40-50%, sehingga meningkatkan area kontak antar serat. Selain itu, *wet-pressing* juga mengakibatkan jarak antar serat semakin dekat sehingga semakin banyak pula ikatan hidrogen antar fibril, maupun antar serat yang terbentuk. Seperti dapat dilihat pada **Tabel 1**, nilai kerapatan antar serat pada kertas kulit jagung lebih rendah dibandingkan kertas buram dan HVS, oleh karena itu kemungkinan banyaknya ikatan hidrogen pada kertas kulit jagung tidak sebanyak pada kertas buram dan HVS sehingga kekuatan tarik kertas kulit jagung lebih rendah.

#### KESIMPULAN

Kulit jagung berpotensi sebagai bahan baku pembuatan kertas dengan densitas 0.51-0.55 gr/cm<sup>3</sup> yang mendekati densitas kertas Buram (0.51 gr/cm<sup>3</sup>). Sifat tulis garis (difusifitas tinta) kertas kulit jagung mendekati kertas buram dengan selisih lebar tinta 2.1% lebih besar dari kertas buram. Kekuatan tarik kertas kulit jagung jauh lebih rendah dari kertas buram dan HVS yaitu sekitar 5.56-8.1 MPa.

#### REFERENSI

- [1] Information from Ecology: <http://www.ecology.com/2011/09/10/paper-chase/>. Earth - Paper Chase. Retrieved Februari 18, 2015.
- [2] Information on The Future of Publishing: <http://thefutureofpublishing.com/index.php?s=world+paper+demand> . from THAD MCILORY. Retrieved Juni 2014.
- [3] Information on <http://www.woodconsumption.org/products/paper.pdf>
- [4] Information on <http://www.news.mongabay.com>
- [5] J.P. Casey. Pulp and Paper Chemistry and Chemical technology 3rd-edition (Vol. 3). USA: Wiley & Sons, Inc.1981.
- [6] H. Karlsson. Strength Properties of Paper produced from Softwood Kraft Pulp. Karlstad, Sweden: Karlstad University Studies. 2010.

## Pemanfaatan Damar Sebagai Alternatif Bahan Baku Pembuatan *Coating* pada Baja

Eva Afrilinda<sup>1 a</sup>, Mardiyati<sup>2</sup>, dan Steven<sup>3</sup>, Bambang Widiyanto<sup>4</sup>

<sup>1,2,3</sup>Program Studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Insitut Teknologi Bandung, Jalan Ganesha no.10, Bandung, Indonesia

<sup>a</sup>[eva.afirilinda@gmail.com](mailto:eva.afirilinda@gmail.com)

### Abstrak

Getah damar dikenal sebagai resin alam yang berpotensi sebagai bahan baku coating karena sifatnya yang secara fisik mudah melekat pada temperatur kamar dan tidak larut di dalam air. Menipisnya bahan bakar fossil serta ketergantungan indonesia terhadap impor bahan baku cat komersil, merupakan alasan utama dilakukannya penelitian ini. Penggunaan damar sebagai alternative bahan baku pembuatan coating juga dilakukan karena ketersediaannya yang melimpah, dimana Indonesia tercatat sebagai negara penghasil damar terbesar di dunia. Pada penelitian ini coating dibuat dari hasil ekstraksi damar native dengan menggunakan etanol yaitu  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin dengan perbandingan  $\alpha$ -resin :  $\beta$ -resin sebesar 1 : 1. Preparasi pada permukaan baja dilakukan pencucian asam (pickling) menggunakan HCl 15% selama 10 menit. Pelarutan  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin menggunakan toluene dan diaplikasikan pada substrat baja dengan metoda spray. Hasil pengukuran ketebalan rata-rata 24,44 $\mu$ m menggunakan alat elcometer 456, pengujian daya lekat dilakukan berdasarkan ASTM D 4541 dengan nilai sebesar 0,5 MPa. Pengujian kekerasan dilakukan berdasarkan ASTM D 3363 dengan nilai kekerasan 5,81 KHN dan pengujian fleksibilitas dilakukan berdasarkan ASTM D 522, menggunakan silinder berdiameter 5mm dan permukaan coating tidak retak. Nilai daya lekat, kekerasan dan fleksibilitas dari coating resin  $\alpha\beta$  kemudian dibandingkan terhadap cat damar dan cat akrilik komersil. Hasil performa coating damar belum bisa menyamai performa cat akrilik komersil tetapi dapat menyamai bahkan melebihi peforma cat damar komersil. Hal ini, menunjukkan potensi besar resin  $\alpha\beta$  sebagai bahan baku coating.

**Kata kunci:**  $\alpha$ -resin,  $\beta$ -resin, coating, damar, pickling.

### 1. PENDAHULUAN

Getah damar merupakan resin alam yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan cat, pembuatan dupa, dan industri batik tulis, bahan isolator, bahan pengisi kertas, bahan pangan, kosmetik dan obat-obatan.<sup>[1] [2]</sup> Sifatnya yang secara fisik mudah melekat pada temperatur kamar, mudah larut dalam pelarut organik non polar, sedikit larut dalam pelarut organik polar dan tidak larut di dalam air<sup>[2]</sup> merupakan sifat –sifat yang dibutuhkan sebagai bahan baku *coating*. Menipisnya bahan bakar fossil serta ketergantungan indonesia terhadap impor bahan baku cat komersil<sup>[3]</sup> merupakan alasan utama dilakukannya penelitian ini. Penggunaan damar sebagai alternative bahan baku pembuatan juga dilakukan karena ketersediaannya yang melimpah, dimana Indonesia tercatat sebagai negara penghasil damar terbesar di dunia.<sup>[1] [4]</sup> Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan ekstraksi  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin dari damar mata kucing, membuat formulasi *coating* yang diaplikasikan pada baja dan mengetahui performa *coating* yang dihasilkan dengan melakukan pengujian berupa daya lekat, kekerasan, fleksibilitas yang dibandingkan dengan performa dari *coating* baja komersil yaitu cat akrilik dan damar komersil.

### 2. METODE

#### 2.1 Bahan dan alat

Damar mata kucing yang digunakan diperoleh dari Lampung, etanol dengan kemurnian 96% diperoleh dari PT. Alkin-Bandung serta Toluene diperoleh dari PT. Puduk-Bandung. Penggunaan *Hydrochrolic Acid* dengan

kemurnian 37% diperoleh dari Laboratorium Pengujian Balai Besar Logam dan Mesin (BBLM) Bandung dan sebagai media aplikasi coating ke permukaan baja digunakan manual spray.

## **2.2 Metoda penelitian**

### **Proses ekstraksi**

10 gr serbuk damar mata kucing yang telah dihaluskan menggunakan blender, dilarutkan kedalam etanol dengan perbandingan berat etanol terhadap damar 1 : 20 dimana berat damar ditahan konstan, masukkan keduanya ke dalam labu refluks berkapasitas 1000 mL. Kecepatan batang pengaduk 300 rpm dengan waktu ekstraksi selama 2 jam pada temperatur 65 °C. Hasil dari proses ekstraksi damar disaring menggunakan kertas saring menghasilkan filtrat dan residu. Setelah Filtrat diuapkan pada temperature 50°C akan membentuk padatan kuning  $\alpha$ -resin. Sementara residu setelah dilarutkan ke dalam toluene dan diuapkan pada temperature 110°C akan membentuk serbuk putih  $\beta$ -resin.

### **Proses coating**

Disiapkan pelat baja dengan ukuran 15 cm x 15 cm, ukuran 15 cm x 3 cm dan ukuran 15 cm x 10 cm kemudian preparasi permukaan sampel dengan pencucian lemak, pencucian asam (*Pickling*) menggunakan HCl 15% selama 10 menit dan keringkan. Komposisi *coating* dengan perbandingan berat 1:1:3 antara  $\alpha$ -resin :  $\beta$ -resin : toluene, diaplikasikan dengan metoda spray kemudian biarkan mengering selama 7 hari. Pengujian performa *coating* yang dilakukan yaitu daya lekat, kekerasan dan fleksibilitas serta pengukuran ketebalan *coating* pada permukaan baja

## **2.3 Pengukuran dan pengujian**

**Pengujian daya lekat**, dilakukan dengan mengacu pada standar ASTM D 4145 menggunakan alat *pull off* dengan kapasitas maksimum *pull off* sebesar 7 MPa, diameter dolly 20 mm dan lem araldite (epoksi). Pengujian dilakukan setelah lem yang direkatkan melalui dolly ke substrat dibiarkan selama minimal 24 jam. Pengujian dilakukan di Laboratorium Pengujian Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) Bandung.

**Pengujian kekerasan** dilakukan dengan mengacu pada standar ASTM D 3363 menggunakan alat uji kekerasan Sheen dengan berbagai tingkat kekerasan pensil mulai dari yang terlunak hingga yang terkeras (9B-9H), Pengujian dilakukan hingga didapatkan pensil terkeras yang tidak dapat merusak coating. Pengujian dilakukan di Laboratorium Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) Bandung.

**Pengujian fleksibilitas** dilakukan dengan mengacu pada standar ASTM D 522 menggunakan alat Cylindrical Mandrel Bend, pelat di bending sebesar 180° dengan diameter silinder 32 mm-2 mm hingga diperoleh hasil pengujian tanpa retakan. Pengujian dilakukan di Laboratorium Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T).

**Pengukuran ketebalan** dilakukan dengan menggunakan alat elcometer 456, setelah alat dikalibrasi pengukuran dilakukan di lima titik yang berbeda pada masing-masing sampel *coating*. Pengujian dilakukan di Laboratorium Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) Bandung.

## **3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

Berdasarkan data hasil ekstraksi  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin, ditentukan perbandingan damar etanol 1 : 20 dengan waktu 2 jam sebagai bahan baku *binder coating* pada baja. Penentuan perbandingan tersebut didasarkan pada batas kelarutan maksimum dari  $\alpha$ -resin didalam etanol, yang seiring dengan peningkatan massa etanol, massa  $\alpha$ -resin tidak lagi mengalami kenaikan dalam jumlah yang signifikan. Pada penelitian ini, digunakan resin  $\alpha\beta$  dengan perbandingan 1:1 sebagai bahan baku *binder coating* pada baja, mengacu pada penelitian yang dilakukan sebelumnya menyatakan bahwa pada perbandingan tersebut memiliki performa *coating* daya lekat sebesar 1,375 MPa, uji kekerasan dihasilkan kekerasan 4,33 KHN, uji fleksibilitas terdapat retak pada coating damar dan ketahanan bakar yang paling baik karena memiliki disipasi energi yang rendah.<sup>[5]</sup>

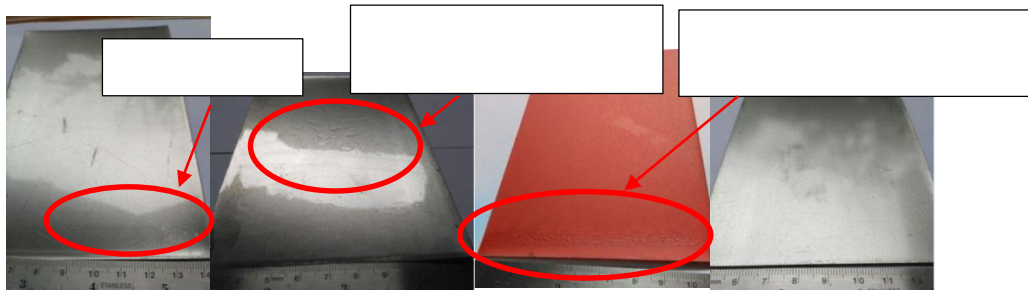
Pada **Gambar 3.1** secara visual dapat dilihat hasil ekstraksi damar berupa  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin.



(a) (b)

**Gambar 3.1 Hasil ekstraksi dari damar *native* (a)  $\alpha$ -resin (b)  $\beta$ -resin**

### 3.2 Analisis Visual *Coating*



(a) (b) (c) (d)

**Gambar 3.2 Hasil *coating* (a) damar *native* (b) resin  $\alpha\beta$  dan (c) damar komersil (d) akrilik**

Dari analisis visual *coating* damar *native*, dihasilkan lapisan bening (transparan) dan efek *glossy* pada substrat. Permukaan *coating* agak lengket setelah mengering bila disentuh jari. *coating* yang dihasilkan menyebar rata dan halus. Adanya pengotor yang menempel dipermukaan substrat seperti yang ditunjukkan **Gambar 3.2a**. Dari analisis visual *coating* resin  $\alpha\beta$ , dihasilkan lapisan bening (transparan) dan efek *glossy* pada substrat. Permukaan *coating* tidak lengket setelah mengering bila disentuh jari. Permukaan *coating* lebih halus dibandingkan dengan damar *native*, tetapi penyebaran cairan *coating* tidak merata pada permukaan substrat. Cacat *void* tidak terbentuk seperti pada damar komersil, seperti yang ditunjukkan **Gambar 3.2b**. Dari analisis visual *coating* damar komersil, dihasilkan lapisan tebal berwarna orange dan efek *matte* pada substrat, permukaan *coating* tidak lengket setelah mengering bila disentuh jari. Permukaan *coating* paling kasar dibandingkan dengan damar *native*, resin  $\alpha\beta$  dan akrilik sehingga lapisan rapuh, mudah terkelupas dan retak. Viskositas yang tinggi berdampak pada ketebalan sampel saat diaplikasikan sehingga waktu pengeringan yang lama adalah penyebab terbentuk cacat *void*, gelembung dan warna yang tidak merata di permukaan substrat seperti yang ditunjukkan **Gambar 3.2c**. Dari analisis visual *coating* akrilik tidak berwarna (transparan), lapisan tipis dan efek *matte* pada substrat. Permukaan *coating* halus dan menyebar merata dibandingkan lapisan pada damar *native*, resin  $\alpha\beta$  dan damar komersil, tidak lengket setelah mengering bila disentuh jari. Cacat *void* di permukaan substrat tidak terbentuk, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 3.2d**. Berdasarkan analisis visual *coating*, maka dapat diurutkan nilai visual *coating* secara kualitatif berupa kehalusan permukaan dan efek *glossy* seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 3.1** dimana nilai 4 untuk kualitas yang paling baik.

**Tabel 3.1 Nilai kehalusan permukaan *coating* dan *glossy***

Jenis <i>coating</i>	Urutan kehalusan	Urutan <i>glossy</i>
Akrilik	4	2
Resin $\alpha\beta$	3	3
Native	2	4
Damar	1	1



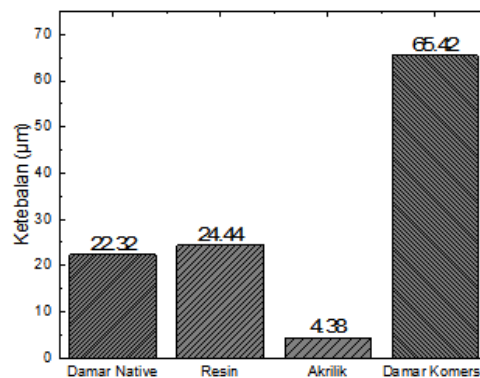
### 3.3 Analisis Pengukuran Ketebalan *Coating*

Dari pengukuran ketebalan didapatkan hasil pengukuran *coating* damar *native*, resin  $\alpha\beta$ , damar komersil dan akrilik seperti terlihat pada **Tabel 3.2**.

**Tabel 3.2** Data hasil pengukuran ketebalan *coating*

Jenis Coating		Area Pengukuran Ketebalan ( $\mu\text{m}$ )					Rata-rata
		1	2	3	4	5	
Damar	Native	23.9	24.6	20.6	18.3	24.2	$22.32 \pm 2.75$
	Resin $\alpha\beta$	24.7	27.4	24.1	19	27	$24.44 \pm 3.36$
Komersil	Akrilik	1.3	4.1	1.8	2.8	11.9	$4.38 \pm 4.34$
	Damar	64.6	53.3	43.6	84.8	80.8	$65.42 \pm 17.58$

Berdasarkan hasil pengukuran ketebalan *coating* damar *native*, resin  $\alpha\beta$  dan akrilik mendapatkan selisih nilai ketebalan yang relatif sama pada lima titik pengukuran yang berbeda, hal ini menunjukkan difusi *coating* pada permukaan baja cenderung homogen diseluruh area dikarenakan viskositas *coating* yang rendah. Damar komersil memiliki nilai ketebalan paling tinggi dengan selisih nilai ketebalan yang jauh berbeda di lima titik pengukuran yang berbeda. Hal ini disebabkan difusi *coating* pada permukaan baja cenderung tidak homogen karena viskositas *coating* yang tinggi. Ketebalan yang dihasilkan pada *paint and polymer coating* antara 10-30  $\mu\text{m}$  [6] dan ketebalan yang dihasilkan menggunakan metoda spray yaitu antara 15-30 $\mu\text{m}$ . [7]



**Gambar 3.3** Data pengukuran ketebalan *coating*

### 3.4 Analisis Performa Coating

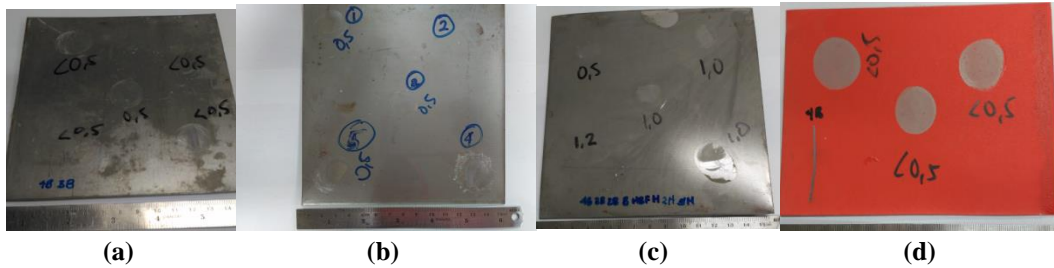
Pada subbab 3.4.4 akan dibahas mengenai hasil pengujian yang dilakukan pada *coating* yaitu pengujian daya lekat, kekerasan dan fleksibilitas.

#### 3.4.1 Daya Lekat

Hasil pengujian daya lekat dari *coating* damar *native*, resin  $\alpha\beta$ , akrilik dan damar komersil ditunjukkan pada **Tabel 3.3**.

