



P-ISSN 0216-3188

E-ISSN 2443-3926

METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 31 Nomor 1, APRIL 2016

AKREDITASI NO. SK 637/AU3/P2MI-LIPI/07/2015

Fenomena Temper *Embrittlement* Pada Baja Martensitik AISI 410
Untuk Aplikasi *Stem Gate Valve 20" Class 150 Grade WCB*

Proses Reduksi Selektif Bijih Nikel Limonit
Menggunakan Zat Aditif CaSO_4

*Metallurgical Assesment of a Broken Gearbox
Intermediate Shaft of a Reciprocating Compressor*

Pengaruh *Anneal Hardening* Dan % Reduksi *Warm Rolling*
Terhadap Sifat Mekanik Paduan Cu-Zn 70/30

Perubahan Fasa Dalam Pembuatan Serbuk LiFePO_4
Dengan Tiga Tahap Perlakuan Panas Tanpa Pelapisan Karbon

Studi Pelapisan Komposit Ni-P-Nano Al_2O_3
Dengan Metode Electroless Co-Deposition

Studi Kinetika Pelindian Bijih Nikel Limonit Dari Pulau Halmahera
Dalam Larutan Asam Nitrat

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



Penanggung Jawab:

Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

Dewan Redaksi :

Ketua Merangkap Anggota:

Dr. Ika Kartika, M.T, P2MM - LIPI

Anggota :

Dr. Ir. Djusman Sajuti (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)

Dr. Ir. Rudi Subagja (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)

Dr. Ir. Florentinus Firdiyono (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)

Dr. Ing. Andika W. Pramono, M. Sc (P2MM - LIPI, Fungsional Material)

Dr. Nono Darsono (P2MM - LIPI, Fungsional Material)

Mitra Bestari :

Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (BATAN - Ilmu Material)

Dr. Nyoman Jujur (BPPT - Material Metalurgi)

Dr. Timotius Pasang (AUT University, New Zealand - Pembentukan Logam)

Soesaptri Oediyani (Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon – Metalurgi Ekstraksi)

Pelaksana Redaksi:

Nadia C. Natasha, S.T

M. Yunan Hasbi, S.T

Agus Budi Prasetyo, M.T

Arif Nurhakim, S.Sos

Noor Hidayah, S.Ip

Bahari, BE

Galih Senopati, S.T

Daniel Panghuhutan Malau, M.Si

Rahadian Roberto, A.Md

Penerbit:

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspipstek Serpong, Tangsel Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553

Alamat Sekretariat:

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspipstek Serpong, Tangsel

Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553

E-mail : metalurgi_magz@yahoo.com

Majalah ilmu dan teknologi terbit berkala setiap tahun, satu volume terdiri atas 3 nomor.

METALURGI

VOLUME 31 NOMOR 1, APRIL 2016

P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

AKREDITASI : SK 637/AU3/P2MI-LIPI/07/2015

Pengantar

Redaksi.....iii

Abstrak.....iv

Fenomena Temper Embrittlement Pada Baja Martensitik AISI 410 Untuk Aplikasi Stem Gate Valve 20" Class 150 Grade WCB

Galih Senopati, dkk.....1-6

Proses Reduksi Selektif Bijih Nikel Limonit Menggunakan Zat Aditif CaSO₄

Wahyu Mayangsari, dkk.....7-18

Metallurgical Assesment Of A Broken Gearbox Intermediate Shaft Of A Reciprocating Compressor

D. N. Adnyana.....19-32

Pengaruh Anneal Hardening Dan % Reduksi Warm Rolling Terhadap Sifat Mekanik Paduan Cu-Zn 70/30

Eka Febriyanti, dkk.....33-42

Perubahan Fasa Dalam Pembuatan Serbuk LiFePO₄ Dengan Tiga Tahap Perlakuan Panas Tanpa Pelapisan Karbon

R. Ibrahim Purawardi, dkk.....43-50

Studi Pelapisan Komposit Ni-P-Nano Al₂O₃ Dengan Metode Electroless Co-Deposition

Yulinda Lestari, dkk.....51-58

Studi Kinetika Pelindian Bijih Nikel Limonit Dari Pulau Halmahera Dalam Larutan Asam Nitrat

