



Penanggung Jawab:
Kapuslit Metalurgi – LIPI

Dewan Redaksi :
Ketua Merangkap Anggota:
Ir. Ronald Nasoetion, MT

Anggota :
Dr. Ir. Rudi Subagja
Dr. Ir. Florentinus Firdiyono
Dr. Agung Imadudin
Dr. Ika Kartika, MT
Ir. Yusuf
Ir. Budi Priyono

Mitra Bestari :
Prof. Dr. Ir. Johny Wahyuadi, DEA (UI)
Dr. Ir. Edi Agus Basuki (ITB)
Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (BATAN)
Dr. Ir. Triwibowo (BPPT)

Pelaksana Redaksi:
Pius Sebleku, ST
Tri Arini, ST
Lia Andriyah, ST
Franciska Pramuji Lestari, ST
Arif Nurhakim, S.Sos
Heri Nugraha, A.Md

Penerbit:
Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI
Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Gedung
470
Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553

Alamat Sekretariat:
Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI
Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Gedung
470
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 28 NOMOR 2, AGUSTUS 2013 ISSN 0216 – 3188

AKREDITASI : SK 442/AU2/P2MI-LIPI/08/2012

Pengantar Redaksi xv

Abstrak xviii

**Pengaruh Waktu Milling pada Paduan Mg-
Ca-Zn-CaH₂ untuk Aplikasi Implan**

Franciska Pramuji Lestari, dkk 73

**Pengaruh Temperatur Nukleasi terhadap
Geometri Produk Magnesium Karbonat
dari Bahan Baku Dolomit Madura**

Solihin, dkk..... 83

**Sifat Listrik dan Magnetik Lapisan Tipis
Nanokomposit Fe-C/Si(100)**

Yunasfi, dkk 89

**Analisis Struktur dan Sifat Magnetic
Perovskite LaMnO₃ sebagai Kandidat
Bahan Absorber Gelombang
Elektromagnetik**

Pius Sebleku dan Wisnu Ari Adi..... 97

**Aspek Teknologi dan Ekonomi
Pembangunan Pabrik Pengolahan Bijih
Besi menjadi Produk Baja di Indonesia**

Zulfiadi Zulhan 105

**Kupola Udara Panas untuk Memproduksi
NPI (Nickel Pig Iron) dari Bijih Nikel
Laterit**

Edi Herianto dan Rahardjo Binudi 121

**Interdifusi Efektif-Fungsi Konsentrasi di
dalam Paduan Terner Ni-Re-X (X= Ru, Co)**

Efendi Mabruri131

**Analisa Kegagalan Poros Roda Belakang
Kendaraan**

M. Svahril..... 139

**Pembuatan Komposit Polikaprolakton-Kitosan-
Hidroksiapatit Iradiasi untuk Aplikasi
Biomaterial**

Yessy Warastuti, dkk..... 149

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 28 Nomor 2, Agustus 2013 kali ini menampilkan 9 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Franciska Pramuji Lestari dan Kawan-kawan berjudul "*Pengaruh Waktu Milling pada Paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂ untuk Aplikasi Implan*". Selanjutnya Solihin dan Kawan-kawan tentang "*Pengaruh Temperatur Nukleasi terhadap Geometri Produk Magnesium Karbonat dari Bahan Baku Dolomit Madura*". Yunasfi dan Kawan-kawan menulis tentang "*Sifat Listrik dan Magnetik Lapisan Tipis Nanokomposit Fe-C/Si(100)*". Pius Sebleku dan Wisnu Ari Adi juga menulis tentang "*Analisis Struktur dan Sifat Magnetic Perovskite LaMnO₃ sebagai Kandidat Bahan Absorber Gelombang Elektromagnetik*".

Zulfiadi Zulhan menulis tentang "*Aspek Teknologi dan Ekonomi Pembangunan Pabrik Pengolahan Bijih Besi menjadi Produk Baja di Indonesia*". Edi Herianto dan Rahardjo Binudi menulis tentang "*Kupola Udara Panas untuk Memproduksi NPI (Nickel Pig Iron) dari Bijih Nikel Laterit*", Efendi Maburri juga menulis tentang "*Interdifusi Efektif-Fungsi Konsentrasi di dalam Paduan Terner Ni-Re-X (X=Ru, Co)*" dan M. Syahril menulis tentang "*Analisa Kegagalan Poros Roda Belakang Kendaraan*". Berikutnya Yessy Warastuti dan Kawan-kawan menulis tentang "*Pembuatan Komposit Polikaprolakton-Kitosan-Hidroksiapatit Iradiasi untuk Aplikasi Biomaterial*".

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

REDAKSI

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 621.91

Franciska Pramuji Lestari, Yudi Nugraha T, Ika Kartika, Bambang Sriyono (Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI)

Pengaruh Waktu Milling pada Paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂ untuk Aplikasi Implan

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Paduan Mg-Ca-Zn merupakan paduan yang digunakan untuk aplikasi *metal foam implant*. Pada penelitian ini dipelajari mengenai studi awal proses pembuatan metal foam dari serbuk murni campuran Mg-Zn-Ca-CaH₂ dengan proses pencampuran kering (*dry milling*) pada temperatur kamar. Tujuan penelitian ini yaitu untuk mendapatkan campuran serbuk yang homogen dan mengetahui reaktivitas mekanik campuran serbuk murni Mg-Ca-Zn-CaH₂. Waktu milling yang digunakan bervariasi selama 2, 4 dan 6 jam menggunakan bola baja dan keramik sebagai media penghancur dan pengaduk partikel. Campuran serbuk Mg-Zn-Ca-CaH₂ kemudian ditekan menggunakan mesin kompresi dengan beban 1000 KPa pada temperatur kamar menggunakan cetakan berbentuk silinder dengan diameter 25 mm. Hasil proses *dry milling* kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan *x-ray diffraction* (XRD), *mapping* unsur dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) dan perhitungan *elastic recovery* yang dihitung dari parameter penekanan paduan serbuk. Diketahui dari hasil *mapping* unsur dengan SEM bahwa secara kualitatif terjadi pemecahan partikel serbuk serta kehomogenan campuran serbuk seiring dengan lamanya proses *milling*. Dari perhitungan % *elastic recovery* diketahui bahwa serbuk dengan proses *milling* 6 jam memiliki prosentase *elastic recovery* terkecil yaitu sebesar 43,6%. Terlihat juga dari hasil analisa XRD terbentuk fasa *binner* MgZn dan Mg₂Ca.

Kata kunci : Dry milling, Serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂, Metal foam, Biodegradabel

The Effects of Milling Time On Mg-Ca-Zn-CaH₂ Alloys for Implant Application

Mg-Ca-Zn alloy is metal alloys that used for metal foam implant application. This research were investigated about pre-eliminary study of metal foaming manufacturing from pure powder Mg-Ca-Zn-CaH₂ with dry milling process in room temperature. The aim of the study was to study about the homogeneity and mechanic reactivity of milling the pure powder of Mg-Ca-Zn-CaH₂. Milling time variation of those process were 2, 4 and 6 hours and used steel and ceramic balls mill as a crusher and stirrer media. Then powder sample which had mixed are compacted with compaction machine at 1000 KPa in cylinder dies with 25 mm in diameter. Mapping SEM qualitative analysis show that powder particle disintegrated to be smaller and homogeneity as qualitative with addition of milling time. From elastic recovery percentage shows that powder milled during 6 hours has lowest elastic recovery approximately around 43.6% XRD analyses show that *binner* phase MgZn and Mg₂Zn were formed.

Key words : Dry Milling, Mg-Ca-Zn-CaH₂ powder, Metal foam, Biodegradable

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 620.18

Solihin, Tri Arini, Ani Febriana (Pusat Penelitian Metalurgi- LIPI)

Pengaruh Temperatur Nukleasi terhadap Geometri Produk Magnesium Karbonat dari Bahan Baku Dolomit Madura

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Dolomit asal Madura telah dikarakterisasi dan diproses melalui proses kombinasi piro dan hidrometalurgi untuk menghasilkan magnesium karbonat. Komposisi perbandingan unsur dalam dolomit Madura adalah $Ca_{0,6}Mg_{0,4}CO_3$. Geometri dari produk magnesium karbonat yang ternukleasi pada temperatur 30 dan 50 °C berbentuk trigonal memanjang dengan ketebalan 1-3 mikron, sedangkan produk yang ternukleasi pada temperatur 90 °C memiliki bentuk geometri lembaran dengan tebal 70-140 nanometer. Perbedaan geometri produk dipengaruhi kompetisi antara gaya kinetik pergerakan molekul air dengan gaya kohesi magnesium dalam larutan kaya magnesium. Magnesium karbonat yang dihasilkan memiliki komposisi magnesium karbonat dengan eksese karbon dioksida dan sangat sedikit kalsium karbonat.

Kata kunci : Dolomit, Magnesium karbonat, Serbuk ultra halus, Partikel ukuran nano

Effect of Temperature on The Geometric Product Nucleation Magnesium Carbonate of Raw Materials Dolomite Madura

Madura Dolomite has been characterized and processed through a combination of pyro and hydrometallurgical processes to produce magnesium carbonate. The elemental composition ratio of Madura Dolomite is $Ca_{0,6}Mg_{0,4}CO_3$. The shape of magnesium carbonate nucleated at 30 and 50 °C is elongated trigonal with thickness 1-3 microns, whereas another sample that nucleated at a 90 °C is in the form of sheet with thickness 70-140 nanometer. The Difference in geometry of products is the result of the competition between kinetic force of water molecules movement and magnesium cohesive forces in the magnesium-rich solution. The product resulted for this process is magnesium carbonate with carbon dioxide excess and small amount calcium carbonate.

Key words : Dolomite, Magnesium carbonate, Ultra fine grain, Nanosize particle

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 620.118

Yunasfi, Mashadi, Saeful Yusuf (Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN)

Sifat Listrik dan Magnetik Lapisan Tipis Nanokomposit Fe-C/Si(100)

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Telah dilakukan karakterisasi sifat listrik dan magnetik lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si(100). Nanokomposit dan nanostruktur karbon yang mengandung nanopartikel besi menunjukkan sifat listrik dan magnetik, sehingga banyak diaplikasikan di bidang elektromagnetik dalam bentuk lapisan tipis. Tujuan dari penelitian ini adalah mengamati sifat listrik dan magnetik lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si(100) dalam rangka pengaplikasiannya di bidang sensor. Nanokomposit Fe-C dibuat dari campuran serbuk grafit dan Fe dalam berbagai variasi persen berat Fe (1%-3% berat Fe) dengan teknik High Energy Milling (HEM) selama 50 jam. Setelah serbuk campuran Fe-C dikompaksi dengan mesin pres, bahan ini dipakai sebagai target sputtering untuk menumbuhkan lapisan tipis nanokomposit Fe-C diatas substrat Si(100). Hasil pengamatan dengan SEM menunjukkan bahwa lapisan tipis memiliki permukaan rata dan halus, partikel Fe-C terdeposisikan secara merata dan homogen di atas substrat Si(100) dengan ukuran partikel sekitar 50 nm. Dari pengamatan penampang lintang diperlihatkan bahwa lapisan tipis karbon telah terbentuk di atas substrat Si(100), dengan ketebalan sekitar 100 nm. Karakterisasi sifat listrik dengan LCR meter menunjukkan bahwa nilai konduktansi Fe-C/Si(100) bertambah tinggi seiring dengan penambahan Fe. Karakterisasi sifat magnetik dengan metode Four Point Probe menunjukkan bahwa lapisan tipis Fe-C/Si(100) adalah magnetoresistance positif, dimana seiring dengan peningkatan kandungan Fe pada lapisan tipis Fe-C, nilai resistivitas semakin rendah dan nilai MR semakin meningkat.

Kata kunci : Lapisan Tipis Fe-C, Konduktivitas listrik, Nisbah magnetoresistance, Resistivitas

Electrical and Magnetic Properties of Fe-C/Si(100) Nanocomposite Thin Film.

Characterization of electrical and magnetic properties of Fe-C/Si(100) nano composite thin film were carried out. Carbon nanocomposite and nanostructured with containing iron nanoparticles exhibit electrical and magnetic properties, so a lot of the electromagnetic field is applied in the form of thin layers. The purpose of this study was to observe the electrical and magnetic properties of Fe-C/Si (100) nanocomposite thin layer in the context of its application in the field of sensors. Fe-C nanocomposites were made by mixing graphite and Fe in various weight % of Fe (1 - 3 weight %) using High Energy Milling (HEM) for 50 hours. After mixing powder of Fe-C were compacted by pressing machine, the pellets were used as a sputtering target for growth of Fe-C nanocomposite thin film on Si(100) substrate. The result observation of SEM shows that the thin film has flat and smooth surface, particle of Fe-C was clearly and homogenously deposited on Si(100) with the particle size of around 50 nm. From cross section observation, it is shown that the graphite thin film has been formed on Si(100) substrate with a thickness of around 100 nm. Characterization of electrical property using LCR meter shows that the conductance value of Fe-C/Si(100) become higher in accordance with the increasing of Fe. Characterization of magnetic property using Four Point Probe method shows that the Fe-C/Si(100) thin film is a positive magnetoresistance, which in accordance with the increasing of Fe inside the Fe-C thin film, the resistivity value become lower and the MR value become higher.

Key words : Fe-C Thin film, Electrical conductivity, Magnetoresistance ratio, Resistivity

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 539.2

Pius Sebleku dan Wisnu Ari Adi (Pusat Penelitian Metalurgi- LIPI)

Analisis Struktur dan Sifat Magnetic Perovskite LaMnO_3 sebagai Kandidat Bahan Absorber Gelombang Elektromagnetik

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan magnetic system LaMnO_3 hasil proses mechanical alloying. Bahan magnetic ini dibuat dari oksida penyusun La_2O_3 , dan MnCO_3 . Campuran di milling selama 10 jam kemudian di sintering pada suhu 1000°C selama 10 jam. Hasil refinement pola difraksi sinar-x menunjukkan bahwa sampel memiliki fasa tunggal (single phase), yaitu fasa LaMnO_3 yang memiliki struktur monoclinic (I12/a1) dengan parameter kisi $a = 5.4638(7) \text{ \AA}$, $b = 5.5116(6) \text{ \AA}$ dan $c = 7.768(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 90.786(9)^\circ$, volume unit sel sebesar $V = 233.93(3) \text{ \AA}^3$ dan kerapatan atomik sebesar $\rho = 6.449 \text{ gr.cm}^{-3}$. Hasil analisis elementer dan morfologi partikel tampak bahwa sampel memiliki komposisi yang telah sesuai dengan yang diharapkan dengan bentuk partikel yang relatif seragam dan terdistribusi merata diseluruh permukaan sampel. Fenomena absorpsi gelombang EM telah terjadi pada rentang frekuensi antara 9 – 15 GHz dengan frekuensi puncak absorpsi pada 11 GHz sebesar $\sim 2,6 \text{ dB}$. Pada frekuensi puncak ini dikalkulasi besarnya absorpsi gelombang EM mencapai 30 % dengan ketebalan bidang absorp 1,5 mm. Disimpulkan bahwa bahan lanthanum manganite LaMnO_3 sistem perovskite ini dapat digunakan sebagai studi awal pengembangan bahan baru untuk absorber gelombang elektromagnetik.

Kata kunci : LaMnO_3 , Struktur kristal, Magnetik, Absorpsi, Gelombang elektromagnetik

Effect of Structure Analysis and Magnetic Properties of Perovskite LaMnO_3 as for Candidate Materials Absorber Electromagnetic Wave.

The synthesis and characterization of LaMnO_3 magnetic materials by mechanical alloying process have been performed. This magnetic material is prepared by oxides, namely La_2O_3 , and MnCO_3 . The mixture was milled for 10 h then sintered at a temperature of 1000°C for 10 h. The refinement results of x-ray diffraction pattern of lanthanum manganite showed that the sample had single phases, namely, LaMnO_3 phases. LaMnO_3 phase had a monoclinic structure (I12/a1) $a = 5.4638(7) \text{ \AA}$, $b = 5.5116(6) \text{ \AA}$ and $c = 7.768(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ and $\beta = 90.786(9)^\circ$, the unit cell volume of $V = 233.93(3) \text{ \AA}^3$, and the atomic density of $\rho = 6.449 \text{ gr.cm}^{-3}$. The results of elementary analysis and particle morphology appears that the sample has a composition as expected with a relatively uniform particle shape and evenly distributed the surface of the sample. The electromagnetic wave absorption phenomenon has occurred in the frequency range of 9-15 GHz with absorption of $\sim 2.6 \text{ dB}$ at 11 GHz peak frequency. The electromagnetic wave absorption is calculated about 30 % with a thickness of 1.5 mm. We concluded that the material lanthanum manganite perovskite system LaMnO_3 can be used as a preliminary study of the development of new materials for electromagnetic wave absorber.

Key words : LaMnO_3 , Crystal structure, Magnetic, Absorption, Electromagnetic wave

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 620.16

Zulfiadi Zulhan (Teknik Metalurgi – Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan - ITB)

Aspek Teknologi dan Ekonomi Pembangunan Pabrik Pengolahan Bijih Besi menjadi Produk Baja di Indonesia

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Pabrik baja yang beroperasi di Indonesia pada umumnya masih bergantung pada bahan baku dari luar, baik bijih besi maupun besi tua (steel scrap). Pengolahan bijih besi dalam negeri menjadi produk besi spons diharapkan dapat mensubstitusi besi tua sebagai bahan baku pembuatan baja dengan teknologi berbasis EAF. Bijih besi Indonesia dikelompokkan menjadi tiga yaitu bijih besi primer (hematit dan magnetit), bijih besi laterit dan pasir besi. Cadangan bijih besi Indonesia didominasi oleh bijih besi laterit, maka teknologi dan jalur proses yang sesuai untuk mengolah bijih besi laterit ini sebaiknya dikaji lebih dalam untuk mendapatkan proses yang optimum dan efisien serta produk baja yang mempunyai nilai jual tinggi. Harga gas alam di dalam negeri mempunyai kecenderungan untuk meningkat, oleh karenanya teknologi yang disarankan untuk mengolah bijih besi Indonesia adalah teknologi direct reduction berbasis batubara (rotary kiln) atau blast furnace untuk pabrik dengan kapasitas besar. Ketergantungan pada kokas (coking coal) merupakan kelemahan dari teknologi blast furnace. Perbandingan capex dan opex dari blast furnace dan rotary kiln diuraikan pada tulisan ini. Biaya produksi pembuatan baja menggunakan jalur proses rotary kiln – electric arc furnace dan blast furnace – basic oxygen furnace adalah hampir sama yaitu sekitar 500 USD/ton.

Kata kunci : Bijih besi, Blast furnace, Rotary kiln, Capex, Opex

Technological and Economical Aspects of The Intallation of Iron Ore Processing Plant to Produce Steel In Indonesia.

Raw material for steel production in Indonesia is still imported either in the form of iron ore or steel scrap. The utilization of domestic iron ore to produce sponge iron might substitute steel scrap as raw material for EAF-based steelmaking. Indonesian iron ore can be classified into primary iron ore (hematite and magnetite), lateritic iron ore and iron sand. Lateritic iron ore is more dominant in Indonesia, therefore the suitable technology and process route shall be studied in order to obtain an optimum and efficient process as well as to produce high quality steel. The domestic price of natural gas tends to increase in the following years, therefore coal based direct reduction technology (e.g. rotary kiln) or blast furnace for high production capacity should be installed. The scarcity of domestic coking coal fo coke production is the limitation by the application of blast furnace technology. The comparison of capex and opex of blast furnace and rotary kiln iron making is described in this paper. The steel production cost using rotary kiln – electric arc furnace route or blast furnace – basic oxygen furnace route is nearly the same (around 500 USD/ton).

Key words : Iron ore, Blast furnace, Rotary kiln, Capex, Opex

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 620.18

Edi Herianto dan Rahardjo Binudi (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Kupola Udara Panas untuk Memproduksi NPI (Nickel Pig Iron) dari Bijih Nikel Laterit

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Produksi NPI (nickel pig iron) dapat dilakukan dengan kupola udara panas. Cara ini dapat menggantikan produksi NPI dengan tanur tiup (blast furnace) yang rumit dan membutuhkan investasi yang besar. Produksi NPI dengan kupola udara panas lebih menekankan pada proses peleburan dibanding dengan gabungan proses reduksi dan peleburan yang terjadi pada tanur tiup. Proses peleburan murni pada kupola udara panas dapat memberi setidaknya tiga keuntungan. Pertama, cara ini memungkinkan kadar nikel dalam NPI yang lebih tinggi dibanding NPI produk tanur tiup, ini disebabkan karena sebagian besi dapat dimasukkan kedalam terak, sehingga rasio nikel terhadap besi dalam NPI meningkat. Kedua, terjadinya penghematan kokas karena pembakaran sempurna yang terjadi dalam kupola menghasilkan panas lebih banyak dibandingkan reduksi yang menghasilkan gas karbon monoksida. Dan ketiga, peleburan dengan kupola ini memungkinkan penggunaan kokas kualitas lebih rendah dibandingkan dengan tanur tiup. Ketiga kelebihan di atas akan menurunkan biaya produksi NPI ke tingkat yang lebih ekonomis. Digabung dengan kesederhanaan proses dan biaya investasi yang rendah, produksi NPI dengan kupola udara panas dapat menjadi solusi ideal untuk pengolahan bijih nikel laterit, khususnya dari jenis limonitik.

Kata kunci : NPI, Nikel, Kupola udara panas, Laterit

Hot Blast Cupola to Produce Nickel Pig Iron (NPI) of Nickel Laterite Ore

Production NPI (nickel pig iron) can be done with hot blast cupola. This method can replace the blast furnace production of NPI which is complicated and requires a large investment. Production of NPI in hot blast cupola give more emphasis on melting process than with a combined melting and reduction process that occurs in the blast furnace. Basically, the use of hot blast cupola in NPI production will give at least three advantages. First, this method allows the levels of nickel content in NPI become higher than blast furnace products. This is because some of the iron can be incorporated into the slag, so that the ratio of nickel to iron in the NPI increases. Second, the savings due to coke combustion that produces carbon monoxide gas in blast furnace. And third, smelting with hot blast allow the use of lower quality coke compared to the blast furnace smelting. The above advantages will reduce costs to a level that NPI production become more economical. Combined with the simplicity and low investment costs, production of NPI with hot air cupola can be the ideal solution for the processing of nickel laterite ore, particularly of the limonitic type

Key words : NPI, Nickel, Hot blast cupola, Laterite

UDC (OXDCF) 543.2

Efendi Mabruri (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Interdifusi Efektif-Fungsi Konsentrasi di dalam Paduan Terner Ni-Re-X (X=Ru, Co)

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Tulisan ini berkaitan dengan penelaahan perilaku interdifusi unsur refraktori Re dengan unsur-unsur penting lain di dalam superalloy berbasis nikel dengan mengases koefisien interdifusi efektif sebagai fungsi konsentrasi, \tilde{D}_i^{eff} di dalam paduan terner Ni-Re-X (X= Ru, Co). Hasil asesmen menunjukkan bahwa harga koefisien interdifusi efektif untuk Re lebih rendah dibandingkan dengan koefisien interdifusi efektif untuk Ru dan Co berdasarkan urutan $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$. Gradien konsentrasi Re mempunyai pengaruh yang lebih besar terhadap $\tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}}$ atau $\tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$ dibandingkan dengan pengaruh gradien konsentrasi masing-masing unsur (Ru, Co). Sebaliknya, koefisien interdifusi efektif $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}}$ relatif tidak dipengaruhi oleh gradien konsentrasi Ru dan Co pada masing-masing sistem. Perilaku interdifusi ini merefleksikan bahwa ikatan antar atom Ru-Re atau Co-Re lebih besar dibandingkan ikatan antar atom Ni-Ru atau Ni-Co

Kata kunci : Interdifusi efektif, Superalloy berbasis nikel, Unsur refraktori, Nikel-rhenium, Ruthenium, Kobal

Concentration-Dependent Effective Interdiffusion in Ni-Re-X (X=Ru, Co) Ternary Alloys

This paper is addressed to the study of interdiffusion behaviour of refractory element Re with other important elements in nickel based superalloys by assessing the concentration dependence-effective interdiffusion coefficients \tilde{D}_i^{eff} in the ternary systems of Ni-Re-X (X= Ru, Co). The assesment results showed that the effective interdiffusion coefficient for Re was smaller than that for Ru and Co in the order of $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$. The concentration gradient of Re had a larger influence on $\tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}}$ and $\tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$ than the own concentration gradient of Ru and Co, respectively. On the other hand, the effective interdiffusion coefficient of Re, $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}}$ was not influenced by the concentration gradient of Ru and Co in the respective system. This interdiffusion behaviour reflects that the atomic bond of Ru-Re and Co-Re is larger compared to that of Ni-Ru and Ni-Co, respectively.

Key words : Effective interdiffusion, Nickel based superalloys, Refractory element, Nickel-rhenium, Ruthenium, Cobalt

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 620.112

M. Syahril (Balai Besar Teknologi Kekuatan Struktur (B2TKS) – BPPT)

Analisa Kegagalan Poros Roda Belakang Kendaraan

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Tulisan ini membahas tentang kegagalan yang terjadi pada poros roda belakang kendaraan dengan spesifikasi material baja karbon medium S43C. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui faktor penyebab kegagalan tersebut dan memberikan solusi bila terjadi kasus yang serupa pada komponen dengan material yang sama. Studi pada analisa kerusakan poros roda belakang ini menggunakan metode pengamatan visual, makro struktur dengan mikroskop stereo, pengamatan metalografi dengan mikroskop optik (OM), fraktografi permukaan patahan dengan scanning electron microscope (SEM), uji kekerasan mikro dengan Vicker's serta analisa komposisi kimia menggunakan optical emission spectroscopy (OES). Hasil fraktografi menunjukkan bahwa permukaan patahan merupakan tipe kerusakan dini atau patah tanpa terjadi deformasi plastis. Struktur mikro menunjukkan adanya fasa ferit sebagai batas butir dari fasa martensit. Struktur material seperti ini dapat mengurangi ketahanan material terhadap benturan (impact) terutama di area yang memiliki konsentrasi tegangan yang tinggi. Pada akhirnya ketika terjadi benturan, kekuatan komponen poros roda belakang menjadi lebih rendah dari disain normalnya.

Kata kunci : Poros roda belakang, Pengerasan permukaan, Batas butir ferit

Failure Analysis of The Vehicle Rear Axle Shaft

This paper discussed about failure on the vehicle rear axle shaft which made from medium carbon steel S43C. The purpose of this study was to find out the root cause of the failure and provide prevention solutions when a similar case occur in the same component or material. In order to solve these problems, several examinatioes were conducted such as macro structure observation by stereo microscope, metallography by optical microscopy (OM), fractography on the fracture surface of the component by scanning electron microscope (SEM), hardness test by Vicker's, and the analysis of chemical composition by using optical emission spectroscopy (OES). The fractograph result show that the fracture surface is a type of premature damage or the fracture without plastic deformation. Microstructure shows the ferrite phase as grain boundaries of the martensite phase. This condition reduced a resistance of material during impact loading especially at high stress concentration area. In the end when the impact occurred, strength of rear axle component became poor when compared to design property of that material.