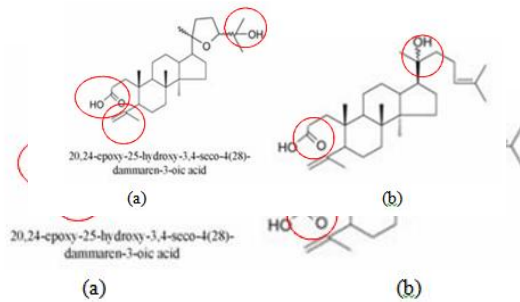
**Tabel 3.3** Hasil Pengujian daya lekat

Jenis Coating		Area Pengukuran Ketebalan ( $\mu\text{m}$ )			Rata-rata
		1	2	3	
Damar	Native	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
	Resin $\alpha\beta$	0.5	0.5	0.5	0.5
Komersil	Akrilik	1	0.5	1	0.833333
	Damar	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5



Gambar 3. 4 Hasil pengujian daya lekat (a) damar *native* (b) resin  $\alpha\beta$  dan (c) damar komersil (d) akrilik

Dari hasil pengujian daya lekat, damar *native* dan damar komersil memiliki nilai sebesar  $< 0.5$  MPa sementara daya lekat resin  $\alpha\beta$  dan akrilik memiliki nilai yang lebih tinggi, hal ini menunjukkan keduanya memiliki daya lekat yang lebih baik. Beberapa hal yang mempengaruhi daya lekat yaitu, *mechanical interlocking* pada *coating* yang dipengaruhi oleh preparasi permukaan substrat dan viskositas *coating*. Ikatan sekunder yang terbentuk antara *coating* dengan substrat dapat berupa ikatan Van der Waals (Dipol-dipol) atau ikatan hidrogen pada *coating* resin  $\alpha\beta$ <sup>[5]</sup> sementara pada akrilik ikatan hidrogen yang terbentuk lebih kuat karena adanya gugus karbonil.<sup>[8]</sup> Nilai daya lekat resin  $\alpha\beta$  belum dapat menyaingi akrilik, akan tetapi potensinya sebagai alternatif *coating* dapat dipertimbangkan mengingat nilai daya lekat rata-ratanya resin  $\alpha\beta$  sebesar 0.5 MPa dan daya lekat akrilik yaitu 0.83 MPa. Berikut pada Gambar 3.9 gugus yang terdapat  $\alpha$ -resin yaitu gugus alkohol, karboksilat, dan eter, sedangkan pada  $\beta$  resin hanya terdapat gugus alkohol dan karboksilat.<sup>[5]</sup> Ketebalan substrat dan diameter *dolly* yang dipakai juga akan mempengaruhi daya lekat *coating* pada substrat.<sup>[9]</sup>



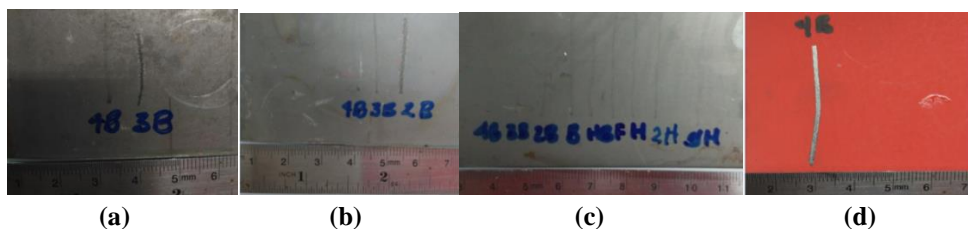
Gambar 3.5 Gugus fungsi (a)  $\alpha$ -resin, (b)  $\beta$ -resin

### 3.4.2 Kekerasan

Hasil pengujian kekerasan *coating* damar *native*, resin  $\alpha\beta$ , damar komersil dan akrilik ditunjukkan pada Gambar 3.6 dan Tabel 3.4. Nilai kekerasan pensil diubah menjadi kekerasan Knoop (KHN) dengan Korelasi hasil pengujian kekerasan<sup>[9]</sup> seperti terlihat pada Tabel 3.6.

Tabel 3.4. Hasil pengujian kekerasan *coating*

Jenis <i>Coating</i>	Kekerasan	KHN
Damar <i>native</i>	3B	3.09
Resin $\alpha\beta$	2B	5.81
Akrilik (pemanding)	9H	> 34.9
Damar komersil	4B	4.33



Gambar 3.6 Hasil pengujian kekerasan (a) damar *native* (b) resin  $\alpha\beta$  dan (c) damar komersil (d) akrilik

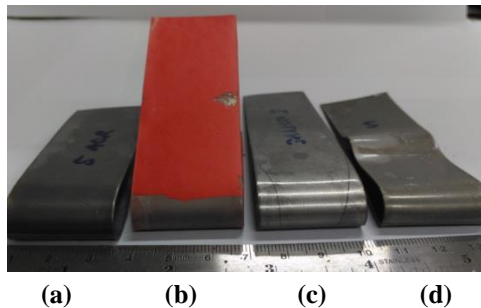
Berdasarkan hasil pengujian kekerasan *coating* yang ditunjukkan pada **Tabel 3.4** akrilik memiliki nilai kekerasan tertinggi yaitu > 34.9 KHN, nilai kekerasan resin  $\alpha\beta$  masih jauh lebih rendah yaitu 5.81 KHN tapi lebih unggul jika dibandingkan dengan damar *native* dan damar komersil. Kekerasan dipengaruhi oleh ikatan antar molekul, akrilik mengering dengan metode yang sama dengan damar menggunakan metode penguapan pelarut sehingga antar molekulnya hanya terbentuk ikatan sekunder, tetapi akrilik memiliki gugus *carbonyl* yang dapat menambah kuat ikatan hidrogen nilai kekerasannya pun menjadi lebih tinggi.

### 3.4.3 Fleksibilitas

Hasil pengujian fleksibilitas *coating* damar (*native* dan resin  $\alpha\beta$ ,) dan *coating* komersil (akrilik dan damar komersil) sebagai pembandingan dapat dilihat pada **Gambar 3.7** dan **Tabel 3.5**

**Tabel 3.5** Hasil pengujian fleksibilitas *coating*

Jenis <i>Coating</i>	Fleksibilitas (mm)	Hasil
Damar <i>native</i>	5	Tidak retak
Resin $\alpha\beta$	5	Tidak retak
Akrilik	5	Tidak retak
Damar komersil	5	Terkelupas



**Gambar 3.7** Hasil pengujian kekerasan (a) akrilik (b) damar komersil (c) damar *native* (d) resin  $\alpha\beta$

Berdasarkan data pengujian fleksibilitas pada **Tabel 3.5** *coating* damar *native*, resin  $\alpha\beta$  dan akrilik menunjukkan hasil yang sama, ketiganya dapat menahan *bending* hingga diameter mandrel berukuran 5 mm tanpa mengalami retak dengan rata-rata ketebalan *coating* dibawah 30  $\mu\text{m}$ . Hal ini menunjukkan bahwa ketiga *coating* tersebut memiliki sifat fleksibilitas yang sangat baik sementara damar komersil memiliki nilai fleksibilitas terendah hal ini ditandai dengan terkelupasnya *coating* dari substrat dengan rata-rata *coating* 65,42  $\mu\text{m}$ . Ketahanan retak dipengaruhi kekuatan ikatan antar molekul antara *coating* dengan substratnya, ketika mengalami retak, ikatan antar rantai molekul putus. Pengujian fleksibilitas pada *coating* damar yang pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya, menggunakan diameter mandrel 32 mm dengan rata-rata ketebalan lapisan *coating* damar 123.67  $\mu\text{m}$  mengalami keretakan,<sup>[5]</sup> dapat disimpulkan bahwa ketebalan *coating* sangat mempengaruhi performa fleksibilitasnya.<sup>[9]</sup>

## 4. KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan ekstraksi  $\alpha$ -resin dan  $\beta$ -resin dari damar mata kucing sebagai bahan baku *coating*. Hasil performa *coating* damar belum bisa menyamai performa cat akrilik komersil tetapi dapat menyamai bahkan melebihi performa cat damar komersil. Hal ini, menunjukkan potensi besar resin  $\alpha\beta$  sebagai bahan baku *coating*.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami hanturkan kepada Kementerian Perindustrian melalui Pusat Pendidikan dan Pelatihan Industri atas dana penelitian yang telah diberikan untuk penelitian ini.

**REFERENSI**

- [1] Michon, G., de Foresta H, Kusworo A. and P. Levang , The Damar Agro-Forests of Krui, Indonesia: Justice for Forest Farmers, Columbia University Press (2000).
- [2] Noryawati Mulyono, Anton Apriyantono, Sifat fisik, kimia dan fungsional damar, Jurnal Teknol. dan Industri Pangan Vol XV, No 3 (2004).
- [3] Kementerian perindustrian, Konsumsi cat nasional diperkirakan naik, Berita Industri (2010).
- [4] J.J.W. Coppen, Gum, Resin and Latexes of Plant Origin, Non-Wood Forest Product-FAO, Rome (1995).
- [5] Vinsont.Handoko, Studi awal potensi damar sebagai pengikat coating, Tugas Akhir Teknik Material ITB, (2015).
- [6] K.Stevens & E.W. Brooman, Prectical design guidelines for surface engineering, ( 1997).
- [7] International Standard, ISO 12944-5, Paint and vernishes-corrosion protection of steel structures by protective pant system-part 5 protective paint system, (2007).
- [8] K.M. Nasir, N.A. Halim, H.A. Tajuddin, A.K. Arof and Z.H.Z. Abidin, Effect of PMMA on physical properties of dammar, Pigment & Resin Technology Vol 42 Number 2. 2013.137–145, (2013).
- [9] J.V Koleske, Paint and Coating Testing Manual, Philadelphia-ASTM International, (1995).

## Pengaruh lama perendaman serat kulit batang waru (*Hibiscus Tillaceus*) terhadap sifat kekuatan tarik dan mampu rekat (*pull-out*) dengan Matriks resin epoksi

Zulkifli Djafar<sup>1, a</sup>, Ilyas Jamal<sup>2</sup>, dan Muhammad Daud<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin, Makassar, Indonesia

<sup>2</sup>Jurusan Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin, Makassar, Indonesia

<sup>3</sup> Mahasiswa Jurusan Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin, Makassar, Indonesia

[email: zulkifli.djafar@unhas.ac.id](mailto:zulkifli.djafar@unhas.ac.id) dan [zulkiflidjafar65@gmail.com](mailto:zulkiflidjafar65@gmail.com)

### Abstrak

Pohon waru merupakan tanaman yang memiliki potensi ekonomis yang cukup baik, namun saat ini pemanfaatan pohon waru di Indonesia hanya sebatas sebagai bahan dasar pengobatan tradisional. Untuk itu perlu upaya meningkatkan peran pohon waru menjadi bahan baku komposit serat alam. Tujuan penelitian ini mengetahui Pengaruh lama perendaman serat kulit batang waru (*Hibiscus Tillaceus*) terhadap sifat kekuatan tarik dan mampu rekat dengan matriks resin epoksi. Metode pengujian yang digunakan untuk menganalisis kekuatan tarik tunggal serat waru berdasarkan standar ASTM D 3379-75. Hasil penelitian menunjukkan bahwa lama perendaman mempengaruhi sifat kekuatan tarik serat tunggal kulit batang waru dimana pada perendaman larutan NaOH 5% terjadi penurunan kekuatan tarik dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam dan 3 jam secara berturut-turut menghasilkan 287,2443 MPa, 219,6574 MPa dan 67,5869 MPa. Sedangkan perendaman air laut dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam, dan 3 jam secara berturut-turut yaitu 321,0377 MPa, 304,141MPa dan 270,3475 MPa. Kekuatan mampu rekat serat tunggal kulit batang waru terhadap lama perendaman dengan panjang serat yang tertanam 10 mm dan menggunakan matriks epoksi dengan rasio Resin:Hardener 50:50 (1:1). Kekuatan mampu rekat serat tunggal kulit batang waru tanpa perendaman diperoleh sebesar 253,4508 MPa. Kekuatan pada perendaman pada NaOH 5% dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam dan 3 jam secara berturut-turut diperoleh sebesar 168,9672 MPa, 135,1738 MPa dan 101,3803 MPa. Sedangkan perendaman air laut dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam, dan 3 jam secara berturut-turut yaitu sebesar 405,5213 MPa, 287,2443 MPa dan 219,6574 MPa.

**Kata kunci:** serat waru, air laut, NaOH, kekuatan tarik, mampu rekat,

### PENDAHULUAN

Pohon Waru (*Hibiscus Tiliacius*) merupakan jenis tanaman yang sangat dikenal oleh penduduk Indonesia. Jenis ini biasanya dapat ditemukan dengan mudah karena tesebar luas di daerah tropik dan terutama tumbuh berkelompok dipantai berpasir atau daerah pasang surut. Pohon waru juga dikenal sebagai pohon peneduh tepi jalan atau tepi sungai dan pematang serta dipantai. Walaupun tajuknya tidak terlalu rimbun, waru di sukai karena akarnya tidak dalam sehingga tidak merusak jalan dan bangunan sekitarnya. Serat kulit batang waru dapat digunakan sebagai serat penguat komposit karena potensi jumlahnya yang cukup besar dan belum banyak dimanfaatkan oleh masyarakat<sup>[1]</sup>. Penelitian dengan menggunakan serat kulit batang waru (*Hibiscus Tillaceus*) ini adalah upaya untuk meningkatkan kegunaan pohon waru sehingga dapat diaplikasikan dalam kebutuhan material. Material serat alam waru termasuk material yang ramah lingkungan dimana material ini dapat diuraikan oleh alam, karena serat memiliki kecenderungan untuk menghisap air maka serat dapat diurai oleh alam dalam kondisi tertentu oleh bakteri jamur. Disamping ramah lingkungan material serat alam mempunyai berbagai keunggulan yaitu harga murah, kekuatan mekanik tinggi terutama pada kekuatan tarik<sup>[2]</sup>.

Kemampuan matrik untuk membagi beban pada serat penguat sangat dipengaruhi oleh kemampuan rekat serat penguat dengan matrik. Kemampuan rekat ini sangat penting untuk menjamin kekuatan komposit, karena

daya rekat antara serat dengan matriks yang rendah dapat mengakibatkan tercabutnya serat dan bergeser. Keadaan ini tentu akan mengurangi kekuatan dari komposit. Epoksi resin digunakan sebagai perekat serat dan termasuk kelompok yang memiliki kekuatan yang tinggi, memiliki ketahanan terhadap degradasi lingkungan sehingga resin ini banyak digunakan pada industri pesawat terbang, sebagai resin pelapis epoksi juga memiliki sifat rekat yang baik dan tahan terhadap degradasi air sehingga resin ini sangat ideal digunakan sebagai bodi perahu atau kapal<sup>[3]</sup>. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh lama perendaman serat kulit batang waru (*Hibiscus Tiliaceus*) terhadap sifat kekuatan tarik dan sifat mampu rekat dengan matriks *epoxy resin*.

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan Alat

Serat kulit batang pohon Waru (*Hibiscus Tiliaceus*) sebagai penguat diambil dari daerah Desa Pakkatto Kecamatan Bontomarannu Kabupaten Gowa Propinsi Sulawesi Selatan. Sementara matriks yang digunakan adalah jenis *thermosetting* plastik, yaitu resin epoksi dengan rasio resin dan *hardener* 50: 50. Diperoleh dari PT. Justus Kimia Raya, cabang Semarang. Sementara alat pendukung yang digunakan adalah gelas ukur, penggaris, sendok, kertas, pisau, cutter, timbangan dan gunting.

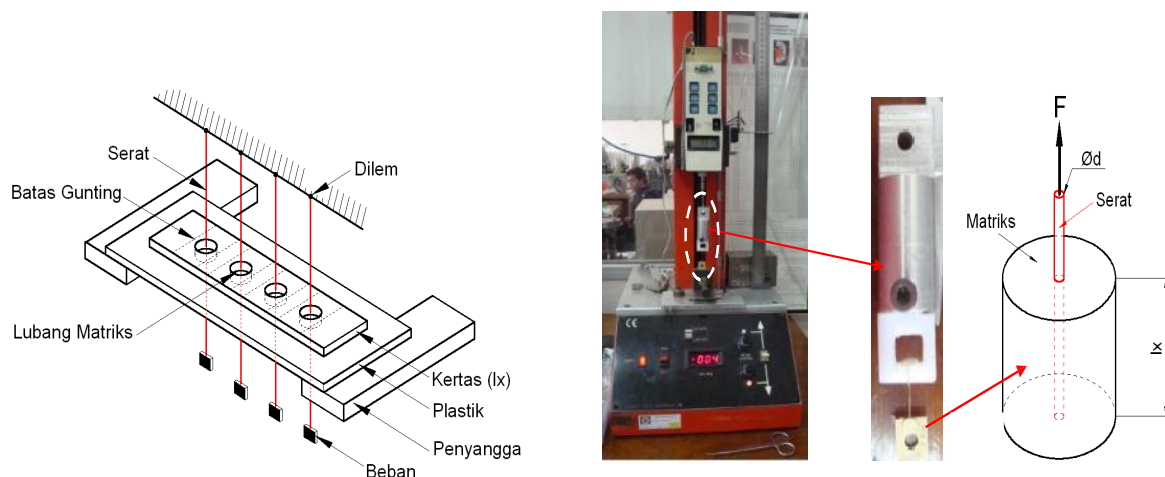
### Alat Uji

Alat uji SEM dan Alat uji tarik serat tunggal (standar ASTM D 3379-75),

### Proses Pengujian

#### • Pengujian mampu rekat (*Pull-out*)

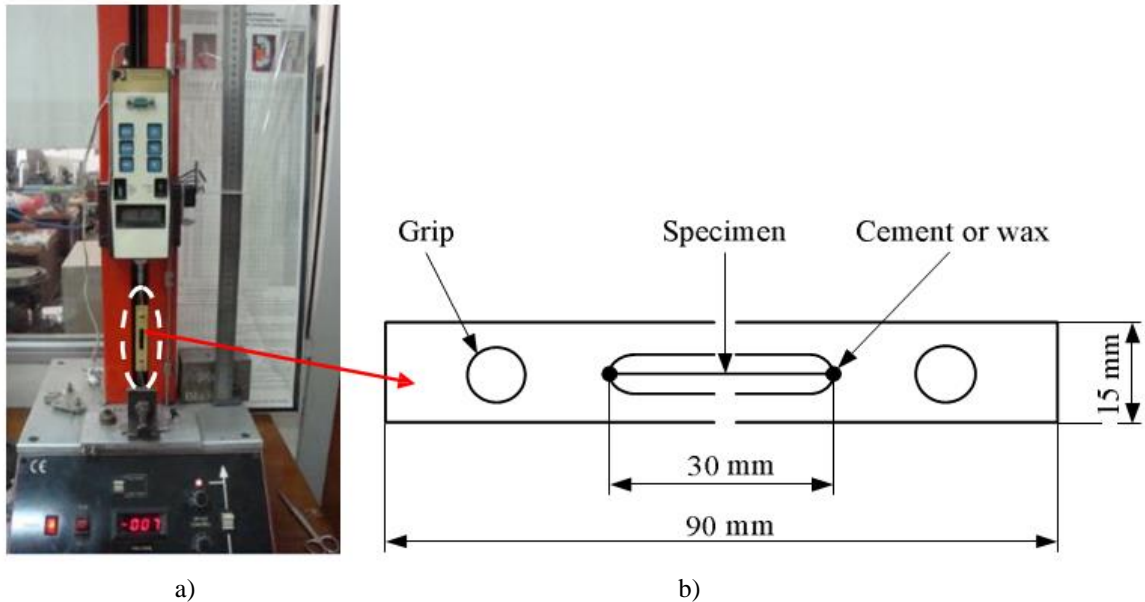
Pengujian mampu rekat (*Pull-out*) dilakukan untuk mengetahui sifat mampu rekat antara serat dan matriks. Spesimen uji *pull-out* terlebih dahulu dibuat dengan cara serat di tanam tegak lurus pada matriks dengan panjang serat tertanam seperti pada Gambar 1 pengujian dilakukan pada mesin uji tarik serat dengan peralatan pendukung yang dirancang khusus seperti pada Gambar 2b standar spesimen uji mampu rekat seperti diperlihatkan pada Gambar 2c spesimen pengujian mampu rekat dibuat masing-masing sebanyak 3 buah. Spesimen pengujian mengalami perlakuan antara lain: perlakuan dengan perendaman air laut dan perendaman NaOH 5% dengan variasi waktu perendaman masing-masing 1 jam, 2 jam, dan 3 jam dan spesimen serat tanpa mengalami perlakuan (normal)<sup>[4]</sup>.