M. Zaki Mubarak, dkk.....59-68

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 31 Nomor 1, April 2016 kali ini menampilkan 7 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Galih Senopati dan kawan-kawan menulis tentang *Fenomena Temper Embrittlement Pada Baja Martensitik AISI 410 Untuk Aplikasi Stem Gate Valve 20" Class 150 Grade WCB*. Selanjutnya Wahyu Mayangsari dan kawan-kawan menulis tentang *Proses Reduksi Selektif Bijih Nikel Limonit Menggunakan Zat Aditif CaSO₄*. Sedangkan D. N. Adnyana menulis tentang *Metallurgical Assesment of A Broken Gearbox Intermediate Shaft of A Reciprocating Compressor*. Eka Febriyanti dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Anneal Hardening Dan % Reduksi Warm Rolling Terhadap Sifat Mekanik Paduan Cu-Zn 70/30*. Selanjutnya R. Ibrahim Purawiardi dan kawan-kawan menulis tentang *Perubahan Fasa Dalam Pembuatan Serbuk LiFePO₄ Dengan Tiga Tahap Perlakuan Panas Tanpa Pelapisan Karbon*. Yulinda Lestari dan kawan-kawan menulis tentang *Studi Pelapisan Komposit Ni-P-Nano Al₂O₃ Dengan Metode Electroless Co-Deposition*. Terakhir yaitu M. Zaki Mubarak dan kawan-kawan menulis tentang *Studi Kinetika Pelindian Bijih Nikel Limonit Dari Pulau Halmahera Dalam Larutan Asam Nitrat*.

Semoga penerbitan Majalah Metalurgi volume ini dapat bermanfaat bagi perkembangan dunia penelitian di Indonesia.

REDAKSI

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 669.1

Galih Senopati, Cahya Sutowo, Efendi Mabruhi (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Fenomena *Temper Embrittlement* Pada Baja Martensitik AISI 410 Untuk Aplikasi *Stem Gate Valve 20" Class 150 Grade WCB*

Metalurgi, Vol 31 No.1 April 2016

Temper embrittlement merupakan fenomena penurunan kekuatan dari material baja yang disebabkan oleh proses tempering pada rentang temperatur tertentu. Beberapa kasus *temper embrittlement* ditemukan pada baja martensitik. Pada studi kali ini dilakukan pengamatan terhadap *stem gate valve* pada sistem perpipaan minyak mentah yang mengalami patah. *Stem gate valve* tersebut terbuat dari baja tahan karat martensitik tipe AISI 410. Kemudian dilakukan beberapa pengujian untuk mengetahui proses terjadinya patah pada *stem gate valve* yang meliputi pemeriksaan visual, analisa komposisi kimia dengan OES (*optical emission spectrometer*) dan EDS (*energy dispersive spectrometry*), pengamatan metalografi dengan OM (*optical microscopy*) dan SEM (*scanning electron microscopy*), fraktografi dengan SEM, serta uji keras Rockwell. Hasil pemeriksaan pada *stem gate valve* menunjukkan komposisi Cr adalah 13,65-13,67 % berat atau melebihi batas atas standar AISI 410 yaitu 13,5 % berat. Dari pengamatan struktur mikro diketahui material *stem gate valve* dalam kondisi telah dilakukan proses *tempering* dan teramati adanya *secondary crack*. Dari pengamatan fraktografi diketahui jenis retakan pada permukaan *stem* yang patah adalah retakan antar butir (*intergranular crack*) yang mengindikasikan terjadinya proses *temper embrittlement* pada saat proses tempering material *stem gate valve*.