Key words : Vehicle rear axle, Surface hardening, Ferrite grain boundary

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 2 Agustus 2013

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

UDC (OXDCF) 620.118

Yessy Warastuti, Basril Abbas dan Nani Suryani (Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi (PATIR) – BATAN)

Pembuatan Komposit Polikaprolakton-Kitosan-Hidroksiapatit Iradiasi untuk Aplikasi Biomaterial

Metalurgi, Vol 28 No. 2 Agustus 2013

Biokompatibel komposit polikaprolakton-kitosan-hidroksiapatit dengan berbagai komposisi telah dibuat menggunakan pelarut asam asetat glasial dan menggunakan metode film casting pada suhu kamar. Dilakukan proses iradiasi dengan mesin berkas elektron pada dosis 10-50 kGy. Membran komposit tersebut diuji kemampuannya untuk mengabsorpsi air, uji sifat mekanik, identifikasi gugus fungsi dengan fourier transform infra red spectroscopy (FTIR) dan analisa pola difraksi dengan x-ray diffraction (XRD). Uji absorpsi air menunjukkan peningkatan seiring dengan bertambahnya konsentrasi kitosan dan hidroksiapatit karena sifat hidrofilitas dari keduanya. Uji sifat mekanik menunjukkan kenaikan nilai kekuatan tarik maksimum dan penurunan elongasi seiring dengan kenaikan dosis iradiasi. Pita serapan FTIR dari membran komposit I - IV menunjukkan gabungan puncak-puncak yang khas dari bahan penyusunnya. Analisa pola difraksi dengan XRD menunjukkan tidak teramatinya perubahan struktur kristal pada membran komposit. Penelitian ini menghasilkan komposisi membran yang prospektif untuk dikembangkan lebih lanjut sebagai bahan biomaterial untuk aplikasi klinis.

Kata kunci : Komposit, Polikaprolakton, Hidroksiapatit, Iradiasi berkas elektron

Preparation of Irradiated Polycaprolactone-Chitosan-Hydroxyapatite for Biomaterial Application

Biocompatible polycaprolactone-chitosan-hydroxyapatite composite with various composition were prepared using glacial acetic acid solvent and film casting method at room temperature. Irradiation process was done using electron beam machine at the dose of 10-50 kGy. These membranes were investigated for its ability to absorb water, mechanical properties, identification of functional group with fourier transform infra red spectroscopy (FTIR) and diffraction pattern analysis with x-ray diffraction (XRD). Water absorption increased with the increasing of chitosan and hydroxyapatite because of their hydrophilicity. Mechanical properties test shows the increased of tensile strength and decreased of elongation as the irradiation dose rises. FTIR absorbed bands composite membrane I to IV shows association of specific peaks of polycaprolactone, chitosan and hydroxyapatite. Diffraction pattern analysis by using XRD shows unchanged of crystal structures in composite membranes. The results of this study show the composition of membranes is prospective for the further development of biomaterial for clinical application.

Keywords : Composite, Polycaprolactone, Hydroxyapatite, Electron beam irradiation

PENGARUH WAKTU MILLING PADA PADUAN Mg-Ca-Zn-CaH₂ UNTUK APLIKASI IMPLAN

Franciska Pramuji Lestari, Yudi Nugraha T, Ika Kartika, Bambang Sriyono

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan Banten

E-mail : fran011@lipi.go.id

Masuk tanggal : 29-05-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

PENGARUH WAKTU MILLING PADA PADUAN Mg-Ca-Zn-CaH₂ UNTUK APLIKASI IMPLAN.

Paduan Mg-Ca-Zn merupakan paduan yang digunakan untuk aplikasi *metal foam implant*. Pada penelitian ini dipelajari mengenai studi awal proses pembuatan metal foam dari serbuk murni campuran Mg-Zn-Ca-CaH₂ dengan proses pencampuran kering (*dry milling*) pada temperatur kamar. Tujuan penelitian ini yaitu untuk mendapatkan campuran serbuk yang homogen dan mengetahui reaktivitas mekanik campuran serbuk murni Mg-Ca-Zn-CaH₂. Waktu milling yang digunakan bervariasi selama 2, 4 dan 6 jam menggunakan bola baja dan keramik sebagai media penghancur dan pengaduk partikel. Campuran serbuk Mg-Zn-Ca-CaH₂ kemudian ditekan menggunakan mesin kompresi dengan beban 1000 KPa pada temperatur kamar menggunakan cetakan berbentuk silinder dengan diameter 25 mm. Hasil proses *dry milling* kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan *x-ray diffraction* (XRD), *mapping* unsur dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) dan perhitungan *elastic recovery* yang dihitung dari parameter penekanan paduan serbuk. Diketahui dari hasil *mapping* unsur dengan SEM bahwa secara kualitatif terjadi pemecahan partikel serbuk serta kehomogenan campuran serbuk seiring dengan lamanya proses *milling*. Dari perhitungan % *elastic recovery* diketahui bahwa serbuk dengan proses *milling* 6 jam memiliki prosentase *elastic recovery* terkecil yaitu sebesar 43,6%. Terlihat juga dari hasil analisa XRD terbentuk fasa *binner* MgZn dan Mg₂Ca.

Kata kunci: Dry milling, Serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂, Metal foam, Biodegradabel

Abstract

THE EFFECTS OF MILLING TIME ON Mg-Ca-Zn-CaH₂ ALLOYS FOR IMPLANT APPLICATION. Mg-Ca-Zn alloy is metal alloys that used for metal foam implant application. This research were investigated about pre-eliminatory study of metal foaming manufacturing from pure powder Mg-Ca-Zn-CaH₂ with dry milling process in room temperature. The aim of the study was to study about the homogeneity and mechanic reactivity of milling the pure powder of Mg-Ca-Zn-CaH₂. Milling time variation of those process were 2, 4 and 6 hours and used steel and ceramic balls mill as a crusher and stirrer media. Then powder sample which had mixed are compacted with compaction machine at 1000 KPa in cylinder dies with 25 mm in diameter. Mapping SEM qualitative analysis show that powder particle disintegrated to be smaller and homogeneity as qualitative with addition of milling time. From elastic recovery percentage shows that powder milled during 6 hours has lowest elastic recovery approximately around 43.6% XRD analyses show that binner phase MgZn and Mg₂Zn were formed.

Key words: Dry Milling, Mg-Ca-Zn-CaH₂ powder, Metal foam, Biodegradable

PENDAHULUAN

Proses pencampuran serbuk partikulat solid merupakan proses yang cukup penting dalam pembuatan komponen berbasis manufaktur metalurgi

serbuk. Dapat dikatakan pula merupakan salah satu faktor yang dapat menentukan sifat dan performa dari produk akhir. Proses pencampuran partikel solid tidak terjadi secara spontan dan ireversibel sehingga dibutuhkan pengaduk mekanik

untuk membantu terjadinya pencampuran serbuk.

Dalam proses *milling*, *ceramic ball* dan *steel ball* merupakan media yang digunakan untuk membantu terjadinya proses pencampuran serbuk yang akan dipadukan. Proses *milling* digunakan untuk mendapatkan ukuran dan bentuk tertentu dari partikel serta meningkatkan luas area permukaan partikel solid yang sangat berperan penting dalam reaktivitas proses reaksi kimia, penyerapan ataupun membentuk ikatan secara mekanik.

Pentingnya proses pencampuran, bukan hanya homogenisasi dari material dasar tapi juga dimungkinkan sejumlah aditif yang ditambahkan yang dapat menentukan sifat dari produk akhir^[1]. Proses dry milling dipilih karena memiliki sejumlah keunggulan, diantaranya tidak membutuhkan proses lanjutan yaitu evaporasi, membentuk sistem penguatan secara mekanik dengan fenomena ODS (*oxide-dispersion strengthened*), dapat mensistesis fasa equilibrium dan non-equilibrium dengan pencampuran unsur atau elemen^[2].

Metal Foam atau logam berpori merupakan material yang mengandung porous dengan volume tertentu dan dengan matriks paduan logam atau non-logam. Material ini umumnya sangat ringan karena densitas yang rendah, namun memiliki unjuk kerja yang baik dalam hal sifat mekanik^[3]. Saat ini, metal foam juga dikembangkan untuk material medis dalam hal ini implan. Stabilitas dari implan tidak hanya dilihat dari kekuatannya, tapi juga tergantung pada fiksasi implan tersebut terhadap jaringan disekitarnya^[4]. Saat ini, fiksasi dari implan dapat ditingkatkan dengan pertumbuhan jaringan tulang melalui porous dari matriks logam, sehingga jaringan baru langsung berikatan dengan tulang dasar. Alasan lain yaitu sifat dari metal foam yang memiliki modulus elastisitas yang rendah, sehingga dapat menghindari tegangan geser pada tulang. Hal yang terpenting juga yaitu memungkinkan cairan tubuh mengalir

melalui matriks berporous ini, sehingga ketika jaringan tulang mulai tumbuh dapat membentuk interkoneksi dengan jaringan lain^[5].

Paduan Magnesium-Kalsium-Seng (Mg-Ca-Zn) merupakan material yang sedang dikembangkan untuk aplikasi biomaterial karena sifatnya yang biodegradabel dan menyerupai tulang serta mayoritas adalah elemen-elemen yang dibutuhkan dalam tubuh manusia.

Magnesium secara alami ada di dalam tubuh dan terdapat di dalam tulang. Dalam serum darah pada level normal dan magnesium pada tingkat cairan ekstraselular sekitar 0,7-1,06 mmol/l. Angka ini menunjukkan bahwa Mg merupakan elemen kedua terbanyak dalam *intracellular ion* dan kation ke empat terbanyak di dalam tubuh. Beberapa studi telah menunjukkan bahwa ion Mg tidak mempengaruhi jaringan ketika digunakan dalam tubuh manusia. Studi in vitro pada sel osteoblast manusia juga mengkonfirmasi bahwa ion Mg tidak signifikan mempengaruhi regenerasi dan viabilitas, selain itu logam Mg non toksik terhadap tubuh manusia^[6]. Magnesium merupakan logam yang ringan, dengan densitas 1,74 g/cm³, yaitu jauh lebih ringan dari Al (2.7 gr/cm³), titanium (4.4-4.5 gr/cm³) serta baja (7.75-8.05 g/cm³) dan sangat dekat dengan densitas dari tulang, yaitu 1.8-2.1 gr/cm³^[7]. Magnesium sangat penting dalam metabolisme tubuh dan secara natural juga ada di dalam jaringan tulang^[8-13].

Ca merupakan elemen mayor yang juga terdapat di dalam tubuh dan penting dalam hal pemberi isyarat secara kimia pada sel. Dalam penambahannya, paduan Mg-Ca memiliki densitas yang hampir sama dengan tulang dan magnesium dibutuhkan untuk menyatukan kalsium ke dalam tulang^[14]. Kelarutan maksimum Ca dalam Mg yaitu sekitar 0,8% pada temperatur ruang. Paduan Mg-Ca terdiri dari dua fasa yaitu α Mg dan Mg₂Ca, dan keberadaan Ca ini dapat meningkatkan sifat mekanik paduan, sehingga sifat mekanik paduan ini

dapat ditentukan dengan mengendalikan kandungan unsur Ca^[15].

Penambahan kalsium hingga 4% dalam magnesium murni akan meningkatkan sifat mekaniknya. Semakin tinggi konsentrasi pada batas kelarutan, formasi fasa intermetalik Mg₂Ca meningkat terhadap laju korosinya karena adanya pembentukan *micro-galvanic cell* dengan matriks Mg^[16]. Kandungan kalsium total dalam tubuh manusia sekitar 1 kg-1.1 kg, terbanyak pada tulang dan gigi serta yang banyak tergabung dengan fosfat dan hidroksiapatit pada tulang^[17].

Sistem Mg-Zn, saat ini mendapat perhatian besar karena Zn merupakan salah satu elemen nutrisi yang melimpah di dalam tubuh^[18] dan berbasis aman untuk aplikasi biomedis. Zn juga dapat meningkatkan ketahanan korosi serta sifat mekanik pada paduan magnesium^[19]. Selain itu, Zn dapat secara efektif menguatkan magnesium melalui mekanisme *solid solution hardening*^[20]. Sesuai dengan diagram fasa biner Mg-Zn, maksimum kelarutan Zn dalam Mg adalah 6,2% pada 325°C^[21]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, hasil uji toksisitas in vitro diketahui bahwa Mg-Zn tidak meracuni organ tubuh. Paduan biner Mg-Zn memiliki biokompatibilitas yang baik dalam lingkungan in vivo^[22].

Hal tersebutlah yang mendasari dikembangkannya paduan Mg-Ca-Zn dengan kandungan paduan yang tepat dan proses pencampuran yang merata agar terbentuk fasa yang diinginkan pada proses pencampurannya, sehingga didapatkan kombinasi sifat fisik serta mekanik yang diinginkan. Metoda metalurgi serbuk dalam pembuatannya dipilih karena paling mudah dikontrol dalam pembentukan pori (dengan penambahan CaH₂ sebagai *foaming agent*).

Kelarutan Ca dalam Mg tergolong rendah, yaitu 0,82%, sedangkan dengan teknik pendinginan cepat, kelarutan Ca dapat dicapai hingga 2-6%^[19].

Pada tulisan ini akan dipelajari reaktivitas proses pencampuran mekanik

dengan menggunakan *ceramic jar mill* dan *ball mill* dari keramik dan baja tahan karat (*stainless steel*) sebagai penghancur dan pengaduk pada serbuk murni Mg-Ca-Zn-CaH₂ sebagai material dasar *metal foam*. Adapun analisa yang digunakan setelah proses *dry milling* adalah *x-ray diffraction* (XRD), *scanning electron microscope* (SEM) dan kemampuan tekan serbuk paduan yang diketahui dari perhitungan % *elastic recovery* dari paduan serbuk tersebut.

PROSEDUR PERCOBAAN

Serbuk yang digunakan dalam campuran yaitu serbuk murni Mg, Ca (*granular particle size* <2,6 mm), Zn (<45 µm), serta CaH₂ (0-10 mm) produk dari Merck. Komposisi paduan yang dipilih adalah sebesar Mg – 0,82 wt.%Ca – 2,3 wt.%Zn – 0,2 wt.%CaH₂. Dalam penelitian ini digunakan metode pencampuran kering dengan *horizontal rotating cylinder ball mill*. *Ceramic ball* serta *steel ball* digunakan untuk menghancurkan dan mengaduk campuran serbuk dengan rasio berat bola dan serbuk 5:1 dan diameter *ball mill* yang bervariasi antara 1-2 cm. Waktu pencampuran dilakukan dengan variasi 2, 4 dan 6 jam dengan kecepatan konstan dan pada kondisi temperatur kamar. Kemudian serbuk hasil *dry milling* dengan berat 20 gr dimasukkan dalam cetakan berbentuk silinder dan ditekan dengan beban sebesar 1000 KPa. Campuran serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂ hasil penekanan kemudian dianalisa dengan pemetaan (*mapping unsure*) menggunakan SEM, XRD serta perhitungan % *elastic recovery* dengan penekanan paduan serbuk.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Analisa SEM

Gambar 1 menunjukkan foto hasil SEM serta *mapping* unsur pada serbuk paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂ setelah proses *dry milling* dengan waktu *milling* 2, 4 dan 6 jam. Dari Gambar 1 tersebut terlihat bahwa bentuk

partikel hasil proses *dry milling* adalah *irregular shape* atau bentuk butir yang tidak seragam dan terjadi pemecahan partikel. Pada waktu *milling* selama 2 jam (Gambar 1a) terlihat bahwa serbuk masih membentuk agregat atau beraglomerasi dan belum terjadi pemecahan partikel yang signifikan. Sedangkan untuk proses *milling* lainnya menunjukkan adanya pola penurunan ukuran partikel seiring dengan penambahan waktu *milling*. Dalam hal ini waktu *milling* 6 jam menghasilkan partikel yang lebih kecil dibandingkan waktu *milling* lainnya (Gambar 1c).

Secara visual, dapat diketahui pula dari hasil analisa pemetaan unsur dengan SEM (Gambar 1a-1c), selain terjadi pemecahan partikel dan penghalusan butir dalam campuran serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂ hasil proses *milling*, juga secara kualitatif tampak ketersebaran serbuk semakin merata seiring dengan penambahan waktu *milling*. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan persebaran warna unsur-unsur Mg, Ca dan Zn pada hasil *mapping* SEM secara kualitatif (Gambar 1a-1c).

Proses *milling* dengan *horizontal rotating cylinder ball mill* digunakan untuk menghaluskan partikel dengan adanya mekanisme gesekan (*friction*) serta benturan (*impact*), dan juga dapat menghasilkan campuran yang merata akibat adanya rotasi secara horizontal. Pemecahan partikel padatan (*solid*) terjadi di bawah beban mekanik yang terbatas pada struktur partikel beban dengan ikatan internal antar partikel. Setelah proses *grinding*, ukuran butir serta bentuk butir dari material *solid* berubah menjadi lebih kecil. Reaksi mekanik yang memungkinkan terjadi pada material serbuk ketika *milling* yaitu peningkatan luas penampang dari material *solid*, terbentuknya material *solid* dengan ukuran butir yang diinginkan serta terkelupasnya lapisan-lapisan yang tidak diinginkan seperti lapisan oksida.

Hasil Analisa *Elastic Recovery*

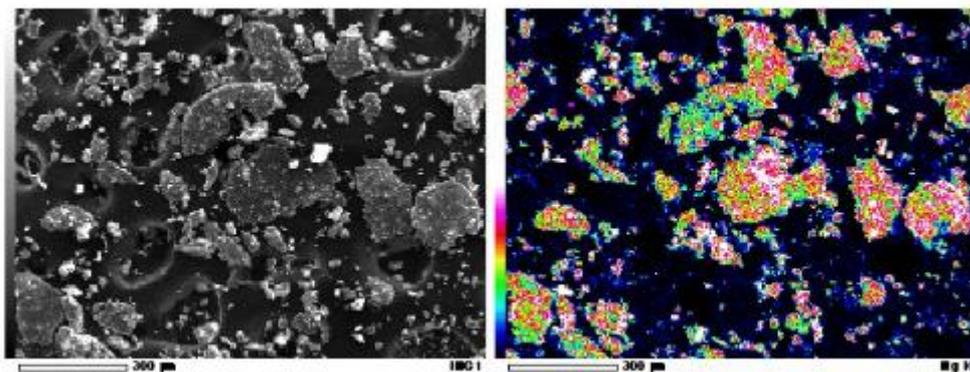
Gambar 2 menunjukkan nilai % *elastic recovery* dari serbuk paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂ hasil *dry milling* dengan variasi waktu 2, 4 dan 6 jam. Dari grafik pada Gambar 2 tersebut terlihat bahwa nilai % *elastic recovery* meningkat seiring dengan menurunnya waktu *milling*. % *elastic recovery* terbesar terjadi pada sampel *green compact* dengan waktu *milling* 2 jam sebesar 55,99%, sedangkan % *elastic recovery* terkecil adalah sebesar 43,6% dengan waktu *milling* 6 jam (Gambar 2).

Hal ini terjadi karena pada proses *milling* selama 6 jam menghasilkan partikel terkecil dibandingkan dengan hasil *milling* 2 dan 4 jam. Reduksi volume ini terjadi akibat perubahan dimensi dari partikel-partikel yang mengalami perpatahan pada proses *milling* menjadi partikel yang lebih kecil.

Pada proses *milling* selama 6 jam, fragmentasi menghasilkan formasi partikel yang lebih kecil, kekuatan ikatan juga meningkat akibat adanya kontak yang lebih luas antara partikel serbuk. Ketika mengalami tekanan, partikel mengalami penyusunan kembali yang menghasilkan struktur rapat dan berkurangnya porositas. Sehingga pada saat penekanan, terjadi pengurangan volume yang paling besar akibat berkurangnya ruangan dan friksi interpartikulat meningkat. Baik fragmentasi maupun deformasi elastis atau plastis, merupakan mekanisme penguatan pada proses kompresi, yaitu *mechanical bonding*. Mekanisme proses kompresi material serbuk dapat dilihat pada Gambar 3.

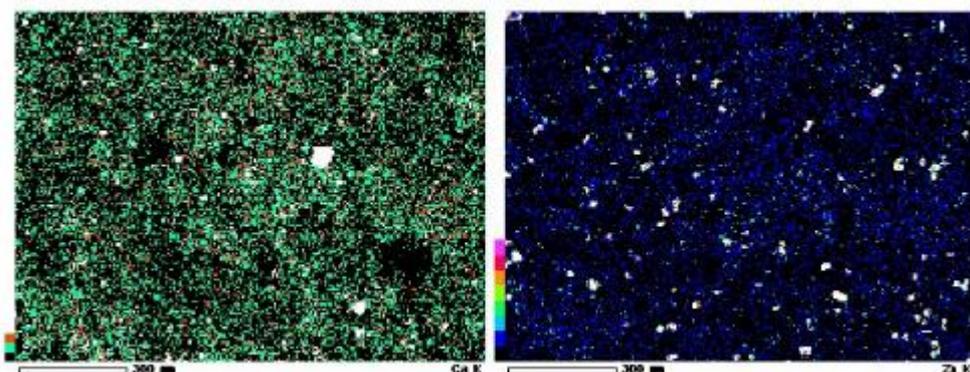
Elastic recovery merupakan suatu keadaan dimana benda berusaha kembali ke bentuk semula setelah dilakukan pembebanan seperti ditunjukkan pada kurva dalam Gambar 4. Energi yang dibutuhkan ketika *elastic recovery* (WoE), dideskripsikan sebagai energi ketika *decompression*.

a. Waktu milling 2 jam



(1)

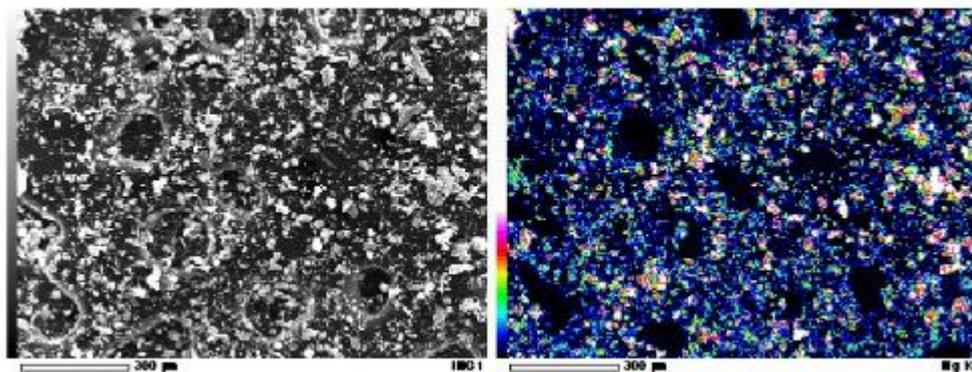
(2)



(3)

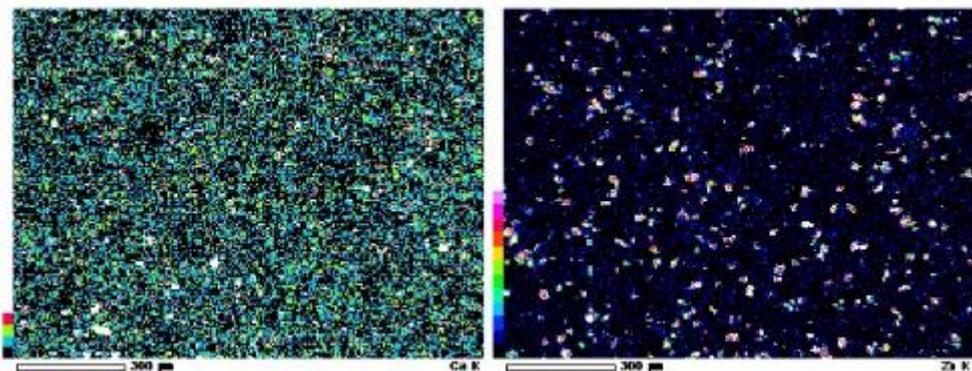
(4)

b. Waktu milling 4 jam



(1)

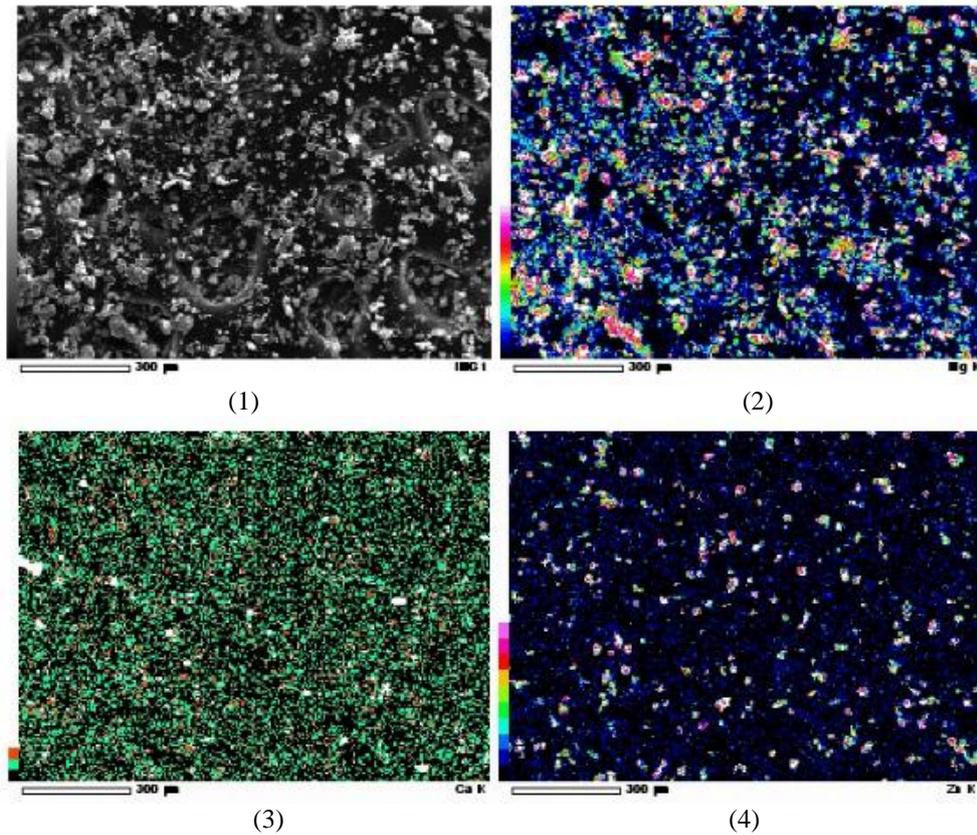
(2)