#### • Pengujian Tarik Serat Tunggal

Kekuatan tarik serat tunggal dapat diketahui dengan pengujian tarik sesuai standar ASTM D 3379-75. Standar pengujian seperti pada Gambar 3 dan pengujian ini dilakukan di laboratorium Bahan Teknik Mesin Universitas Gadjah Mada. Mesin yang digunakan adalah mesin uji tarik merek *Person Parke* dengan kapasitas

300 N. Beban dapat diketahui secara langsung dari pembacaan alat yang terdapat pada mesin, sedangkan pertambahan panjang menggunakan *Dial Indicator* dengan ketelitian 0,01 mm. Spesimen pengujian tarik serat tunggal masing-masing 3 buah yaitu serat tanpa perlakuan, perlakuan dengan perendaman NaOH 5% dan perendaman air laut dengan variasi waktu perendaman masing-masing sebesar 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.

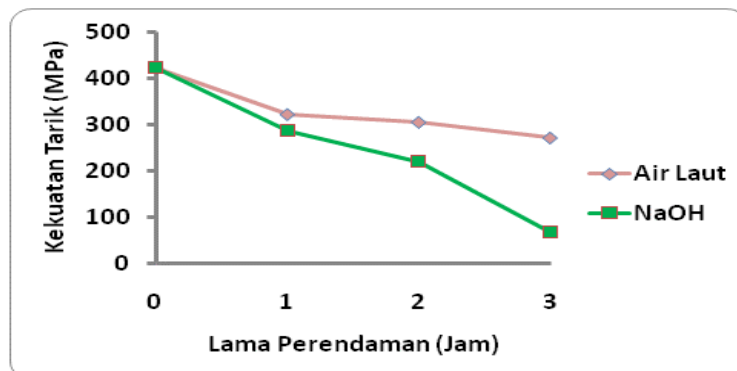


Gambar 3. Ilustrasi pengujian serat tunggal, a). Mesin uji tarik *Person Parke*  
b). Standar spesimen uji tarik serat tunggal ASTM D 3379-75.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Kekuatan Tarik Serat Tunggal

Pengujian tarik serat tunggal dimaksudkan untuk mengetahui salah satu sifat mekanis dari suatu serat kulit batang waru (*Hibiscus Tillaceus*) dimana besar kekuatan tarik serat tunggal ditunjukkan seperti pada Gambar 4.



Gambar 4. Hubungan Kekuatan Tarik Serat Tunggal Terhadap Lama Perendaman

Gambar 4 diatas menunjukkan bahwa serat yang tidak mendapatkan perlakuan perendaman (Normal) memiliki kekuatan tarik sebesar 442,4180 MPa. Kekuatan tarik pada perendaman larutan NaOH 5% dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam dan 3 jam secara berturut-turut diperoleh sebesar 287,2443 MPa, 219,6574 MPa, dan 67,5869 MPa. Sedangkan perendaman air laut dengan variasi waktu perendaman sebesar 1 jam, 2 jam, dan 3 jam secara berturut-turut diperoleh yaitu 321,0377 MPa, 304,141MPa, dan 270,3475 MPa. Dari kedua

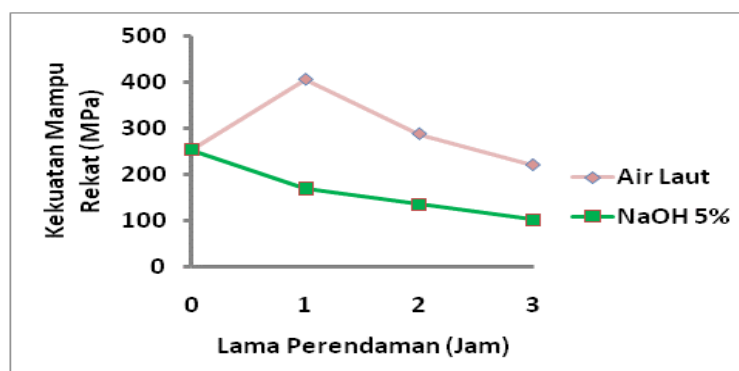
perendaman diatas dapat dikatakan bahwa perendaman pada larutan NaOH 5% menghasilkan kekuatan tarik yang kecil. Hasil perendaman pada larutan NaOH 5% dan air laut memberikan dampak penurunan sifat mekanis serat terutama sifat kekuatan tariknya. Semakin lama perendaman yang dilakukan maka kekuatan tarik serat semakin menurun.

Penurunan kekuatan tarik serat disebabkan karena rusaknya atau berkurangnya beberapa unsur penguat seperti *holoselulosa*, *alfa selulosa*, *hemiselulosa* dan selulosa yang mengalami degradasi. Putusnya ikatan *crosslink* antara molekul serat selulosa. Pada skala mikro terjadi proses *opening* serat yang berlebihan yang menyebabkan terurainya serat tunggal menjadi *microfibril* akibat pelarutan lignin sebagai pengikat. Meskipun demikian ada beberapa faktor yang mempengaruhi hasil kekuatan tarik serat yaitu cacat alami pada masa pertumbuhan serat dan akibat jamur atau bakteri sehingga serat memiliki karakteristik permukaan dan sifat mekanik yang relatif bervariasi. Variasi perilaku sifat mekanik serat merupakan ciri utama serat alam berbasis selulosa dibandingkan dengan serat sintetis yang relatif memiliki sifat mekanik yang lebih seragam.

Beberapa peneliti menjelaskan tentang penurunan sifat mekanis terhadap lama perendaman antara lain: Penelitian tentang “Pengaruh Perendaman NaOH 5% terhadap Kekuatan Tarik Serat Widuri”, diperoleh nilai kekuatan tarik serat tunggal tanpa perendaman NaOH lebih besar yaitu pada serat sebelum berbunga tanpa perendaman sebesar 384.985 MPa, dan secara berturut-turut untuk perlakuan NaOH 1 jam, 2 jam, dan 3 jam adalah 247.543 MPa, 241.592 MPa, dan 156.403 MPa<sup>[5]</sup>. Penelitian tentang "Studi sifat fisik dan mekanik komposit serat daun palem (*livistona rotundifolia*) dengan matriks *epoxy resin*" diperoleh nilai kekuatan tarik serat tunggal tanpa perendaman NaOH sebesar 330,439 MPa dan secara berturut-turut untuk perlakuan NaOH 1 jam, 2 jam, dan 3 jam adalah secara berturut-turut sebesar 291,318 MPa, 285,989 MPa, dan 204,278 MPa<sup>[4]</sup>. Sedangkan Penelitian tentang “pengaruh perlakuan alkali terhadap sifat tarik bahan komposit serat rami-*polyester*” mengemukakan bahwa perlakuan NaOH yang lebih lama dapat menyebabkan kerusakan pada unsur selulosa. Selulosa merupakan unsur utama pendukung kekuatan serat. Akibatnya, serat yang dikenai perlakuan alkali terlalu lama mengalami degradasi kekuatan yang signifikan”. Adapun hasil uji tarik yang diperoleh pada perendaman serat pada larutan NaOH 5% dengan variasi lama perendaman 2 jam, 3 jam dan 6 jam masing-masing sebesar 190,270 MPa, 169,253 MPa dan 147,009 MPa<sup>[6]</sup>. Sementara hasil penelitian tentang perlakuan NaOH pada konsentrasi yang tinggi dengan waktu perendaman yang lama dapat menyebabkan serat mengalami *degradasi* sehingga terjadi penurunan kekuatan serat<sup>[7]</sup>. Serat tumbuhan menyerap kelembaban yang tinggi karena sifat hidrofilik<sup>[8]</sup><sup>[9]</sup>.

### Kekuatan Mampu Rekat (*Pull-out*)

Pengujian mampu rekat atau *Fiber Pull-out test* dilakukan untuk mengetahui seberapa besar kemampuan rekat antara serat tunggal (*fiber*) dengan pengikat (*Matrix*). Pengujian ini dilakukan dengan bervariasi jenis perlakuan (perendaman) terhadap serat tunggal, lama perendaman dan komposisi antara *Resin* dan *Hardener*. Pembebanan (beban aksial) yang diberikan pada spesimen uji menggunakan alat uji tarik *Pearson Panke Equipment* dengan panjang serat yang tertanam 10 mm. Variasi lama perendaman pada komposisi *Resin-Hardener* 50:50 (1:1) menghasilkan beban tarik dan pola patahan yang bervariasi. Hasil pengujian diperlihatkan pada Gambar 5.

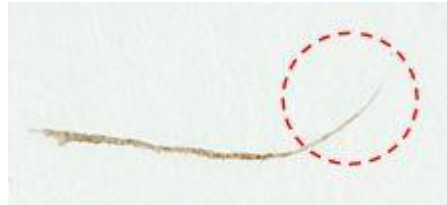


Gambar 5 Hubungan Kekuatan Mampu Rekat Serat Tunggal Terhadap Lama Perendaman



Pada Gambar 5 menunjukkan hubungan antara kekuatan mampu rekat serat tunggal terhadap lama perendaman. Kekuatan mampu rekat serat tunggal tanpa perendaman diperoleh sebesar 253,4508 MPa. Kekuatan pada perendaman pada NaOH 5% dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam dan 3 jam secara berturut-turut diperoleh sebesar 168,9672 MPa, 135,1738 MPa, dan 101,3803 MPa. Sedangkan perendaman air laut dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam, dan 3 jam secara berturut-turut diperoleh sebesar 405,5213 MPa, 287,2443 MPa, dan 219,6574 MPa

Mampu rekat serat dapat dilihat dari bentuk ujung patahan serat yang menunjukkan pergeseran sebelum putus atau tercabut setelah diberikan beban tarik, seperti pada gambar dibawah ini:



**Gambar 6 Patahan serat Normal**

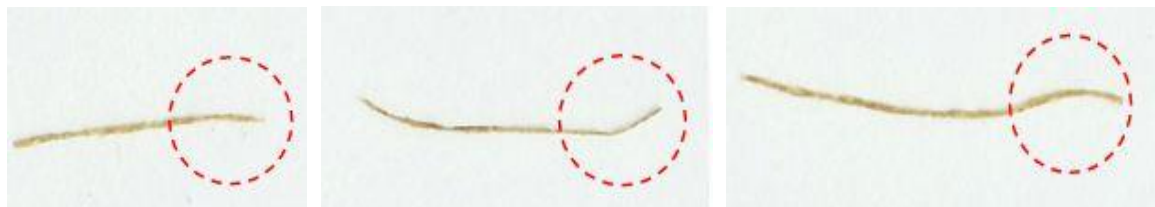


Air Laut 1 jam

Air Laut 2 jam

Air Laut 3 jam

**Gambar 7 Patahan serat dengan perendaman air laut**



NaOH 5% 1 jam

NaOH 5% 2 jam

NaOH 5% 3 jam

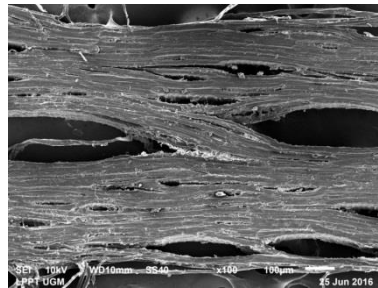
**Gambar 8 Patahan serat dengan perendaman larutan NaOH 5%**

Gambar 6 memperlihatkan bahwa ujung patahan yang terjadi meruncing. Ini menunjukkan bahwa serat terjadi pemuluran sebelum terputus, luas penampang yang mengecil ini menunjukkan terjadinya pergeseran. Gambar 7 memperlihatkan patahan serat dengan perendaman air laut menunjukkan bahwa pergeseran serat lebih kecil dibandingkan dengan serat tanpa perendaman. Pergeseran serat semakin mengecil seiring dengan lama perendaman yang diberikan. Gambar 8 memperlihatkan patahan serat dengan perendaman larutan NaOH 5% menunjukkan bahwa hampir tidak terjadi pergeseran serat sebelum terlepas dari matriks epoksi. Ujung serat yang mengecil hanya terjadi pada serat dengan lama perendaman 1 jam, sedangkan pada serat dengan lama perendaman 2 jam dan 3 jam tidak terjadi ujung patahan yang mengecil, menandakan bahwa tidak terjadi pergeseran. Dari ketiga gambar diatas dapat dikatakan bahwa pergeseran terbesar terjadi pada serat tanpa mengalami perlakuan (normal) menandakan serat ini memiliki kemampuan rekat terkecil. Kemampuan rekat tertinggi terjadi pada perendaman larutan NaOH 5% dengan lama perendaman 2 dan 3 jam karena serat ini tidak mengalami pergeseran (patah getas). Jenis model patahan yang terjadi pada serat kulit batang waru sejalan dengan hasil penelitian uji tarik serat tunggal rami akibat perlakuan alkali menghasilkan jenis patahan antara lain: *brittle fracture*, *axial split*,

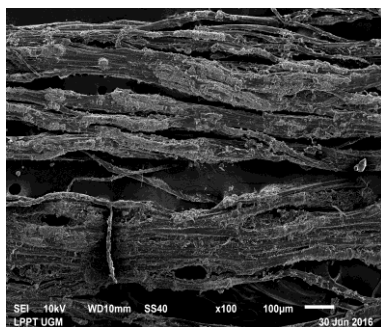
*ductile fracture, independent fibrilla, stake and socket* [7]. Sedangkan model patahan serat dapat dikelompokkan dalam tiga bagian yakni (a) patahan beban tarik, (b) patahan beban fatik dan (c) patahan bentuk lain [10].

### **Pengujian Scanning Elektron Mikroskop (SEM)**

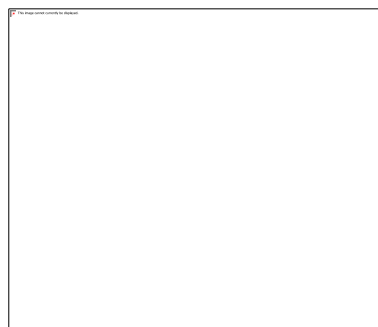
Dari hasil analisa Scanning Elektron Mikroskop (SEM) secara morfologi ditunjukkan seperti pada Gambar 4, Gambar 5, dan Gambar 6 spesimen uji dipotong dengan ukuran panjang sekitar 0,5 cm langsung dicoating dengan emas (Au) selama 120 detik pada voltase sebesar 20 kV maka diperoleh hasil SEM serat tunggal batang waru untuk berbagai variasi jenis perendaman (normal, NaOH 5 % dan air laut) dengan lama perendaman 0 jam (tanpa perendaman), 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.



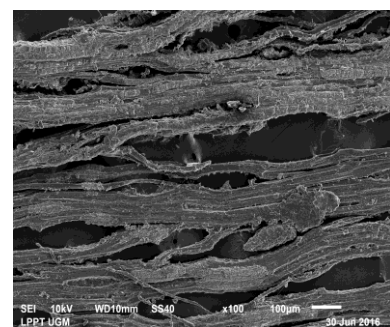
**Gambar 9. Grafik SEM Tanpa Perendaman (0 jam)**



**NaOH 1 jam**

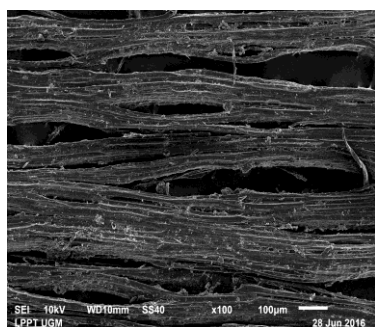


**NaOH 2 jam**

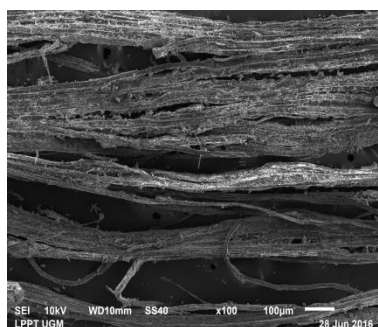


**NaOH 3 jam**

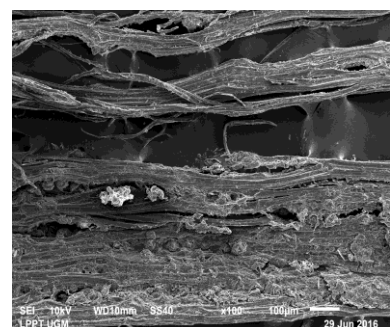
**Gambar 10. Grafik SEM perendaman larutan NaOH 5%**



**Air Laut 1 jam**



**Air Laut 2 jam**



**Air Laut 3 jam**

**Gambar 11. Grafik SEM perendaman di Air Laut**

Pada Gambar 9 dari hasil pengujian SEM permukaan serat normal (tanpa perendaman) diperlihatkan bahwa permukaan serat masih terlihat begitu bersih dimana selulosa masih terikat dengan lignin. Lignin yang keluar terlihat hanya sedikit. Gambar 10 terlihat terjadinya perubahan yang signifikan pada serat yang mengalami perendaman di larutan NaOH 5%. dimana permukaan serat terlihat lebih kotor karena tumpukan lignin yang semakin banyak pada durasi perendaman 1 jam dan 2 jam. Pada durasi perendaman 3 jam serat terlihat lebih bersih karena lignin mulai terlepas dari serat. Kerusakan pada permukaan serat yang direndam di air laut mulai terlihat

sejak perendaman pada 1 jam. dimana lignin mulai terpisah dengan serat. Banyaknya lignin semakin tampak keluar dari serat pada perendaman 2 jam dan 3 jam seperti diperlihatkan pada Gambar 11.

Hasil pengujian SEM ini memperkuat hasil pengujian tarik serat tunggal kulit batang waru dan pengujian mampu rekat (*Pull-out*) dimana serat dengan kandungan *lignin* yang rendah menghasilkan mampu rekat yang tinggi terhadap resin sebaliknya serat dengan kandungan *lignin* yang tinggi menghasilkan mampu rekat yang rendah. Serat yang mengalami perlakuan perendaman memiliki kekuatan tarik serat tunggal yang lebih kecil dari pada serat tanpa mengalami perendaman (normal). Ini disebabkan oleh fungsi *lignin* yaitu sebagai pengikat atau lem selulosa agar tetap pada satu kesatuan dan mendukung sifat mekanis serat. Serat yang mengalami perendaman akan terjadi pengurangan dan pelepasan zat *lignin* pada serat. Sehingga semakin lama waktu perendaman akan semakin mengurangi kekuatan sifat mekanis serat.