Kata Kunci: *Temper embrittlement, Stem gate valve, Baja martensitik, Intergranular crack*

Temper Embrittlement Phenomena of AISI 410 Martensitic Steel for Stem Gate Valve 20" Class 150 Grade WCB

Temper embrittlement is a phenomenon that will decrease the toughness of steel due to tempering process at a certain temperature range. This phenomenon has been found in martensitic steel. This research is investigated the failure in stem gate valve of crude oil pipeline system. The stem gate valve material is made of stainless steel AISI 410. Several examinations were done to study cause of failure in stem gate valve such as visual inspection, chemical composition test using OES (optical emission spectrometer) and EDS (energy dispersive spectrometry), metallography observation by using optical microscopy (OM) and SEM (scanning electron microscopy), fractography using SEM, and Rockwell hardness test. Chemical composition test result on stem gate valve showed 13,65-13,67 wt.% Cr. The content of Cr in stem material is out from the required composition of AISI standard with the requirement of Cr amount 13,5 wt.%. Fractography result on the surface of failure stem area by SEM was observed intergranular crack followed by secondary crack. Its indicated that stem gate valve failure was caused by temper embrittlement due to tempering process.

Keywords: *Temper embrittlement, Stem gate valve, Martensitic steel, Intergranular crack*

UDC (OXDCF) 620.18

Wahyu Mayangsari, Agus Budi Prasetyo (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Proses Reduksi Selektif Bijih Nikel Limonit Menggunakan Zat Aditif CaSO_4

Metalurgi, Vol 31 No.1 April 2016

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum pada proses reduksi selektif bijih nikel limonit menggunakan zat aditif CaSO_4 dan diikuti dengan pemisahan magnetik untuk mendapatkan peningkatan kadar nikel. Proses reduksi selektif dilakukan pada rentang suhu 800 - 1100 °C, waktu reduksi 1 – 4 jam, serta penambahan reduktor dan aditif 5% - 20%. Preparasi bijih nikel limonit dilakukan dengan pemanasan bijih dalam oven, pengecilan ukuran dan pengayakan untuk mendapatkan bijih dengan ukuran lolos 100 mesh. Kemudian dilakukan pencampuran bijih nikel limonit dengan reduktor dan aditif. Campuran bijih nikel limonit kemudian direduksi dalam *muffle furnace carbolite* pada suhu dan waktu tertentu. Hasil reduksi kemudian ditimbang dan dikonsentrasikan menggunakan proses pemisahan magnetik dan hasilnya dianalisis dengan metode AAS (*atomic absorption spectrometry*) untuk mengetahui kadar Ni pada konsentrat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu reduksi, peningkatan kadar Ni dan metalisasi logam Ni semakin tinggi, dengan terbentuknya logam Ni yang terpisah dari logam Fe. Hal yang sama juga terjadi jika waktu reduksi semakin lama. Namun, semakin banyak penambahan reduktor pada campuran reduksi, peningkatan kadar Ni semakin kecil. Penambahan CaSO_4 dapat meningkatkan kadar nikel namun belum memberikan kecenderungan hasil yang baik. Peningkatan kadar Ni tertinggi yang didapatkan adalah 2,44%. Direkomendasikan untuk menggunakan suhu reduksi 1100 °C, waktu reduksi 1 jam, penambahan reduktor 10% dan penambahan aditif CaSO_4 20%.

Kata Kunci: Bijih nikel limonit, Reduksi selektif, Zat aditif, CaSO_4 , Reduktor, Pemisahan magnetik

Selective Reduction Process of Nickel Limonite With Adictive CaSO_4

This research aims to determine the optimum selective reduction conditions process of limonite nickel ore using additives CaSO_4 and followed by magnetic separation to improve the nickel content. The selective reduction process was carried out at temperature range of 800 – 1100 °C, 1-4 h of reduction time, and the addition of the reducing agent and additives 5% - 20%. Limonite nickel ore was prepared by heating the ore inside the oven, size reduction and sieving to get ore with size under 100 mesh. Then, limonite nickel ore was mixed with reducing agent and additive. In addition, the limonite nickel ore which was mixed with the reducing agent and additive, was reduced in muffle furnace carbolite at certain temperature and time. Reduction result was weighed and concentrated by magnetic separation process, and the result was analysed by AAS (atomic absorption spectrometry) to determine of Ni contents in concentrates. The results showed that the higher a reduction temperature, Ni content and metallization of Ni was improved with the formation of Ni metal which separated from the Fe metal. The similar result was found with longer of reduction time. On the contrary, the higher an addition of reducing agent in the reduction mixture, the Ni content decreased slightly. The addition of CaSO_4 can increasing the nickle content but it was not given the tendency for the good results. The highest increasing of nickel contents i.e. 2,44% was achieved at 1100 °C of reduction temperature, 1 h of reduction time, 10% addition of reducing agent and 20% addition of CaSO_4 additive. The recommended reduction temperature are 1100 °C for 1 h of reduction time, with 10% addition of reducing agent and 20% addition of CaSO_4 additive.