(3)

(4)

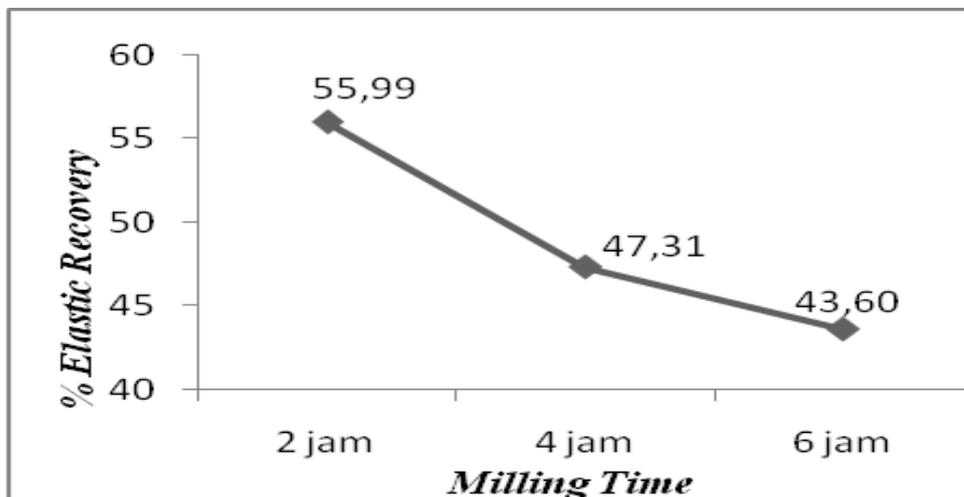
c. Waktu milling 6 jam



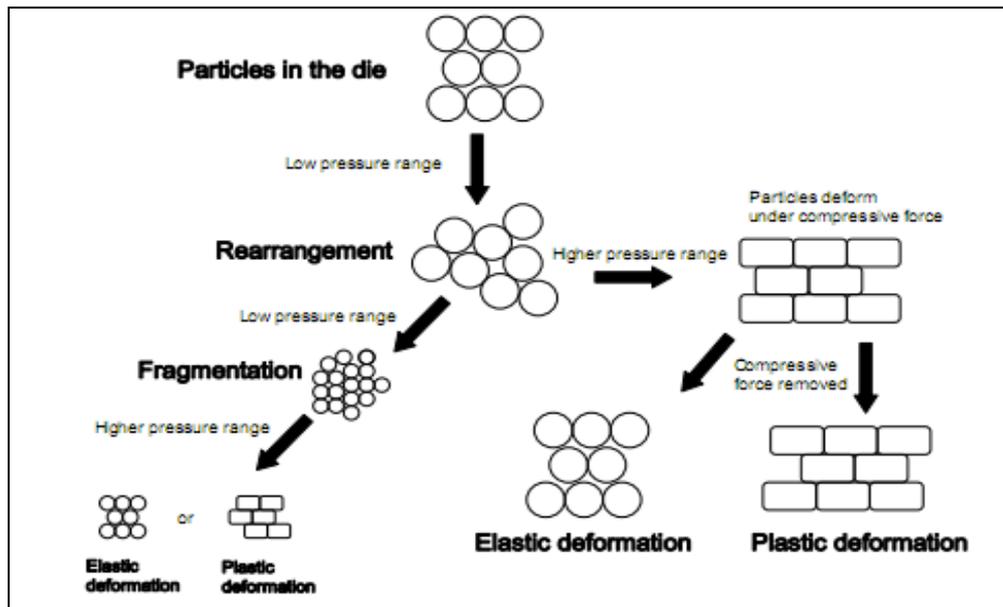
Keterangan Gambar :

- (1) Distribusi Campuran Mg-Ca-Zn-CaH₂
- (2) Distribusi Mg
- (3) Distribusi Ca
- (4) Distribusi Zn

Gambar 1. Foto hasil SEM dan *mapping* unsur dari serbuk paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂ hasil proses *dry milling* dengan variasi waktu *milling* sebesar; (a) 2 jam, (b) 4 jam, dan (c) 6 jam



Gambar 2. % *Elastic recovery* serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂ pada variasi waktu 2, 4 dan 6 jam



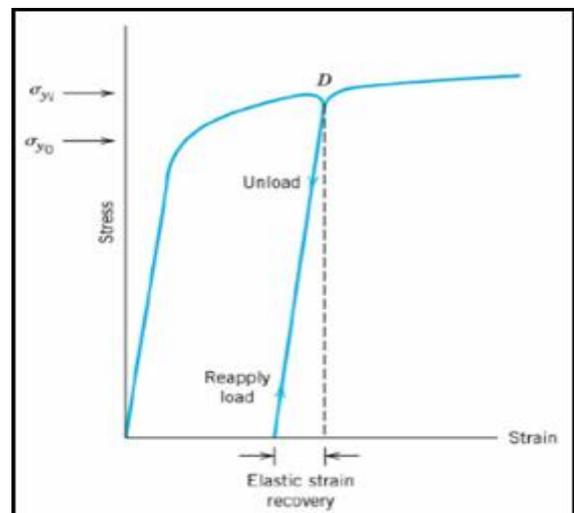
Gambar 3. Mekanisme proses kompresi pada partikel serbuk^[18]

Elastic recovery berlanjut bahkan setelah pengeluaran serbuk dari cetakan dan diamati sebagai perubahan ketinggian serbuk hasil tekan. Berikut persamaan yang digunakan untuk mendapatkan % *elastic recovery* dari padatan serbuk paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂^[19]:

$$\% ER = \frac{h_0 - h_1}{h_1} \times 100\%$$

Dimana h_0 adalah tinggi serbuk sebelum di tekan dan h_1 adalah tinggi serbuk pada tekanan maksimum.

Selama serbuk dalam keadaan tekan dengan ruang yang terbatas, material terpengaruh oleh gaya kompresi sehingga menghasilkan reduksi volume. Volume tereduksi karena adanya penurunan intra dan interpartikulat dari pori. Tekanan umumnya digambarkan sebagai suatu proses yang melibatkan mekanisme yang digambarkan oleh Alderborn seperti ditunjukkan pada Gambar 3^[18].



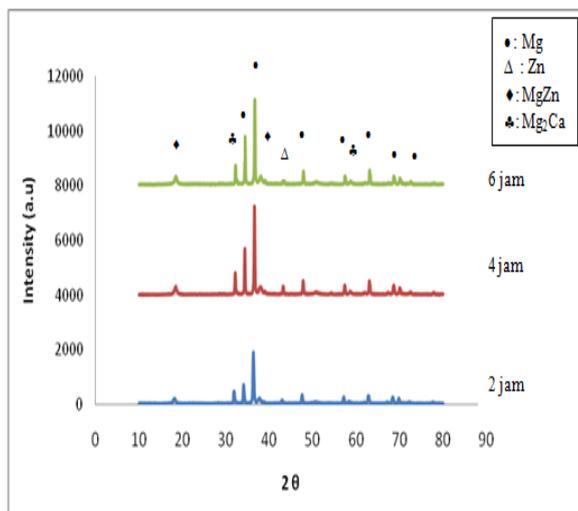
Gambar 4. Kurva *elastic recovery* setelah dilakukan pembebanan terhadap serbuk yang dipadatkan^[19]

Mg dan Ca dapat bereaksi dalam keadaan padat membentuk fasa baru Mg₂Ca dengan bantuan energi mekanik^[20]. Hal ini dapat dipahami karena Mg dan Ca merupakan logam yang reaktif dengan energi ionisasi yang rendah^[21]. Zn merupakan logam yang kurang reaktif jika dibandingkan Mg dan Ca, namun dari hasil XRD diketahui bahwa Mg dapat bereaksi dengan logam Zn pada kondisi solid. Semakin meningkatnya waktu *milling*

diketahui dapat meningkatkan intensitas difraksi. Hal ini menunjukkan pula semakin tingginya kristalinitas campuran serbuk dengan meningkatnya waktu milling. Dari hasil analisa XRD yang ditunjukkan pada Gambar 5 juga diketahui tidak terbentuknya fasa amorf. Fasa amorf diketahui dapat terbentuk akibat adanya pelepasan hidrogen sebagai akibat dari perlakuan proses mekanik pada campuran serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂^[22].

Analisa XRD

Gambar 5 menunjukkan grafik hasil analisa dengan XRD pada serbuk paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂ setelah proses dry milling dengan waktu milling 2, 4, dan 6 jam. Analisa menggunakan XRD dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dari pencampuran logam murni Mg-Ca-Zn-CaH₂. Dari Gambar 5 terlihat bahwa pencampuran mekanik sistem Mg-Ca-Zn-CaH₂ dengan variasi waktu milling seperti dijelaskan di atas menghasilkan fasa *binner* MgZn dan Mg₂Ca. Hal ini ditunjukkan pada puncak-puncak difraksi sudut 2θ untuk MgZn adalah 18,45; 38,05; 39,05 dan puncak difraksi sudut 2θ untuk Mg₂Ca sebesar 32,2 dan 58,64 (Gambar 5).



Gambar 5. Grafik hasil XRD dari campuran serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂ hasil proses *dry milling* selama 2, 4 dan 6 jam

KESIMPULAN

Hasil studi awal proses *dry milling* untuk metal foam paduan Mg-Ca-Zn-CaH₂ dengan waktu milling 2, 4 dan 6 jam dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Secara kualitatif terjadi pemecahan partikel menjadi lebih kecil serta pemerataan partikel serbuk tiap unsur seiring bertambahnya waktu *milling*. Waktu milling 6 jam menghasilkan ukuran partikel yang relatif lebih kecil teramati secara kualitatif dari hasil SEM.
2. % *Elastic recovery* terendah didapatkan dari hasil proses *milling* selama 6 jam. Fragmentasi menghasilkan formasi partikel yang lebih kecil dan peningkatan kekuatan ikatan akibat adanya kontak yang lebih luas antar partikel serbuk.
3. Dari hasil analisa menggunakan XRD, proses pencampuran secara mekanik serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂ menghasilkan fasa *binner* MgZn dan Mg₂Ca.

UCAPAN TERIMAKASIH

Kami mengucapkan terimakasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia yang telah membiayai penelitian ini melalui Program Kompetitif 2013. Terimakasih pula kami ucapkan kepada teknisi Lab. Metalurgi Fisik dan Manufaktur, Lab. Preparasi Ekstraksi serta Lab. Analisa Rekayasa Material P2M-LIPI yang telah membantu terlaksananya studi penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. Bornemann. 1981. *Chem. Engrs. Symp. Series*: 65, S1/E.22.
- [2] C. Suryanarayana. 2001. *Mechanical Alloying and Milling*. Progress in Material Science.: 46, 1-184.
- [3] John Banhart. 2000. *Metallic Foams Challenges and Opportunities*. Eurofoam2000.: 13-20.

- [4] Robertson D M, Pierre L, Chahal R. *Preliminary observations of Bone ingrowth into porous materials.* J Biomed Mater Res 1976;10: 335–44
- [5] Cameron HU, Macnab I, Pilliar R M. *A porous metal system for joint replacement surgery.* Int J Artif Organs 1978 ; 1 : 104–9
- [6] Staiger, M. P., A. M. Pietak, et al. (2006). *Magnesium and its Alloys as Orthopedic Biomaterials: A Review.* Biomaterials 27: 1728-1734]
- [7] De Garmo PE. *Materials and processes in manufacturing, 5th ed.* New York : Collin Macmillan; 1979
- [8] Water ,electrolyte mineral and acid/base metabolism. Section 2. Endocrine & Metabolic Disorders. Merk Manual of Diagnosis Therapy [Chapter 12].
- [9] Saris NEL. *Magnesium: an update on physiological, clinical and analytical aspects.* Clin Chim Acta 2000; 294: 1–26.
- [10] Okuma T. *Magnesium and bone strength.* Nutrition 2001; 17: 679–80.
- [11] Vormann J. *Magnesium: nutrition and metabolism.* Mol Aspects Med 2003;24:27–37.
- [12] Wolf FI, Cittadini A. *Chemistry and biochemistry of magnesium.* Mol Aspects Med 2003; 24: 3–9.
- [13] Hartwig A. *Role of magnesium in genomic stability.* Mutat Res/Fund Mol Mech Mutagen 2001; 475: 113–21].
- [14] Li Z, Gu X, Lou S, Zheng Y. *Biomaterials* 2008; 29 : 1329
- [15] Zijian Li, Xunan Gu, Siquan Lou, Yufeng Zheng. 2008. *The development of binary Mg – Ca alloys for use as Biodegradable materials within bone.* Biomaterials.: 29, 1329-1344]
- [16] Kim, Kim et al. 2008; Wan, Xiong et al. 2008; Drynda, Hassel et al. 2009].
- [17] Renkema KY, Alexander RT, Bindels RJ, Hoenderop JG. 2008. *Calcium and phosphate homeostasis: concerted interplay of new regulators.* Ann Med; 40(2), 82-91.
- [18] Haferkamp H, Bach F-W, Kaese V, Möhwald K, Niemeyer M, Schreckenberger H, et al. *Magnesium corrosion-processes, protection of anode and cathode.* In: Kainer K U, editor. *Magnesium-alloys and technology.* Weinheim: Wiley-VCH; 2003.p.226–7
- [19] H.Tapiero, K.D.Tew. *Biomed Pharmacother.* 57 (2003) 399. [10] S.X. Zhang, X.N. Zhang, C.L. Zhao, J.N. Li, Y. Song, C.Y. Xie. *Acta Biomate.* 6(2010)626]
- [20] Mordike B L, Lukác P. *Physical metallurgy.* In: Friedrich HE, Mordike BL, editors. *Magnesium technology–metallurgy, design data, applications.* Berlin: Springer; 2006.p.76–7
- [21] Okamoto H. *Comment on Mg–Zn (magnesium–zinc).* J Phase Equilibria Diffus 1994;15 (1):129–30.
- [22] S. Zhang, X. Zhang, C. Zhao, J. Li, Y. Song, C. Xie, H. Tao, Y. Zhang, Y. He, Y. Jiang, Y. Bian, *Acta Biomaterialia* 6 (2010) 626–640
- [23] Ragnarsson, G., *Force-displacement and network measurements, in Pharmaceutical powder compaction technology,* Alderborn, G. and Nystrom, C., Editors. 1996, Marcel Dekker, inc.: New York. p. 77-97]
- [24] Alderborn, G., *Tablets and compaction, in Pharmaceutics. The science of dosage form design,* Aulton, M. E., Editor. 2002, Churchill Livingstone: Edinburgh. p. 397-440.
- [25] C. Suryanarayana. 2001. *Mechanical alloying and milling.* Progress in Material Science.: 1 -184.
- [26] www.webelements.com, diakses pada tanggal 30 April 2013.
- [27] A. Pundt and R. Kirchheim. 2006. *Hydrogen In Metals: Microstructural Aspects.* Annual Review of Materials Research: 36, 555-608

RIWAYAT PENULIS

Franciska Pramuji Lestari, lahir di Bogor, 09 Maret 1987. Menamatkan S1 bidang studi Teknik Metalurgi dan Material di Universitas Indonesia pada tahun 2009. Bekerja sebagai peneliti P2M-LIPI sejak tahun 2011.

PENGARUH TEMPERATUR NUKLEASI TERHADAP GEOMETRI PRODUK MAGNESIUM KARBONAT DARI BAHAN BAKU DOLOMIT MADURA

Solihin, Tri Arini, Eni Febriana

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Kawasan Puspipstek Serpong Tangerang Selatan Banten

E-mail : solihin@lipi.go.id

Masuk tanggal : 06-04-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

PENGARUH TEMPERATUR NUKLEASI TERHADAP GEOMETRI PRODUK MAGNESIUM KARBONAT DARI BAHAN BAKU DOLOMIT MADURA. Dolomit asal Madura telah dikarakterisasi dan diproses melalui proses kombinasi piro dan hidrometalurgi untuk menghasilkan magnesium karbonat. Komposisi perbandingan unsur dalam dolomit Madura adalah $Ca_{0,6}Mg_{0,4}CO_3$. Geometri dari produk magnesium karbonat yang ternukleasi pada temperatur 30 dan 50 °C berbentuk trigonal memanjang dengan ketebalan 1-3 mikron, sedangkan produk yang ternukleasi pada temperatur 90 °C memiliki bentuk geometri lembaran dengan tebal 70-140 nanometer. Perbedaan geometri produk dipengaruhi kompetisi antara gaya kinetik pergerakan molekul air dengan gaya kohesi magnesium dalam larutan kaya magnesium. Magnesium karbonat yang dihasilkan memiliki komposisi magnesium karbonat dengan eksek karbon dioksida dan sangat sedikit kalsium karbonat.

Kata kunci : Dolomit, Magnesium karbonat, Serbuk ultra halus, Partikel ukuran nano

Abstract

EFFECT OF TEMPERATURE ON THE GEOMETRIC PRODUCT NUCLEATION MAGNESIUM CARBONATE OF RAW MATERIALS DOLOMITE MADURA. Madura Dolomite has been characterized and processed through a combination of pyro and hydrometallurgical processes to produce magnesium carbonate. The elemental composition ratio of Madura Dolomite is $Ca_{0,6}Mg_{0,4}CO_3$. The shape of magnesium carbonate nucleated at 30 and 50 °C is elongated trigonal with thickness 1-3 microns, whereas another sample that nucleated at a 90 °C is in the form of sheet with thickness 70-140 nanometer. The Difference in geometry of products is the result of the competition between kinetic force of water molecules movement and magnesium cohesive forces in the magnesium-rich solution. The product resulted for this process is magnesium carbonate with carbon dioxide excess and small amount calcium carbonate.

Key words : Dolomite, Magnesium carbonate, Ultra fine grain, Nanosize particle

PENDAHULUAN

Magnesium karbonat merupakan senyawa berbasis magnesium yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, diantaranya adalah sebagai pupuk, bahan dasar obat dan filler dalam berbagai industri^[1-2]. Mineral dolomit murni secara teoritis mengandung 41,8% MgO dan 58,2% CaO. Rumus kimia mineral dolomit dapat ditulis meliputi $CaCO_3.MgCO_3$, $CaMg(CO_3)_2$ atau $Ca_xMg_{1-x}CO_3$, dengan nilai x lebih kecil dari satu. Magnesium

karbonat dapat dihasilkan dari bijih dolomite yang banyak tersebar di Pulau Sumatra, Jawa, Madura, Sulawesi dan Papua^[3]. Penggunaan magnesium karbonat sangat tergantung pada kadar, ukuran butir dan geometrinya. Magnesium karbonat yang digunakan sebagai pupuk memiliki kadar magnesium karbonat yang relatif rendah dan ukuran butir granular^[4], sedangkan magnesium karbonat yang digunakan sebagai filler dan obat memiliki persyaratan kadar yang sangat tinggi, ukuran butiran yang kecil dan geometri

yang sesuai dengan aplikasi di industri^[5-6]. Ukuran butir dan morfologi dari magnesium karbonat ditentukan oleh proses presipitasi, yang merupakan langkah akhir dari proses produksi magnesium karbonat dari dolomit. Tulisan ini akan membahas hasil penelitian yang mempelajari pengaruh temperatur nukleasi pada proses presipitasi terhadap ukuran butiran dan morfologi magnesium karbonat yang dihasilkan.

PROSEDUR PERCOBAAN

Dolomit sebagai bahan baku didatangkan dari Madura, Provinsi Jawa Timur. Terhadap Dolomit tersebut dilakukan proses gabungan pirometalurgi dan hidrometalurgi untuk menghasilkan ultra fine grain magnesium karbonat. Dolomit dikalsinasi dalam tungku muffle selama 10 jam sehingga menghasilkan oksida magnesium dan kalsium yang terpisah secara kimiawi. Dolomit hasil kalsinasi dihancurkan menggunakan peralatan crushing dan milling sampai lolos saringan ukuran 100 mesh yang diikuti proses slaking untuk mendapatkan senyawa hidoksida dari magnesium dan kalsium. Selanjutnya, pulp hasil slaking dikarbonatasi selama 30 menit dalam beaker glass pada temperatur 40 °C yang dilengkapi dengan pengaduk yang khusus yang memiliki saluran untuk peniupan gas. Larutan yang didapat kemudian diendapkan selama 60 menit pada berbagai temperatur. Padatan hasil pengendapan dikeringkan selama 24 jam pada temperatur 100 °C.

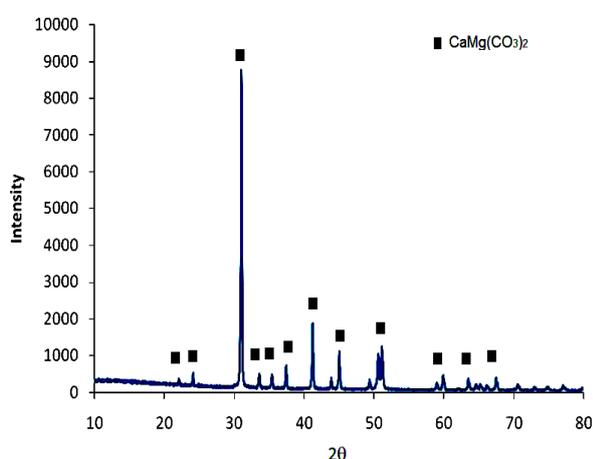
Bahan baku Dolomit dan produk magnesium karbonat dikarakterisasi melalui peralatan XRD menggunakan radiasi CuK-alpha untuk mengetahui fasa atau senyawa di dalam Dolomit tersebut; peralatakn XRF untuk mengetahui komposisi kimia; dan peralatan SEM untuk mengetahui morfologinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1 memperlihatkan komposisi unsur dolomit yang didatangkan dari Madura. Perbandingan CaO dan MgO dalam dolomit Madura masing-masing adalah 70,6 % dan 29,4 %. Jumlah MgO di dalam dolomit Madura ternyata lebih rendah dari perhitungan teoritik yang dapat mencapai 41,8 %. Hal ini menunjukkan bahwa jenis Dolomit Madura adalah jenis *Calcium Carbonate Dolomite*, karena terjadi eksese kalsium karbonat dalam bijih dolomit tersebut. Selain itu, Dolomit dari Madura mengandung unsur besi oksida yang tinggi memiliki warna kekuningan menuju merah yang merupakan warna dasar untuk hematit.

Tabel 1. Komposisi mineral dolomit Madura

Senyawa	Kadar (% Berat)
CaO	63,42
MgO	26,39
Na ₂ O	5,93
SiO ₂	1,20
Al ₂ O ₃	0,86
Fe ₂ O ₃	0,74

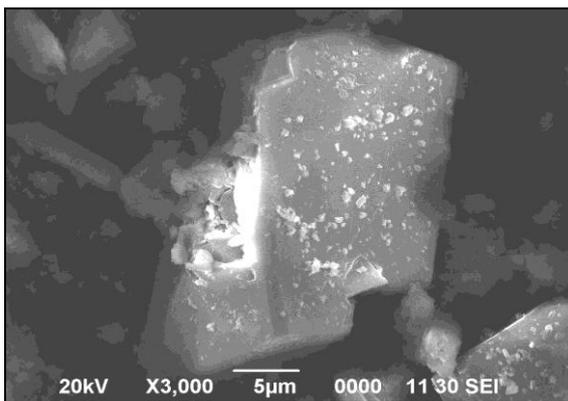


Gambar 1. Profil XRD Dolomit Lamongan dan Madura

Hasil analisa XRD yang diperlihatkan dalam Gambar 1 menunjukkan puncak-puncak intensitas yang berkorelasi dengan senyawa CaMg(CO₃)₂. Hal ini sesuai dengan data komposisi unsur seperti yang

diperlihatkan dalam Tabel 1 yang menunjukkan eksistensi senyawa kalsium magnesium karbonat dengan pengecualian adanya kelebihan senyawa kalsium karbonat. Perhitungan persen atom terhadap Tabel 1 menunjukkan bahwa sebenarnya rumus kimia dolomit Madura adalah $\text{Ca}_{0,6}\text{Mg}_{0,4}\text{CO}_3$. Sementara itu, senyawa oksida lainnya karena kadarnya sedikit maka tidak terdeteksi sensor counter radiasi XRD.

Morfologi bahan baku awal setelah proses milling ditunjukkan oleh Gambar 2. Ukuran partikel adalah sekitar 1-30 mikron. Unsur yang muncul adalah Ca, Mg, C dan O yang merupakan unsur pembentuk dolomit. Dari pengamatan SEM terlihat bahwa partikel-partikel dolomit tersebut terlihat sangat masif yang pada gilirannya pada saat proses kalsinasi akan menyebabkan produk gas karbon dioksida yang terbentuk pada bagian dalam partikel dolomit membutuhkan volume dan tekanan yang besar untuk keluar dari partikel.



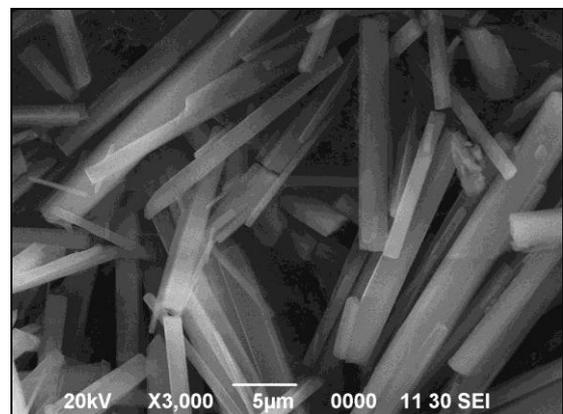
Gambar 2. Gambar SEM dolomit Madura

Hasil analisa EDX terhadap butir dolomit pada Gambar 2 diperlihatkan pada Tabel 2. Terlihat bahwa komposisi butir dolomit tersebut seharusnya $\text{CaMg}(\text{CO}_3)$. Jika diasumsikan salah satu butir dalam Gambar 2 tersebut mewakili bijih dolomit secara keseluruhan, maka bijih dolomit sebenarnya terdiri dari dua jenis butir terpisah yakni dolomit dengan komposisi $\text{Ca}_x\text{Mg}_{1-x}(\text{CO}_3)_2$ dan butir kalsium karbonat, CaCO_3 .