## **KESIMPULAN**

Hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa lama perendaman mempengaruhi sifat kekuatan tarik serat tunggal kulit batang waru dimana pada perendaman larutan NaOH 5% terjadi penurunan kekuatan tarik dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam dan 3 jam secara berturut-turut menghasilkan 287,2443 MPa, 219,6574 MPa dan 67,5869 MPa. Sedangkan perendaman air laut dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam, dan 3 jam secara berturut-turut yaitu 321,0377 MPa, 304,141MPa dan 270,3475 MPa. Kekuatan mampu rekat serat tunggal kulit batang waru terhadap lama perendaman dengan panjang serat yang tertanam 10 mm dan menggunakan matriks epoksi dengan rasio *Resin:Hardener* 50:50 (1:1). Kekuatan mampu rekat serat tunggal kulit batang waru tanpa perendaman diperoleh sebesar 253,4508 MPa. Kekuatan pada perendaman pada NaOH 5% dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam dan 3 jam secara berturut-turut diperoleh sebesar 168,9672 MPa, 135,1738 MPa dan 101,3803 MPa. Sedangkan perendaman air laut dengan variasi waktu perendaman 1 jam, 2 jam, dan 3 jam secara berturut-turut yaitu sebesar 405,5213 MPa, 287,2443 MPa dan 219,6574 MPa.

## **REFERENSI**

- [1] Arif. N, 2011, "*Inventaris Tanaman Obat Indonesia*", 305-306, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan, Jakarta.
- [2] Olesen, P.O. and Plackett, D.V., 1997, *Perspectives on The Performance of Natural/ Plant Fibres*, Plant Fibre Laboratory. Royal Veterinary and Agricultural University. Copenhagen. Denmark
- [3] Ray, D dan Raut, J., 2005, *Thermoset biocomposite, "Natural fibers, biopolimers and biocompositer"*, Taylor and Francis.
- [4] Amin N. (2011), "Studi sifat fisik dan mekanik komposit serat daun palem (*livistona rotundifolia*) dengan matriks epoxy resin". Thesis, Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [5] Donni Pa, Yeremias Pell, Wenseslaus Bunganaen (2014), " Pengaruh Perendaman NaOH Lima Persen terhadap Kekuatan Tarik Serat Widuri", Lontar Jurnal Teknik Mesin Undana, Vol.1 no.2 ISSN. 2356-3222.
- [6] Diharjo K (2006) "Pengaruh Perlakuan Alkali Terhadap Sifat Tarik Bahan Komposit Serat Rami-Polyester". Jurnal Teknik mesin, Vol.8 No.1 Tahun 2016, ISSN: 1410-9867, Universitas Kristen Petra, Jakarta-Indonesia
- [7] Marsyahyo E., 2009. *Perlakuan Permukaan Serat Rami (Boehmeria nivea) dan Kompatibilitas Serat-Matriks pada Komposit Matriks Polimer*. Disertasi, Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [8] Moe, M. T., 2002, *Effects of Environmental Aging on the Mechanical Properties of Bamboo-Glass Fibre Reinforced Polymer Matrix Hybrid Composites*, Composites Part A, 33: 43-52.
- [9] Espert, A., Vilaplana, F. and Karlsson, S., 2004, *Comparison of Water Absorption in Natural Cellulosic Fibres From Wood and One-year Crops in Polypropylene Composites and its Influence on their Mechanical Properties*, Composites Part A, vol. 35, no. 11, pp. 1267–1276.
- [10] Brooks, C.R. dan Choudhury, A., 2002, *Failure Analysis of Engineering Materials*, pen. McGraw Hill, pp.293, NY

## **Algoritma Differential Evolution dan Wavelets untuk Prediksi Umur Lelah Material Komposit dengan Neural Networks**

Mas Irfan P. Hidayat\*, Hosta Ardyananta, Sigit Tri Wicaksono, Amaliya Rasyida

<sup>1</sup>Laboratorium Inovasi Material, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, ITS  
Kampus ITS Keputih Sukolilo Surabaya 60111 Indonesia

[\\*irfan@mat-eng.its.ac.id](mailto:irfan@mat-eng.its.ac.id)

### **Abstrak**

*Fatig merupakan salah satu parameter penting di dalam desain komponen atau struktur, terutama untuk kondisi pembebanan dengan amplitudo bervariasi maupun tegangan multi aksial. Namun demikian pengumpulan data fatig seringkali memerlukan waktu lama dan biaya tinggi, sehingga karenanya tidak efisien. Di samping itu, juga penting untuk memberi perhatian pada aspek scatter dari data fatig. Algoritma differential evolution (DE) dan wavelets untuk prediksi umur lelah komposit dengan menggunakan neural networks (NN) dipaparkan dalam makalah ini. Penerapan algoritma DE dan wavelets untuk prediksi umur lelah yang efisien dengan NN diuji pada berbagai variasi komposit, rasio tegangan dan kemultiaksialan dari tegangan. Perbandingan hasil prediksi yang didapat terhadap data fatig dari eksperimen dipresentasikan. Ditunjukkan bahwa algoritma differential evolution (DE) dan wavelets untuk prediksi umur lelah komposit dengan neural networks (NN) memberikan akurasi yang baik meskipun dengan data fatig awal yang sedikit atau terbatas, yaitu hingga 22 % dari total data fatig. Selain itu, aspek scatter dari data fatig juga dapat digambarkan dengan baik menggunakan model-model NN tersebut. Penggunaan NN dengan algoritma DE dan wavelets oleh karenanya menjadi alternatif untuk pengumpulan data fatig yang efisien dan handal.*

**Kata kunci:** Differential Evolution; Wavelets; Umur Lelah; Komposit; Amplitudo Bervariasi

### **PENDAHULUAN**

Dari sudut pandang kehandalan dan ketahanan struktur, fatig merupakan salah satu parameter penting di dalam desain komponen atau struktur, terutama untuk kondisi pembebanan dengan amplitudo bervariasi maupun tegangan multi aksial. Sebagaimana dilaporkan oleh US National Institute of Standards and Technology (Manson and Halford, 2006), sebagian besar kegagalan struktur disebabkan oleh mekanisme fatig, dengan angka mencapai 60 % dari keseluruhan jenis kegagalan yang diuji.

Uji fatig adalah salah satu pendekatan untuk mendapatkan informasi ketahanan fatig dari sebuah komponen. Dalam pengujian tersebut, stress ( $S$ ) atau strain ( $\epsilon$ ) langsung dihubungkan dengan umur operasional dalam bentuk siklus fatigue ( $N$ ). Selanjutnya, hasil ditunjukkan dalam kurva  $S-N$  or  $\epsilon -N$ , menggambarkan berapa lama sebuah material bertahan terhadap level stress/strain tertentu yang diberikan. Meskipun tidak menggambarkan bagaimana mekanisme dan akumulasi kerusakan terjadi selama fatig, namun data fatig tersebut mewakili konsep safe-life yang sangat bermanfaat dan praktikal (Deutschman, 1975; Vassilopoulos, 2010). Oleh karenanya, hasil uji fatig di atas banyak digunakan sebagai panduan dalam desain komponen atau struktur. Sayangnya, terdapat kendala yang sering dihadapi oleh para desainer, yaitu pengumpulan data fatig tersebut seringkali memerlukan waktu lama dan biaya tinggi, sehingga tidak efisien. Untuk penerapan pada material komposit laminat, waktu untuk pengumpulan data fatig akan lebih lama karena variabel material penyusun matriks dan serat serta kemultiaksialan tegangan juga harus diperhitungkan. Di samping itu, juga penting untuk memberi perhatian pada aspek scatter dari data fatig.

Dalam makalah ini, algoritma differential evolution (DE) dan wavelets untuk prediksi umur lelah komposit secara efisien dengan menggunakan neural networks (NN) dipaparkan. Penerapan algoritma DE dan wavelets

untuk prediksi umur lelah yang efisien dengan NN diuji pada berbagai variasi komposit, rasio tegangan dan kemultiaksialan dari tegangan.

### **MODEL SOFT COMPUTING UNTUK PREDIKSI FATIK**

Neural networks adalah salah satu model soft computing yang dipakai untuk prediksi umur lelah material, baik metal maupun komposit. Ide dasar dari NN adalah pembelajaran (learning) dari data-data yang dipaparkan ke dalam suatu model NN tertentu. Model NN tersebut kemudian melakukan generalisasi pada pola input baru yang sama sekali tidak ditunjukkan sebelumnya dengan berdasarkan pengalaman belajar tersebut. Learning dalam NN tersebut dimanifestasikan dalam bentuk update nilai-nilai bobot (weights) yang dilakukan dalam sebuah algoritma pembelajaran tertentu. Pengalaman atau pengetahuan yang didapat dari hasil belajar disimpan dalam bentuk nilai-nilai bobot tersebut. Nilai-nilai tersebut juga mencerminkan koneksi dan interaksi antara layer input, layer proses dan layer output dalam struktur NN tersebut. Dengan demikian NN dapat mengasosiasikan dan mengemulasikan pola-pola baru dan membuat perkiraan-perkiraan baru.

Hidayat dan Berata (2011) dan Hidayat (2015) mengenalkan sebuah pendekatan baru untuk prediksi umur lelah material komposit polimerik berdasarkan kerangka gabungan teknik identifikasi sistem dan NN. Kelebihan dari model fatik tersebut adalah mampu melakukan prediksi umur lelah material komposit dalam kondisi pembebanan multivariable (spektrum) maupun multiaxial (tegangan kompleks). Fitur kunci dari teknik kombinasi tersebut adalah struktur nonlinear autoregressive exogenous inputs (NARX) yang memungkinkan untuk berpindah dari satu sektor ke sektor lainnya dari sebuah diagram umur konstant atau constant life diagrams (CLD). Dengan cara sliding dari satu level tegangan ke level tegangan lainnya, kemudian dari satu nilai rasio tegangan ke rasio tegangan lainnya, maka prediksi umur lelah material untuk beragam spektrum beban maupun kondisi tegangan dapat dilakukan secara efisien. Adapun struktur NN yang digunakan dalam teknik kombinasi tersebut adalah multilayer perceptron (MLP) maupun radial basis function (RBF) yang merupakan struktur paling banyak dipakai dalam simulasi NN. Penjelasan lebih rinci mengenai model NN tersebut dapat ditemukan dalam (Hidayat dan Berata, 2011; Hidayat, 2015).

### **MATERIAL DAN METODE**

Penggunaan teknik kombinasi di atas memberikan hasil prediksi umur lelah material komposit yang efisien dengan dengan tingkat akurasi yang baik. Namun demikian, keakuratan hasil prediksi tersebut masih dapat ditingkatkan dengan menggunakan algoritma differential evolution (DE) dan wavelets (WNN), sebagaimana dipaparkan dalam bagian ini. Pada dasarnya, kedua algoritma tersebut bekerja dengan cara mengoptimalkan nilai-nilai bobot NN sehingga proses learning dan generalisasi NN menjadi lebih baik (Storn dan Price, 1995; Zhang dan Benveniste, 1992).

#### ***Algoritma Differential Evolution***

Algoritma differential evolution untuk mendapatkan nilai-nilai bobot yang lebih optimal dengan kode "DE/rand/1/bin" (Storn dan Price, 1995) diberikan sebagai berikut:

1. Inialisasi populasi (bobot NN) dengan nilai acak  $X = [x_i]$   $i = 1, 2, \dots, NP$ , dimana  $NP$  adalah jumlah populasi yang dihasilkan dari distribusi probabilitas yang uniform dalam ruang masalah  $D$ -dimensional.
2. Evaluasi nilai fitness dari tiap individu dalam populasi. Jika fitnessnya sesuai criteria, berhenti dan simpan nilainya. Jika tidak ke langkah 3.
3. Lakukan operasi mutasi atau diferensial dengan menambahkan suku differential terskala ke vektor basis (individual):

$$v_i = x_b + F(x_k - x_p) \quad (1)$$

$F$  adalah faktor skala yang mengatur laju perkembangan populasi,  $x_b$  ( $x_i$ ) vektor basis serta  $x_k$  dan  $x_p$  adalah vektor-vektor unik yang random untuk mencapai tingkat probabilitas dan kecepatan konvergensi yang baik.

4. Lakukan operasi crossover untuk membuat vektor trial dengan mengganti karakteristik dari vektor basis dengan karakteristik dari vektor mutant. Crossover (rekombinasi) tersebut diberikan oleh proses binomial sebagai berikut:

$$u_{i,j} = \begin{cases} v_{i,j} & \text{if } (rand_j(0,1) < C_r) \\ x_{i,j} & \text{otherwise} \end{cases} \quad (2)$$

dimana  $j = 1, 2, \dots, D$  dan  $C_r$  adalah parameter yang menyediakan kemampuan dekomposisi untuk keberagaman.

- Lakukan operasi seleksi dengan membandingkan fitness dari vektor basis  $x_i$  vektor trial  $u_i$  untuk menghasilkan keturunan yang lebih baik dengan memakai kriteria:

$$x_i^G = \begin{cases} u_i^G & \text{if } f(u_i^G) < f(x_i^G) \\ x_i^G & \text{otherwise} \end{cases} \quad (3)$$

$G$  menggambarkan generasi ke- $G$ .

- Iterasikan operasi-operasi mutasi, rekombinasi dan seleksi tersebut sampai hasil optimal didapat atau kriteria-kriteria yang ditentukan sebelumnya terpenuhi.

Parameter-parameter yang digunakan dalam proses-proses di atas: scaling factor  $F$  0.1, crossover rate  $C_r$  0.5 dan jumlah iterasi 1000.

### Algoritma WNN

Untuk algoritma yang digunakan untuk WNN diberikan sebagai berikut (Zhang dan Benveniste, 1992):

- Initialisasi librari  $W$  berisikan versi dilatasi dan translasi dari fungsi ibu wavelet.

$$W = \{\psi_i : \psi_i(x) = \alpha_i \psi(a_i(x - t_i))\}, \alpha_i = \left( \sum_{k=1}^n [\psi(a_i(x - t_i))]^2 \right)^{\frac{1}{2}}, i = 1, 2, \dots, L \quad (4)$$

dimana:  $x_k$  input sample,  $n$  jumlah input,  $L$  jumlah wavelet  $W$ .

- Pilih sejumlah  $M$  wavelets terbaik berdasarkan data training dari library  $W$  untuk mengisi hidden layer dan membangun regresi:

$$f_M(x) = \sum_{i \in I} u_i \psi_i(x) \quad (5)$$

dimana:  $I$  subset berisikan  $M$  elemen dari set indeks  $\{1, 2, \dots, L\}$ . Metode seleksi ortogonalisasi atau metode eliminasi mundur dapat digunakan untuk pemilihan tersebut

- Latih struktur WNN yang didapat tersebut dengan teknik gradient descent sampai error yang dihasilkan minimal.

Material yang diuji, data yang digunakan untuk learning maupun data testing ditunjukkan dalam Tabel 1. Ditunjukkan bahwa  $R$  dan  $\theta$  masing-masing menunjukkan rasio tegangan dan arah pemotongan specimen relatif terhadap sumbu  $x$ . Sebagai input adalah tegangan maksimum ( $S_{max}$ ), rasio tegangan ( $R$ ) dan arah potong ( $\theta$ ). Sebagai output adalah umur lelah  $N$  (dalam log).

**Tabel 1. Material yang diuji untuk prediksi umur lelah beserta data learning dan testing**

Material	Data fatik sebagai data training: $R$ dan $\theta$	Data fatik sebagai data testing: $R$ dan $\theta$
E-glass/polyester [0/(\pm 45) <sub>2</sub> /0] <sub>T</sub> (Vassilopoulos dan Philippidis, 2002).	$R = 0.1: \theta = 0^\circ$  $R = 10: \theta = 0^\circ$	$R = 0.5: \theta = 0^\circ$
		$R = -1: \theta = 0^\circ$
		$R = 0.1: \theta = 15^\circ$
		$R = -1: \theta = 30^\circ$
		$R = 10: \theta = 30^\circ$
		$R = 0.1: \theta = 45^\circ$
		$R = 0.5: \theta = 45^\circ$
		$R = -1: \theta = 45^\circ$
		$R = 10: \theta = 45^\circ$
		$R = -1: \theta = 60^\circ$
		$R = 10: \theta = 60^\circ$
		$R = 0.1: \theta = 75^\circ$

		$R = 0.1: \theta = 90^\circ$
		$R = -1: \theta = 90^\circ$
		$R = 10: \theta = 90^\circ$
E-glass fabrics/epoxy [ $\pm 45/0_4/\pm 45/$ ] (Mandell dan Samborsky, 2010)	$R = 0.1: \theta = 0^\circ$	$R = 0.5: \theta = 0^\circ$
		$R = -0.5: \theta = 0^\circ$
		$R = -1: \theta = 0^\circ$
		$R = -2: \theta = 0^\circ$
		$R = 0.1: \theta = 90^\circ$
	$R = 10: \theta = 0^\circ$	$R = 0.5: \theta = 90^\circ$
		$R = -0.5: \theta = 90^\circ$
		$R = -1: \theta = 90^\circ$
		$R = -2: \theta = 90^\circ$
		$R = 10: \theta = 90^\circ$
E-glass/polyester [90/0/ $\pm 45/0$ ] <sub>s</sub> (Mandell dan Samborsky, 2010)	$R = 0.1$ and $10$	$R = 0.9, 0.8, 0.7, 0.5, -0.5, -1$ and $-2$ (on-axis or $\theta = 0^\circ$ )

### HASIL DAN DISKUSI

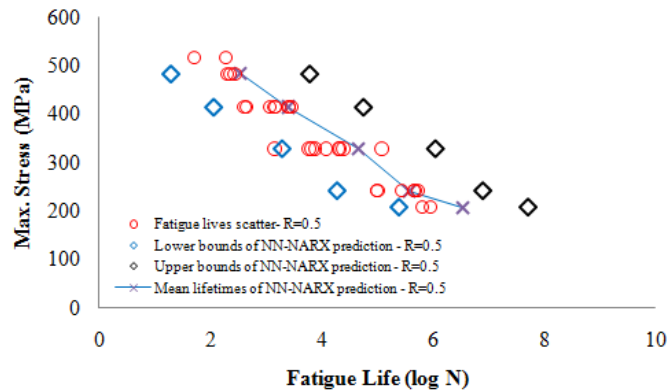
Model-model NN dengan algoritma DE dan wavelets dibangun dalam MATLAB dan dijalankan pada HP dengan Intel Core i5-4210U 2.40 GHz, 4 GB RAM dan 64-bit Windows 8. Tabel 2 menunjukkan perbandingan akurasi dari model NN, model NN-DE dan model WNN dalam nilai mean squared error (MSE). Dapat dilihat bahwa terdapat perbaikan akurasi hasil prediksi umur lelah dengan penggunaan algoritma DE dan wavelets. Menarik untuk dicatat bahwa akurasi tersebut didapatkan dengan menggunakan data training yang terbatas, yaitu hanya 22 % dari total data fatik, terutama untuk prediksi umur lelah material E-glass/polyester [0/( $\pm 45$ )<sub>2</sub>/0]<sub>T</sub>. Sehingga dengan demikian, hanya diperlukan proses koleksi sejumlah data fatik saja sebagai basis data. Selanjutnya, umur lelah pada berbagai kondisi tegangan lainnya dapat diprediksi berdasar basis data tersebut secara efisien.