Keywords: Limonite nickel ore, Selective reduction, Additive, CaSO_4 , Reducing agent, Magnetic separation

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 669.1

D. N. Adnyana (Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology, ISTN)

Metallurgical Assessment of A Broken Gearbox Intermediate Shaft of A Reciprocating Compressor

Metalurgi, Vol 31 No.1 April 2016

Makalah ini menyajikan hasil pengujian dan analisis metalurgi pada patahan *gearbox* poros menengah dari sebuah kompresor torak hidrogen. *Gearbox* poros menengah tersebut memiliki gigi di bagian ujungnya dan dibuat dari baja permesinan dengan spesifikasi AISI 4340. *Gearbox* poros menengah ini dilaporkan sering mengalami kerusakan sejak kompresor dipasang dan dioperasikan sekitar tiga puluh tahun lalu. Di awal-awal pengoperasiannya ketika poros menengah tersebut masih dipasok sebagai komponen orisinil, poros tersebut dilaporkan mengalami kerusakan sekitar tiga tahunan operasi, tetapi belakangan setelah poros tersebut dibuat oleh pabrikan lokal, umur pakainya turun secara signifikan rata-rata kurang dari satu tahun atau bahkan hanya beberapa bulan saja. Untuk melakukan pengujian dan analisis metalurgi, sejumlah benda uji dipersiapkan baik dari poros yang patah maupun dari poros yang tidak patah untuk pengujian laboratorium meliputi uji makroskopik, analisa kimia, uji tarik, uji metalografi, uji kekerasan dan analisis menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil pengujian dan analisis metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa *gearbox* poros menengah telah mengalami patah lelah yang disebabkan oleh tegangan nominal yang tinggi akibat kombinasi tegangan geser, tegangan lentur dan tegangan torsi. Patah lelah diawali dari bagian akar gigi poros menengah tersebut yang merupakan daerah dengan pemusatan tegangan yang tinggi dan merambat dalam dua arah, salah satunya pada arah berlawanan dengan arah jarum jam secara melintang dan radial sekitar 45° terhadap sumbu poros, dan lainnya merambat secara radial dengan membentuk pola retak/patahan seperti “pusaran kolam” sebelum terjadi pertumbuhan yang cepat pada saat patah akhir yang membentuk patahan seperti mangkuk dan kerucut. Tegangan nominal yang tinggi yang dialami oleh poros menengah selama operasi kemungkinan disebabkan oleh kekuatan material poros yang rendah. Hasil analisa kimia yang diperoleh memperlihatkan bahwa material poros menengah tersebut adalah hampir mendekati dan sesuai dengan spesifikasi material menurut AISI 4340. Akan tetapi, dari hasil uji mekanis yang diperoleh sangat jelas menunjukkan bahwa material yang digunakan tidak sesuai dengan spesifikasi AISI 4340 dalam kondisi diberi perlakuan panas normalisasi. Rendahnya sifat mekanis dari poros menengah tersebut dibandingkan dengan material standar sangat dipengaruhi oleh struktur mikronya yang terdiri dari campuran bainit atau martensit temper, perlit dan ferit. Adanya struktur perlit dan terutama ferit dalam struktur mikro material poros menengah tersebut dapat menurunkan sifat mekanis secara signifikan dan ini kemungkinan dapat dikaitkan dengan ketidaksesuaian dalam proses manufaktur dan/atau proses laku panas yang diberikan pada poros tersebut. Disamping itu, percepatan patah lelah yang terjadi pada poros menengah tersebut sepertinya tidak ditunjang/dibantu oleh proses korosi.