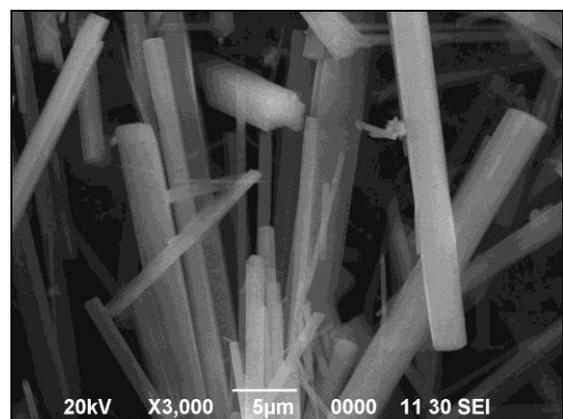
Tabel 2. Hasil EDX salah satu butir Dolomit

Unsur	% Massa	% Atom
C	15,61	1,30
O	53,66	3,35
Mg	12,47	0,51
Ca	18,26	0,46

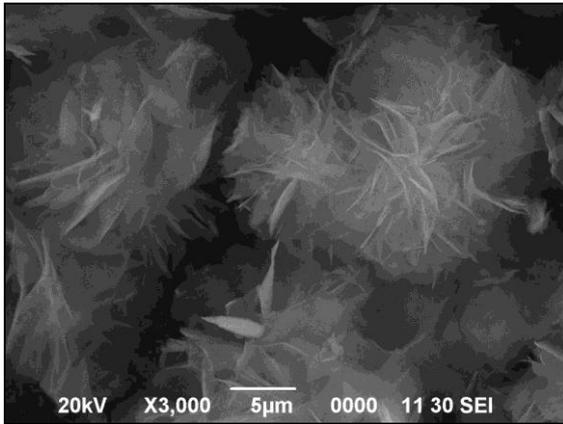
Morfologi magnesium karbonat yang dihasilkan dari bahan baku dolomit melalui proses kombinasi pirometalurgi dan hidrometalurgi diperlihatkan dalam Gambar 3. Pada temperatur nukleasi 30 dan 50 °C, magnesium karbonat yang dihasilkan memiliki geometri trigonal atau heksagonal memanjang dengan rentang ukuran 1-3 mikron. Sedangkan geometri yang dihasilkan pada temperatur 90 °C memiliki bentuk lembaran dengan rentang ketebalan 70-140 nanometer.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3. Morfologi produk magnesium karbonat pada temperatur nukleasi: (a) 30 °C, (b) 50 °C, (c) 90 °C

Perbedaan geometri ini disebabkan oleh berbedanya pola nukleasi pada berbagai temperatur tersebut. Nukleasi adalah pembentukan partikel magnesium karbonat dengan tahapan per molekul yang kemudian dilanjutkan pembentukan cluster molekul tersebut. Melihat geometri partikel yang terbentuk, pada Gambar 3, dapat disimpulkan bahwa bentuk kristal magnesium karbonat adalah trigonal atau heksagonal. Pengamatan ini sesuai dengan karakteristik kristalin magnesium karbonat pada berbagai literatur yang dilaporkan memiliki bentuk kristal trigonal atau heksagonal^[7-10].

Pada temperatur rendah, proses nukleasi per molekul dan per cluster berjalan relatif lambat dalam kondisi gerakan molekul air yang relatif lebih lambat dan stabil sehingga molekul-molekul yang terbentuk belakangan setelah cluster, yakni setelah cluster molekul yang pertama kali terbentuk yang berfungsi sebagai *seed*, akan dapat menyatu dengan *seed* melalui gaya kohesi secara teratur sampai terbentuk geometri besar berbentuk trigonal seperti yang terlihat pada Gambar 3(a) dan Gambar 3(b). Sedangkan pada temperatur nukleasi 90 °C, pergerakan molekul air lebih cepat karena mendekati temperatur penguapan. Bahkan beberapa titik dekat sumber panas mungkin sudah mencapai temperatur 100 °C yang ditandai dengan adanya penguapan minor. Pada

kondisi laju molekul air tinggi, molekul magnesium karbonat yang terbentuk belakangan setelah terbentuknya *seed* tidak dapat menempel pada *seed* karena gangguan gerakan molekul air yang berjalan cepat pada temperatur tinggi. Gaya kohesi pada cluster magnesium karbonat hanya mampu menempelkan molekul yang terbentuk belakangan secara satu arah (dua dimensi) sehingga akhirnya hanya terbentuk lembaran dengan skala ukuran nanometer seperti yang diperlihatkan dalam Gambar 3(c).

Tabel 3. Persen atom produk hasil nukleasi

Unsur	30 °C	50 °C	90 °C
C	24,4	28,3	28,7
O	63,9	62,0	56,7
Mg	11,7	9,6	14,6
Ca	0,1	0,0	0,1

Persen atom dari partikel yang terbentuk setelah nukleasi pada temperatur 30, 50 dan 90 °C diperlihatkan pada Tabel 3. Dari data persen molekul dapat disimpulkan bahwa partikel yang terbentuk setelah nukleasi adalah magnesium karbonat dengan unsur karbon atau karbon dioksida dalam partikel. Unsur kalsium walaupun sangat sedikit ternyata masih terdapat dalam produk hasil nukleasi. Hal ini menunjukkan bahwa dalam larutan awal terdapat ion-ion kalsium yang pada saat proses nukleasi magnesium karbonat ikut mengalami pengendapan.

KESIMPULAN

Dolomit asal Madura dapat digunakan sebagai bahan baku untuk membuat ultra fine grain magnesium karbonat. Dolomit asal Madura merupakan calcium carbonate Dolomit dengan perbandingan komposisi $Mg_{0,6}Ca_{0,4}CO_3$. Hasil nukleasi pada berbagai temperatur menunjukkan bahwa pada temperatur 30 dan 50 °C geometri magnesium karbonat yang dihasilkan berbentuk trigonal memanjang dengan rentang tebal 1-3 mikron, sedangkan pada

temperatur 90 °C didapatkan geometri lembaran dengan tebal 70-140 nanometer. Pergerakan molekul air pada berbagai temperatur tersebut diduga menjadi penyebab perbedaan geometri tersebut. Analisa komposisi terhadap produk nukleasi menunjukkan kandungan magnesium karbonat dengan unsur karbon dan atau karbon dioksida terlarut.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Zhao H, Dadap N, Park AA . 2010. *Tailored Synthesis Of Precipitated Magnesium Carbonates As Carbon-Neutral Filler Materials During Carbon Mineral Sequestration*, The 13th International Conference on Fluidization - New Paradigm in Fluidization Engineering 6: 109, p.1-8.
- [2] Suhayat YP. 1996. *Potensi dan Pemanfaatan Bahan Galian Industri dalam Kaitanya Dengan Pengembangan Wilayah yang Berwawasan Lingkungan* , Bandung : Direktorat Sumberdaya Mineral.
- [3] Rothon RN . 1999. *Mineral Fillers in Thermoplastics: Filler Manufacture and Characterisation*, Advances in Polymer Science, Vol.139 p. 68-107.
- [4] Hart J. 1998. *Fertilizer Guide, Fertilizer and Lime Minerals*, Oregon State University Service, p. 1-5.
- [5] Gentile E. 2003. *Clays as fillers and coatings for paper*, Modena, Italy : European Clay Minerals Group Meeting.
- [6] Vanderbilt RT. 2012. *Filler Minerals Reference A Guide to Filler Properties and Uses*, Vanderbilt Publication p.1-6.
- [7] Hao Z, Du F. 2009. *Synthesis of basic magnesium carbonate microrods with a ‘house of cards’ surface structure using rod-likeparticle template*, Journal of

Physics and Chemistry of Solids 70 (2009) 401–404.

- [8] Palache C, Berman H, Frondel C.1951. *Dana’s system of mineralogy*
- [9] Chang LLY., Howie RA, and J. Zussman J. 1996. *Rock-forming minerals*, 136–166.
- [10] Markgraf SA, and Reeder RJ. 1985. *High-temperature structure refinements of calcite and magnesite.*, Amer. Mineral. 70, 590–600.

RIWAYAT PENULIS

Solihin, alumni program studi Metalurgi jurusan Teknik Pertambangan Institut Teknologi Bandung dan program studi ecomaterial Graduate School of Environmental Studies Tohoku University. Pernah melakukan penelitian Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Miyagi, Jepang (2000-2001), ikut berkolaborasi dalam kerjasama penelitian antara JFE Mineral Company dengan Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Jepang (2004-2006). Saat ini bekerja sebagai peneliti pada Pusat Penelitian Metalurgi LIPI.

SIFAT LISTRIK DAN MAGNETIK LAPISAN TIPIS NANOKOMPOSIT Fe-C/Si(100)

Yunasfi, Mashadi, Saeful Yusuf

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) – BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang -15314

E-mail : yunasfi@gmail.com

Masuk tanggal : 11-04-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

SIFAT LISTRIK DAN MAGNETIK LAPISAN TIPIS NANOKOMPOSIT Fe-C/Si(100). Telah dilakukan karakterisasi sifat listrik dan magnetik lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si(100). Nanokomposit dan nanostruktur karbon yang mengandung nanopartikel besi menunjukkan sifat listrik dan magnetik, sehingga banyak diaplikasikan di bidang elektromagnetik dalam bentuk lapisan tipis. Tujuan dari penelitian ini adalah mengamati sifat listrik dan magnetik lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si(100) dalam rangka pengaplikasiannya di bidang sensor. Nanokomposit Fe-C dibuat dari campuran serbuk grafit dan Fe dalam berbagai variasi persen berat Fe (1%-3% berat Fe) dengan teknik *high energy milling* (HEM) selama 50 jam. Setelah serbuk campuran Fe-C dikompaksi dengan mesin pres, bahan ini dipakai sebagai target *sputtering* untuk menumbuhkan lapisan tipis nanokomposit Fe-C diatas substrat Si(100). Hasil pengamatan dengan SEM menunjukkan bahwa lapisan tipis memiliki permukaan rata dan halus, partikel Fe-C terdeposisikan secara merata dan homogen di atas substrat Si(100) dengan ukuran partikel sekitar 50 nm. Dari pengamatan penampang lintang diperlihatkan bahwa lapisan tipis karbon telah terbentuk di atas substrat Si(100), dengan ketebalan sekitar 100 nm. Karakterisasi sifat listrik dengan LCR meter menunjukkan bahwa nilai konduktansi Fe-C/Si(100) bertambah tinggi seiring dengan penambahan Fe. Karakterisasi sifat magnetik dengan metode *Four Point Probe* menunjukkan bahwa lapisan tipis Fe-C/Si(100) adalah *magnetoresistance* positif, dimana seiring dengan peningkatan kandungan Fe pada lapisan tipis Fe-C, nilai resistivitas semakin rendah dan nilai MR semakin meningkat.

Kata Kunci : Lapisan Tipis Fe-C, Konduktivitas listrik, Nisbah magnetoresistance, Resistivitas

Abstract

ELECTRICAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF Fe-C/Si(100) NANOCOMPOSITE THIN FILM. Characterization of electrical and magnetic properties of Fe-C/Si(100) nano composite thin film were carried out. Carbon nanocomposite and nanostructured with containing iron nanoparticles exhibit electrical and magnetic properties, so a lot of the electromagnetic field is applied in the form of thin layers. The purpose of this study was to observe the electrical and magnetic properties of Fe-C/Si (100) nanocomposite thin layer in the context of its application in the field of sensors. Fe-C nanocomposites were made by mixing graphite and Fe in various weight % of Fe (1 - 3 weight %) using high energy milling (HEM) for 50 hours. After mixing powder of Fe-C were compacted by pressing machine, the pellets were used as a sputtering target for growth of Fe-C nanocomposite thin film on Si(100) substrate. The result observation of SEM shows that the thin film has flat and smooth surface, particle of Fe-C was clearly and homogenously deposited on Si(100) with the particle size of around 50 nm. From cross section observation, it is shown that the graphite thin film has been formed on Si(100) substrate with a thickness of around 100 nm. Characterization of electrical property using LCR meter shows that the conductance value of Fe-C/Si(100) become higher in accordance with the increasing of Fe. Characterization of magnetic property using Four Point Probe method shows that the Fe-C/Si(100) thin film is a positive magnetoresistance, which in accordance with the increasing of Fe inside the Fe-C thin film, the resistivity value become lower and the MR value become higher.

Keywords: Fe-C Thin film, Electrical conductivity, Magnetoresistance ratio, Resistivity

PENDAHULUAN

Material berstruktur nano menarik perhatian para ilmuwan material karena ukurannya yang sangat kecil dan rasio luas permukaan terhadap volume menyebabkan ukuran yang mempengaruhi sifat kimia dan fisiknya, yang sangat berbeda dengan material berukuran besar pada komposisi kimia yang sama. Ukuran kritis dari nanodomains dengan sifat tertentu didefinisikan atas dasar dimensi yang relevan dalam setiap cabang ilmu fisika, seperti radius eksitasi Bohr dalam semikonduktor atau panjang korelasi spin dalam magnet. Berbagai macam promosi aplikasi nanomaterial menyebabkan aktivitas riset yang luar biasa di bidang ini. Nanopartikel yang saat ini dianggap sebagai *building block* berguna untuk teknologi masa depan^[1]. Karena ukuran dan selektivitas struktur nanomaterial yang tinggi, sifat fisik yang cukup beragam, tergantung pada struktur skala-atom, ukuran dan kimianya. Untuk memelihara dan memanfaatkan keuntungan dasar dan teknologi yang ditawarkan oleh ukuran spesifik dan selektivitas nanomaterial, adalah penting untuk mengembangkan teknik baru yang dapat mengukur secara kuantitatif sifat masing-masing nanomaterials, seperti nanopartikel tunggal atau karbon berstruktur nano^[2].

Nanokomposit merupakan bahan yang dibuat dari pencampuran serbuk berukuran nanopartikel. Nanokomposit akan memperlihatkan sifat-sifat baru yang lebih unggul dibandingkan dengan bahan asal penyusunnya. Hal ini merupakan salah satu keunggulan utama dari perkembangan dunia nanoteknologi. Penambahan nanopartikel ke dalam bahan matriks juga akan dapat menunjukkan sifat-sifat yang sangat berbeda dibandingkan dengan sifat matriks awal. Sebagai contoh, dengan menambahkan karbon berstruktur nano pada suatu bahan, maka nilai konduktivitas termal dari bahan tersebut akan meningkat. Secara umum, nanopartikel akan terdispersikan ke dalam matriks selama

proses pencampuran. Prosentase berat (*mass fraction*) dari nanopartikel yang disisipkan sangat kecil (sekitar 0,5% - 5%), karena sangat besarnya rasio luas permukaan (*sa/vol*) dari nanopartikel. Banyak penelitian yang telah dilakukan untuk mengembangkan kombinasi bahan matriks dan bahan pencampur (aditif) yang lebih efisien guna menuju pengendalian proses pencampuran yang lebih baik^[3-4].

Sistem bahan yang berbasis karbon-besi (C:Fe) merupakan sistem yang menarik karena memiliki sifat kelistrikan dan magnetik yang sangat baik serta berpotensi diaplikasikan sebagai bahan sensor, kapasitor penyimpan energi, katalis dan lain sebagainya^[5-7]. Nanokomposit dan nanostruktur karbon yang mengandung nanopartikel besi menunjukkan sifat kedua unsur, yaitu kelistrikan dan magnetik, dimana telah terbukti bahwa bahan komposit ini menjadi bahan yang berguna untuk aplikasi elektromagnetik di dalam bentuk lapisan tipis^[8-10].

Pada penelitian ini dilakukan pengukuran sifat listrik dan magnetik lapisan tipis bahan nanokomposit Fe-C dengan variasi kandungan Fe yang ditumbuhkan pada permukaan substrat Si(100) dengan teknik *DC sputtering*. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si(100) yang memiliki sifat listrik dan magnetik yang memenuhi persyaratan teknis dalam pengaplikasiannya di bidang sensor. Penelitian ini merupakan kelanjutan dari penelitian sebelumnya dalam rangka pengaplikasian bahan nanokomposit berbasis karbon untuk sensor.

PROSEDUR PERCOBAAN

Campuran serbuk grafit dan Fe (kandungan 1-3% berat) hasil *milling*^[11], masing-masing serbuk hasil *milling* ini, ditimbang sebanyak 0,5 gram kemudian dipeletisasi dengan daya tekan sampai 15 ton dengan menggunakan mesin pres hidrolik merek Daiwa Universal Testing

Machine : rat 100, capacity : 100 ton, AC : 20 V, produksi Daiwa Kenko, Co. Ltd., yang terdapat di Fakultas Teknik Sipil dan Lingkungan, ITB – Bandung. Pelet grafit yang terbentuk ini berdiameter 1,5 cm dengan ketebalan sekitar 0,3 cm. Pelet yang terbentuk ini digunakan sebagai target sedangkan sebagai substrat digunakan Si(100) dalam pembuatan lapisan tipis Fe-C dengan teknik DC-Sputtering. Parameter *sputtering* adalah suhu substrat 300°C dengan waktu deposisi 60 menit, kuat arus 0,033 A, tegangan 600 V, dan tekanan vakum $3,3 \times 10^{-2}$ Torr, dengan jarak antara target dan substrat sekitar 40 cm, yang dilakukan di Jurusan Fisika, FMIPA-ITB, Bandung.

Lapisan tipis nanokomposit Fe-C yang terbentuk, selanjutnya dilakukan pengamatan dengan metode SEM merek JEOL, yang dilakukan di BBIN, PTBIN-BATAN. Selanjutnya dilakukan pengukuran sifat listrik dengan alat ukur LCR meter dengan parameter frekuensi antara 10 Hz sampai 100 kHz pada tegangan potensial $V=1$ Volt serta pada temperature ruang. Sedangkan untuk pengukuran nilai nisbah *magnetoresistance* dan resistivitas dengan menggunakan metode *Four Point Probe*, dengan nilai minimum 0,01 A, nilai perubahan arus 0,01 A dan nilai tegangan maksimum 2 mA, yang dilakukan di BKAN, PTBIN – BATAN.

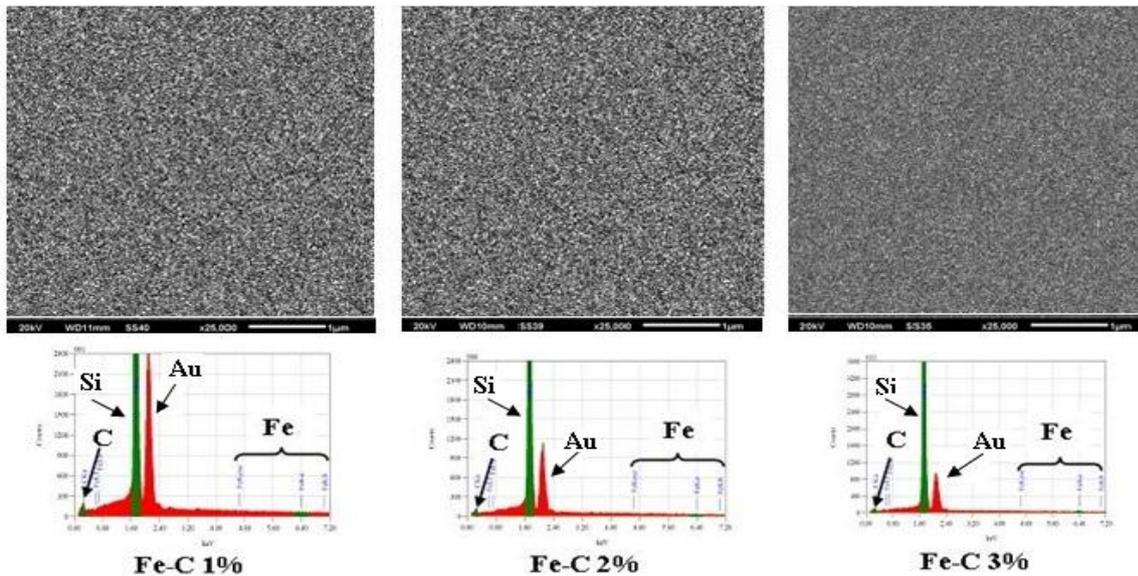
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengamatan SEM terhadap morfologi permukaan lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si hasil penumbuhan dengan teknik DC-Sputtering ditunjukkan pada Gambar 1. Terlihat bahwa lapisan tipis ini memiliki morfologi permukaan yang bagus, halus dan merata, serta juga tampak jelas bahwa partikel Fe-C telah terdeposisikan cukup merata di atas permukaan substrat Si (100). Pada morfologi permukaan ini semakin jelas terlihat butiran-butiran partikel seiring dengan bertambahnya kandungan Fe. Hal

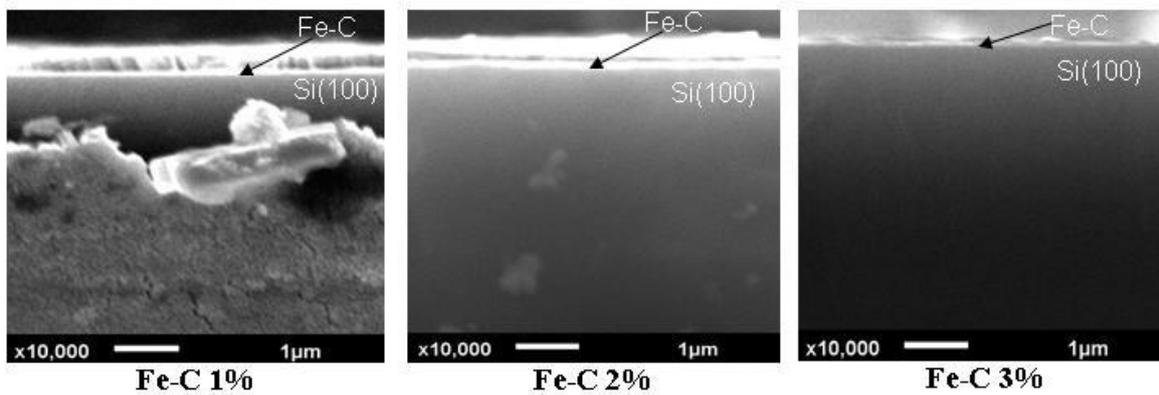
ini menunjukkan bahwa Fe telah berfungsi dengan baik sebagai katalis penumbuh, dalam hal ini dalam penumbuhan lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si. Pengamatan morfologi permukaan ini bertujuan untuk mengetahui ukuran partikel serbuk setelah dihancurkan dengan proses *milling*. Partikel Fe-C yang terdistribusi pada permukaan substrat Si(100) ini memiliki ukuran sekitar 50 nm. Terbentuknya lapisan tipis Fe-C pada permukaan Si(100) juga didukung oleh hasil EDX terhadap permukaan, yang memunculkan puncak-puncak difraksi elemen Fe dan C.

Foto SEM penampang lintang lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si hasil penumbuhan dengan teknik *DC-Sputtering* ditunjukkan pada Gambar 2. Terlihat adanya lapisan terang berwarna putih di bagian atas substrat Si(100) yang tampak dengan jelas. Berdasarkan hasil EDX diketahui bahwa lapisan yang terbentuk ini adalah lapisan tipis nanokomposit Fe-C. Sedangkan di bawah lapisan berwarna putih nampak terlihat lapisan berwarna keabu-abuan, dimana dari hasil EDX diketahui bahwa lapisan ini adalah substrat Si(100). Sehingga dari hasil observasi SEM terhadap permukaan dan penampang lintang lapisan tipis dapat dikatakan bahwa secara keseluruhan di atas substrat Si(100) telah terdeposisikan partikel Fe-C dan telah terbentuk lapisan tipis nanokomposit Fe-C (selanjutnya ditulis dengan nanokomposit Fe-C/Si) pada proses *sputtering* kali ini. Ketebalan lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si sekitar 100 nm. Pada Gambar 2 juga terlihat bahwa ketebalan lapisan tipis Fe-C 3% terlihat lebih tipis (kurang dari 100 nm), hal ini mungkin disebabkan oleh proses deposisi yang kurang sempurna dalam proses pembuatan lapisan tipis.

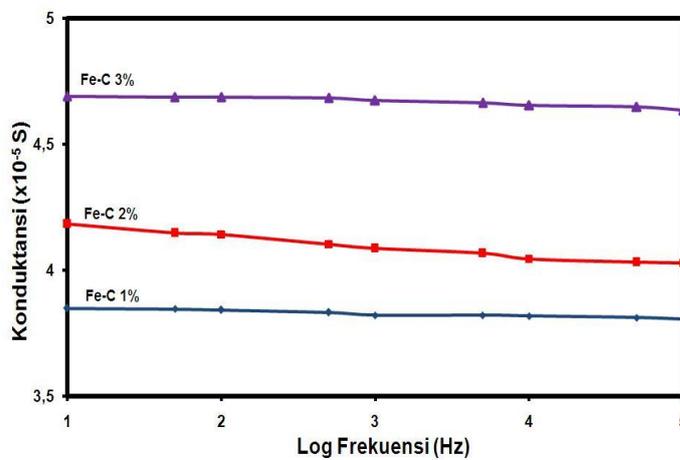
Pengukuran nilai konduktansi sebagai sifat listrik dari lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si dilakukan dengan alat ukur LCR meter pada frekuensi antara 10 Hz – 100 kHz seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 1. Morfologi permukaan lapisan tipis nanokomposit Fe-C dan data EDX



Gambar 2. Penampang lintang lapisan tipis nanokomposit Fe-C



Gambar 3. Kurva konduktansi lapisan tipis nanokomposit Fe-C

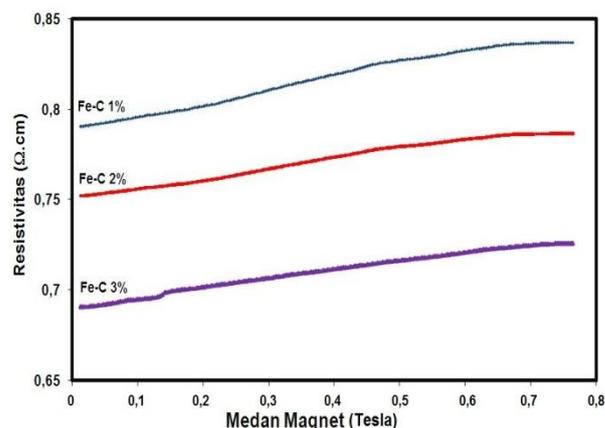
Terlihat bahwa nilai konduktansi lapisan tipis nanokomposit Fe-C menurun seiring dengan peningkatan frekuensi. Hal ini menunjukkan bahwa nilai konduktansi

merupakan fungsi dari frekuensi, yaitu berbanding terbalik terhadap frekuensi. Namun secara umum, besar penurunan nilai konduktansi ini adalah tidak

signifikan, yaitu dibawah 2%. Walaupun demikian, penurunan ini masih dalam toleransi yaitu dibawah 10%, yang merupakan persyaratan untuk diaplikasikan sebagai piranti elektronik. Dari grafik garis yang ditunjukkan pada Gambar 3. juga secara jelas memperlihatkan bahwa nilai konduktansi lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si meningkat seiring dengan penambahan kandungan Fe dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si. Atau dengan kata lain, bahwa peningkatan kandungan Fe dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si secara jelas telah membuktikan peningkatan sifat listrik dari sisi nilai konduktansi lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si yang dibuat. Nilai konduktansi yang paling tinggi ditunjukkan oleh lapisan tipis nanokomposit Fe-C dengan kandungan Fe 3%, yaitu sekitar 4,63 S, sedangkan untuk nilai konduktansi yang paling rendah ditunjukkan pada saat kandungan Fe sebesar 1%, yaitu berkisar 3,81 S pada frekuensi 100 kHz.