**Table 2. Perbandingan akurasi model NN, model NN dengan DE dan model NN dengan wavelets untuk prediksi umur lelah material komposit polimerik**

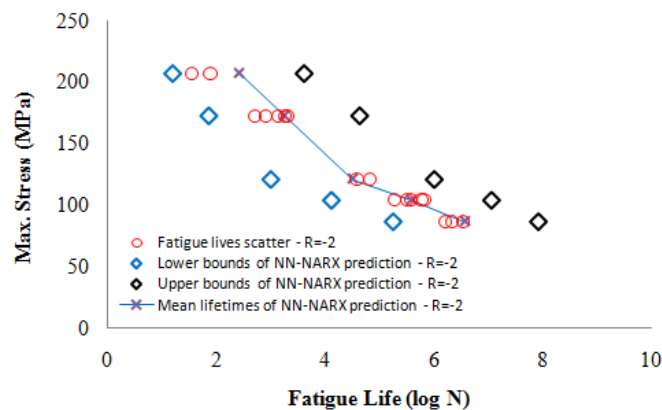
Material dan sudut on/off-axis		Model NN MSE	Model NN-DE MSE	Model WNN MSE
E-glass/polyester [0/( $\pm 45$ ) <sub>2</sub> /0] <sub>T</sub>	0°, 15°, 30°, 45°, 60°, 75° & 90°	0.123	0.123	0.10
E-glass fabrics/epoxy [ $\pm 45/0_4/\pm 45/$ ]	0° & 90°	0.27	0.268	0.24
E-glass/polyester (DD16) [90/0/ $\pm 45/0$ ] <sub>s</sub>	0°	0.27	0.255	0.22

Di samping itu, penting juga dicatat bahwa model WNN dapat menghasilkan hasil prediksi yang akurat dengan algoritma gradient descent biasa, berbeda bila dibandingkan dengan model-model NN yang lain dalam makalah ini. Di samping itu, tidak ada teknik regularisasi khusus yang diperlukan sebagaimana teknik regularisasi Bayesian dalam model-model NN yang lain. Hal ini menunjukkan bahwa WNN merupakan model NN yang efektif untuk memprediksi umur lelah material komposit.

Untuk memperlihatkan efektivitas dari penggunaan model-model NN untuk prediksi umur lelah material komposit polimerik, hasil-hasil simulasi umur lelah pada beberapa nilai rasio tegangan disajikan dalam Gambar-gambar 1 dan 2. Hasil prediksi umur lelah dari material E-glass/polyester ([90/0/ $\pm 45/0$ ]<sub>s</sub>) dipilih untuk representasi hasil-hasil yang didapatkan.



Gambar 1. Prediksi umur lelah material E-glass/polyester ([90/0/±45/0]<sub>s</sub>) beserta batas-batas prediksi atas dan bawah ( $R = 0.5$ ).



Gambar 2. Prediksi umur lelah material E-glass/polyester ([90/0/±45/0]<sub>s</sub>) beserta batas-batas prediksi atas dan bawah ( $R = -2$ ).

Berdasarkan gambar-gambar 1 dan 2 di atas, menarik pula untuk dicatat bahwa model NN dapat memberikan batas-batas atas dan bawah dari prediksi. Batas-batas prediksi tersebut bermanfaat untuk menggambarkan scatter dari nilai-nilai umur lelah material. Dapat dilihat dari gambar-gambar 1 dan 2 bahwa scatter dari nilai-nilai umur lelah material yang diuji berada di dalam rentang prediksi dari model NN tersebut. Hasil-hasil komprehensif di atas tentunya sangat membantu para desainer dalam desain komponen atau struktur, terutama dalam memasukkan variasi-variasi dari umur lelah yang didapatkan di dalam perhitungan yang dilakukan.

## KESIMPULAN

Algoritma differential evolution (DE) dan wavelets untuk prediksi umur lelah komposit polimerik pada kondisi tegangan yang bervariasi menggunakan NN disajikan dalam makalah ini. Aspek-aspek yang berkaitan dengan permodelan umur lelah material komposit polimerik dengan NN menggunakan DE dan wavelets juga dibahas.

Hasil simulasi pada beberapa jenis material komposit polimerik menunjukkan efektivitas model-model NN yang telah dikembangkan. Akurasi yang baik mampu didapat meskipun dengan data fatik awal yang terbatas, yaitu hingga 22 % dari total data fatik. Selain itu, efektivitas WNN melebihi model-model NN lain yang telah dikembangkan dalam makalah ini. Penggunaan algoritma wavelets memungkinkan model NN dibangun dengan lebih adaptif, berdasarkan data training yang digunakan. WNN sangat efektif sebagai model NN untuk memprediksi umur lelah material komposit, diantara model-model NN yang lain.

Dengan demikian, penggunaan NN menjadi alternatif untuk pengumpulan data fatik yang efisien dan handal. Investigasi efektifitas penggunaan model NN untuk prediksi umur lelah material komposit jenis lain menjadi arah studi selanjutnya.



**REFERENSI**

- [1] Deutschman, A.D. (1975). *Machine Design: Theory and Practice*. Macmillan Publishing Co. Inc., USA
- [2] Hidayat M.I.P. and Berata, W. (2011). Neural networks with radial basis function and NARX structure for material lifetime assessment application. The 12th International Conference on Quality in Research (QiR 12), 4-7 July 2011, Bali, Indonesia.
- [3] Hidayat M.I.P (2015). System identification technique and neural networks for material lifetime assessment application. In Q. Zhu and A.T. Azar (Eds.), *Complex System Modelling and Control Through Intelligent Soft Computations, Studies in Fuzziness and Soft Computing 319*. DOI: 10.1007/978-3-319-12883-2\_27. Switzerland: Springer International Publishing.
- [4] Storn, R. and Price, K. (1995). Differential evolution-a simple and efficient adaptive scheme for global optimization over continuous spaces. Technical Report TR-95-012. ICSI.
- [5] Mandell, J. F. and Samborsky, D. D. 2010. DOE/MSU composite material fatigue database: test, methods, material and analysis. SAND97-3002. Albuquerque, NM: Sandia National Laboratories.
- [6] Manson, S.S. and Halford, G.R. (2006). *Fatigue and Durability of Structural Materials*. ASM International, USA
- [7] Vassilopoulos, A.P. and Philippidis, T.P. (2002). Complex stress state effect on fatigue life of GRP laminates. Part I, experimental. *International Journal of Fatigue*, 24(8), pp. 813-823.
- [8] Vassilopoulos, A. P. (Ed.). (2010). *Fatigue life prediction of composites and composite structures*. Woodhead Publishing Limited, Cambridge.
- [9] Zhang, Q. and Benveniste, (1992). A Wavelet networks. *IEEE Transactions Neural Networks*, 3(6), pp. 889-898.

## **Pemodelan dan Simulasi Material**

**Dyah Lintang Trenggonowati**

Jurusan Teknik Industri, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, Indonesia

[dyahlintang@untirta.ac.id](mailto:dyahlintang@untirta.ac.id)

### **Abstrak**

*Pengukuran produktivitas (material) sebagai dasar perencanaan adalah sangat penting disemua tingkatan ekonomi. Pada perusahaan, pengukuran produktivitas digunakan untuk menganalisa dan mendorong efisiensi produksi. Ukuran produktivitas akan dijadikan sebagai patokan untuk dianalisa dan dievaluasi serta dibandingkan dengan rencana yang telah ditetapkan. Berdasarkan evaluasi ini dapat direncanakan kembali target produktivitas yang akan dicapai baik dalam jangka pendek maupun jangka panjang. PT Krakatau Wajatama merupakan anak perusahaan PT. Krakatau Steel (Perseo) Tbk yang memproduksi baja profil (section mill) dan baja tulangan (bar mill). PT Krakatau Wajatama berusaha meningkatkan produktivitas perusahaan dalam menghadapi persaingan yang semakin kompetitif. Namun, pada perusahaan ini tidak ada data waktu proses produksi pada setiap stasiun atau pun lamanya waktu proses dalam memproduksi sebuah produk baja, sehingga di lapangan sering terjadi permasalahan berupa lambatnya pengerjaan produk baja dan membuat mesin lebih lama menganggur. Dengan permasalahan yang ada maka diperlukan cara untuk mengukur produktivitas perusahaan. Salah satu caranya adalah dengan menganalisa, mengevaluasi, dan memperbaiki sistem yang ada. Oleh karena itu, diperlukan model untuk menganalisa sistem nyata ini dengan model yang sederhana. Dalam menganalisa dan mengevaluasi model yang telah dibuat, diperlukan suatu metode khusus. Menurut Harrel (2000) simulasi ialah suatu metodologi untuk melaksanakan percobaan dengan menggunakan model dari satu sistem nyata. Software yang digunakan dalam mensimulasi sistem produksi di PT Krakatau Wajatama ini adalah software ProModel 7.5. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah memodelkan simulasi sistem pada proses produksi di PT Krakatau Wajatama, memberikan usulan untuk meningkatkan produktivitas untuk PT Krakatau Wajatama, serta menentukan jumlah produk yang dapat dihasilkan dengan model simulasi sistem pada proses produksi. Pada penelitian ini terdapat 3 alternatif usulan perbaikan dimana alternatif yang ke 3 yang terbaik karena memiliki rata-rata output terbesar dibandingkan dengan alternatif usulan perbaikan lainnya.*

**Kata kunci:** material, pemodelan, promodel, simulasi

### **I. PENDAHULUAN**

*Pengukuran produktivitas (material) digunakan untuk menganalisa dan mengevaluasi faktor-faktor yang dapat mempengaruhi produktivitas perusahaan yang selanjutnya digunakan untuk menentukan strategi perusahaan dalam meningkatkan produktivitas. Pengukuran produktivitas sebagai dasar perencanaan adalah sangat penting disemua tingkatan ekonomi. Pada perusahaan, pengukuran produktivitas digunakan untuk menganalisa dan mendorong efisiensi produksi. Ukuran produktivitas akan dijadikan sebagai patokan untuk dianalisa dan dievaluasi serta dibandingkan dengan rencana yang telah ditetapkan. Berdasarkan evaluasi ini dapat direncanakan kembali target produktivitas yang akan dicapai baik dalam jangka pendek maupun jangka panjang.*

*PT Krakatau Wajatama merupakan anak perusahaan PT. Krakatau Steel (Perseo) Tbk yang memproduksi baja profil (section mill) dan baja tulangan (bar mill). PT Krakatau Wajatama berusaha meningkatkan produktivitas perusahaan dalam menghadapi persaingan yang semakin kompetitif. Namun, pada perusahaan ini tidak ada data waktu proses produksi pada setiap stasiun atau pun lamanya waktu proses dalam memproduksi sebuah produk baja, sehingga di lapangan sering terjadi permasalahan berupa lambatnya pengerjaan produk baja dan membuat mesin lebih lama menganggur.*

*Salah satu cara untuk mengukur produktivitas perusahaan adalah dengan menganalisa, mengevaluasi, dan memperbaiki sistem yang ada. Untuk menganalisa sistem nyata di PT Krakatau Wajatama yang cukup luas, tentunya akan kesulitan dan menimbulkan resiko yang cukup besar. Oleh karena itu, diperlukan model untuk menganalisa sistem nyata ini dengan model yang sederhana. Menurut Turner (1993) model dapat didefinisikan sebagai proses penggambaran operasi sistem nyata untuk menjelaskan atau menunjukkan relasi-relasi penting yang terlibat. Model yang akan dibuat harus bisa menggambarkan sistem yang sebenarnya di PT Krakatau*

Wajatama.

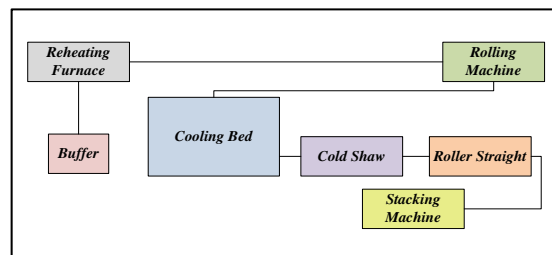
Dalam menganalisa dan mengevaluasi model yang telah dibuat, diperlukan suatu metode khusus. Menurut Simatupang (1995) simulasi ialah suatu metodologi untuk melaksanakan percobaan dengan menggunakan model dari satu sistem nyata. Software yang digunakan dalam mensimulasi sistem produksi di PT Krakatau Wajatama ini adalah software ProModel 7.5, karena memiliki kemudahan dalam penggunaan, fleksibilitas yang lengkap, kemudahan dalam memodelkan untuk setiap keadaan dan kemampuan untuk membuat animasi yang realistis, sehingga simulasi menjadi semakin nyata.

## II. METODE

### 2.1 RELEVANT SYSTEM

#### 1. Sistem Relevan

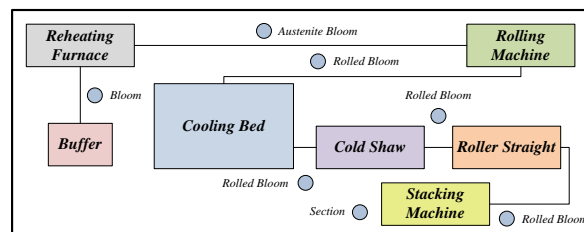
Sebuah penggambaran sistem akan berguna dalam mengidentifikasi seluruh komponen yang relevan. Termasuk hubungan antar struktur dan proses dimana masalah tersebut ditetapkan. Berikut adalah *relevant system* yang ada di PT Krakatau Wajatama:



**Gambar 2.1 Relevant System**

#### 2. Entity Flow Diagram

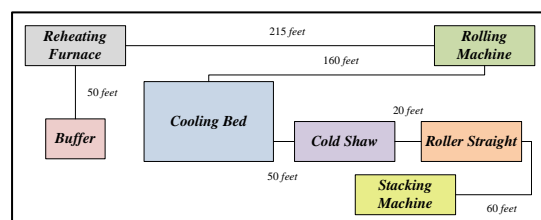
Entity flow diagram merupakan model data berupa notasi grafis dalam pemodelan data konseptual yang menggambarkan hubungan antara penyimpanan. Berikut adalah *entity flow diagram* yang ada di PT Krakatau Wajatama:



**Gambar 2.2 Entity Flow Diagram**

#### 3. Layout Diagram

Layout diagram adalah suatu gambaran untuk memperlihatkan atau menerangkan suatu tata letak yang akan disajikan. Berikut adalah *layout diagram* yang ada di PT Krakatau Wajatama:



**Gambar 2.3 Layout Diagram**

## 2.2 UJI STATISTIKA

### 1. Statistika Deskriptif

Statistika deskriptif merupakan suatu metode yang berkaitan dengan pengumpulan dan penyajian data. Metode ini berkaitan dengan penerapan metode statistik untuk mengumpulkan, mengolah, menyajikan, dan menganalisis data kuantitatif secara deskriptif.

## 2. Uji Korelasi

Uji korelasi adalah metode pengujian yang digunakan untuk mengetahui hubungan antara dua variabel yang datanya kuantitatif. Selain dapat mengetahui derajat keeratan hubungan korelasi juga dapat digunakan untuk mengetahui arah hubungan dua variabel numeric.

## 3. Scatter Plot

Diagram *scatter* adalah alat untuk menganalisis hubungan antara dua variabel. Satu variabel diplot pada sumbu horizontal dan yang lainnya diplot pada sumbu vertikal.

## 4. Run Test

Run Test adalah uji statistik yang digunakan untuk melihat apakah sampel (observasi) yang diambil secara *random* atau tidak.

## 5. Estimasi Parameter

Estimasi Parameter merupakan uji statistik yang digunakan untuk melihat rangking dari setiap distribusi.

## 6. Goodness Of Fit

Goodness of fit merupakan uji statistik yang digunakan untuk menguji apakah distribusi probabilitas terpilih benar-benar tepat mewakili sampel data.

Berikut ini merupakan hasil dari uji statistika yaitu berupa distribusi yang digunakan pada setiap waktu proses setiap stasiunnya dengan menggunakan bantuan *software* promodel aplikasi *Stat Fit* :

**Tabel 2.1 Distribusi Waktu Proses**

Waktu Proses	Distribusi
Antar Kedatangan	Uniform
<i>Reheating Furnace</i>	Uniform
<i>Rolling</i>	Lognormal
<i>Colling Bed</i>	Uniform
<i>Cold Saw</i>	Lognormal
<i>Roller Straight</i>	Lognormal
<i>Stacking</i>	Uniform

## 2.3 PENGEMBANGAN MODEL

### 1. Deskripsi Sistem

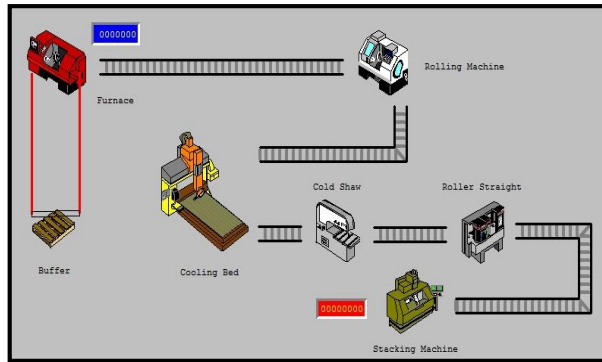
Sistem yang digunakan dalam penelitian ini adalah sistem produksi pembuatan baja profil pada PT Krakatau Wajatama. Bahan baku yang digunakan dalam pembuatan baja profil adalah *bloom* yang merupakan produk kasar yang berasal dari PT Krakatau Steel (Persero) Tbk. Bahan baku yang akan diproduksi dipindahkan dari *warehouse* ke *transfer bank* dengan waktu antar kedatangannya berdistribusi uniform dengan *mean* 85,62 detik dan *half range* 6,75 detik. *Bloom* yang ada dipanaskan di dalam *furnace* dengan waktu proses berdistribusi uniform dengan *mean* 6226,31 detik dan *half range* 24 detik.

*Bloom* yang telah dipanaskan, keluar satu persatu menuju *rolling machine*. Di dalam *rolling machine* *bloom* yang ada di bentuk memanjang sesuai dengan ukuran produk yang sedang diproduksi. Waktu proses dalam *rolling machine* berdistribusikan lognormal dengan *mean* 93,2867 detik dan standar deviasi 1,49936 detik. Selanjutnya didinginkan di atas *cooling bed* dngan waktu proses yang beristribussi uniform dengan *mean* 1851,72 detik dan *half range* 46,3 detik. Proses selanjutnya adalah *roller straight* dengan waktu proses berdistribusikan lognormal dengan *mean* 10,6487 detik dan standar deviasi 0,705001 detik. roses terakhir yang dilakukan adalah *stacking* dengan waktu proses berdistribusi uniform dengan *mean* 51,5267 detik dan *half range* 1,55 detik.