Kata Kunci: *Gearbox poros menengah, Kompresor torak, Patah lelah, Baja permesinan AISI 4340*

Study On The Leaching Behaviour of Limonite Nickel Ore From Halmahera Island In Nitric Acid Solution

This paper presents the results obtained from the metallurgical assessment on a broken gearbox intermediate shaft of a reciprocating hydrogen make-up compressor. This gearbox intermediate shaft is splined at its end and made of a machinery steel of AISI 4340. This gearbox intermediate shaft was reported to have been failing frequently since the compressor was installed about thirty years ago. In the early operation during which the intermediate shaft was still supplied as original part, the shaft was reported to last for about three years, but later after the shaft was made by local manufacturer, its service life decreased significantly to less than one year or even only a few months. To perform metallurgical assessment, a number of specimens were prepared either from the broken shaft or from the unbroken shaft for laboratory examinations including macroscopic examination, chemical analysis, tensile test, metallographic examination, hardness test, and SEM (scanning electron microscopy) examination equipped with EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis. Results of the metallurgical assessment obtained showed that the gearbox intermediate shaft had

experienced predominantly to fatigue fracture caused by a high nominal stress due to the combination of shear stress, bending stress and torsion stress. The fatigue fracture was initiated from the tooth root of the shaft splines where high stress concentration present, and propagated into two directions, one in the anticlockwise transverse and radial direction approximately 45° to the shaft axis, and the other was to form a radial “whirlpool” crack pattern prior to the fast growing final fracture to form cup and cone like fractures. The high nominal stress experienced by the intermediate shaft during its operation may have been caused by the low strength of the material used for the intermediate shaft. The results of chemical analysis obtained showed that the material used for the intermediate shaft was very much close and met to the material specification of AISI 4340. However, from the results of mechanical tests obtained, the material used apparently did not meet to the material specification of AISI 4340 in the as-normalized condition. The low mechanical property of the intermediate shaft material in comparison with the standard material was very much influenced by its microstructures which contained a mixture of bainite or tempered martensite, pearlite and ferrite. The presence of the pearlite and especially ferrite in the microstructures could reduce the mechanical properties quite significantly and this may have been associated with some improper manufacturing and/or heat treating processes applied to the shaft. In addition, the acceleration of fatigue fracture occurred on the intermediate shaft was likely not contributed by any corrosion.

Keywords: Gearbox intermediate shaft, Reciprocating compressor, Fatigue fracture, Machinery steel of AISI 4340

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 551.8

Eka Febriyanti^{*,a,b}, Dedi Priadi^a, Rini Riastuti^a (^aDepartemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok; ^bBalai Besar Teknologi Kekuatan Struktur, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi)

Pengaruh *Anneal Hardening* Dan % Reduksi *Warm Rolling* Terhadap Sifat Mekanik Paduan Cu-Zn 70/30

Metalurgi, Vol 31 No.1 April 2016

Paduan tembaga memiliki banyak kegunaan dalam bidang industri. Namun, dalam aplikasinya membutuhkan sifat mekanis yang tinggi. Oleh karena paduan tembaga sulit dilakukan pengerasan secara konvensional seperti *alloying*, *precipitation hardening*, dan *dispersion hardening* maka yang dilakukan adalah dengan mekanisme *anneal hardening* melalui proses anil pada suhu 150-300 °C. Pada penelitian ini, paduan Cu-Zn 70/30 dilakukan *warm rolling* pada suhu 300 °C dengan presentase reduksi 50% dan 60%. Karakterisasi yang dilakukan setelah proses di atas adalah uji kekerasan secara mikro, uji tarik, pengamatan metalografi, dan analisa dengan FESEM (*field emission scanning electron microscope*). Hasil pemeriksaan menunjukkan bahwa efek *anneal hardening* muncul pada T=300 °C yang diikuti dengan peningkatan nilai kekerasan dan kekuatan tarik, namun persen elongasinya menurun. Dengan semakin besarnya % reduksi *warm rolling* diikuti dengan proses *anneal* yang dilakukan terhadap paduan Cu-Zn 70/30 mengakibatkan terjadinya *anneal hardening*. Hal ini disebabkan karena adanya unsur Zn yang tersegregasi dalam dislokasi dan teramati dengan FESEM sebagai pita-pita deformasi (*deformation band*). Dengan meningkatnya % reduksi yang diberikan pada paduan juga akan menghasilkan pita-pita deformasi yang semakin rapat dan tebal.