Hasil pengukuran nilai resistivitas lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si hasil penumbuhan dengan teknik DC-Sputtering yang diukur dengan metode *Four Point Probe* ditunjukkan pada Gambar 4. Nilai resistivitas semakin menurun seiring dengan penambahan kandungan Fe dan juga nilai resistivitas ini semakin tinggi seiring dengan bertambahnya medan magnet. Hasil pengukuran resistivitas ini sesuai dengan hasil pengukuran konduktansi, dimana nilai resistivitas merupakan perbandingan terbalik dengan nilai konduktivitas. Nilai resistivitas yang paling tinggi ditunjukkan oleh lapisan tipis nanokomposit Fe-C dengan kandungan Fe 3%, yaitu sekitar 0,84 Ω .cm, sedangkan untuk nilai resistivitas yang paling rendah ditunjukkan pada saat kandungan Fe sebesar 1%, yaitu berkisar 0,73 Ω .cm pada medan magnet 0,76 Tesla. Dari hasil ini terlihat jelas bahwa semakin tinggi prosentase kandungan Fe dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C, maka nilai resistivitasnya semakin rendah. Hal ini

menunjukkan bahwa sifat magnetik dari lapisan tipis nanokomposit Fe-C berasal dari partikel Fe yang bersifat magnetik.



Gambar 4. Kurva resistivitas lapisan tipis nanokomposit Fe-C

Nisbah *magnetoresistance* adalah besaran fisis yang menyatakan perubahan harga resistivitas bahan akibat pengaruh medan magnet luar. Semakin besar nisbah maka menunjukkan bahan memiliki kepekaan semakin tinggi. Nisbah *magnetoresistance* dapat ditulis dengan rumus sebagai berikut^[12] :

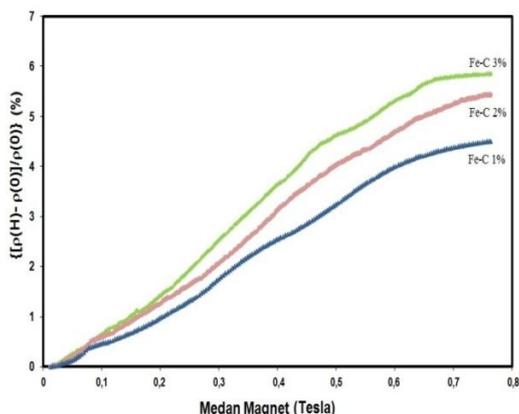
$$\Delta\rho/\rho = \frac{\rho(H) - \rho(0)}{\rho(0)} \times 100 \% \quad (1)$$

dimana:

$\Delta\rho/\rho$, ρ_H , dan $\rho_{H=0}$ masing-masing adalah *Magnetoresistance Ratio* (MR), tahanan listrik (resistivitas) ketika dikenakan medan magnet dan resistivitas saat medan magnet nol.

Pengukuran *magnetoresistance ratio* (MR) terhadap lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si dengan variasi kandungan Fe sebesar 1-3 % yang ditumbuhkan dengan teknik DC-Sputtering dilakukan dengan metode *Four Point Probe*. Hasil pengukuran tersebut diperlihatkan pada Gambar 5. Terlihat bahwa nilai MR untuk lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si ini menunjukkan MR positif (*positive magnetoresistance*), dan nilai MR semakin besar seiring penambahan kandungan Fe. Selain itu, nilai MR semakin besar seiring

dengan penambahan medan magnet. Hal ini menunjukkan bahwa ketergantungan nilai MR terhadap medan magnet sangat besar.



Gambar 5. Kurva *magnetoresistance* lapisan tipis nanokomposit Fe-C

Pada Gambar 5 juga terlihat bahwa nilai MR mengalami kejenuhan sampai sekurang-kurangnya medan magnet 0,76 Tesla pada temperatur ruang. Nilai MR dari lapisan tipis nanokomposit Fe-C dapat menjadi lebih besar pada medan magnet yang cukup tinggi. Hal ini dapat dijelaskan bahwa ketergantungan nilai MR dari lapisan tipis nanokomposit Fe-C terhadap medan magnet ditunjukkan dengan hubungan $MR \propto B^n$, nilai n (eksponen medan magnet) dari 0,74 sampai 0,86 untuk sampel lapisan tipis nanokomposit Fe-C pada hampir semua range medan magnet yang diperiksa (*field probed*). Pengaruh penambahan % berat Fe di dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C terhadap nilai MR dan n pada medan magnet 0,76 Tesla dan temperatur ruang, ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Pengaruh penambahan % berat Fe di dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C terhadap nilai MR dan n

No.	Kandungan Fe	Nilai MR (%)	Nilai n
1	1 %	4,5103	0,7409
2	2%	5,4273	0,8319
3	3%	5,8447	0,8684

Karena MR dari lapisan tipis nanokomposit Fe-C memiliki korelasi dengan sifat listrik, bentuk partikel dan ukuran serta distribusi partikel tersebut, sehingga sangat sulit untuk menyatakan dengan akurat efek dari MR terhadap medan magnet. Namun demikian, efek dari MR terhadap medan magnet dapat dipahami secara kualitatif. Pada suhu kamar, nilai MR semakin meningkat seiring dengan peningkatan medan magnet. Oleh karena itu, peningkatan prosentase berat Fe akan memberikan hasil kepada peningkatan nilai eksponen.

Dalam medan magnetik, elektron dan *hole* dibelokkan pada sisi yang sama, sehingga tidak ada akumulasi muatan kosong pada permukaan dan tanpa *Hall voltage* yang dikembangkan. Tidak adanya medan *Hall* akan menghasilkan suatu tenaga yang bersaing dengan tenaga *Lorentz, carrier* dalam medan magnet bergerak sepanjang garis kurva dari garis lurus. Oleh karena itu, apabila medan magnet diaplikasikan pada lapisan tipis nanokomposit Fe-C, maka nilai resistivitasnya akan meningkat, dan dengan adanya partikel Fe yang terkandung di dalam lapisan tipis tersebut dapat menghasilkan jenis MR positif lain.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si yang ditumbuhkan dengan teknik DC *Sputtering* menghasilkan morfologi permukaan yang bagus, halus dan merata dengan ketebalan sekitar 100 nm.

Peningkatan kandungan Fe dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si menimbulkan peningkatan nilai konduktansinya. Sedangkan nilai resistivitas berbanding terbalik dengan nilai konduktansi yaitu semakin menurun seiring dengan peningkatan kandungan Fe dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si, nisbah MR meningkat seiring dengan peningkatan kandungan Fe dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si. Hal ini

membuktikan bahwa peningkatan kandungan Fe dalam lapisan tipis nanokomposit Fe-C/Si dapat meningkatkan sifat listrik dan magnetik lapisan tipis tersebut.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya kami sampaikan kepada Ibu Tria Madesa yang telah membantu kami dalam preparasi sampel dan teman-teman di kelompok Sensor Nano Komposit, BKAN-PTBIN, BATAN yang telah memberikan saran dan masukan dalam pelaksanaan penelitian ini. Ucapan terimakasih juga kami sampaikan kepada Bpk Ruswanto dari Fakultas teknik Sipil dan Lingkungan ITB-Bandung yang telah membantu kami dalam pembuatan pelet, Bapak Yudi Darma dari jurusan Fisika FMIPA-ITB Bandung yang telah membantu kami dalam pembuatan lapisan tipis, serta Ibu Deswita dari Bidang Bahan Industri Nuklir PTBIN_BATAN yang telah membantu kami dalam melakukan karakterisasi dengan SEM. Serta, ucapan terimakasih juga kami sampaikan kepada Bapak Gunawan sebagai kepala Pusat Teknologi Bahan Nuklir (PTBIN) – BATAN yang telah memberikan kesempatan dan kepercayaan kepada kami dalam melaksanakan penelitian ini yang dibiayai dari dana Riset Insentif PKPP tahun anggaran 2012.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Avasthi D.K., and Pivin J. C. 2010. *Ion Beam Synthesis of Nanostructures*, Current Science, 98, p. 780 – 790.
- [2] Wang Z. L., Poncharal P., and Deheer W.A. 2000. *Nanomeasurements of Individual Carbon Nanotube by in Situ TEM*, Pure Appl. Chem, 7. p. 209 – 219.
- [3] X.Q. Zhao, Y. Liang etc., 1996. *Oxidation Characteristics and Magnetic Sifat of Iron Carbide and Iron Ultrafine Particles*, J. Appl. Phys. 80, p. 5857-5860.
- [4] C.A. Grimes, D. Qian etc., 2000. *Laser Pyrolysis Fabrication of Ferromagnetic γ' -Fe₄N and FeC Nanoparticles*, J Appl. Phys. 87, p. 5642-5648.
- [5] F.S. Denes, S. Manolache, Y.C. MA, etc., 2003. *Gold Catalyzed Growth of Silicon Nanowires by Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*, J Appl. Phys. 94, p. 3498-3506.
- [6] J.L. Wilson, P. Poddar etc., 2004. *Synthesis and Magnetic Sifat of Polymer Nanocomposites with Embedded Iron Nanoparticles*, J. Appl. Phys. 95, p. 1439-1443.
- [7] H.M. Kim, K. Kim, C.Y. Lee etc., 2004. *Electrical Conductivity and Electromagnetic Interference Shielding of Multiwalled Carbon Nanotube Composites Containing Fe Catalyst*, Appl. Phys. Lett. 84, p. 589-591.
- [8] Yunasfi, Salim Mustofa dan Tria Madesa., 2008. *Efek Konsentrasi Karbon terhadap Sifat Elektrik Bahan Komposit Fe_xC_{1-x}*, Jurnal Sains Materi Indonesia, Edisi Khusus, Desember, p. 132-135.
- [9] J.P. Cheng, X.B. Zhang, G.F. Yi, Y. Ye, M.S. Xia., 2008. *Preparation and Magnetic Sifat of Iron Oxide and Carbide Nanoparticles in Carbon Nanotube Matrix*, J. Alloys Compd, 455, p. 5-9.
- [10] P.J.F.Harris., 2004. *Carbon Nanotube Composites*, International Materials Reviews, 49, p. 31-42.
- [11] Yunasfi, Salim Mustofa dan Muflikhah., 2012. *Penumbuhan Karbon Nanotube dengan Teknik Milling Menggunakan Fe Sebagai Katalis Penumbuh*, Jurnal Sains Materi Indonesia, 14, p. 29-33.
- [12] Q.Z. Xue, X. Zhang, D.D. Zhu., 2004. *Positive Linear Magnetoresistance in Fe_x-C_{1-x}*

Composite, J. Magn. Magn. Mater.,
270, p. 397-402.

RIWAYAT PENULIS

Yunasfi, lahir di Padang, 4 Juni 1962, setelah menamatkan Strata-1 (S-1) Kimia FMIPA-UNAND, Padang, Sumatera Barat kemudian mengikuti dan menyelesaikan Strata-2 (S-2) Grad. School of Eng., Dept. of Materials Design Engineering, Kanazawa Institute Of Technology, Japan. Saat ini bekerja sebagai Peneliti di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir BATAN, Puspipstek Serpong BANTEN.

ANALISIS STRUKTUR DAN SIFAT MAGNETIC PEROVSKITE LaMnO₃ SEBAGAI KANDIDAT BAHAN ABSORBER GELOMBANG ELEKTROMAGNETIK

Pius Sableku dan Wisnu Ari Adi

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan Banten

E-mail : dwisnuua@batan.go.id

Masuk tanggal : 29-05-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

ANALISIS STRUKTUR DAN SIFAT MAGNETIC PEROVSKITE LaMnO₃ SEBAGAI KANDIDAT BAHAN ABSORBER GELOMBANG ELEKTROMAGNETIK. Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan magnetic system LaMnO₃ hasil proses mechanical alloying. Bahan magnetic ini dibuat dari oksida penyusun La₂O₃, dan MnCO₃. Campuran di milling selama 10 jam kemudian di sintering pada suhu 1000 °C selama 10 jam. Hasil refinement pola difraksi sinar-x menunjukkan bahwa sampel memiliki fasa tunggal (single phase), yaitu fasa LaMnO₃ yang memiliki struktur monoclinic (I12/a1) dengan parameter kisi $a = 5.4638(7) \text{ \AA}$, $b = 5.5116(6) \text{ \AA}$ dan $c = 7.768(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 90.786(9)^\circ$, volume unit sel sebesar $V = 233.93(3) \text{ \AA}^3$ dan kerapatan atomik sebesar $\rho = 6.449 \text{ gr.cm}^{-3}$. Hasil analisis elementer dan morfologi partikel tampak bahwa sampel memiliki komposisi yang telah sesuai dengan yang diharapkan dengan bentuk partikel yang relatif seragam dan terdistribusi merata diseluruh permukaan sampel. Fenomena absorpsi gelombang EM telah terjadi pada rentang frekuensi antara 9 – 15 GHz dengan frekuensi puncak absorpsi pada 11 GHz sebesar ~ 2,6 dB. Pada frekuensi puncak ini dikalkulasi besarnya absorpsi gelombang EM mencapai 30 % dengan ketebalan bidang absorp 1,5 mm. Disimpulkan bahwa bahan lanthanum manganite LaMnO₃ sistem perovskite ini dapat digunakan sebagai studi awal pengembangan bahan baru untuk absorber gelombang elektromagnetik.

Kata kunci : LaMnO₃, Struktur kristal, Magnetik, Absorpsi, Gelombang elektromagnetik

Abstract

EFFECT OF STRUCTURE ANALYSIS AND MAGNETIC PROPERTIES OF PEROVSKITE LaMnO₃ AS FOR CANDIDATE MATERIALS ABSORBER ELECTROMAGNETIC WAVE. The synthesis and characterization of LaMnO₃ magnetic materials by mechanical alloying process have been performed. This magnetic material is prepared by oxides, namely La₂O₃, and MnCO₃. The mixture was milled for 10 h then sintered at a temperature of 1000 °C for 10 h. The refinement results of x-ray diffraction pattern of lanthanum manganite showed that the sample had single phases, namely, LaMnO₃ phases. LaMnO₃ phase had a monoclinic structure (I12/a1) $a = 5.4638(7) \text{ \AA}$, $b = 5.5116(6) \text{ \AA}$ and $c = 7.768(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ and $\beta = 90.786(9)^\circ$, the unit cell volume of $V = 233.93(3) \text{ \AA}^3$, and the atomic density of $\rho = 6.449 \text{ gr.cm}^{-3}$. The results of elementary analysis and particle morphology appears that the sample has a composition as expected with a relatively uniform particle shape and evenly distributed the surface of the sample. The electromagnetic wave absorption phenomenon has occurred in the frequency range of 9-15 GHz with absorption of ~ 2.6 dB at 11 GHz peak frequency. The electromagnetic wave absorption is calculated about 30 % with a thickness of 1.5 mm. We concluded that the material lanthanum manganite perovskite system LaMnO₃ can be used as a preliminary study of the development of new materials for electromagnetic wave absorber.

Key words : LaMnO₃, Crystal structure, Magnetic, Absorption, Electromagnetic wave

PENDAHULUAN

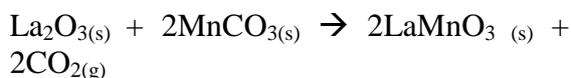
Pemanfaatan bahan magnet sebagai bahan absorber gelombang elektromagnetik menjadi sangat populer saat ini terutama untuk aplikasi elektronik dimana sering terjadi medan bias akibat munculnya interferensi gelombang elektromagnetik yang dapat mengurangi kinerja dari peralatan elektronik tersebut. Dan untuk menghilangkan medan bias tersebut diperlukan bahan yang dapat beresonansi pada frekuensi tertentu sehingga diharapkan dapat menyerap radiasi gelombang elektromagnetik yang tidak diinginkan. Prasyarat yang diperlukan sebagai bahan absorber gelombang elektromagnetik adalah bahan ini memiliki permeabilitas dan permitivitas yang tinggi. Pada awalnya bahan magnetic berbasis ferit yang menjadi primadona dalam rekayasa struktur untuk dikembangkan menjadi bahan absorber karena memiliki permeabilitas yang tinggi^[1-4]. Namun disamping itu, pada dekade terakhir ini juga sedang marak dikembangkan bahan absorber gelombang elektromagnetik dari bahan berbasis magnetoresistance dengan komposisi ABO_3 karena memiliki permitivitas yang tinggi. Bahan ABO_3 memiliki struktur perovskite dimana A adalah atom La, Ba, Nd atau Pr, sedangkan B adalah atom Mn, Fe atau Ti.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis bahan lanthanum manganite sistem perovskite $LaMnO_3$. $LaMnO_3$ merupakan salah satu induk dari keluarga bahan magnetik manganit yang beberapa dekade terakhir ini menarik banyak perhatian karena menunjukkan sifat listrik dan magnetik yang beragam. Korelasi yang sangat kuat antara struktur, pembawa muatan, sifat magnetiknya, dan fenomena magnetoresistansi (MR) yang muncul membuat bahan ini sangat menarik untuk dipahami. Bahan ini pada awalnya diaplikasikan untuk menyimpan data magnetik (magnetic storage devices) dan sebagai katoda pada sel bahan bakar oksida

padat^[5-7]. Sifat magnetiknya muncul pada atom Mn dan dapat terjadi perubahan valensi pada atom Mn tersebut. Perubahan ini disebut sebagai charge ordered, yang dapat mempengaruhi struktur magnetik atom Mn pada sistem $LaMnO_3$. Sehingga pembahasan pada penelitian ini difokuskan pada hasil sintesis dan karakterisasi struktural dan sifat magnetik bahan lanthanum manganite sistem perovskite sebagai studi awal pengembangan bahan baru untuk absorber gelombang elektromagnetik. Jadi tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesis dan karakterisasi bahan magnetik sistem lanthanum manganite dan memahami karakteristik struktur kristal, magnetik, listrik dan sifat absorber gelombang elektromagnetik dari bahan ini.

PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan magnetic lanthanum manganite disintesis menggunakan metode reaksi padatan dengan oksida-oksida penyusun adalah La_2O_3 dan $MnCO_3$, dari produk Merck dengan kemurnian lebih dari 99,9 %. Campuran dari bahan-bahan dasar tersebut digunakan prinsip stoichiometri dengan persamaan reaksi :



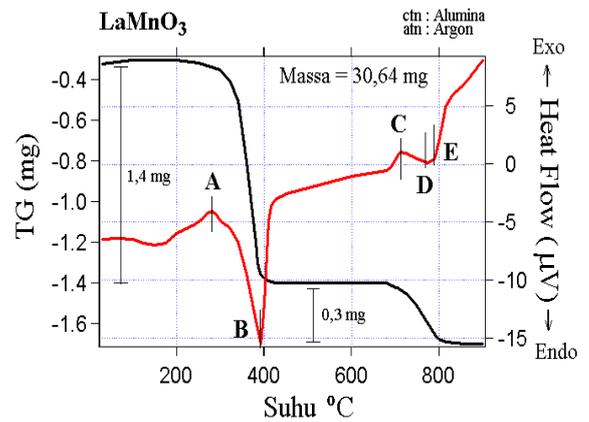
Kedua bahan dasar tersebut dicampur menggunakan alat high energy milling (HEM) Spex 8000. HEM ini berada di laboratorium Bidang Karakterisasi dan Analisis Nuklir (BKAN), Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) dengan spesifikasi *normal speed 1400 rpm, run time 90 menit, of time 30 menit, dan on of cycle 1 kali*. Dimensi *vial* HEM, panjang 7,6 cm dan diameter 5,1 cm. Sedangkan diameter *ball mill* sebesar 10 mm, terbuat dari bahan *stainless steel*. Campuran ini ditambahkan ethanol dan di-*milling* selama 10 jam pada suhu ruang. Campuran hasil proses milling kemudian dibuat dalam

bentuk sampel pelet diameter 2,5 cm dan ketebalan 2 mm yang dikompaksi dengan tekanan 5000 psi. Sampel pelet tersebut disintering pada suhu 1000 °C selama 10 jam dan didinginkan di dalam lingkungan furnace. Setelah itu sampel pelet hasil sintering digerus kembali untuk dilakukan karakterisasi.

Analisis kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang ada di dalam sampel diukur menggunakan alat *x-ray diffractometer (XRD) Philip* tipe PW1710. Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas sinar-x dari *tube anode Cu* (copper) dengan panjang gelombang, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, *mode: continuous-scan*, *step size : 0,02°*, dan *time per step : 0,5 detik*. Profil difraksi sinar-x dianalisis menggunakan perangkat lunak GSAS (*rietveld analysis*)^[8]. Sedangkan analisis termal, morfologi permukaan, elementer, sifat magnetik, listrik, dan absorber gelombang elektromagnetik berturut-turut menggunakan TG-DTA Merk Setaram, SEM-EDS Merk Jeol JED-2300, VSM Merk Oxford VSM1.2H Instrument, LCR meter Merk Hioki, dan VNA Merk Advantest type R3770.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Lanthanum Manganite (LaMnO_3) dihasilkan dari pencampuran bahan-bahan dasar $\text{La}_2\text{O}_3(\text{s})$ dan $\text{MnCO}_3(\text{s})$ dengan prinsip stoichiometri. Sifat intrinsik dari bahan ini baik sifat magnetik maupun elektrik sangat bergantung dari hasil reaksi yang terbentuk. Pada Gambar 1 ditunjukkan hasil karakterisasi thermal (TG-DTA) pembentukan bahan LaMnO_3 ini.



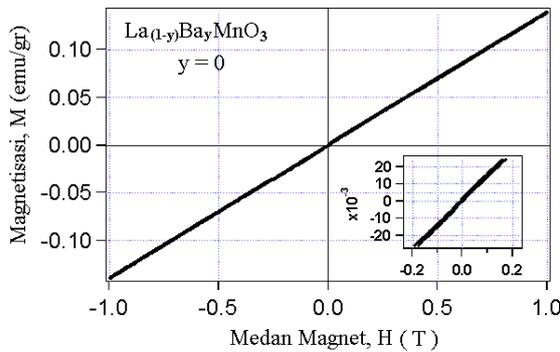
Gambar 1. Kurva TG-DTA pada proses pembentukan LaMnO_3

Berdasarkan kurva *heat flow* terlihat adanya reaksi eksotermis sebanyak dua kali dan endotermis sebanyak tiga kali, sedangkan kurva penurunan berat ditunjukkan pada kurva TG. Reaksi eksotermal terjadi pada posisi A dan C yang berturut-turut pada suhu sekitar 290 °C, dan 705 °C. Sedangkan reaksi endotermal pada posisi B, D, dan E yang berturut-turut terjadi pada sekitar suhu 395 °C, 770 °C, dan 795 °C. Pada puncak eksotermis A yang terjadi pada suhu sekitar 270 °C hingga 290 °C merupakan puncak perubahan susunan kristal dari MnCO_3 sebelum mengalami degradasi dari MnCO_3 menjadi MnO . Puncak endotermis B yang terjadi pada suhu sekitar 395 °C mengindikasikan adanya degradasi dari MnCO_3 menjadi MnO yang bersifat antiferomagnetik dengan melepaskan CO_2 ^[9].

Sehingga pada kurva TG terjadi penurunan berat sebesar 1,4 mg (kalkulasi sebesar 1,17 mg). Kemudian pada suhu sekitar 705 °C terjadi proses transformasi fasa MnO menjadi $\alpha\text{-Mn}_2\text{O}_3$ dengan melepaskan O_2 yang ditandai dengan penurunan kurva TG sebesar 0,3 mg (kalkulasi sebesar 0,22 mg). $\alpha\text{-Mn}_2\text{O}_3$ ini akan terdekomposisi menjadi $\gamma\text{-Mn}_2\text{O}_3$ pada suhu sekitar 770 °C^[10]. Dan pada akhirnya sekitar suhu 795 °C terjadi reaksi pembentukan fasa LaMnO_3 yang tersusun secara antiferomagnetik menurut persamaan reaksi sebagai berikut :

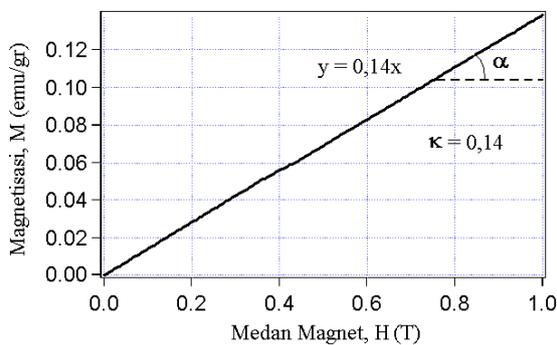
bentuk partikel yang relatif seragam dan terdistribusi merata diseluruh permukaan sampel.

Struktur LaMnO_3 yang telah tersusun secara antiferomagnetik ini sangat stabil^[12]. Untuk itu kurva magnetisasi seperti pada Gambar 5 dari bahan ini yang diukur pada suhu kamar memiliki pola magnetisasinya M linier terhadap fungsi medan magnet H .



Gambar 5. Kurva magnetisasi sampel LaMnO_3

Tampak pada Gambar 5 bahwa momen magnetik pada bahan ini dapat di *alignment* ke arah medan magnet yang diterapkan. Namun setelah medan magnet diturunkan tidak ada *net* magnetisasi dalam bahan ini^[13].

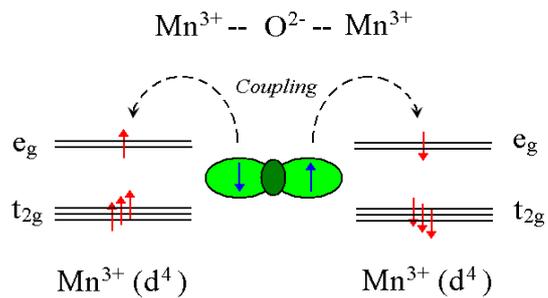


Gambar 6. Karakteristik κ sampel LaMnO_3

Apabila kurva magnetisasi diambil pada kuadran satu seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3 akan diperoleh sebuah garis lurus, dimana perubahan magnetisasi sebagai fungsi medan terapan (dM/dH) disebut dengan suseptibility κ yang merupakan karakteristik terjadinya

perubahan momen magnetik bahan dengan adanya medan magnet terapan. Secara matematis diperoleh persamaan $y = \kappa x + C$, dengan C adalah konstanta yang mengindikasikan adanya net magnetisasi saat medan terapan ditiadakan (bahan bersifat feromagnetik). Semakin besar harga dari karakteristik κ menunjukkan bahwa bahan tersebut memiliki momen magnetik yang dapat terorientasi dengan baik. Dan sebaliknya, bila karakteristik κ sangat rendah, kebolehjadian bahan tersebut tergolong non magnetik.