PT Krakatau Wajatama memiliki tiga shift dalam satu hari. Dalam satu sgiftnya terdapat 8 jam kerja tanpa ada waktu istirahat. *Resource* yang digunakan di PT Krakatau Wajatama adalah *craine* dengan kecepatan sebesar 10 *fpm*.

### 2. Model Eksisiting

Model eksisiting adalah model yang dibuat sesuai dengan kondisi nyata pada PT Krakatau Wajatama. Berikut ini adalah model eksisting dari PT Krakatau Wajatama:



**Gambar 2.4. Model Eksisting PT Krakatau Wajatama**

**3. Replikasi**

Berikut adalah hasil replikasi menggunakan *software* ProModel 7.5 dari sistem PT Krakatau Wajatama

**Tabel 2.2 Hasil Replikasi Sistem PT Krakatau Wajatama**

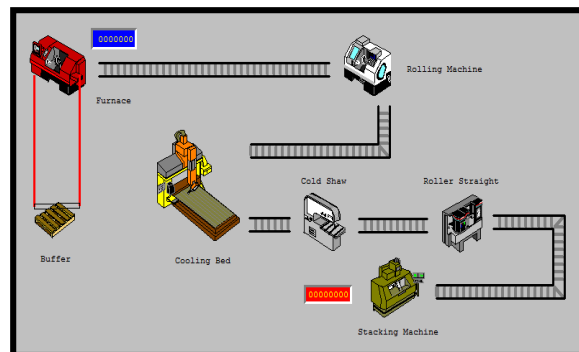
N	Xi (unit)	Xi-	(Xi-) <sup>2</sup>	S	Error	N'
1	13.485	0,3	0,09			
2	13.485	0,3	0,09			
3	13.484	-0,7	0,49			
4	13.485	0,3	0,09			
5	13.485	0,3	0,09	0,23333	0,16690	7,50804
6	13.485	0,3	0,09	3	5	6
7	13.484	-0,7	0,49			
8	13.485	0,3	0,09			
9	13.484	-0,7	0,49			
10	13.485	0,3	0,09			
<b>Jml</b>	<b>134.84</b> 7		<b>2,1</b>			

Berdasarkan perhitungan di atas, maka nilai ke-*error*-an dari hasil *output* 10 replikasi adalah 0,166905 dan replikasi yang dbutuhkan adalah sebanyak 8 replikasi.

**III PERANCANGAN SKENARIO MODEL**

**1. Usulan Perbaikan 1**

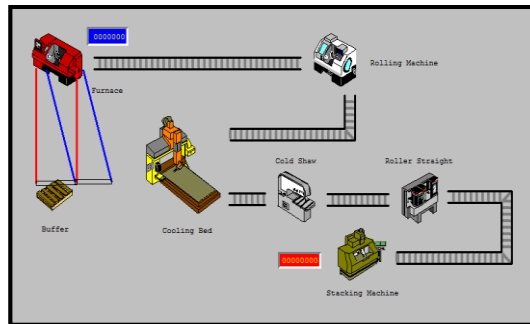
Berikut ini adalah *layout* dari ProModel yang ada dalam usulan perbaikan satu yang telah dibuat:



**Gambar 3.1 Layout Usulan Perbaikan 1**

**2. Usulan Perbaikan 2**

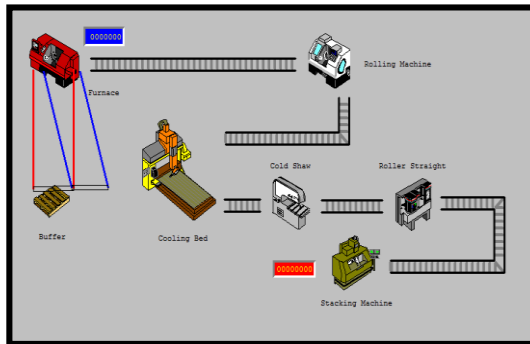
Berikut ini adalah *layout* dari ProModel yang ada dalam usulan perbaikan dua yang telah dibuat:



**Gambar 3.2 *Layout* Usulan perbaikan 2**

**3. Usulan Perbaikan 3**

Berikut ini adalah *layout* dari ProModel yang ada dalam usulan perbaikan tiga yang telah dibuat:



**Gambar 3.3 *Layout* Usulan perbaikan 3**

**IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dalam Uji ANOVA merupakan uji statistika yang digunakan untuk menguji perbedaan mean antar kelompok data berdasarkan pada dua atau lebih variabel independen, dengan variabel dependen tunggal. Sehingga akan diketahui bahwa beberapa kelompok data yang akan diuji apakah memiliki perbedaan atau tidak. Pada penelitian ini data yang akan dilakukan Uji ANOVA adalah *output* model eksisting, usulan perbaikan 1, usulan perbaikan 2, dan usulan perbaikan 3. Berikut ini merupakan data output yang dihasilkan pada model eksisting, usulan perbaikan 1, usulan perbaikan 2, dan usulan perbaikan 3:

**Tabel 4.1 Data Output Model Eksisting, Usulan perbaikan 1, Usulan perbaikan 2, dan Usulan perbaikan 3**

Replikasi	Output (unit)			
	Eksisting	Usulan Perbaikan 1	Usulan Perbaikan 2	Usulan Perbaikan 3
1	13.485	17.979	16.616	19.061
2	13.485	17.979	16.615	19.060
3	13.484	17.979	16.616	19.061
4	13.485	17.979	16.615	19.061
5	13.485	17.979	16.615	19.060
6	13.485	17.979	16.615	19.060
7	13.484	17.979	16.616	19.060
8	13.485	17.980	16.615	19.060
9	13.484	17.979	16.615	19.060
10	13.485	17.979	16.615	19.061
<i>Mean</i>	<b>13.484,7</b>	<b>17.979,1</b>	<b>16.615,3</b>	<b>19.060,4</b>
<i>Stdev</i>	<b>0,458257569</b>	<b>0,3</b>	<b>0,458257569</b>	<b>0,489897949</b>

Dapat diketahui bahwa usulan perbaikan yang terbaik berdasarkan peningkatan produktivitas yaitu usulan perbaikan yang ke-3 dengan menambahkan *crane* serta memperpendek jarak *conveyor rolling machine* ke-3 dengan menambahkan *crane* serta memperpendek jarak *conveyor rolling machine* ke *cooling bed* dan *buffer* ke *furnace*

## **V KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka didapatkan beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Model simulasi sistem pada proses produksi di PT Krakatau Wajatama yaitu bahan baku datang dari *transfer car* lalu diletakkan ditempat penyimpanan sementara, setelah itu dimasukkan kedalam *reheating furnace* dengan waktu berdistribusi uniform (6226.31,24) menit menggunakan *crane*, lalu bahan baku keluar dari *reheating furnace* dan langsung masuk kedalam proses produksi dari *rolling machine* dengan waktu berdistribusi lognormal (93.2867,1.49936) menit, lalu ke *cooling bed* dengan waktu berdistribusi uniform (1851.72,46.3) menit dilanjutkan ke *cold shaw* dengan waktu berdistribusi lognormal (10.1057,0.650245) menit, setelah itu masuk ke *roller straight* dengan waktu berdistribusi lognormal (10.6487, 0.706001) menit dan proses akhir di *stacking machine* dengan waktu berdistribusi uniform (51.5267,1.55) menit. Bahan baku bergerak dari *reheating furnace* sampai *stacking machine* dengan menggunakan *conveyor*.
2. Untuk meningkatkan produktivitas di PT Krakatau Wajatama dibuat usulan perbaikan sebanyak 3 usulan. Usulan perbaikan 1 yaitu jarak *conveyor* dari *rolling machine* ke *cooling bed* diperpendek dan jarak antara *buffer* serta *furnace* juga diperpendek. Usulan perbaikan 2 yaitu dengan menambahkan *crane* untuk mengangkat bahan baku ke *furnace*. Usulan perbaikan 3 yaitu dengan menambahkan *crane* serta memperpendek jarak *conveyor rolling machine* ke *cooling bed* dan *buffer* ke *furnace*.
3. Usulan perbaikan yang terbaik berdasarkan peningkatan produktivitas yaitu usulan perbaikan yang ke-3 dengan menambahkan *crane* serta memperpendek jarak *conveyor rolling machine* ke-3 dengan menambahkan *crane* serta memperpendek jarak *conveyor rolling machine* ke *cooling bed* dan *buffer* ke *furnace*

## **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Turner, W.C., Mize, J.H., Case, K.E., Nazemetz, J.W., 1993, *Pengantar Teknik dan Sistem Industri*. Surabaya. Penerbit : Guna Widya.
- [2] Harrel, Charles., Biman K. Ghosh, dan Royce O. Bowden . 2000. *Simulation Using Promodel 2nd*, McGraw-Hill Companies, Inc. New York.
- [3] Simatupang, Togar M. 1995. *Pemodelan Sistem*. Klaten, Penerbit Nindita.

## **PENJADWALAN PRODUKSI PADA ALIRAN *FLOWSHOP* DENGAN MENGGUNAKAN METODE *CAMPBELL DUDEK SMITH (CDS)* DAN *NAWAZ ENSCORE HAM (NEH)* UNTUK MEMAKSIMALKAN UTILITAS**

Evi Febianti<sup>1</sup>, Bobby Kurniawan<sup>2</sup>, Muhammad Ryan Permana<sup>3</sup>

Jurusan Teknik Industri, Fakultas Teknik Untirta

Jl. Jend.Sudirman KM 3 Cilegon, Banten 42435

[evifebianti@yahoo.com](mailto:evifebianti@yahoo.com)<sup>1</sup>, [b.kurniawan76@gmail.com](mailto:b.kurniawan76@gmail.com)<sup>2</sup>, [ryan.ipk4@gmail.com](mailto:ryan.ipk4@gmail.com)<sup>3</sup>

### **ABSTRAK**

*PT. XYZ adalah perusahaan yang bergerak di bidang manufaktur yang memproduksi baja, salah satunya adalah baja profil yaitu produk IWF 150, IWF 250, IWF 200, IWF 300, L100, U200. Bahan baku yang digunakan adalah bloom. Tipe aliran pada proses pembuatan baja profil adalah flowshop dengan 9 mesin. Pada tahun 2014 terjadi penurunan dengan total produksi sebanyak 128.867,01 ton, dari total kapasitas sebesar 150.000 ton. Dengan volume produksi menurun cukup signifikan yaitu sebesar 85% dibandingkan kapasitas tersedia. Urutan pengerjaan job yang dilakukan menggunakan metode konvensional, sehingga minimasi makespan yang dilakukan dapat mempersingkat waktu penyelesaian seluruh job, yang berdampak pada nilai utilitas, sehingga mencapai target produksi dan meningkatkan kapasitas produksi. Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan urutan job yang terbaik agar diperoleh makespan yang minimum dengan Metode CDS dan Metode NEH serta mengetahui nilai makespan yang minimum dan nilai utilitas yang maksimum. Berdasarkan pengolahan data yang dilakukan diperoleh makespan dan utilitas untuk eksisting perusahaan sebesar 1400,65 jam dan 20,52%, metode CDS sebesar 1259,97 jam dan 22,81%, dan metode NEH sebesar 1259,97 jam dan 22,81% dan urutan job 3-2-6-1-4-5 atau urutan job yang dikerjakan dimulai dari produk IWF200, kemudian IWF250, kemudian U200, kemudian IWF150, kemudian IWF300, dan job terakhir yaitu L100.*

**Kata Kunci :** CDS (*Campbell Dudek Smith*), *Flowshop*, *Makespan*, NEH (*Nawaz Enscore Ham*), *Utilities*

### **PENDAHULUAN**

Penjadwalan produksi merupakan aspek yang penting dalam lingkungan industri manufaktur. Penjadwalan yang baik selalu berusaha untuk meningkatkan utilitas sumber daya yang ada, seperti mesin-mesin, tenaga kerja manusia, maupun fasilitas yang diinginkan, salah satunya waktu. PT. XYZ merupakan perusahaan manufaktur yang menggunakan *system flowshop*, *flowshop* adalah proses penentuan urutan pekerjaan yang memiliki lintasan produk. Pada pola *flowshop*, operasi dari suatu *job* hanya dapat bergerak satu arah, yaitu dari proses awal di mesin awal sampai proses akhir di mesin akhir dan jumlah tahapan proses umumnya sama dengan jumlah mesin [1]. Urutan performansi penjadwalan tergantung pada kriteria yang digunakan, antara lain total waktu penyelesaian (*makespan*) semua *job* minimum, rata-rata keterlambatan yang minimum (*mean tardiness*), rata-rata waktu penyelesaian setiap *job* yang minimum (*mean flow time*), dan sebagainya. Penentuan jadwal yang memenuhi kriteria yang ada sangat sulit dilakukan. Untuk itu diambil kriteria yang dapat mewakili salah satu kriteria yang ada yaitu meminimasi makespan yaitu minimumkan panjang waktu keseluruhan operasi dalam proses secara lengkap. Meminimasi makespan cenderung menghasilkan *idle time* yang pendek, persediaan barang setengah jadi rendah dan utilitas mesin yang tinggi [2].

Perusahaan ini memiliki tipe produksi *make to stock* dimana pembuatan produksi tidak didasarkan atas permintaan konsumen. *Make to stock* yaitu membuat suatu produk akhir untuk disimpan, dan kebutuhan untuk konsumen akan diambil dari persediaan di gudang. Tingkat persediaan tergantung pada waktu respon permintaan pelanggan dan tingkat variabilitas permintaan. Jika *lead time* singkat, maka tingkat persediaan lebih sedikit, penanganan cepat bila ada permintaan tak terduga, dan membutuhkan kapasitas yang fleksibel. Pelanggan perusahaan *make to stock* tidak bersedia menunggu lama untuk mendapatkan produk yang mereka butuhkan.

Pada saat pelanggan diharuskan menunggu ketika persediaan *out of stock*, maka penjadwalan produksi akan menggunakan aturan *First Come First Serve (FCFS)*. Pada penjadwalan FCFS order yang datang pada saat yang bersamaan akan dikerjakan melalui antrian. Dalam antrian ini order yang berada dibelakang tidak diuntungkan karena akan mengakibatkan waktu menunggu yang lama sampai order diproses dilantai produksi.



PT. XYZ merupakan salah satu perusahaan manufaktur yang memproduksi baja. Baja yang diproduksi terbagi menjadi baja profil dan baja tulangan. Pada produksi baja profil terdapat beberapa jenis produk yaitu IWF 150, IWF 250, IWF 200, IWF 300, L 100, dan U 200. Bahan baku yang digunakan untuk produksi jenis produk tersebut adalah bloom.

Berdasarkan data 2015 Permintaan konsumen terhadap produk IWF 150, IWF 250, IWF 200, IWF 300, L 100, dan U 200 sangat tinggi yaitu 85% (sumber : divisi produksi) dibandingkan dengan produk jenis lain. Urutan pengerjaan job saat ini masih konvensional, sehingga waktu penyelesaian untuk seluruh job menjadi lama, maka perlu adanya minimasi waktu penyelesaian *job (makespan)*. Pada tahun 2014 total produksi sebanyak 128.867,01 ton, hal ini menurun dengan total kapasitas sebesar 150.000 ton. Dengan volume produksi menurun cukup signifikan yaitu sebesar 85% dibandingkan kapasitas tersedia. Penurunan volume produksi ini mengindikasikan terjadinya penurunan utilitas kapasitas. Selain itu, penggunaan metode penjadwalan yang masih konvensional ini mengakibatkan tidak terukurnya nilai dari kriteria performansi penjadwalan, seperti waktu penyelesaian maksimum dari seluruh pekerjaan atau *maximum completion time (makespan)* dari proses produksi telah diketahui, bahwa waktu yang diperlukan untuk menyelesaikan seluruh pekerjaan berbanding terbalik dengan maksimasi utilitas sumber daya. Artinya semakin rendah waktu penyelesaian seluruh pekerjaan, maka semakin tinggi tingkat utilitas sumber dayanya. Sehingga dengan tidak optimalnya nilai *make span*, mengakibatkan utilitas mesin dan kapasitas produksi belum dapat diupayakan dengan baik. Oleh karena itu, meminimasi *make span* yang dilakukan dapat mempersingkat waktu penyelesaian seluruh *job* yang berdampak pada nilai utilitas, sehingga dapat mencapai target produksi dan dapat meningkatkan kapasitas produksi.

## TINJAUAN PUSTAKA

### **Pengendalian Lantai Produksi (*Shop Floor Control*)**

Pengendalian lantai produksi sangat diperlukan untuk memastikan order-order yang dijadwalkan dapat diproses sesuai dengan jadwalnya. Pengendalian dapat dilakukan dengan mengendalikan prioritas release order, manajemen panjang antrian dan pengendalian keluar masuk order. Penelitian-penelitian sebelumnya telah menentukan cara-cara menentukan prioritas order-order yang akan di *release*. Beberapa aturan penentuan prioritas yang biasa digunakan adalah [3] :

#### *a. First Come First Served (FCFS)*

Memilih suatu pekerjaan yang sudah menunggu di stasiun kerja dengan waktu terpanjang.

#### *b. First In System Served (FISFS)*

Memilih suatu pekerjaan yang sudah berada dilantai produksi dengan waktu terpanjang.

#### *c. Shortest Processing Time (SPT)*

Memilih suatu pekerjaan dengan waktu proses minimum atau terpendek. Aturan ini cenderung mengurangi *work in process*, *mean flow time* dan *mean lateness*.

#### *d. Earliest Due Date (EDD)*

Yaitu memilih suatu pekerjaan berdasarkan *due date* paling awal.

#### *e. Slack atau Remaining Operation (S/RO)*

Yaitu memilih suatu pekerjaan dengan rasio terkecil dari *slack* terhadap jumlah operasi yang belum dikerjakan, dimana operasi tersebut telah ditentukan.

#### *f. Convert*

Order pekerjaan didasarkan pada rasio dari *slack based priority* terhadap waktu proses.

#### *g. Least Total Work (LTWK)*

Memilih suatu pekerjaan dengan waktu total proses terkecil atau mendahulukan operasi yang berasal dari pekerjaan yang memiliki jumlah aturan operasi paling sedikit.

#### *h. Least Work Remaining (LWKR)*

Memilih suatu pekerjaan dengan waktu total proses terkecil untuk operasi yang belum dikerjakan. Aturan ini mempertimbangkan sisa waktu proses sampai pekerjaan tersebut diselesaikan. Pekerjaan dengan sisa waktu terkecil dipilih untuk diproses.

*i. Most Operation Remaining (MOPNR)*

Memilih suatu pekerjaan dengan jumlah operasi yang belum dikerjakan terbanyak.