Kata Kunci: Paduan Cu-Zn 70/30, Warm rolling, Anneal hardening, % reduksi, Pita deformasi

Influence of Anneal Hardening And Warm Rolling % Reduction To Mechanical Properties of Cu-Zn 70/30

Copper alloy has many uses in industry. However, in its application requires high mechanical properties. Therefore, copper alloys has been hardened conventionally by solution and/or precipitation hardening and dispersion hardening then is experienced with anneal hardening mechanism through an annealing process at 150-300 °C. In this research, Cu-Zn 70/30 alloys was subjected to warm rolling with 50% and 60% in reduction percentage followed by annealing. Several examinations was done after warm rolling such as microhardness testing, tensile testing, metallography, and FESEM (field emission scanning electron microscope). The results show that anneal hardening was occurred in T=300 °C followed by increasing of hardness value, tensile strength, and decreasing of elongation. Anneal hardening mechanism in Cu-Zn 70/30 was obtained by increasing % reduction during warm rolling and anneal process. This is caused by Zn element which is segregated into dislocation and observed with FESEM analysis as deformation band. With increasing of % reduction to Cu-Zn 70/30 alloy will also results denser and thicker deformation bands.

Keywords: Cu-Zn 70/30 alloy, Warm rolling, Anneal hardening, % reduction, Deformation band

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 553.2

R. Ibrahim Purawiardi*, Christin Rina Ratri, Endang Suwandi (Pusat Penelitian Fisika - LIPI)

Perubahan Fasa Dalam Pembuatan Serbuk LiFePO_4 Dengan Tiga Tahap Perlakuan Panas Tanpa Pelapisan Karbon

Metalurgi, Vol 31 No.1 April 2016

LiFePO_4 merupakan material yang digunakan sebagai bahan aktif katoda pada aplikasi baterai *lithium-ion*. Studi awal ini dilakukan untuk mensintesis serbuk bahan aktif LiFePO_4 tanpa pelapisan karbon dengan metode tiga tahap perlakuan panas yaitu kalsinasi pertama dengan temperatur 700 °C selama 2 jam, kalsinasi kedua dengan temperatur 800 °C selama 8 jam, dan sinter menggunakan penstabil fasa tablet karbon aktif dengan temperatur 800 °C selama 4 jam. Bahan-bahan baku yang digunakan dalam sintesis ini adalah $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$, Fe_2O_3 , dan H_3PO_4 . Kalsinasi pertama menghasilkan prekursor yang memiliki komposisi Fe_2O_3 dan Li_3PO_4 dengan fasa Fe_2O_3 yang lebih dominan. Kalsinasi kedua menghasilkan prekursor yang memiliki komposisi $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dan Fe_2O_3 dengan fasa $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ yang lebih dominan. Sementara proses sinter menghasilkan serbuk material aktif LiFePO_4 . Dengan demikian terjadi transformasi fasa dalam tiga tahap perlakuan panas yaitu dari Li_3PO_4 menjadi $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ kemudian menjadi LiFePO_4 . Fasa akhir LiFePO_4 memiliki grup ruang Pnma yang berarti berstruktur *olivine*. Struktur *olivine* ini yang digunakan sebagai bahan aktif katoda baterai *lithium-ion*. Tablet karbon aktif tetap utuh setelah sintesis, sehingga tidak bereaksi dan membentuk pelapisan karbon pada serbuk LiFePO_4 . Dengan demikian, metode ini dapat digunakan untuk mensintesis LiFePO_4 tanpa pelapisan karbon dalam lingkup skala laboratorium.