Pada sampel LaMnO_3 , ion Mn hanya bervalensi Mn^{3+} . Sifat antiferomagnetik ini dibangun karena adanya interaksi antara sesama ion Mn^{3+} dengan tetangga terdekat melalui anion O^{2-} yang disebut dengan interaksi *superexchange*. Dan interaksi ini yang membuat terjadinya perubahan transfer electron hadir. *Superexchange* merupakan interaksi magnetik antara ion Mn^{3+} yang berdekatan dimediasi oleh ion non magnetik O^{2-} dengan spin elektron yang berpasangan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7. Hal ini merupakan interaksi yang lazim terjadi pada saat oksida manganit terisolasi dengan ion perantaranya adalah O^{2-} .

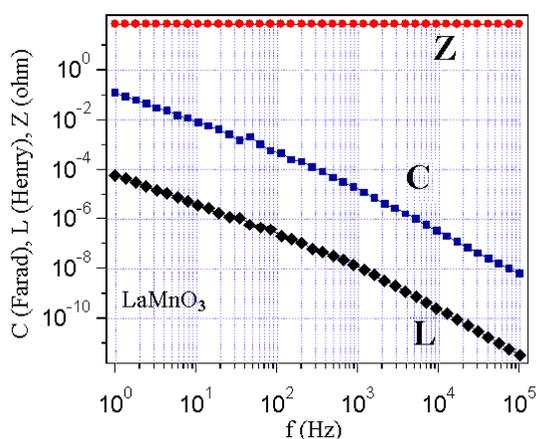


Gambar 7. Ilustrasi mekanisme interaksi *superexchange* $\text{Mn}^{3+} - \text{Mn}^{3+}$

Dalam hal ini, Mn^{3+} berada pada konfigurasi $3d^4$ yang terdiri dari orbital t_{2g} (*triply degenerate orbital*) dengan level energi yang lebih rendah dan orbital e_g (*excited degenerate orbital*) yang memiliki level energi lebih tinggi. Dengan demikian orbital yang terlibat adalah orbital e_g (*excited degenerate orbital*) yang kosong

dari ion Mn^{3+} dan orbital $2p$ ion O^{2-} yang terisi. Jadi elektron pada orbital $2p$ ion O^{2-} terbagi diantara dua ion Mn^{3+} yang berdekatan yang mengisi orbital e_g yang kosong. Ini merupakan transfer elektron secara tidak nyata (virtual transfer) yang menjadi ciri khas dari mekanisme interaksi *superexchange*^[14].

$LaMnO_3$ ini cocok diaplikasikan sebagai kandidat bahan absorber gelombang elektromagnetik karena memiliki karakteristik yang sesuai dengan prasyarat yang diperlukan sebagai bahan absorber tersebut yaitu memiliki karakteristik permitivitas (C) dan permeabilitas (L) seperti ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Karakteristik LCZ pada sampel $LaMnO_3$

Namun kelemahannya bahwa bahan ini memiliki permeabilitas yang relatif rendah yang ditandai dengan karakteristik permeabilitasnya (L) yang rendah. Karena bahan ini tersusun secara antiferromagnetik, sehingga untuk meningkatkan nilai permeabilitas bahan ini diperlukan rekayasa struktur. Sifat elektromagnetik dari bahan-bahan berstruktur perovskite pada umumnya terjadi akibat dari interaksi yang sangat kompleks antara muatan, *spin-ordering* dan *orbital ordering* dari spin elektron. Kehadiran *spin ordering* dalam bahan-bahan ini akan menimbulkan struktur magnetik secara keseluruhan.

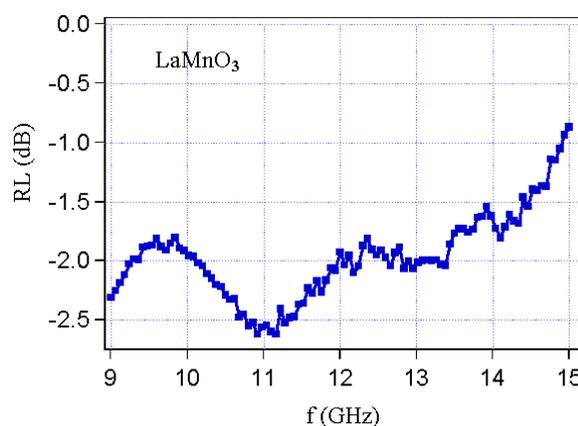
Absorpsi gelombang elektromagnetik (*reflection loss*) ini dipengaruhi oleh nilai

permitivitas dan permeabilitas sesuai dengan persamaan berikut :

$$\text{reflection loss(dB)} = 20 \log \frac{|Z_{in} - 1|}{|Z_{in} + 1|}$$

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left[j \frac{2\pi}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} f d \right],$$

Dengan μ_r , ϵ_r , c , f , dan d berturut-turut adalah permeabilitas bahan, permitivitas bahan, kecepatan gelombang elektromagnetik di udara, frekuensi, dan ketebalan bahan^[15]. Pada Gambar 9, ditunjukkan hasil pengukuran kurva *reflection loss* (LR) sampel $LaMnO_3$.



Gambar 9. Kurva RL sampel $LaMnO_3$

Pada Gambar 8 tampak bahwa karakteristik impedansi (Z) sebagai fungsi frekuensi tidak berubah (konstan), sedangkan karakteristik permitivitas (C) dan permeabilitas (L) tampak menurun. Turunnya karakteristik C dan L pada sistem ini memberikan peluang terjadinya resonansi impedansi antara bahan dengan gelombang elektromagnetik (EM) sehingga diharapkan mekanisme absorpsi gelombang elektromagnetik (EM) dapat terjadi seperti ditunjukkan pada Gambar 9.

Pada Gambar 9 ditunjukkan bahwa telah terjadi absorpsi gelombang EM pada rentang frekuensi antara 9 – 15 GHz dengan frekuensi puncak absorpsi pada 11 GHz sebesar ~ 2,6 dB. Pada frekuensi puncak ini dikalkulasi besarnya absorpsi gelombang EM mencapai 30 % dengan

ketebalan bidang absorp 2,0 mm. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa bahan lanthanum manganite sistem perovskite ini dapat digunakan sebagai studi awal pengembangan bahan baru untuk absorber gelombang elektromagnetik.

KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil dipahami sintesis dan karakteristik bahan LaMnO_3 sistem perovskite. Berdasarkan hasil *refinement* dari pola difraksi sinar-x diperoleh bahwa sampel merupakan single phase dengan struktur monoklinik dengan grup ruang (space group) $I 1 2/a 1$, parameter kisi $a = 5.4638(7) \text{ \AA}$, $b = 5.5116(6) \text{ \AA}$ dan $c = 7.768(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 90.786(9)^\circ$, $V = 233.93(3) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 6.449 \text{ gr.cm}^{-3}$. Dan hasil analisis elementer dan morfologi partikel tampak bahwa sampel memiliki komposisi yang telah sesuai dengan yang diharapkan dengan bentuk partikel yang relatif seragam dan terdistribusi merata diseluruh permukaan sampel. Fenomena absorpsi gelombang EM telah terjadi pada rentang frekuensi antara 9 – 15 GHz dengan frekuensi puncak absorpsi pada 11 GHz sebesar $\sim 2,6 \text{ dB}$. Pada frekuensi puncak ini dikalkulasi besarnya absorpsi gelombang EM mencapai 30% dengan ketebalan bidang absorp 1,5 mm. Dengan demikian bahan lanthanum manganite LaMnO_3 sistem perovskite ini dapat digunakan sebagai studi awal pengembangan bahan baru untuk absorber gelombang elektromagnetik.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didukung oleh Pusat Penelitian Metalurgi dan Riset Insentif Sinas Pasir Besi, Pengembangan Teknologi Pengolahan Sumber Daya Pasir Besi Ilmenit Menjadi Produk Besi/ Baja, Pigmen, Bahan Keramik, Kosmetik, dan Fotokatalistik dalam Mendukung Industri Nasional, Dr. Nurul Taufiqu Rochman, M. Eng, PhD.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Zhang, H., Yao, X., Wu, M., Zhang, L. 2003. *Complex Permittivity and Pearnibility of Zn-Co Substituted Z-type Hexaferrite Prepared by Citrate Sol-gel Process*, British Cer. Transc., Vol. 102, pp. 01-10.
- [2] Li, X.C., Gong, R., Feng, Z., Yan, J., Shen, X., He, H. 2006. *Effect of Particle Size and Concentration on Microwave-Absorbing Properties of Hexaferrite Composites*, J. Am. Ceram. Soc., 89, 4, pp. 1450-1452.
- [3] Li, B., Shen, Y., Yue, Z., Nan, C. 2006. *Enhanced Microwave Absorption in Nickel/Hexagonal Ferrite/Polymer Composite*, J. Appl. Phys. Lett., Vol. 89, No. 132505.
- [4] Matsumoto, M., Miyata, Y. 1996. *A Gigahertz-range Electromagnetic Wave Absorber with Bandwidth Made of Hexagonal Ferrite*, J. Appl. Phys., Vol. 79, No.8, pp. 5486-5488.
- [5] Gross, R., Alff, L., Buchner, B., Freitag, B.H., etc. 2000. *Physics of Grain Boundaries in the colossal magnetoresistance manganites*, Journal of Magnetism and Magnetic materials, 211, p.150 – 159.
- [6] Damay, F., Matin, C., Maignan, A., Raveau, B. 1997. *Caution disorder and size effects upon magnetic transitions in $\text{Ln}_{0.5}\text{A}_{0.5}\text{MnO}_3$ Manganites*, J. Appl. Phys, 82 (p.12).
- [7] Lorenzo Malavasia, Clemens Ritterb, Maria Cristina Mozzatic, Cristina Tealdia, M. Saiful Islamd, Carlo Bruno Azzonic, Giorgio Flora,. 2005. *Effects of cation vacancy distribution in doped LaMnO_3 + perovskites*, Journal of Solid State Chemistry, 178, page 2042–2049.
- [8] Fujio Izumi, Rietan,. 1989. *A Software Package for The Rietveld Analysis and Simulation of X-ray and Neutron Diffraction Patterns*, The Rigaku Journal, Vol. 6, No. 1.
- [9] Leib W, Mueller-Buschbaum HK, 1986. *"Zur Verbindungsbildung MO:*

- M2 O3*", Zeitschrift fuer Anorganische und Allgemeine Chemie, 538, p.71-77
- [10] Wyckoff R. W. G., 1963. Second edition. Interscience Publishers, New York, New York, *Crystal Structures*, 1, p. 239-444
- [11] Maignan A, Michel C, Hervieu M, Raveau B., 1997. *A monoclinic manganite, LaMnO3, with colossal magnetoresistance properties near room temperature*, Solid State Communications, 101(4), p. 277-281
- [12] J. Z. Sun, L. Krusin-Elbaum, A. Gupta, Gang Xiao, P. R. Ducombe, and S. S. P. Parkin. 1998. *Magnetotransport in doped manganate perovskites*, IBM Journal of Research & Development, Vol. 42 No. 1.
- [13] Nicola A. Spaldn. 2003. *Magnetic Materials: Fundamentals and Device Applications*, Cambridge University Press.
- [14] Eirin Courtney Sullivan,. 2009. *Anion Manipulation in Perovskite-Related Materials, Thesis, School of Chemistry, The University of Birmingham*.
- [15] Praveen Singh, V. K. Babbar, Archana Razdan, R. K. Puri and T. C. Goel. 2000. *Complex permittivity, permeability, and X-band microwave absorption of CaCoTi ferrite composites*, Journal of Applied Physics, Vol. 87, No. 9, p. 4362-4366. 9b

RIWAYAT PENULIS

Pius Sebleku, lahir di Makasar. Menamatkan pendidikan S1 Jurusan Teknik Metalurgi UNJANI Bandung. Bekerja sebagai peneliti bidang ilmu logam dan material di P2M-LIPI dari tahun 1985 sampai sekarang. Mendalami keahlian di bidang material maju khususnya bidang Low Temperature Superconductor (LTS).

ASPEK TEKNOLOGI DAN EKONOMI PEMBANGUNAN PABRIK PENGOLAHAN BIJIH BESI MENJADI PRODUK BAJA DI INDONESIA

Zulfiadi Zulhan

Teknik Metalurgi – Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan

Institut Teknologi Bandung

E-mail : zulfiadi.zulhan@gmail.com

Masuk tanggal : 01-04-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

ASPEK TEKNOLOGI DAN EKONOMI PEMBANGUNAN PABRIK PENGOLAHAN BIJIH BESI MENJADI PRODUK BAJA DI INDONESIA. Pabrik baja yang beroperasi di Indonesia pada umumnya masih bergantung pada bahan baku dari luar, baik bijih besi maupun besi tua (steel scrap). Pengolahan bijih besi dalam negeri menjadi produk besi spon diharapkan dapat mensubstitusi besi tua sebagai bahan baku pembuatan baja dengan teknologi berbasis EAF. Bijih besi Indonesia dikelompokkan menjadi tiga yaitu bijih besi primer (hematit dan magnetit), bijih besi laterit dan pasir besi. Cadangan bijih besi Indonesia didominasi oleh bijih besi laterit, maka teknologi dan jalur proses yang sesuai untuk mengolah bijih besi laterit ini sebaiknya dikaji lebih dalam untuk mendapatkan proses yang optimum dan efisien serta produk baja yang mempunyai nilai jual tinggi. Harga gas alam di dalam negeri mempunyai kecenderungan untuk meningkat, oleh karenanya teknologi yang disarankan untuk mengolah bijih besi Indonesia adalah teknologi direct reduction berbasis batubara (rotary kiln) atau blast furnace untuk pabrik dengan kapasitas besar. Ketergantungan pada kokas (coking coal) merupakan kelemahan dari teknologi blast furnace. Perbandingan capex dan opex dari blast furnace dan rotary kiln diuraikan pada tulisan ini. Biaya produksi pembuatan baja menggunakan jalur proses rotary kiln – electric arc furnace dan blast furnace – basic oxygen furnace adalah hampir sama yaitu sekitar 500 USD/ton.

Kata kunci : Bijih besi, Blast furnace, Rotary kiln, Capex, Opex

Abstract

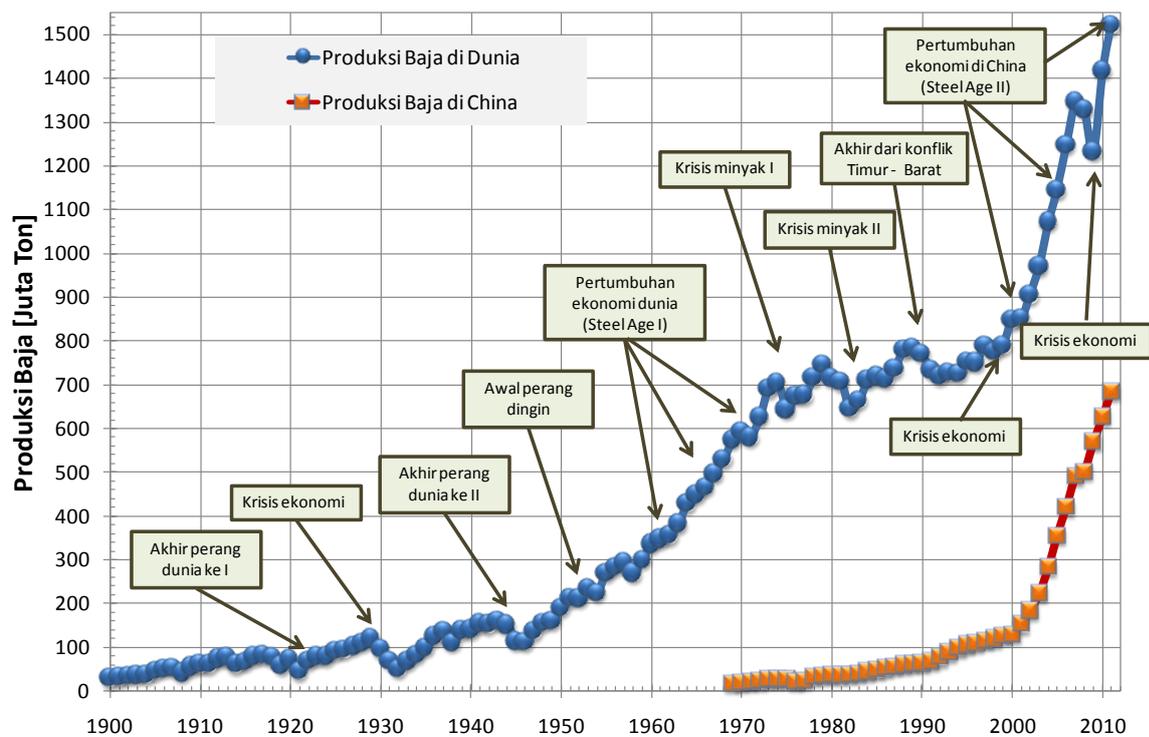
TECHNOLOGICAL AND ECONOMICAL ASPECTS OF THE INTALLATION OF IRON ORE PROCESSING PLANT TO PRODUCE STEEL IN INDONESIA. Raw material for steel production in Indonesia is still imported either in the form of iron ore or steel scrap. The utilization of domestic iron ore to produce sponge iron might substitute steel scrap as raw material for EAF-based steelmaking. Indonesian iron ore can be classified into primary iron ore (hematite and magnetite), lateritic iron ore and iron sand. Lateritic iron ore is more dominant in Indonesia, therefore the suitable technology and process route shall be studied in order to obtain an optimum and efficient process as well as to produce high quality steel. The domestic price of natural gas tends to increase in the following years, therefore coal based direct reduction technology (e.g. rotary kiln) or blast furnace for high production capacity should be installed. The scarcity of domestic coking coal for coke production is the limitation by the application of blast furnace technology. The comparison of capex and opex of blast furnace and rotary kiln iron making is described in this paper. The steel production cost using rotary kiln – electric arc furnace route or blast furnace – basic oxygen furnace route is nearly the same (around 500 USD/ton).

Key words : Iron ore, Blast furnace, Rotary kiln, Capex, Opex

PENDAHULUAN

Baja sebagai produk dari pengolahan bijih besi masih merupakan material yang paling banyak digunakan di dunia. Pada tahun 2011, jumlah baja yang dihasilkan di

dunia adalah 1,518 milyar ton^[1], sedangkan produksi dari aluminium dan plastik (polymer) pada tahun yang sama adalah 58 ton dan 265 ton, secara berurutan.



Gambar 1. Perkembangan produksi baja di dunia dan di China^[2-3]

Produksi baja masih didominasi oleh China yang menghasilkan baja 683,3 juta ton dimana persentasenya mencapai 45% dari total produksi baja dunia^[2]. Negara-negara lainnya yang termasuk 10 besar produksi baja dunia adalah Jepang (107,5 juta ton), USA (86,24 juta ton), India (72,2 juta ton), Rusia (68,7 juta ton), Korea Selatan (68,47 juta ton), Jerman (44,3 juta ton), Ukraina (35,3 juta ton), Brazil (35,16 juta ton) dan Turki (34,1 juta ton). Perkembangan produksi baja dari tahun 1900-2011 di dunia dan di China diperlihatkan pada Gambar 1. Dari tahun 2000-2011 produksi baja di China menunjukkan pertumbuhan yang sangat signifikan dan dimulainya “era baja (steel age) tahap II”.

Selain China, negara lain yang menunjukkan pertumbuhan industri besi baja yang baik adalah India seperti diperlihatkan pada Gambar 2a. Situasi produksi baja di kawasan Asia Tenggara ditunjukkan pada Gambar 2b dimana terlihat bahwa produksi baja di Indonesia dari tahun 2001 hingga 2010 berkisar di 3±1 juta ton, sementara di Vietnam

produksi baja meningkat dari 0,32 juta ton pada tahun 2001 menjadi 4,14 juta ton pada tahun 2010.

Gambar 3 memperlihatkan jumlah baja yang diproduksi, diimpor, diekspor serta kebutuhan baja Indonesia dari tahun 2001 hingga 2010. Persentase impor netto baja Indonesia adalah lebih dari 60% pada tahun 2010. Persentase impor baja Indonesia tentu saja bertambah pada tahun 2011 dan 2012 yang dipicu oleh pertumbuhan ekonomi Indonesia yang baik.

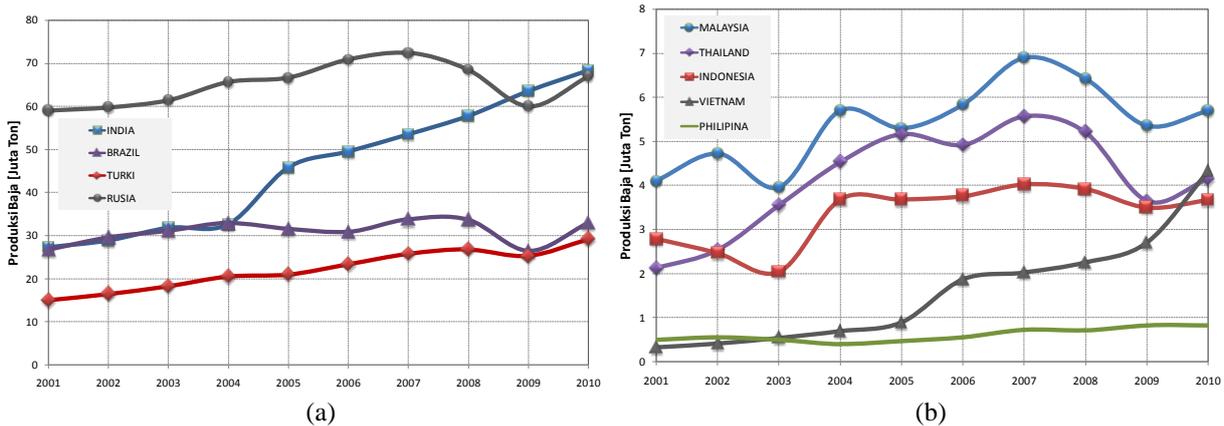
Produksi baja Indonesia akan meningkat sekitar 4-5 juta ton dengan beroperasinya pabrik baja terintegrasi oleh PT Krakatau POSCO pada akhir tahun 2013, selesainya pembangunan tanur tiup oleh PT Krakatau Steel dan Gunung Steel Group. Selain itu, beberapa pabrik baru juga akan didirikan, baik pabrik peleburan besi tua (*scrap*) atau besi spons dengan menggunakan teknologi EAF (*electric arc furnace*). Kebutuhan baja Indonesia juga akan terus meningkat dan diprediksi pada tahun 2020 konsumsi baja Indonesia dapat menjadi 20 juta ton yang mengindikasikan

bahwa pabrik-pabrik peleburan besi dan baja mempunyai potensi untuk dibangun.

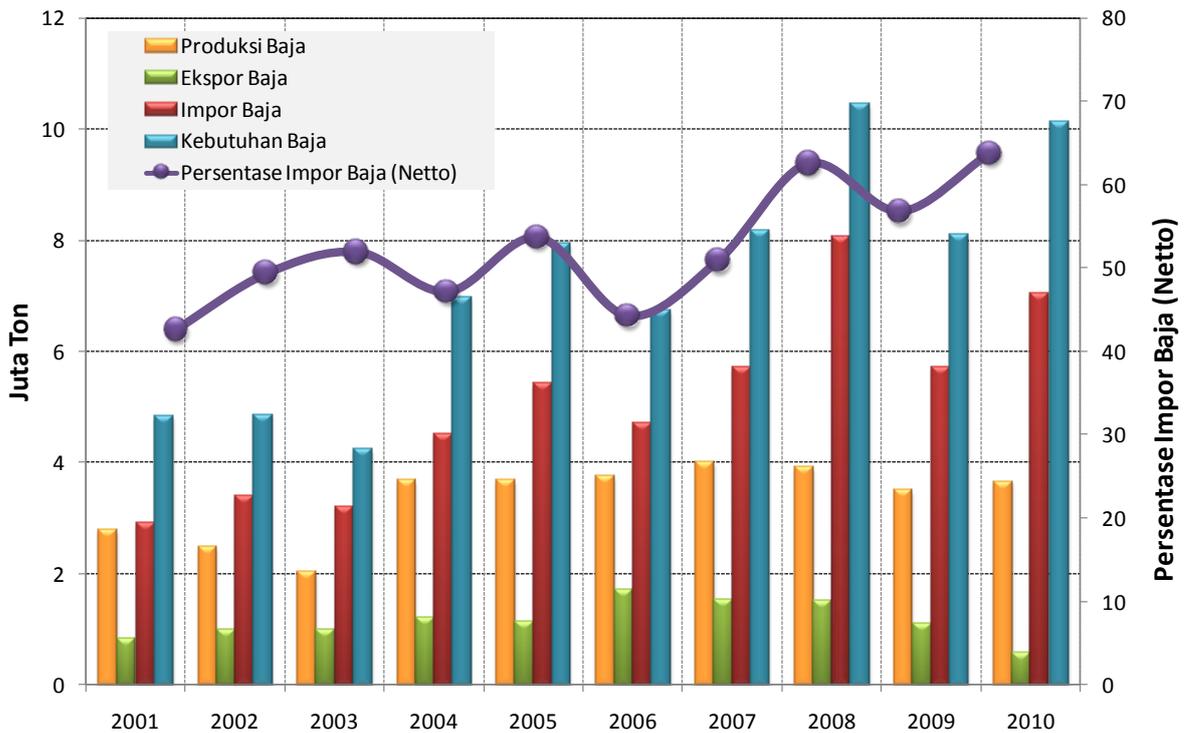
Kapasitas produksi pabrik baja di Indonesia baik yang berbahan baku besi tua maupun bijih besi diberikan pada Tabel 1 dan Tabel 2. Total kapasitas terpasang dari pabrik-pabrik tersebut adalah sekitar 5,7 juta ton. Pada umumnya, pabrik-pabrik ini tidak beroperasi dengan kapasitas penuh. Perkiraan pada tahun 2010, faktor utilisasi dari pabrik-pabrik baja di Indonesia hanya sekitar 65% dari kapasitas terpasang. Permasalahan

rendahnya output pabrik dari kapasitas terpasang ini dapat disebabkan oleh kesulitan bahan baku terutama besi tua (*scrap*), perawatan serta efisiensi pabrik.

Setelah selesai fase ke II pembangunan pabrik oleh PT Krakatau POSCO, perkiraan kapasitas terpasang dari pabrik peleburan baja di Indonesia adalah sekitar 14 juta ton. Hal ini menunjukkan bahwa pada tahun 2020, pabrik dengan kapasitas sekitar 6 - 8 juta ton per tahun seyogianya dibangun untuk memenuhi kebutuhan baja domestik.