*j. Most Work Remaining (MWKR)*

Memilih pekerjaan dengan total waktu proses terbanyak untuk operasi yang belum dikerjakan.

*k. Random*

Memilih suatu pekerjaan secara acak.

*l. Work In Next Queue (WINQ)*

Memilih suatu pekerjaan dimana mesin yang digunakan berikutnya mempunyai waktu tunggu terkecil.

## **METODE PENELITIAN**

### **Jenis Data yang diperlukan**

Data yang diperlukan meliputi data produksi, data waktu siklus pengerjaan disetiap mesin, data stasiun kerja dan proses produksi, data jumlah mesin dan kapasitas mesin, dan yang terakhir waktu *set up*, *rating factor* dan *allowance*.

### **Tahapan Pengolahan Data**

Proses pengolahan data meliputi beberapa tahapan antara lain

1. Melakukan pengujian keseragaman dan kecukupan data.
2. Menghitung rata-rata waktu siklus, waktu normal, waktu baku dan waktu penyelesaian
3. Menghitung nilai makespan berdasarkan eksisting perusahaan
4. Menghitung dan pengurutan pekerjaan produk dengan metode CDS (*Campbell Dudek Smith*)
5. Menghitung dan pengurutan pekerjaan produk dengan metode NEH (*Nawaz Enscore Ham*)
6. Menghitung nilai utilitas
7. Memilih solusi terbaik pada penjadwalan eksisting dan masing masing metode berdasarkan nilai *makespan* minimum dan nilai utilitas terbesar.

Adapun langkah langkah dalam menggunakan metode CDS dan NEH sebagai berikut:

#### **1. Metode CDS**

Adapun langkah-langkahnya sebagai berikut:

- a. Menentukan urutan pertama ( $k = 1$ )  
 $k$  adalah tahapan / iterasi penjadwalan yang dilakukan dengan ketentuan  $k = 1, 2, 3, \dots, (m-1)$ , artinya perhitungan  $k$  mulai dari 1 sampai dengan  $m-1$ . Dimana  $m$  adalah jumlah mesin.
- b. Menghitung  $t_{i,1}^*$  dan  $t_{i,2}^*$   
Urutan yang pertama  $t_{i,1} = t_{i,1}^*$  dan  $t_{i,2}^* = t_{i,m}$  sebagai waktu proses pada mesin pertama dan mesin terakhir.  
$$t_{i,1}^* = t_{i,1} + t_{i,2} \tag{1}$$

Urutan yang kedua dirumuskan sebagai berikut:

$$t_{i,2}^* = t_{i,m} + t_{i,m-1} \tag{2}$$

Waktu proses pada dua mesin pertama dan dua mesin yang terakhir untuk urutan ke- $k$  :

$$t_{i,1}^* = \sum_{k=1}^k t_{i,k} \tag{3}$$

$$t_{i,2}^* = \sum_{k=1}^k t_{i,m-k+1} \tag{4}$$

Dimana :

$t_{i,1}$  adalah waktu proses pada *job* ke  $i$  dengan menggunakan mesin pertama.  $t_{i,2}$  adalah waktu proses pada *job* ke  $i$  dengan menggunakan mesin terakhir.

- c. Menentukan minimum dari  $t_{i,1}^*$  dan  $t_{i,2}^*$   
Jika waktu proses minimum terdapat pada mesin pertama (misal  $t_{i,1}$ ), tempatkan *job* tersebut pada awal deret penjadwalan. Jika waktu proses minimum terdapat pada mesin kedua (misal  $t_{i,2}$ ), tempatkan *job* tersebut pada akhir deret penjadwalan.
- d. Hilangkan atau coret *job* tersebut dari daftarnya dan susun dalam bentuk deret penjadwalan. Hitung banyak iterasi yang dapat dilakukan. Banyak iterasi:  $k = m-1$ . Jika masih ada *job* yang tersisa ulangi kembali langkah 1 sebaliknya bila tidak ada lagi *job* yang tersisa berarti penjadwalan sudah selesai.
- e. Dari urutan-urutan pengerjaan yang diperoleh, hitung nilai *makespan* masing-masing urutan. Pilih *makespan* yang terkecil. Adapun berikut ini *flow chart* yang menggambarkan adalah langkah-langkah dalam melakukan penjadwalan CDS

## 2. Metode NEH

Adapun langkah-langkahnya sebagai berikut:

- a. Hitung waktu total proses masing-masing *job*.

$$T = \sum_{j=1}^m t_j \quad (5)$$

Untuk semua *job*  $i$ , dengan  $t$  adalah waktu proses *job*  $i$  di mesin  $j$ .

- b. Urutkan *job* berdasarkan aturan SPT (*shortest processing time*).
- c. Setelah itu, dimulai dengan mencoba dua urutan pertama kemudian hitung *makespan* dari kemungkinan urutan dua *job* tersebut. Pilih urutan dengan *makespan* yang terkecil dan urutan tersebut akan digunakan untuk langkah berikutnya, maka secara otomatis urutan dengan *makespan* yang terbesar akan dibuang atau tidak digunakan.
- d. Perhitungan dilanjutkan berdasarkan *job* selanjutnya dan diurutkan kembali serta dihitung *makespan*nya.
- e. Lakukan terus menerus perhitungan tersebut hingga didapat urutan dengan *makespan* terkecil. Maka *makespan* terkecil yang akan dipilih.

## HASIL dan PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil pengamatan dan wawancara yang telah dilakukan, maka saat ini perusahaan menggunakan metode *First Come First Serve* (FCFS) atau konvensional. Urutan penjadwalan produksi yang telah terjadi pada bulan oktober 2015 yaitu *job* 1 (IWF150) – *job* 2 (IWF250) – *job* 3 (IWF200) – *job* 4 (IWF300) – *job* 5 (L100) – *job* 6 (U200). Berikut dibawah ini hasil perhitungan penjadwalan untuk menghitung nilai *makespan* minimum dari eksisting perusahaan dan kedua metode penjadwalan yaitu CDS dan NEH.

**Tabel 1. Rekapitulasi *Makespan* Eksisting perusahaan dan Metode CDS**

Rekapitulasi <i>Makespan</i>								
Penjadwalan	Urutan <i>Job</i>						<i>Makespan</i> (jam)	
Eksisting Perusahaan	1	2	3	4	5	6	1400,647302	
CDS	K=1	3	2	6	1	4	5	1259,974257
	K=2	3	2	6	1	4	5	1259,974257
	K=3	3	2	6	1	4	5	1259,974257
	K=4	3	2	6	1	4	5	1259,974257
	K=5	3	2	6	1	4	5	1259,974257
	K=6	3	2	6	1	4	5	1259,974257
	K=7	3	2	6	1	4	5	1259,974257
	K=8	3	2	6	1	4	5	1259,974257

Berdasarkan Tabel 1. rekapitulasi *makespan*, Metode FCFS pada eksisting perusahaan menghasilkan penjadwalan 1-2-3-4-5-6, dengan jumlah *makespan* 1400,65 jam. Kemudian Metode algoritma CDS menghasilkan penjadwalan 3-2-6-1-4-5, dengan jumlah *makespan* 1259,97 jam.

Sedangkan pada Tabel 2 metode NEH menghasilkan penjadwalan 3-2-6-1-4-5, dengan jumlah *makespan* 1259,97 jam. Adapun Tabel 2 rekapitulasi *makespan* metode NEH sebagai berikut:

**Tabel 2. Rekapitulasi *Makespan* Metode CDS**

NEH	Iterasi 1	5	4			112,486202		
		4	5			111,9589424		
	Iterasi 2	1	4	5		145,2867448		
		4	1	5		148,7667506		
		4	5	1		149,2940101		
	Iterasi 3	6	1	4	5	403,2991479		
		1	6	4	5	428,4115442		
		1	4	6	5	452,8834239		
		1	4	5	6	452,8834239		
	Iterasi 4	2	6	1	4	5	932,6516098	
		6	2	1	4	5	1016,063306	
		6	1	2	4	5	1041,175702	
		6	1	4	2	5	1065,120323	
		6	1	4	5	2	1065,647582	
	Iterasi 5	3	2	6	1	4	5	1259,974257
		2	3	6	1	4	5	1375,534906
		2	6	3	1	4	5	1458,946602
		2	6	1	3	4	5	1484,058998
		2	6	1	4	3	5	1508,003619
		2	6	1	4	5	3	1508,530878

Untuk PT XYZ metode penjadwalan yang tepat adalah metode algoritma CDS dan Metode NEH. Dengan menerapkan metode CDS dan metode NEH ini perusahaan akan menghemat waktu sebesar 140,68 jam, jika dibandingkan dengan metode yang ada pada perusahaan saat ini. Berikut dibawah ini Tabel rekapitulasi *makespan*.

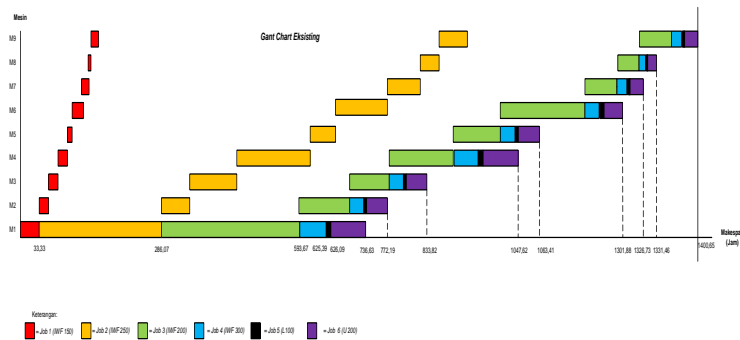
Adapun setelah mengetahui nilai *makespan* yang minimum maka kemudian menghitung nilai utilitas pada eksisting perusahaan dan kedua metode CDS dan NEH. Berikut Tabel rekapitulasi hasil keseluruhan nilai *makespan* dan nilai utilitas

**Tabel 3. Rekapitulasi *Makespan* dan Nilai Utilitas (%)**

No	Metode	<i>Makespan</i> (Jam)	Utilitas
1	FCFS	1400,65	20,52%
2	CDS	1259,97	22,81%
3	NEH	1259,97	22,81%

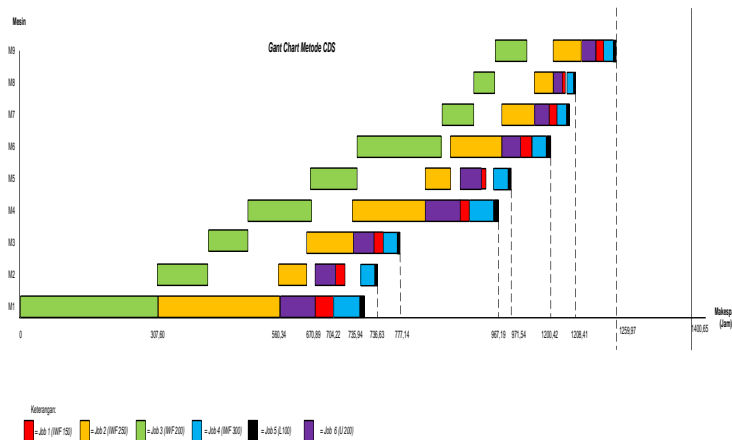
Berdasarkan Tabel diatas maka nilai utilitas dari perusahaan mampu meningkat yang sebelumnya 20,52% menjadi 22,81 % , artinya ada peningkatan nilai utilitas sebesar 2,29 % . Walaupun urutan dan *makespan* antara metode CDS dan NEH sama, tetapi algoritma NEH lebih unggul atau lebih andal dibandingkan dengan algoritma CDS karena pada perhitungan NEH, langsung didapatkan kombinasi dari job-job yang diteliti

sehingga dari hal tersebut dapat dilihat kombinasi yang lainnya. Dari kombinasi-kombinasi tersebut, tidak perlu dihitung semuanya karena dengan algoritma NEH ini, hanya urutan dengan makespan yang terkecil saja yang akan digunakan sebagai acuan untuk perhitungan selanjutnya dan kombinasi yang lainnya akan tereliminasi dengan terpilihnya urutan dengan makespan yang terkecil. Untuk itu, dari proses perhitungannya metode NEH lebih akurat dan lebih teliti dibandingkan dengan metode CDS karena metode CDS hanya berdasarkan pengelompokkan dua mesin, pada penelitian ini waktu terkecil banyak terdapat di mesin 2 maka urutan akan lebih condong dimulai dari kanan sedangkan untuk kemungkinan-kemungkinan urutan yang lain tidak begitu terlihat di metode CDS karena iterasi yang diperoleh hanya 8 iterasi dan pada metode NEH terdapat 20 iterasi sehingga metode NEH lebih unggul dari metode CDS. Pada dasarnya masalah pada penjadwalan *flowshop* akan erat kaitannya dengan permutasi karena akan timbul berbagai macam kemungkinan yang terjadi pada job yang akan dijadwalkan dan ini terlihat pada metode NEH sehingga urutan yang didapat akan lebih optimal.



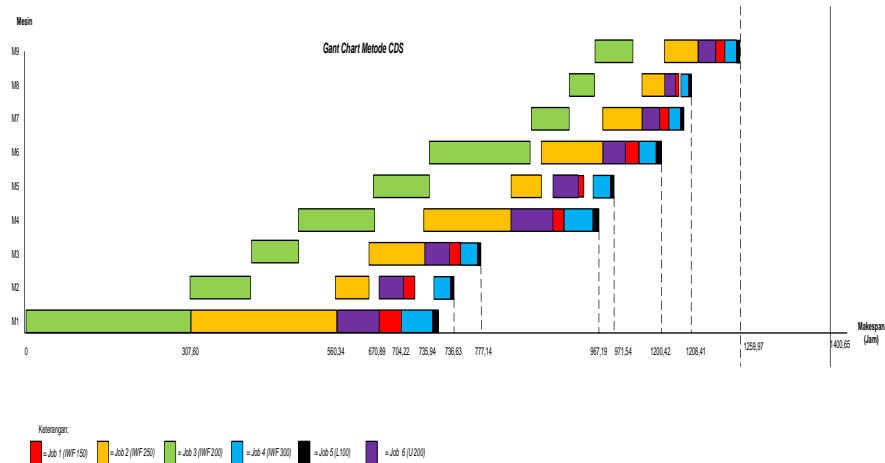
**Gambar 1. Gant Chart Eksisting Perusahaan**

Adapun akan ditampilkan *Gant Chart* baik yang dirancang dalam penelitian ini dengan *Gant Chart* yang dimiliki perusahaan. Adapun berikut dibawah ini *gant chart* untuk metode CDS :



**Gambar 2. Gant Chart Metode CDS**

Adapun berikut dibawah ini *gant chart* untuk metode NEH :



Gambar 3. Gant Chart Metode NEH

## KESIMPULAN

Berdasarkan pengumpulan dan pengolahan data yang telah dilakukan dalam penelitian ini, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Urutan job yang terbaik agar memperoleh makespan yang minimum didapatkan dengan menggunakan metode CDS dan metode NEH adalah 3 – 2 – 6 – 1 – 4 – 5 atau job yang harus dikerjakan yaitu dimulai dari produk IWF 200, kemudian IWF 250, kemudian U 200, kemudian IWF 150, kemudian L 100, dan job terakhir yaitu IWF 300.
2. Makespan minimum dan nilai utilitas maksimum yang dihasilkan dari penjadwalan yang telah dilakukan dengan menggunakan perhitungan metode CDS dan NEH adalah sebesar 1259,97 jam dan 22,81%.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Baker, K.R.(1974). *Intriduction to Squenching and Scheduling*, John Wiley & Sons, New York. 3-14, 177-2008
- [2] Hidayat, Muhamad. (2014). *Minimasi Makespan Penjadwalan Flowshop Menggunakan Metode Algoritma Campbell Dudek Smith (CDS) dan metode algoritma nawaz, enscore ham (NEH) di PT. XYZ*. Jurusan Teknik Industri. Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.
- [3] Pinedo, Michael. (1995) *Scheduling Theory, Algorithm and System*, New Jersey, Prentice Hall.
- [4] Tannady, H. (2013). *Modifikasi Mekanisme Penentuan Jadwal Job pada Metode Dannebring*. Jurusan Teknik Industri. Fakultas Teknik Universitas Bunda Mulia.
- [5] Wahyudi, A. (2013). *Usulan Perbaikan Perencanaan Produksi dengan Pendekatan Line Balancing dan Penjadwalan Batch*. Skripsi. Jurusan Teknik Industri. Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Cilegon.

## STUDI KASUS KEGAGALAN COOLER MOTOR CIRCULATING WATER PUMP PLTU

Dian Susanto<sup>(1)</sup>, Rochim Suratman<sup>(2)</sup>, Muki Satya Permana<sup>(3)</sup>

1), 2) & 3) Magister Teknik Mesin Universitas Pasundan Bandung

e-mail : [diansus1977@gmail.com](mailto:diansus1977@gmail.com)

rochim\_suratman@yahoo.com

mkpermana@yahoo.com

### Abstrak

Pompa CWP (*Circulating Water Pump*) berfungsi menyediakan air untuk kondensor juga untuk *makeup water tank*. Struktur CWP terdiri dari *suction bell*, *impeller chamber* dan *impeller*, *diffuser*, *discharge elbow*, *lower main shaft* dan *upper main shaft*, motor listrik. Cooler motor melilit dinding motor pompa cwp. Cooler tube ini memiliki diameter 14 mm dan tebalnya 1 mm. Pada bulan November 2011 telah terjadi kerusakan pada mesin pompa. Tanggal 15 Maret 2013 mengalami kasus yang sama, kerusakan pompa tersebut terjadi pada cooler motor pompa CWP bagian bawah (*lower shaft CWP 6*). Temperatur winding pada cooler sekitar 35 – 75 °C. Bagian ini berperan untuk mendinginkan temperatur motor pompa. Cooler motor pompa tersebut terbuat dari tembaga tipe C12250, termasuk dalam kelompok tembaga murni. Penelitian dilakukan untuk mengetahui faktor penyebab dan mekanisme terjadinya kegagalan pada *elbow cooler*. Untuk mengetahui lebih lanjut penyebab kegagalan material ini maka, dilakukan analisis kegagalan berupa pengamatan makro, pengamatan mikro (metallographi), pengujian SEM-EDX, serta melakukan simulasi fluent. Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan kegagalan yang terjadi pada *elbow tube cooler* disebabkan oleh erosi-korosi. Mekanisme terjadinya erosi-korosi karena kombinasi dari laju alir tinggi dan fluida korosif. Pada laju alir tinggi secara fisik fluida korosif meng-erosi dan menghilangkan lapisan proteksi korosi sehingga membuka lapisan logam reaktif dibawahnya. *Dissolved Solids* memperkuat erosi dan mempercepat erosi-korosi (*accelerate erosion-corrosion attack*).  
Kata Kunci : Cooler, Erosi-korosi, *elbow tube cooler*.