Kata Kunci: LiFePO_4 , Sintesis, Tanpa pelapisan karbon, Tiga tahap perlakuan panas, Skala laboratorium

Phase Change In LiFePO_4 Powder Making With Three Step Heat Treatment Non-Carbon Coating

LiFePO_4 is one of the cathode active materials for lithium-ion batteries. This study aimed to synthesize LiFePO_4 active material powder without carbon coating using three-step heat treatment i.e. first calcination with 700 °C temperature for about 2 h, second calcination with 800 °C temperature for about 8 h, and sintering using activated carbon pellets with 800 °C for about 4 h. The raw materials are $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$, Fe_2O_3 , and H_3PO_4 . The first calcination produced precursor which consists of Li_3PO_4 and Fe_2O_3 , with Fe_2O_3 as a dominant phase. The second calcination produced precursor which consists of $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ and Fe_2O_3 , with $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ as a dominant phase. The sintering process produced LiFePO_4 as a final powder product. There is $\text{Li}_3\text{PO}_4 - \text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3 - \text{LiFePO}_4$ phase transformation during three-step heat treatment. The final product i.e. LiFePO_4 has a Pnma space group. It is indicated that LiFePO_4 has an olivine structure. The olivine structure is a structure that uses for lithium-ion cathode material. Activated carbon pellets did not react during final sintering process, so that it did not make a carbon coating on LiFePO_4 morphology. According to the results, we can conclude that this method can be used for synthesizing lab-scale LiFePO_4 without carbon coating.

Keywords: LiFePO_4 , Synthesis, Non-carbon coating, Three-step heat treatment, Lab-scale

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 620.5

Yulinda Lestari^{*a}, Efendi Maburri^a, Anne Zulfia Syahrial^b (^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI;
^bTeknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok)

Studi Pelapisan Komposit Ni-P-Nano Al₂O₃ Dengan Metode *Electroless Co-Deposition*

Metalurgi, Vol 31 No.1 April 2016

Pelapisan material dengan komposit Ni-P-nano powder Al₂O₃ yang menggunakan metode *electroless* kodeposisi memiliki keunggulan yaitu prosesnya tidak membutuhkan elektroda, laju deposisi yang cepat dan memiliki ketahanan korosi dan ketahanan aus yang baik. Pada penelitian ini, parameter yang divariasikan adalah komposisi penambahan nano powder Al₂O₃. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui fenomena struktur mikro, fasa dan kristalinitas, komposisi kimia dan distribusi unsur di permukaan *coating*, dan ketahanan korosi komposit *coating* Ni-P-nano powder Al₂O₃. Substrat yang digunakan yaitu baja tahan karat 410 dilaku awal (*pretreatment*) untuk mengaktivasi permukaan, kemudian direndam dalam larutan yang terdiri dari nikel sulfat, natrium hypophosphite, ammonium sulfat, sodium asetat, lead asetat dan serbuk nano alumina. Substrat direndam selama 60 menit, dalam suhu proses 90±2 °C dengan kecepatan putaran 150 rpm. Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan alat SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*), XRD (*x-ray diffraction*), dan CMS (*corrosion measurement system*). Dari hasil percobaan menunjukkan terdapat perbedaan struktur mikro antara substrat logam dasar dan substrat setelah proses *electroless coating*. Berdasarkan variabel percobaan, untuk komposisi *nano powder* Al₂O₃ yang optimum adalah 10 gr/l karena memberikan distribusi partikel dan ketahanan korosi yang paling baik.