Gambar 2. Perkembangan produksi baja di beberapa negara (a) India, Brazil, Turki dan Rusia dan (b) Asia Tenggara^[2]



Gambar 3. Produksi, impor dan ekspor baja Indonesia^[2]

Tabel 1. Kapasitas produksi pabrik baja berbahan baku besi tua (scrap)^[4]

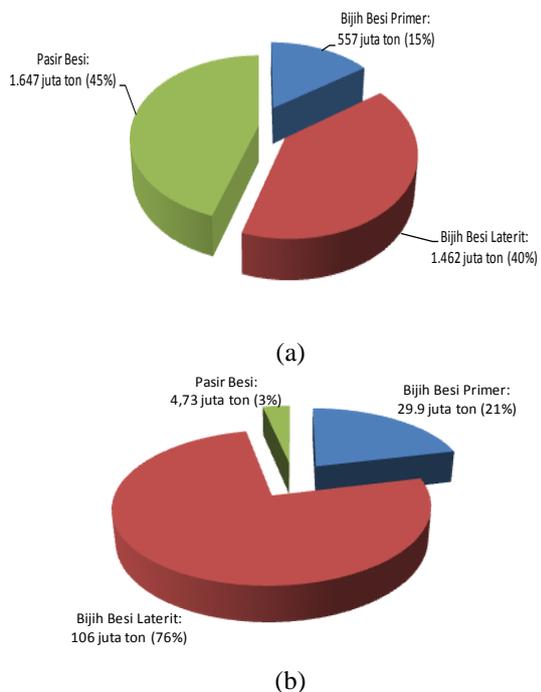
No	Nama Perusahaan	Lokasi	Kapasitas Produksi (ton/tahun)
1	Growth Sumatra Industri	Medan	330.000
2	Gunung Gahapi Sakti	Medan	300.000
3	Hanil Jaya Steel Works	Surabaya	180.000
4	Inter World Steel Mills Indo	Tangerang	210.000
5	Ispat Indo	Surabaya	700.000
6	Jakarta Cakra Tunggal	Jakarta	420.000
7	Jakarta Megah Steel Utama	Jakarta	300.000
8	Jatim Taman Steel I	Surabaya	200.000
9	Pangeran Karang Murni	Jakarta	400.000
10	Pulogadung Steel	Jakarta	110.000
11	Toyogiri Iron and Steel	Jakarta	120.000
Total			3.270.000

Tabel 2. Kapasitas produksi perusahaan baja berbahan baku bijih besi

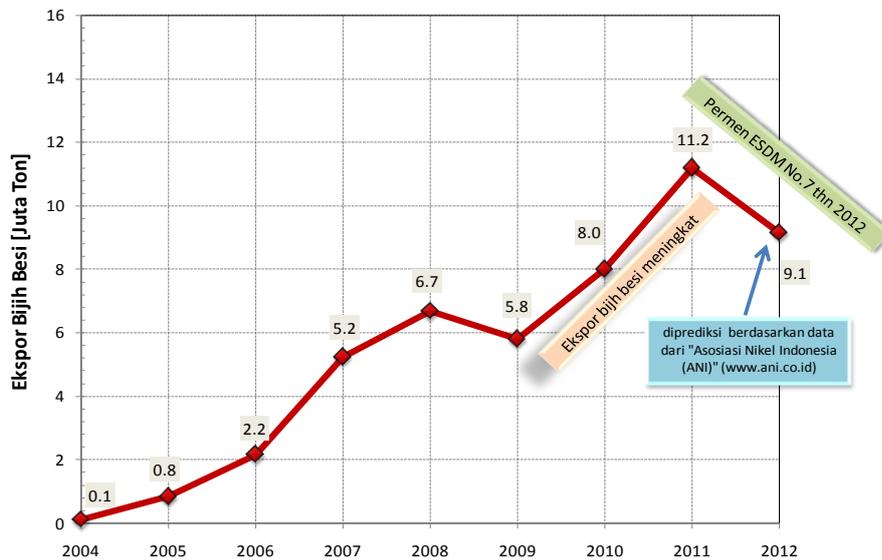
No	Nama Perusahaan	Kapasitas Produksi Saat ini (ton/tahun)	Kapasitas Produksi (2015) (ton/tahun)	Kapasitas Produksi (2020) (ton/tahun)
1	PT Krakatau Steel	2.400.000	3.400.000	3.400.000
2	PT Krakatau POSCO (Tahap I)		3.000.000	3.000.000
3	Gunung Group		1.000.000	1.000.000
4	PT Krakatau POSCO (Tahap II)			3.000.000
Total		2.400.000	7.400.000	10.400.000

BAHAN BAKU PEMBUATAN BAJA

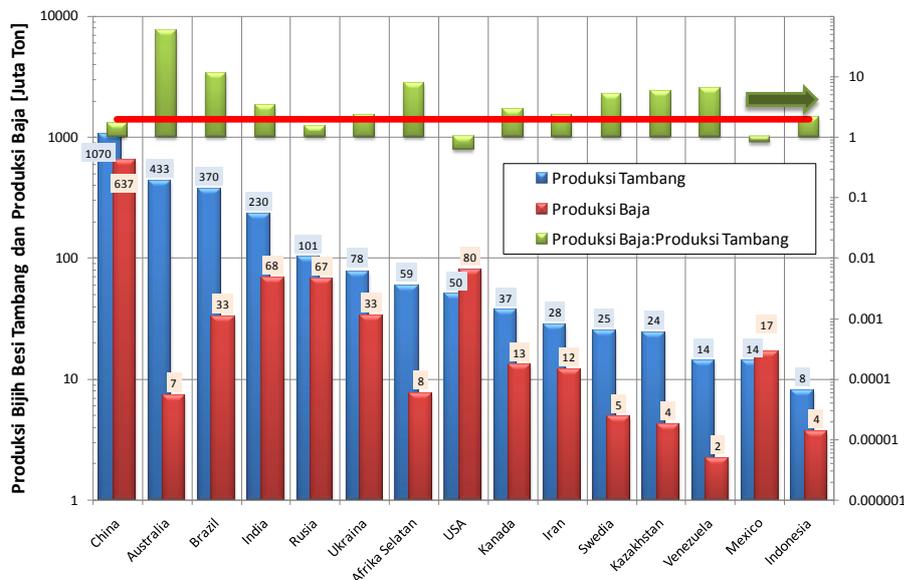
Pembuatan baja membutuhkan bahan baku utama bijih besi serta bahan reduktor yang dapat berupa gas alam, batubara atau arang kayu bergantung pada teknologi yang dipilih. Selain itu dibutuhkan juga bahan imbuah (*flux*). Indonesia tidak termasuk ke dalam negara utama penghasil bijih besi. Namun demikian sumber daya alam berupa bijih besi ditemui di beberapa lokasi di Indonesia. Secara umum, bijih besi di Indonesia dikelompokkan menjadi 3 yaitu bijih besi primer, bijih besi laterit dan pasir besi seperti diperlihatkan pada Gambar 4. Bijih besi Indonesia pada umumnya diekspor seperti diperlihatkan pada Gambar 5.



Gambar 4. Sumber daya dan cadangan bijih besi di Indonesia (2010) (a) Sumber daya dan (b) Cadangan^[5]



Gambar 5. Ekspor bijih besi Indonesia^[6-7]

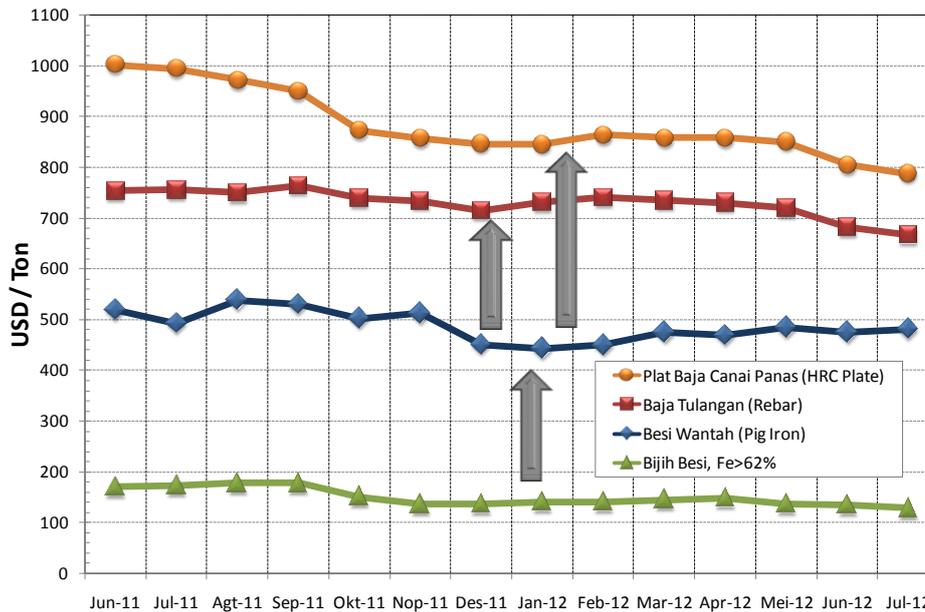


Gambar 6. Produksi bijih besi dari tambang dan produksi baja pada tahun 2010^[2,8]

Produksi tambang bijih besi dari negara-negara penghasil bijih besi dan produksi baja pada tahun 2010 diperlihatkan pada Gambar 6. Negara-negara pengekspor bijih besi adalah Australia, Brazil, Afrika Selatan, Venezuela, Kazakstan, Swedia dan Kanada. Walaupun memproduksi bijih besi sendiri, negara-negara seperti China, Rusia, USA dan Meksiko masih harus mengimpor bijih besi karena kebutuhan baja yang besar. Indonesia mengeksport hampir 100% bijih besi serta mengimpor 100% bijih besi dalam bentuk pelet untuk pembuatan besi spons di PT Krakatau

Steel. Sebagian kecil bijih besi diolah menjadi besi spons oleh PT MJIS yang mulai beroperasi pada tahun 2012.

Pengolahan bijih besi menjadi produk baja adalah usaha untuk meningkatkan nilai tambah dari produk tambang sehingga diharapkan dapat menciptakan lapangan kerja, mengurangi ketergantungan impor baja, menguasai teknologi pembuatan baja dengan baik, serta memberikan *multiplier effect* bagi masyarakat di sekitar industri peleburan besi dan baja. Peningkatan harga jual produk dari tiap-tiap tahapan pengolahan bijih besi menjadi produk baja diperlihatkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Peningkatan nilai tambah dari pengolahan bijih besi^[9-10]

TEKNOLOGI PEMBUATAN BESI DAN BAJA

Teknologi yang dapat digunakan untuk mengolah bijih besi menjadi produk besi spons atau pig iron dan baja telah dikembangkan dengan baik. Teknologi-teknologi tersebut diperlihatkan pada Gambar 8 yang dapat dikelompokkan menjadi empat yaitu teknologi *blast furnace*, teknologi *smelting reduction*, teknologi *direct reduction* dan teknologi daur ulang besi tua (*scrap*) dengan tanur listrik (*electric arc furnace*, EAF).

Teknologi *blast furnace* adalah teknologi yang sangat dominan digunakan untuk memproduksi besi wantah (*pig iron*) sebagai bahan baku untuk menghasilkan baja seperti ditunjukkan pada Gambar 9. Teknologi *blast furnace* adalah teknologi yang sudah mapan dan sudah dikembangkan sejak tahun 1600-an.

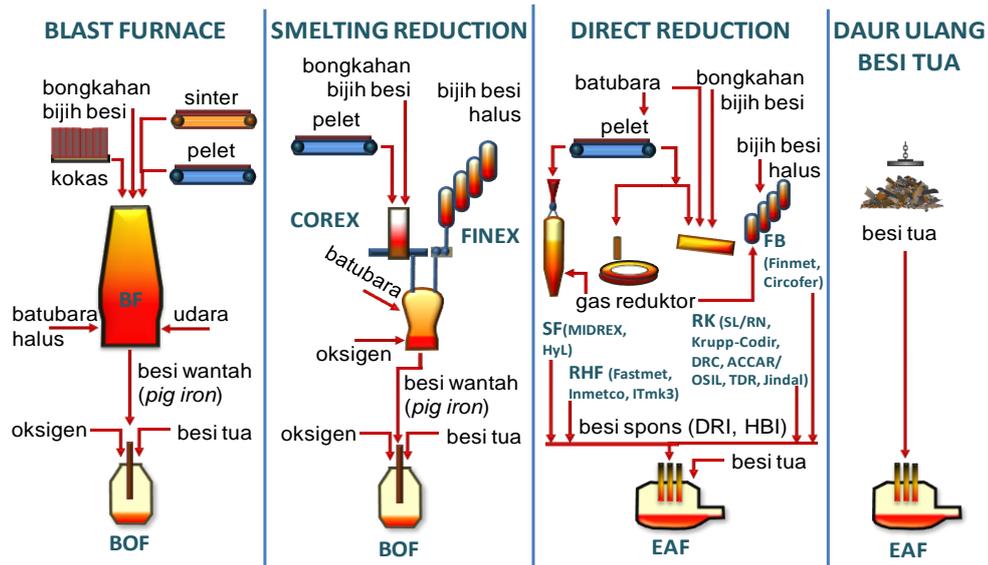
Keunggulan teknologi *blast furnace* adalah efisiensi energi yang baik dan produktivitas tinggi. Daur ulang besi tua (*scrap*) dengan EAF menduduki posisi kedua untuk menghasilkan baja, yang diikuti oleh teknologi *direct reduction* dan teknologi *smelting reduction*.

Teknologi *smelting reduction* yang sudah teruji di industri adalah teknologi

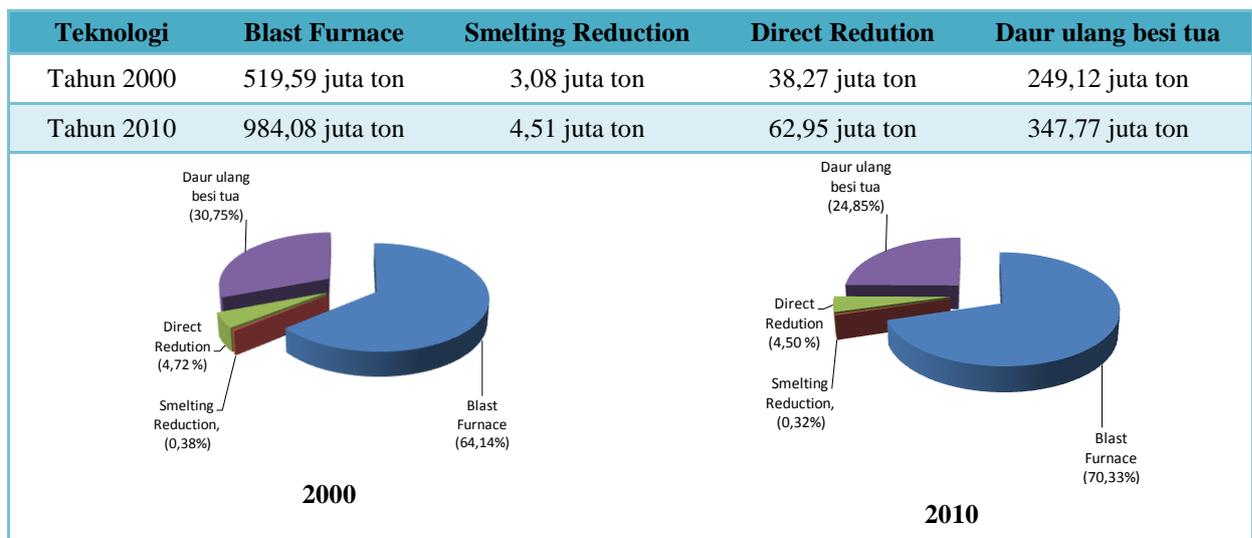
Corex dan Finex yang telah dikembangkan sejak 1970-an. Teknologi Corex mengolah bijih besi dalam bentuk pelet atau bongkahan sedangkan teknologi Finex mengolah bijih besi yang berukuran halus (<0,5 mm). Kontribusi teknologi ini dalam menghasilkan baja masih relatif kecil (<1%), Gambar 9.

Untuk mengolah bijih besi di Indonesia, teknologi *blast furnace* dan teknologi *direct reduction* lebih disarankan untuk digunakan. Keterbatasan penggunaan teknologi *blast furnace* adalah kebutuhan dan ketergantungan pada *coking coal* yang cadangannya terbatas di Indonesia.

Teknologi *direct reduction* diklasifikasikan menjadi dua yaitu teknologi yang menggunakan reduktor dalam bentuk gas (CO dan H₂) dan teknologi menggunakan reduktor batubara, Tabel 3. Proses pembuatan besi spons di *shaft furnace* menggunakan reduktor dalam bentuk gas. Contoh proses ini adalah Midrex dan HyL III yang merupakan teknologi *direct reduction* yang paling banyak digunakan di dunia, Gambar 10. Bahan baku bijih besi harus dibuat dalam bentuk pelet terlebih dahulu sebelum diumpankan ke dalam tanur Midrex atau HyL.



Gambar 8. Teknologi pembuatan besi dan baja



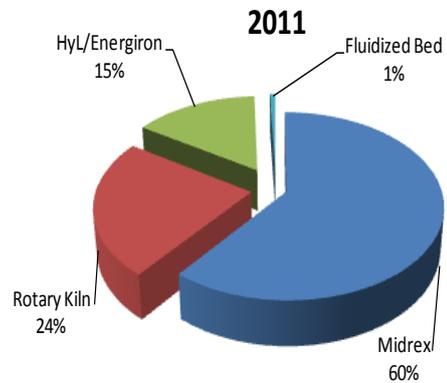
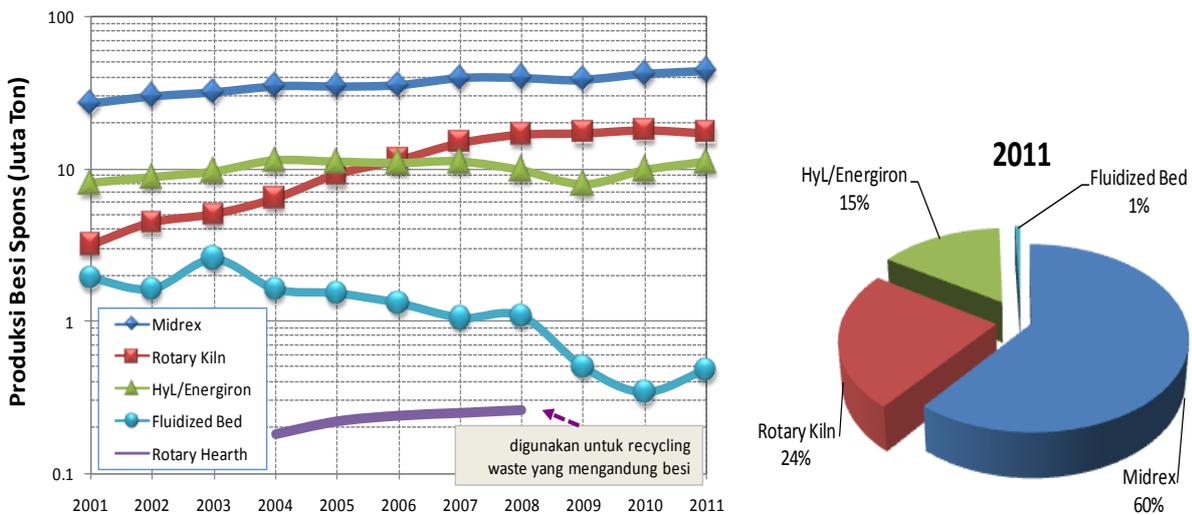
Gambar 9. Data statistik produksi baja berdasarkan teknologi^[2]

Teknologi HyL III masih digunakan hingga saat ini oleh PT Krakatau Steel. Alasan pemilihan teknologi HyL ini adalah harga gas alam yang murah pada tahun 1970-an hingga 1990-an. Seiring dengan berjalannya waktu, harga gas alam di Indonesia cenderung meningkat dan kebijakan energi di Indonesia tidak memihak ke industri dalam negeri. Sebagai contoh, gas alam diekspor ke China dengan harga jual yang murah (3,35 USD/mmBTU) sedangkan untuk kebutuhan dalam negeri, harga gas alam dijual dengan harga lebih tinggi (5 -6 USD/mmBTU). Beberapa pabrik pupuk

mengalami kesulitan untuk mendapatkan gas alam. Pabrik pupuk PT AAF ditutup karena tidak mendapat suplai gas alam sebagai bahan baku. Harga gas alam akan naik pada tahun 2013 menjadi > 10 USD / mmBTU. Oleh karenanya, pada ekspansi pabrik yang dilakukan oleh PT Krakatau Steel, teknologi blast furnace dipilih. Penggunaan teknologi direct reduction berbasis gas ini lebih dominan di negara-negara yang mempunyai gas banyak dan harga yang murah, misal di Saudi Arabia, Iran, Qatar, Venezuela dan lain-lain. Untuk Indonesia, proses-proses berbasis batubara sebaiknya diaplikasikan.

Tabel 3. Klafikasi teknologi *direct reduction*

Reduktor: Gas (Gas H ₂ dan/atau CO berasal dari reformasi gas alam, gasifikasi batubara atau lainnya)	Reduktor: Batubara
Shaft furnace (SF): bijih besi pelet - Midrex - HyL	Rotary Kiln (RK): bijih besi pelet atau bongkahan - Krupp-Codir - SL/RN - DRC - ACCAR/OSIL - TDR - JINDAL
Fluidized Bed (FB): bijih besi halus - Fior / Finmet - Circored / Circofer	Rotary Hearth Furnace (RHF): bijih besi pelet + batubara (SRP, self reducing pellet) - Fastmet - Inmetco - ITMk3



Gambar 10. Data statistik produksi besi spons berdasarkan teknologi^[11]

Kontribusi teknologi *rotary kiln* dalam menghasilkan besi spons memperlihatkan peningkatan yang signifikan dari 3,18 juta ton pada tahun 2001 menjadi 17,34 juta ton pada tahun 2011. Negara yang paling dominan menggunakan teknologi ini adalah India. Proses pembuatan besi spons di *rotary kiln* lebih simpel dibandingkan dengan proses lainnya. Rentang ukuran bijih yang lebih besar yang bisa diumpankan baik dalam bentuk bongkahan maupun pelet merupakan kelebihan dari teknologi ini. Batubara yang digunakan adalah batubara berkalori minimum 5000 kcal/kg. Batubara jenis ini tentunya lebih

banyak dan lebih mudah didapatkan di Indonesia.

Sejak tahun 2009, teknologi *rotary hearth* tidak digunakan untuk memproduksi besi spons dari bijih besi. Teknologi ini lebih banyak digunakan untuk mengambil kembali logam besi yang terdapat dalam limbah (*waste*) di industri besi baja. Jumlah besi spons yang dihasilkan dengan teknologi *fluidized bed* memperlihatkan kecenderungan menurun dari tahun 2001 hingga lebih kecil dari 0,6 juta ton pada tahun 2009-2011.

Dari data-data tersebut dapat disimpulkan bahwa teknologi *direct*

reduction yang dipertimbangkan untuk digunakan adalah teknologi *rotary kiln*. Perbandingan teknologi *rotary kiln* dengan teknologi *blast furnace* diberikan pada Tabel 4. Teknologi *blast furnace* umumnya digunakan untuk memproduksi besi dalam jumlah yang besar, misal 1 juta ton per tahun atau lebih. Teknologi *blast furnace* juga sebaiknya langsung digabung dengan teknologi pembuatan baja BOF (basic oxygen furnace) untuk memanfaatkan panas yang terdapat dalam lelehan besi wantah (*hot metal*) dan reaksi eksotermik yang menghasilkan energi pada saat proses pemurnian dengan menggunakan oksigen.

Seperti telah disinggung sebelumnya, bijih besi Indonesia diklasifikasikan

menjadi tiga yaitu bijih besi primer, laterit dan pasir besi. Teknologi pembuatan besi dan baja yang disarankan diberikan pada Tabel 5. Bijih besi laterit lebih dominan di Indonesia, pengolahan bijih besi laterit menjadi produk baja harus diteliti lebih lanjut untuk mendapatkan proses yang optimum dan efisien serta produk yang mempunyai nilai jual tinggi karena mengandung nikel dan kromiun. *Sponge iron* dapat digunakan sebagai pengganti *scrap* (besi tua) untuk proses pembuatan baja di EAF. Impor *scrap* saat ini bermasalah karena dicurigai mengandung limbah B3.

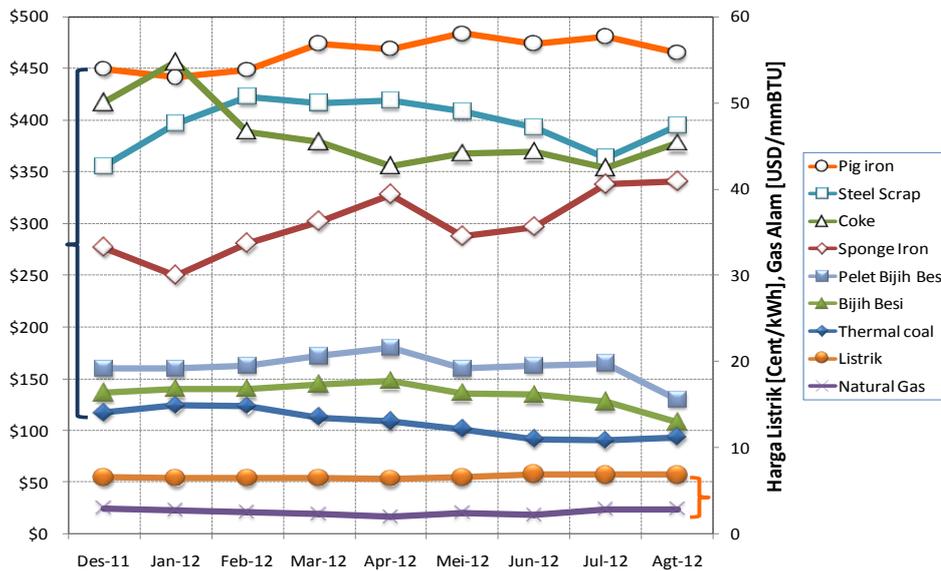
Tabel 4. Perbandingan teknologi *blast furnace* dan *rotary kiln*

<i>Blast furnace</i>	<i>Rotary Kiln</i>
(+) Kapasitas kecil hingga besar (500 ribu ton hingga 5 juta ton per tahun)	(-/+)Kapasitas lebih rendah (50 ribu ton hingga 500 ribu ton per tahun)
(-) Membutuhkan <i>coking plant</i>	(+) Tidak membutuhkan <i>coking plant</i>
(-) Membutuhkan <i>sintering plant</i>	(-) Membutuhkan <i>pelletizing plant</i> jika ukuran bijih besi lebih kecil < 2 mm
(-) Membutuhkan <i>coking coal (coke)</i>	(+) Tidak membutuhkan <i>coking coal</i>
(-) Biaya investasi lebih tinggi	(+) Biaya investasi lebih rendah
(-) Biaya produksi lebih tinggi	(+) Biaya produksi lebih rendah
(+) Metal dan terak (<i>slag</i>) terpisah selama proses, produk blast furnace dalam keadaan liquid (<i>hot metal</i>)	(-) Oksida tidak dapat dipisahkan dengan sempurna, produk dalam keadaan padat (<i>sponge</i>)
(+) tidak membutuhkan energi listrik untuk membuat baja.	(-) Butuh energi listrik untuk membuat baja
(-/+) Market: mempunyai kandungan karbon yang tinggi (~4%C) sehingga tidak dapat diolah 100% di EAF yang banyak terdapat di Indonesia, dapat menggantikan besi tua (<i>scrap substitute</i>).	(+) Market: mempunyai kandungan karbon yang lebih rendah (<2%C) sehingga dapat dilebur di EAF (80-90%), dapat menggantikan besi tua (<i>scrap substitute</i>).