### 1. PENDAHULUAN

Dalam sebuah unit pembangkit listrik tenaga uap, pompa CWP merupakan peralatan yang menunjang kerja sebuah PLTU. Pompa cwp ini selain menyediakan air untuk kondensor juga menyediakan air untuk *makeup water tank*. Dapat disimpulkan bahwa pompa cwp mempunyai fungsi yang sangat penting yaitu sebagai penyuplai air kondensor dan *makeup water*. Jika terdapat gangguan pada pompa cwp maka proses kerja PLTU akan terganggu dan bahkan bisa tidak beroperasi karena terganggunya pasokan air pada sistem. Pada bulan November 2011 telah terjadi kerusakan pada mesin pompa air. Pompa tersebut menghisap air laut dan mendorongnya ke unit penukar kalor hingga mencapai tekanan 1 bar dengan kecepatan alir 3 ton/jam. Pada tanggal 15 Maret 2013 mengalami kasus yang sama seperti kejadian di atas. Diketahui bahwa kerusakan pompa tersebut terjadi pada cooler motor pompa CWP bagian bawah (*lower shaft CWP 6*). Bagian ini berperan untuk mendinginkan temperatur motor pompa. Cooler motor pompa tersebut terbuat dari tembaga tipe C12250, termasuk dalam kelompok tembaga murni. Analisa kegagalan dilakukan berdasarkan data operasi dan informasi kegagalan pada *elbow tube cooler* pompa CWP. Metode analisa yang digunakan adalah pengamatan makro dan mikro terhadap lapisan permukaan dalam cooler. Hasil analisa diharapkan dapat menjadi masukan dalam mengurangi terjadinya kegagalan.

Dalam makalah ini dibahas mengenai faktor penyebab dan mekanisme kebocoran pada *tube cooler* motor pompa cwp.

### 2. METODE PENELITIAN

#### A. Material yang digunakan

Material yang digunakan *elbow tube cooler* yang mengalami kegagalan adalah tembaga murni C12500 standar ASTM B 216.

Tabel 1. Komposisi Kimia

No	Unsur	Komposisi Kimia (%)	
		Cooler	C12500
1	Sn	0.04987	-
2	Zn	0.00291	-
3	Pb	0.00568	0.004 max
4	Fe	0.02362	-
5	Ni	0.00650	0.05 max
6	Al	0.01484	-
7	P	0.00790	-
8	Si	0.00674	-
9	Mn	0.00140	-
10	S	0.00000	-
11	Sb	0.00863	0.003 max
12	Se	-	0.025
13	Te	-	0.05 max
14	As	-	0.012 max
<b>Jumlah total</b>		<b>0.128090</b>	
12	Cu%	Balance	Balance
Date	Material	Method	Comment
10-12-15	Cu	CUBRON	Orientation Cu-base

### B. Pengamatan Visual

Pengamatan visual dilakukan dengan mengamati kerusakan cooler secara langsung. Pengambilan gambar dilakukan dengan kamera digital Fuji type FinePix A900.

### C. Pengamatan Mikroskopik

Pengujian metalografi dilakukan untuk mendapatkan gambar struktur mikro dari spesimen yang sudah mengalami kerusakan. Dari gambar struktur mikro tersebut, dapat diamati perubahan yang terjadi akibat proses korosi. Pemeriksaan struktur mikro tersebut dengan menggunakan mikroskop *optik Image Analyzer Omnimet*.

### D. Pengujian SEM-EDAX

Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*) bertujuan untuk mengetahui kerusakan topografi dan kerusakan propagasi akibat oksidasi permukaan, produk korosi, kontaminasi dan membentuk tekstur tertentu dilanjutkan pengujian dengan EDX untuk menganalisis komposisi kimia dari permukaan dan deposit yang mengalami kerusakan. Kegiatan dilakukan di Universitas Islam Negeri Bandung menggunakan alat dengan spesifikasi JCM-6000 Neo Scope Benchtop.

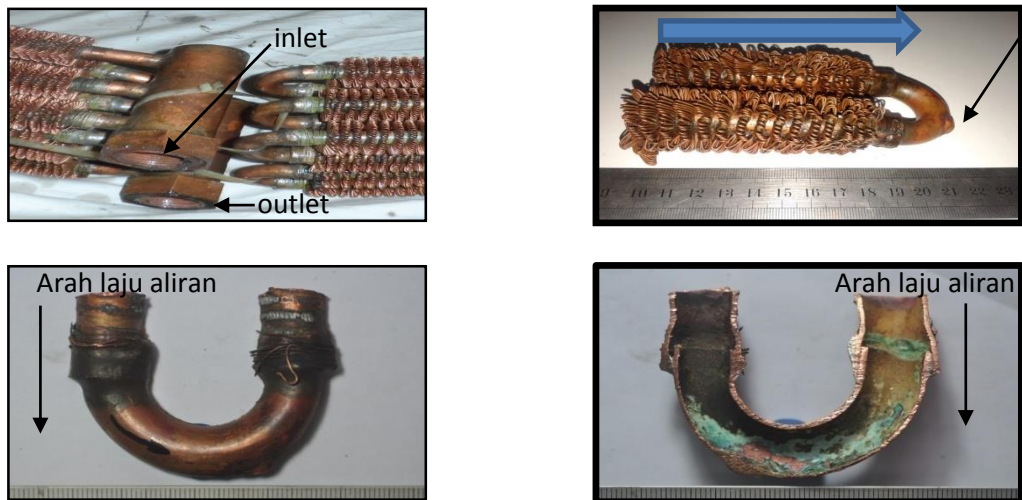
### E. Simulasi Fluent

Analisis fluent memperhitungkan distribusi kecepatan dan *wall shear stress* dan besaran aliran lainnya. Simulasi fluent memainkan peranan yang penting dalam aplikasi *engineering*.



### 3. ANALISA DATA

#### A. Hasil Pengamatan Visual



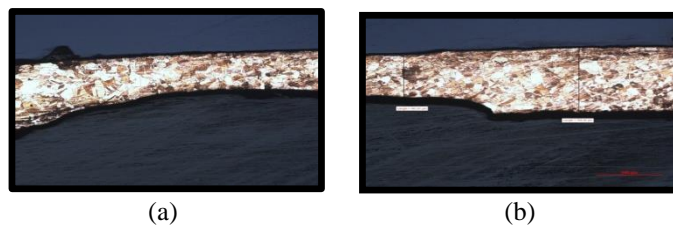
Gambar 1. Pengamatan visual permukaan material pada *elbow cooler*.

Dari hasil pengamatan visual, dapat dilihat bahwa pada *elbow cooler* ditemukan adanya kebocoran yang telah di brazing. Pada lapisan permukaan dalam terlihat adanya lapisan deposit.

#### B. Hasil Pengamatan Mikroskopik (*Metallography*)



Gambar 2 Struktur mikro logam dasar tembaga (200x)

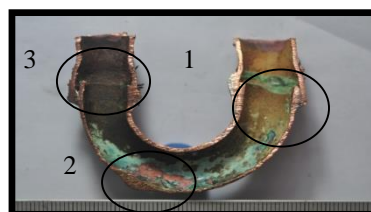


Gambar 3 Struktur mikro material didaerah sekitar kebocoran dengan perbesaran 100 x

Gambar 2 menunjukkan fasa  $\alpha$  yang mempunyai sel satuan fcc.

Gambar 3 menunjukkan penipisan umum terutama wilayah di bagian *elbow inside tube*. Bagian ini mengurangi ketebalan lebih dikisaran 0,081-0,084 mm. Terlihat indikasi penipisan permukaan akibat kerusakan erosi korosi.

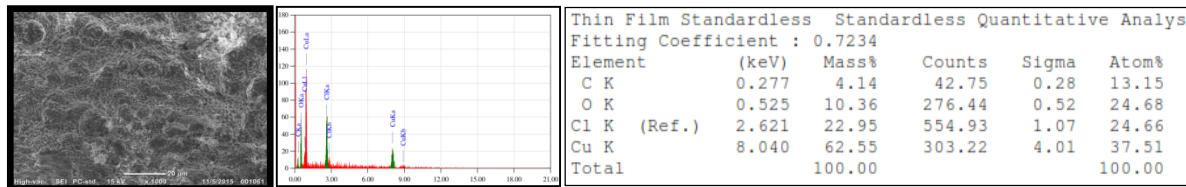
#### C. Hasil Pengamatan SEM-EDX



Gambar 4 Deposit yang menempel pada lapisan dalam

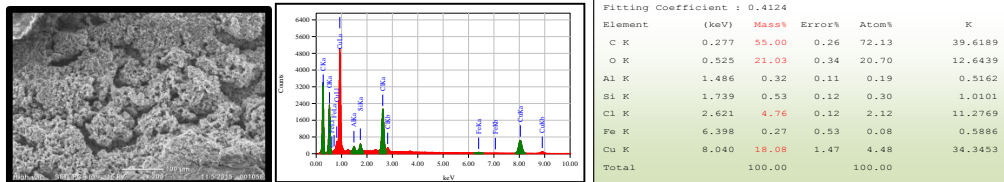
Keterangan gambar 4.

No 1. Dari hasil pengamatan kandungan deposit ini terdiri dari 62.55 Cu, 10.36 O, 4.14 C semuanya dalam % massa.



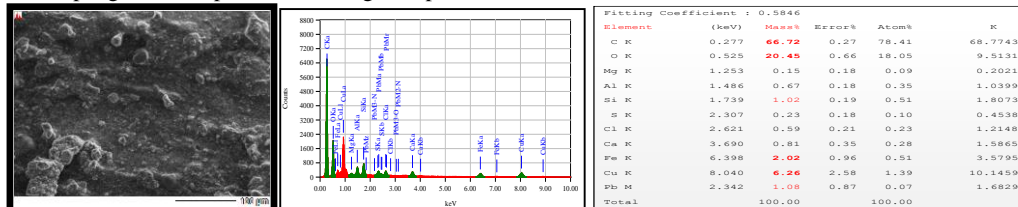
Gambar 5

No 2. Dari hasil pengamatan diperoleh kandungan deposit 18.08 Cu, 4.76 Cl, 21.03 O, 55.00 C semua dalam % massa.



Gambar 6

No 3. Dari hasil pengamatan diperoleh kandungan deposit 6.26 Cu, 2.02 Fe, 20.45 O, 66.72 C semua dalam % massa.



Gambar 7

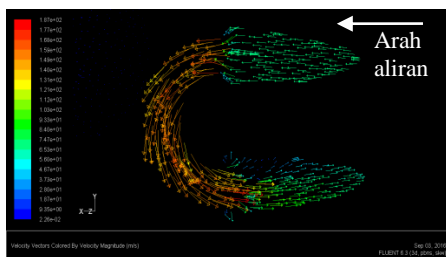
**D. Hasil Simulasi Fluent**

Kondisi batas untuk fluida cooler masuk

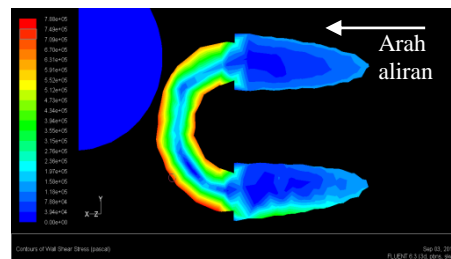
1. Temperatur masuk 30°C
2. Massa jenis air laut masuk 1029 kg/m<sup>3</sup>
3. Kecepatan fluida masuk 8 m/s
4. Jenis aliran turbulen

**Out put dari hasil proses program Fluent**

1. Vektor Kecepatan
2. Wall Shear Stress



Gambar 8 Hasil Pemodelan Vektor Kecepatan di Elbow Shear 158.6 m/s

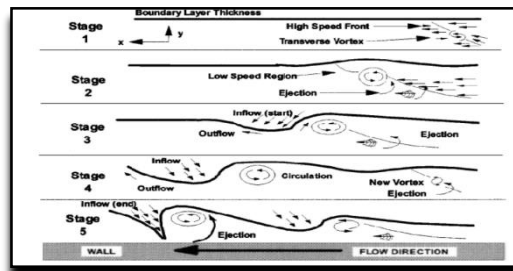


Gambar 9 Hasil Pemodelan Potongan Wall Stress 710352.8 Pa

**E. Root Cause & Mekanisme Kegagalan**

Kegiatan	Bukti
Pengamatan Visual	Kebocoran pada elbow. Adanya lapisan scales hijau, hitam, coklat pada permukaan dalam
Struktur Mikro	Penipisan lapisan permukaan dalam
SEM / EDX	Perbedaan konsentrasi oksigen pada larutan yang terdapat dalam elektrolit dimana logam Fe berada, akan membuat logam tersebut teroksidasi / terkorosi

## F. Mekanisme Kegagalan



Root Cause *erosion-corrosion*

Kegagalan Tabung telah disebabkan oleh erosi-korosi mengakibatkan penipisan luas. Peningkatan kecepatan fluida cooler 158,6 m/s dianggap menjadi penyebab utama untuk ini bersama dengan defisiensi tembaga dalam paduan.

- Kecepatan aliran dapat pula menyebabkan percepatan laju korosi yang disebut *flow-accelerated corrosion*. Kombinasi dari fluida korosif dan laju alir tinggi menghasilkan erosi-korosi. Pada kondisi stagnan atau laju alir fluida rendah maka laju korosi rendah atau moderate, tetapi pada laju alir tinggi secara fisik fluida korosif mengerosi dan menghilangkan lapisan proteksi korosi, membuka logam paduan reaktif (*reactive alloy*) dibawahnya, dan mempercepat korosi (*accelerates corrosion*). Pasir atau *suspended slurries* memperkuat erosi dan mempercepat serangan erosi-korosi (*accelerate erosion-corrosion attack*).
- Dengan adanya laju aliran tinggi serta korosi mengakibatkan menipisnya permukaan tube, dan akhirnya terjadi kebocoran tabung.

## G. Kesimpulan dan Saran

### Kesimpulan

- Hasil analisa menunjukkan bahwa penyebab dari terjadinya kegagalan pada *elbow* pipa ini adalah disebabkan oleh erosi-korosi yang mengakibatkan penipisan dinding pipa bagian dalam.
- Peningkatan kecepatan fluida cooler 158,6 m/s yang korosif dianggap menjadi penyebab utama untuk ini bersama dengan defisiensi tembaga dalam paduan.

### Saran

Dari hasil penelitian ini dapat direkomendasikan untuk pencegahan atau koreksi yang rusak meliputi :

- Perlu dilakukan kajian lebih lanjut untuk sistem *cooling system* pada cooler motor pompa cwp.
- Perlu dilakukan pemeriksaan lebih lanjut *Dissolved Oxide*.
- Pemeriksaan material dengan metaloid CuNi untuk melihat pengaruh fluida terhadap kerusakan yang terjadi
- Pengaturan kecepatan konstan Aliran.
- Pemilihan material cooler sebaiknya disesuaikan dengan kondisi lingkungan serta air baku yang dipakai.
- Pengendalian Korosi dan pemeliharaan kualitas air pendingin.
  - Mengontrol sifat abrasif air pendingin dengan menambahkan inhibitor korosi.
  - Lakukan teknik perawatan rutin sesuai dengan persyaratan operasi dan pemeliharaan.
  - Melakukan kontrol rutin komposisi kimia dari air pendingin untuk tetap memenuhi standar kualitas.

## REFERENSI

- [1] Metals handbook. Failure analysis and prevention. 9th ed. Metals Park (OH): American Society for Metals; 1986.
- [2] Chandler Kenneth. Marine and offshore corrosion. London: Butterworths; 1985. p. 126.
- [3] Uhlig HH, Revie RW. Corrosion and corrosion control. 3rd ed. New York: Wiley; 1985.
- [4] Chawla SL, Gupta RK. Materials selection for corrosion control. Materials Park (OH): ASM International; 1993.
- [5] Schweitzer Philip. Corrosion resistant piping systems. Marcel Dekker; 1994. p. 256–257.
- [6] Bambang Teguh P, Failure Analysis and Optimisation of Tube Water Cooler of Hydropower Plant.2013.

- [7] Blogger :[artikel-teknologi.com/pengolahan-air-di-pltu](http://artikel-teknologi.com/pengolahan-air-di-pltu).
- [8] Djiteng Marsudi. 2005. *Pembangkitan Energi Listrik*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- [9] Barton, N.A., 2003, Erosion in elbow in hydrocarbon production systems: Reviewdocument,TUV NEL Limited for the Health and Safety Executive, Research Report 115.  
<http://www.hse.gov.uk/research/rrpdf/rr115.pdf>
- [10] Dooley, R.B., Chexal, V.K., 1999, Flow-Accelerated Corrosion, EPRI 3412 Hillview Avenue, Palo Alto, California 94304, NACE International, Conferences Division,P.O. Box 218340, Houston,Texas 77218-8340, USA.
- [11] Jones, Denny A., 1992, Principles and Prevention of Corrosion, Macmillan Publishing Company, New-York.
- [12] Kim, J.T., et.al, 2005, Integrated Approach for Online Condition Monitoring on Process Components and Piping, IAEA Technical Meeting on “On-line Condition Monitoring of Equipment and Processes in Nuclear Power Plants Using Advanced Diagnostic Systems”, 27 to 30 June 2005 Knoxville, Tennessee, USA.
- [13] Salama, M.M, 2000, An Alternative to API 14E Erosional Velocity Limits for Sand-Laden Fluids, Conoco Inc., 1000 South Pine Street, P.O. Box 1267, Ponca City, OK 74602-1267, Journal of Energy Resources Technology - June 2000 - Volume 122, Issue 2, pp. 71-77
- [14] Samlukeben, 2004, Line Pipe Allowable velocity, Eng-Tips Forums, <http://www.eng-tips.com/>
- [15] Fluent Inc., 2006, Modelling Turbulence, Fluent 6.3 Documentation, User’s guide chapter 12, Ansys Fluent.
- [16] Vander Voort.G.F., *Metallography, Principles and Practice*, MacGraw-Hill Book Co., New York,1984
- [17] R.K. Pandey, Failure analysis of refinery tubes of overhead condenser,2005
- [18] M. Izadi, D. K. Aidun , P. Marzocca , H. Lee, Integrated experimental investigation of seawater composite fouling effect on the 90/10 Cu/Ni tube, 2011.
- [19] R. F. North, M. J. Pryor, Corros. Sci., Vol. 10, p. 297, 1970.
- [20] <http://www.scribd.com/bickomcr/d/39734581-Komposisi-Air-Laut-docx-Yudit>
- [21] The Copper Tube Handbook,CDA
- [22] D.C. Silverman and R.B. Puyear, *Corrosion Effects of Environmental Variables on Aqueous Corrosion*. Monsanto Company, ASM HANDBOOK Vol. 13, 1992.
- [23] <https://yudiprasetyo53.wordpress.com/2012>
- [24] Jack A.Collins,Failure of Materials in Mechanical Design
- [25] ASM Vol 02-Properties and Selection Non-Ferros Alloy
- [26] Bruce R. Munson, Donald F. Young, Theodore H. Okiishi, Mekanika fluida jilid 1 Author : Munson, Bruce R. Subject : Publisher : Jakarta: Erlangga.2002