Kata Kunci: *Pelapisan material, Electroless kodeposisi, Ni-P-Al₂O₃, Struktur mikro, Kristalinitas, Ketahanan korosi*

Study of Ni-P-Nano Al₂O₃ Composite Coating With Electroless Co-Deposition Methode

The Ni-P-nano powder Al₂O₃ composite coating have been prepared by electroless codeposition method. It has advantage that the process does not require an electrode, fast deposition rate, good corrosion and wear resistance. In this study, the variable parameters are the addition of nano powder Al₂O₃ composition. The aim of this research is to determine microstructure phenomenon, phase and crystallinity, chemical composition and distribution on coating surface, and corrosivity Ni-P-nano powder Al₂O₃ composite coating. The substrate is used stainless steel 410. Substrates have been pre treated in order to activate the surface. Then, substrate immersed in solution that consisting of nickel sulfate, sodium hypophosphite, ammonium sulfate, sodium acetate, lead acetate and nano alumina powder. The substrate is immersed about 60 minutes at a 90±2 °C temperature with speed of 150 rpm. Sample characterization has done by SEM-EDS, XRD, and CMS. Results indicate there is a microstructure visual difference before and after electroless coating process. Based on variable experiment, the optimum nanopowder Al₂O₃ compositionis 10 gr/l which have given the best paticle distribution and most excellent corrosion resistance.

Keywords: *Plating material, Electroless co-deposition, Ni-P-Al₂O₃, Microstructure, Crystallinity, Corrosion*

Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.

UDC (OXDCF) 546.6

M. Zaki Mubarak dan Muhammad Wildanil Fathoni (Program Studi Teknik Metalurgi, FTTM ITB)

Studi Kinetika Pelindian Bijih Nikel Limonit Dari Pulau Halmahera Dalam Larutan Asam Nitrat

Metalurgi, Vol 31 No.1 April 2016

Salah satu perkembangan terkini proses ekstraksi nikel dari bijih laterit dengan jalur hidrometalurgi adalah dengan menggunakan reagen pelindi yang dapat diregenerasi, seperti asam klorida dan asam nitrat. Meskipun keberhasilan proses pelindian bijih nikel laterit dalam asam nitrat telah dilaporkan, studi kinetika pelindian bijih nikel laterit dalam asam nitrat sedikit dipublikasikan. Dalam paper ini dipresentasikan hasil analisis kinetika pelindian bijih nikel laterit tipe limonit dari Pulau Halmahera dalam larutan asam nitrat pada tekanan atmosfer. Studi kinetika pelindian bertujuan untuk mengetahui pengendali laju reaksi, parameter kinetika (konstanta laju reaksi atau koefisien difusi), energi aktivasi reaksi dan persamaan kinetiknya. Kinetika pelindian dipelajari dengan menggunakan model shrinking core (SCM). Hasil analisis menunjukkan bahwa pengendali laju reaksi pada pelindian bijih limonit dari Pulau Halmahera dalam larutan asam nitrat adalah difusi melalui lapisan produk padat dengan koefisien difusi efektif (D_e) sebesar $2,1- 8,55 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ pada rentang suhu $65-95 \text{ }^\circ\text{C}$ serta energi aktivasi sebesar $46,78 \text{ kJ/mol}$.

Kata Kunci: Pelindian, Limonit, Nikel, Asam nitrat, Kinetika

Kinetics Study of Nickel Limonite Ore Leaching from Halmahera Island in Nitric Acid Solution

One of the recent developments in the extraction of nickel from laterite ore by hydrometallurgical route is to use leaching reagent which can be regenerated, such as hydrochloric and nitric acids. Although the success of leaching of laterite ore has been reported, leaching kinetics study of laterite ore in nitric acid is still poorly published. In this paper, the results of leaching kinetics analysis of nickel laterite ore of limonite type from Halmahera Island in nitric acid solution at atmospheric pressure is discussed. The purposes of the kinetics study are to determine rate-determining step, kinetic parameters (i.e. reaction rate constant or diffusion coefficient), activation energy and the kinetics model. Leaching kinetics was studied by adopting shrinking core models (SCM). The analysis results reveal that the leaching rate of Halmahera limonite ore from Halmahera Island in nitric acid is controlled by diffusion through solid layer product with effective diffusion coefficient (D_e) of $2,1- 8,55 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ at the temperature range of $65-95 \text{ }^\circ\text{C}$ and activation energy of 46.78 kJ/mol .

Keywords: Leaching, Limonite, Nickel, Nitric acid, Kinetics