Tabel 5. Bijih besi dan teknologi pembuatan besi dan baja

Tipe Bijih besi	Teknologi Pembuatan Besi	Teknologi Pembuatan Baja
Bijih besi primer (hematit, magnetit)	<i>Blast Furnace (pig iron/hot metal)</i>	BOF
	<i>Rotary Kiln (sponge iron)</i>	EAF
Bijih besi laterit	<i>Rotary Kiln (sponge iron)</i>	EAF
Pasir besi	<i>Rotary Kiln (sponge iron)</i>	SAF – BOF

ASPEK EKONOMI PEMBUATAN BESI DAN BAJA



Gambar 11. Harga bahan baku pembuatan besi serta produk besi spons dan pig iron^[9, 12-13]

Pembuatan besi dan baja membutuhkan bahan baku utama bijih besi, reduktor baik dalam bentuk batubara maupun gas alam serta sumber energi (listrik, batubara, minyak, gas alam). Harga bahan baku dan energi tersebut serta harga produk (besi spons dan pig iron) selama sembilan bulan terakhir diperlihatkan pada Gambar 11.

Teknologi yang disarankan untuk mengolah bijih besi adalah *rotary kiln* dan *blast furnace*. Perkiraan biaya investasi peralatan utama dan infrastruktur pembangunan pabrik (capex, *capital expenditure*) dari kedua teknologi tersebut untuk menghasilkan 300 ribu ton produk per tahun diberikan pada Tabel 6. Perkiraan capex ini tidak termasuk biaya pelabuhan, jalan, perumahan karyawan dan fasilitas lainnya. Biaya investasi untuk *blast furnace* sudah memperhitungkan

biaya untuk konstruksi *coke oven (coking plant)* untuk membuat kokas serta *sinter plant* untuk aglomerasi bijih besi. Oleh karenanya, biaya investasi *blast furnace* lebih besar dibandingkan dengan *rotary kiln*.

Untuk menentukan biaya operasi (opex, *operational expenditure*), data-data konsumsi per ton produk diberikan pada Tabel 7. Konsumsi bijih besi *rotary kiln* lebih sedikit dibandingkan dengan *blast furnace* karena dalam produk rotary kiln masih mengandung oksida-oksida pengotor (SiO_2 , Al_2O_3 , dan lain-lain) serta besi oksida (FeO) dari metalisasi sekitar 90%. Harga-harga material-material tersebut yang digunakan untuk menentukan biaya operasi ditabulasikan pada Tabel 8. Biaya produksi per ton produk ditunjukkan pada Tabel 9.

Depresiasi sudah diperhitungkan dalam biaya operasi ini.

Biaya produksi besi wantah (*hot metal / pig iron*) dengan teknologi *blast furnace* lebih tinggi dibandingkan dengan biaya produksi besi spons dengan *rotary kiln*. Hal ini disebabkan oleh penggunaan kokas yang berasal dari “*coking coal*” sebagai reduktor pada proses peleburan di *blast furnace*. Selain itu, temperatur proses di *blast furnace* lebih tinggi dibandingkan dengan *rotary kiln* yang ditandai dengan

produk yang dihasilkan dari *blast furnace* adalah lelehan sedangkan produk *rotary kiln* adalah besi spons dalam keadaan padat. Energi yang terdapat dalam lelehan besi wantah produk *blast furnace* adalah tinggi sehingga sangat tidak disarankan untuk membuat produk dalam bentuk *pig iron* padat dengan menggunakan “*casting pig iron*”. Lelehan besi wantah sebaiknya langsung digunakan untuk membuat baja dengan menghembuskan oksigen di BOF .

Tabel 6. Bijih besi dan teknologi pembuatan besi dan baja^[9, 14-15]

Perkiraan Capex	Rotary Kiln	Blast Furnace
Kapasitas (juta ton / tahun)	0,30	0,30
Biaya investasi (USD/(ton*tahun)	250,00	375,00
Biaya infrastruktur (civil works)	27,50	37,50
Biaya total (USD/(ton*tahun)	302,50	412,50
Biaya total Capex (juta USD)	90,75	123,75

Tabel 7. Konsumsi per ton produk^[9, 14-15]

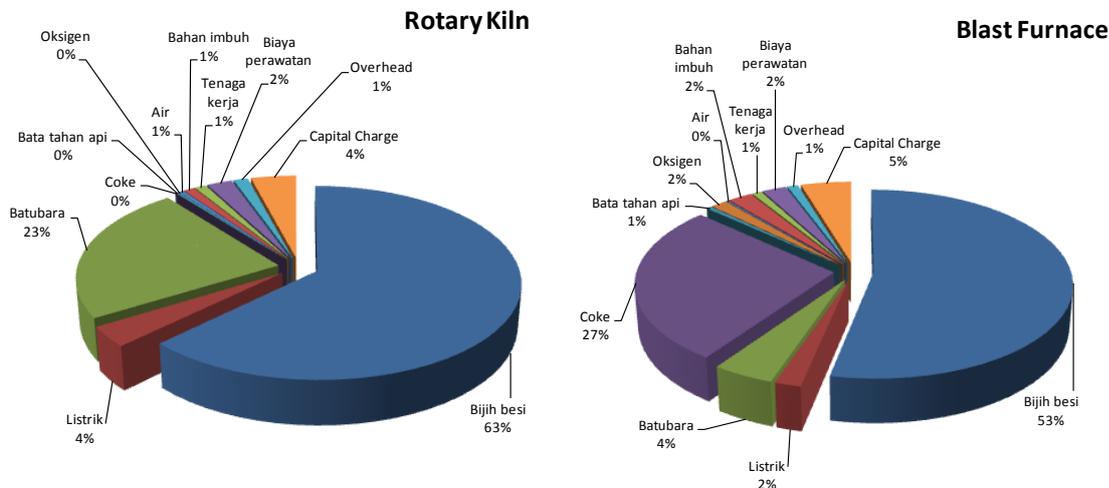
Konsumsi / Ton Produk	Rotary Kiln	Blast Furnace
Bijih besi (ton)	1,48	1,6
Listrik (kWh)	80	58
Air (m ³)	4,5	2,5
Batubara (ton)	0,75	0,15
Kokas (ton)	0	0,4
Oxygen (m ³)	0	30
Bata tahan api (kg)	3,0	5
Tenaga kerja (mh)	0,315	0,35

Tabel 8. Biaya satuan material, energi dan tenaga kerja^[9, 14-15]

Harga Satuan	Rotary Kiln	Blast Furnace
Bijih besi + Aglomerasi (USD/ton)	127,80	132,80
Listrik (USD/kWh)	0,13	0,13
Batubara (USD/ton)	93,40	118,40
Coke (USD/ton)		270,00
Bata tahan api (USD/ton)	0,30	0,40
Oksigen (USD/m ³)	0,20	0,20
Air (USD/m ³)	0,30	0,30
Tenaga kerja (USD/mh)	10,00	10,00

Tabel 9. Biaya produksi per ton produk^[9, 14-15]

Biaya / Ton Produk	Rotary Kiln	Blast Furnace
Bijih besi (USD)	189,14	212,48
Listrik (USD)	10,40	7,54
Batubara (USD)	70,05	17,76
Coke (USD)	0,00	108,00
Bata tahan api (USD)	0,90	2,00
Oksigen (USD)	0,00	6,00
Air (USD)	1,35	0,75
Bahan imbuah (USD)	3,00	9,00
Tenaga kerja (USD)	3,15	3,50
Biaya perawatan (USD)	7,00	9,00
Overhead (USD)	4,00	4,00
Depresiasi (USD)	13,61	18,56
Total Biaya Produksi (Opex)	302,61	398,59



Gambar 12. Kontribusi harga masing-masing komponen terhadap biaya operasi

Tabel 10. Resume perbandingan capex, opex serta produk

Teknologi	Capex (Juta USD)	Opex (USD)	Produk (USD)	Produk - Opex (USD)
Rotary Kiln	90,75	302,61	341	38,39
Blast Furnace	123,75	398,59	465	66,41

Harga bahan baku bijih besi merupakan komponen yang paling besar yang menentukan biaya operasi yang diikuti oleh batubara atau kokas metalurgi sebagai reduktor dan sumber energi, Gambar 12. Harga jual produk besi spon dan pig iron adalah 341 dan 465 USD/ton per ton produk. Selisih harga jual dengan biaya operasi diperlihatkan pada Tabel 10.

Perbandingan biaya produksi baja dengan menggunakan jalur proses “RK (*rotary kiln*) – EAF (*electric arc furnace*) dan “BF (*blast furnace*) – BOF (*basic oxygen furnace*)” diberikan pada Tabel 11 dan 12 secara berurutan. Pembuatan baja dengan rute RK-EAF dan BF-BOF memberikan biaya produksi per ton produk baja yang hampir sama (sekitar 500

USD/ton), asalkan *hot metal* dari *blast furnace* langsung diolah di BOF dalam keadaan leleh tanpa didinginkan terlebih dahulu menjadi produk *pig iron* (fasa padat). Jika besi wantah dari *blast furnace* dicor dalam bentuk *pig iron*, maka energi akan dibutuhkan untuk memanaskan dan melebur kembali *pig iron* tersebut baik dengan menggunakan *electric furnace*, *induction furnace* atau tanur-tanur lainnya

sehingga biaya pembuatan baja dari *pig iron* ini menjadi lebih besar. Harga produk baja dalam bentuk baja tulangan (*rebar*) atau pelat baja canai panas (*hot rolling coil plate*) adalah lebih besar dari 650 USD/ton. Biaya pembuatan besi dan baja ini didominasi oleh biaya bahan baku bijih besi yang diikuti reduktor dan sumber energi.

Tabel 11. Biaya produksi baja dengan jalur proses RK-EAF (diolah kembali dari data www.steelonthenet^[9])

Item	Faktor	Satuan	Harga Satuan (USD)	Total (USD)
Besi tua	0,217	t	395,00	85,72
Ongkos kirim besi tua	1,085	t	5,00	5,43
Sponge Iron	0,960	t	301,37	289,32
Oksigen	15,000	m ³	0,20	3,00
Ferroalloy	0,011	t	1.250,00	13,75
Bahan imbuh	0,029	t	55,00	1,60
Elektroda	0,002	t	8.900,00	17,80
Refraktori	0,007	t	650,00	4,55
Overhead	1,000		8,60	6,45
Energi	-0,546	GJ	13,60	-7,43
Listrik	0,450	MWh	130,00	58,50
Tenaga kerja	0,577	m.hr	10,00	5,77
Depresiasi	1,000		21,05	21,05
Total (USD)				505,49

Tabel 12. Biaya produksi baja dengan jalur proses BF-BOF (diolah kembali dari data www.steelonthenet^[9])

Item	Faktor	Satuan	Harga Satuan (USD)	Total (USD)
Bijih besi	1,567	t	132,00	206,84
Ongkos kirim bijih besi	1,567	t	9,00	14,10
Coking coal	0,916	t	191,50	164,88
Ongkos kirim coking coal	0,916	t	13,00	11,91
Besi tua	0,141	t	395,00	55,70
Ongkos kirim besi tua	0,141	t	5,00	0,71
Oksigen	196,000	m ³	0,20	39,20
Ferroalloy	0,014	t	1.250,00	17,50
Bahan imbuh	0,527	t	55,00	28,99
Refraktori	0,009	t	866,67	7,80
Overhead	1,000		18,00	18,00
Penjualan "By-product"				-34,10
Energi panas	-7,980	GJ	13,60	-108,56
Listrik	0,133	MWh	130,00	17,29
Tenaga kerja	0,672	m.hr	10,00	6,72
Depresiasi	1,000		53,56	53,56
Total (USD)				500,53

KESIMPULAN DAN SARAN

Pada tahun 2010, produksi baja Indonesia adalah 3,66 juta ton sedangkan konsumsi baja adalah 10,14 juta ton sehingga sebagian besar baja masih diimpor (lebih dari 60%). Kapasitas produksi baja terpasang saat ini sekitar 5,7 juta ton. Pada tahun 2020 kebutuhan baja Indonesia diprediksi meningkat menjadi sekitar 20 juta ton. Dengan selesainya pembangunan pabrik baja terintegrasi oleh PT Krakatau POSCO, penambahan kapasitas produksi oleh PT Krakatau Steel dan ekspansi dari Gunung Group, kapasitas produksi baja pada tahun 2020 diperkirakan sekitar 14 juta ton. Hal ini mengindikasikan bahwa produksi baja masih belum mencukupi sehingga masih berpeluang untuk membangun pabrik baja dengan kapasitas 6-8 juta ton. Cadangan bijih besi Indonesia pada tahun 2010 adalah 140 juta ton yang didominasi oleh laterit (76%). Kegiatan eksplorasi harus ditingkatkan untuk menaikkan status potensi sumberdaya menjadi cadangan. Teknik-teknik pengolahan bijih besi laterit menjadi produk baja harus diteliti lebih lanjut untuk mendapatkan proses yang optimum dan efisien serta produk yang mempunyai nilai jual tinggi. Teknologi yang disarankan untuk mengolah bijih besi adalah *blast furnace* atau *rotary kiln*. Produk dari *rotary kiln (sponge iron)* diharapkan dapat mensubstitusi impor besi tua (*steel scrap*) yang saat ini diduga mengandung limbah B3. Kontribusi bahan baku bijih besi terhadap biaya produksi pembuatan besi dan baja adalah lebih besar dari 50%. Oleh karenanya, peningkatan nilai tambah bijih besi di dalam negeri harus dilakukan.

Pembangunan pabrik pembuatan besi dan baja membutuhkan listrik yang besar. Contoh : Jalur proses RK-EAF untuk skala 300 ribu ton per tahun membutuhkan listrik sekitar 55 MW. Oleh karenanya, pemerintah melalui MP3EI disarankan bersinergi lebih aktif dengan pengusaha

untuk membangun pembangkit listrik baru terutama di luar Jawa. Pemerintah seyogianya membuat kebijakan energi yang bijak untuk mendukung kemajuan industri dalam negeri. Produk samping dari industri besi baja, misal terak yang mempunyai nilai jual, masih dikategorikan sebagai limbah B3. Kajian yang mendalam sebaiknya dilakukan dalam mengklasifikasikan jenis limbah dari bahan-bahan sisa pengolahan dan peleburan di industri besi dan baja.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] <http://www.stahl-online.de>, Juni 2012, Stahl-Zentrum, Wirtschaftsvereinigung Stahl, Welterzeugung 1970/2011.
- [2] <http://www.worldsteel.org>, Worldsteel Association.
- [3] Ghosh, A., Chatterjee, A. 2010. Ironmaking and Steelmaking: Theory and Practice. New Delhi: PHI Learning Private Limited.
- [4] Indonesian Iron and Steel Industry Association (IISIA) Directory. 2012.
- [5] Pardiarto, B. 2011. Peluang Bijih Besi dalam Pemenuhan Kebutuhan Komoditas Mineral Strategis Nasional. Buletin Sumber Daya Geologi, Volume 6 Nomor 2.
- [6] Haryadi, H., Saleh, R. 2012. Analisis Keekonomian Bijih Besi Indonesia. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 1:1-61.
- [7] <http://www.ani.or.id>.
- [8] Jorgenson, J.D. 2012. US Geological Survey, Mineral Commodity Summaries: Iron Ore.
- [9] <http://www.steelonthenet.com>.
- [10] <http://www.meps.co.uk>.
- [11] <http://www.midrex.com>.
- [12] <http://economictimes.indiatimes.com>
- [13] <http://www.infomine.com>.
- [14] Feinman, J., Mac Rae, D.R. 1999. Direct Reduced Iron: Technology and Economics of Production and Use. USA: Iron and Steel Society.

- [15] Chatterjee, A. 2010. Hotmetal Production by Smelting Reduction of Iron Oxide. New Delhi: PHI Learning Private Limited.

RIWAYAT PENULIS

Zulfiadi Zulhan, lahir di Aceh Utara, S1 Option Metalurgi Teknik Pertambangan ITB, S2 Rekayasa Korosi Teknik Pertambangan ITB, S3 Institute for Ferrous Metallurgy, RWTH Aachen Germany. Mendapat Ludwig von Bogdandy – prize award pada tahun 2006 dan Borchersplakette - award pada tahun 2008 dari RWTH Aachen Germany. Bekerja sebagai metallurgist di SIEMENS VAI Metals Technologies GmbH Duisburg Germany pada tahun 2006-2009. Dosen tetap di Program Studi Metalurgi FTTM-ITB.

KUPOLA UDARA PANAS UNTUK MEMPRODUKSI NPI (*NICKEL PIG IRON*) DARI BIJIH NIKEL LATERIT

Edi Herianto dan Rahardjo Binudi

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan Banten

E-mail : ediherinta55@yahoo.com, edih001@lipi.go.id.

Masuk tanggal : 21-05-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

KUPOLA UDARA PANAS UNTUK MEMPRODUKSI NPI (NICKEL PIG IRON) DARI BIJIH NIKEL LATERIT. Produksi NPI (nickel pig iron) dapat dilakukan dengan kupola udara panas. Cara ini dapat menggantikan produksi NPI dengan tanur tiup (blast furnace) yang rumit dan membutuhkan investasi yang besar. Produksi NPI dengan kupola udara panas lebih menekankan pada proses peleburan dibanding dengan gabungan proses reduksi dan peleburan yang terjadi pada tanur tiup. Proses peleburan murni pada kupola udara panas dapat memberi setidaknya tiga keuntungan. Pertama, cara ini memungkinkan kadar nikel dalam NPI yang lebih tinggi dibanding NPI produk tanur tiup, ini disebabkan karena sebagian besi dapat dimasukkan kedalam terak, sehingga rasio nikel terhadap besi dalam NPI meningkat. Kedua, terjadinya penghematan kokas karena pembakaran sempurna yang terjadi dalam kupola menghasilkan panas lebih banyak dibandingkan reduksi yang menghasilkan gas karbon monoksida. Dan ketiga, peleburan dengan kupola ini memungkinkan penggunaan kokas kualitas lebih rendah dibandingkan dengan tanur tiup. Ketiga kelebihan di atas akan menurunkan biaya produksi NPI ke tingkat yang lebih ekonomis. Digabung dengan kesederhanaan proses dan biaya investasi yang rendah, produksi NPI dengan kupola udara panas dapat menjadi solusi ideal untuk pengolahan bijih nikel laterit, khususnya dari jenis limonitik.

Kata kunci : NPI, Nikel, Kupola udara panas, Laterit

Abstract

HOT BLAST CUPOLA TO PRODUCE NICKEL PIG IRON (NPI) OF NICKEL LATERITE ORE..
Production NPI (nickel pig iron) can be done with hot blast cupola. This method can replace the blast furnace production of NPI which is complicated and requires a large investment. Production of NPI in hot blast cupola give more emphasis on melting process than with a combined melting and reduction process that occurs in the blast furnace. Basically, the use of hot blast cupola in NPI production will give at least three advantages. First, this method allows the levels of nickel content in NPI become higher than blast furnace products. This is because some of the iron can be incorporated into the slag, so that the ratio of nickel to iron in the NPI increases. Second, the savings due to coke combustion that produces carbon monoxide gas in blast furnace. And third, smelting with hot blast allow the use of lower quality coke compared to the blast furnace smelting. The above advantages will reduce costs to a level that NPI production become more economical. Combined with the simplicity and low investment costs, production of NPI with hot air cupola can be the ideal solution for the processing of nickel laterite ore, particularly of the limonitic type

Key words : NPI, Nickel, Hot blast cupola, Laterite

PENDAHULUAN

NPI (*nickel pig iron*) pertama dikenalkan di China sekitar tahun 2007 dimana saat itu harga logam nikel di pasaran dunia melambung sangat tinggi, hingga mencapai berkisar Rp 500.000 per

kg. Pada saat itu China membuat NPI dengan teknologi tanur tiup (*blast furnace*) menggunakan bijih nikel laterit terutama yang berasal dari Indonesia^[1].

Produk NPI yang dihasilkan mengandung logam Nikel berkisar antara 4 – 15%. Produk NPI ini terutama di

manfaatkan untuk membuat baja tahan karat stainless steel kadar rendah (AISI seri 20X), pada saat ini permintaan pasar cukup tinggi. Secara teoritis kandungan nikel untuk *stainless steel* seri SS 203 mengandung nikel antara 4 – 6%, untuk SS 304 mengandung nikel antara 8 – 10,5% seperti ditunjukkan pada Tabel 1. Karakteristik contoh produk stainless steel^[2]. Sehingga NPI yang dihasilkan dapat di buat untuk *stainless steel* seri SS 202, SS 304, dengan menambahkan unsur pemandu utama yang dibutuhkan seperti Cr dan Mn, dan sisanya adalah besi. Teknologi *blast furnace* sampai saat ini boleh dibilang masih merupakan teknologi alternatif yang sangat efisien untuk membuat NPI, apalagi jika terintegrasi dengan pabrik pembuatan *stainless steel*.

Namun di pasaran China harga NPI berbeda-beda, sangat tergantung dengan kandungan logam nikel di dalam NPI tersebut. Saat ini di pasaran China berkembang harga NPI tergantung kandungan nikel dengan kategori Nikel antara 3 - 5%, Nikel antara 6 – 8% dan Nikel antara 9 – 15%. Melihat kenyataan ini di China untuk industri kecil dan menengah pembuatan NPI mereka kembangkan dengan kupola dengan menggunakan udara panas, dengan kupola ini kandungan logam nikel yang masuk ke dalam NPI akan lebih banyak karena sebagian besi masih berupa oksida akan lebur masuk dan masuk kedalam slag karena kupola tidak di rancang untuk mereduksi tapi untuk melebur, dimana umpan nikel laterit sebelum masuk kedalam kupola logam nikelnya sudah direduksi dalam bentuk sinter sedangkan besi direduksi sekitar 50 - 60%, sehingga dengan kondisi ini kandungan nikel yang masuk ke dalam NPI akan menjadi lebih tinggi. Beda halnya jika membuat NPI dengan menggunakan tanur tiup semua besi akan tereduksi menjadi besi dan semuanya akan masuk kedalam NPI dengan demikian maka kandungan nikel di dalam NPI akan kecil.

Tabel 1. Karakteristik contoh produk stainless steel

AISI	Kandungan , persen berat					
	C (maks)	Mn	Cr	Ni	N	Cu
201	0,15	5,50 - 6,50	16 - 18	3,5 - 5,5	0,25 maks.	-
203	0,15	7,5 - 10,0	17 - 19	4,0 - 6,0	0,25 maks.	-
204	0,15	6,5 - 9,0	15,5 - 17,5	1,5 - 3,5	0,05 - 0,25	2,0 - 4,0
205	0,12 - 0,25	14 - 15,5	16,5 - 18,0	1,0 - 1,75	0,32 - 0,40	-
304	0,08	2,0 maks.	18,0 - 20,0	8,0 - 10,5	-	-

Tanur Tiup

Tanur tiup selama ini dikenal dengan teknologi konvensional yang digunakan untuk melebur bijih besi menjadi besi cor atau lebih dikenal pig iron. Bahan bakar sekaligus bahan reduktor digunakan kokas atau arang kayu, sedangkan bijih besi yang diumpankan berupa bongkahan dengan diameter antara 2 – 5 cm. Namun dengan perkembangan kebutuhan logam nikel dan aplikasinya dalam industry baja dan stainless steel yang semakin meningkat maka China mengembangkan penggunaan tanur tiup untuk melebur bijih nikel laterit menjadi NPI (nickel pig iron).

Bahan baku yang digunakan berupa bijih nikel laterit dan menggunakan bahan reduktor kokas. Penggunaan tanur tiup sampai saat ini dapat dikatakan teknologi konvensional yang paling ekonomis, karena penggunaan energi yang cukup efisien. Energi yang dihasilkan berasal dari reaksi antara bahan reduktor (C) dan oksigen (O₂) yang berlangsung secara *counter current*, sehingga transfer panas maupun reduksi gas CO terhadap raw material berlangsung cukup baik, sedangkan gas CO sisa yang dihasilkan pada bagian atas furnace dimanfaatkan sebagai sumber energi, salah satunya dimanfaatkan sebagai pemanasan udara untuk disuplai ke dalam tanur melalui

tuyere, juga dimanfaatkan untuk pembuatan sinter bijih nikel laterit.

Bijih nikel laterit yang berupa bijih halus sebelum diumpankan kedalam tanur harus dibuat sinter terlebih dahulu, menggunakan mesin sinter yang teknologinya juga cukup sederhana. Dimana bijih dipanaskan mencapai temperatur sekitar 1200 °C – 1400 °C dengan bahan bakar gas CO sisa dari oksidasi kokas didalam tanur tiup, proses pembuatan sinter ditampilkan pada Gambar 1, sedangkan produk sinter ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 1. Proses pembuatan sinter^[3]



Gambar 2. Sinter bijih nikel laterit^[3]

Oksidasi karbon dan udara terjadi di daerah *tuyere* menghasilkan gas karbon monoksida (CO), selanjutnya gas CO ini naik keatas dan kontak dengan oksida nikel dan oksida besi yang diumpankan dari atas menuju kebawah, adapun mekanisme

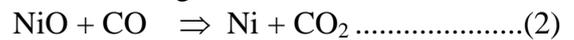
reaksinya terlihat pada reaksi 1, 2, 3, 4 dan 5^[4-5].



Gas CO yang dihasilkan akan naik ke atas dan kontak dengan oksida nikel dan oksida besi seperti terlihat pada mekanisme reaksi 2, 3, 4 dan 5.

Adapun mekanisme reaksi yang terjadi sebagai berikut :

Mereduksi logam Ni^[5],

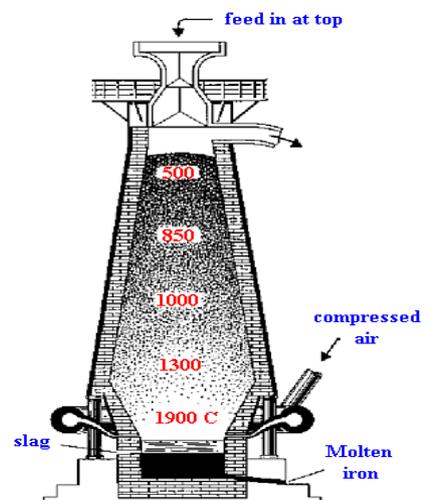


Mereduksi logam Fe^[4],

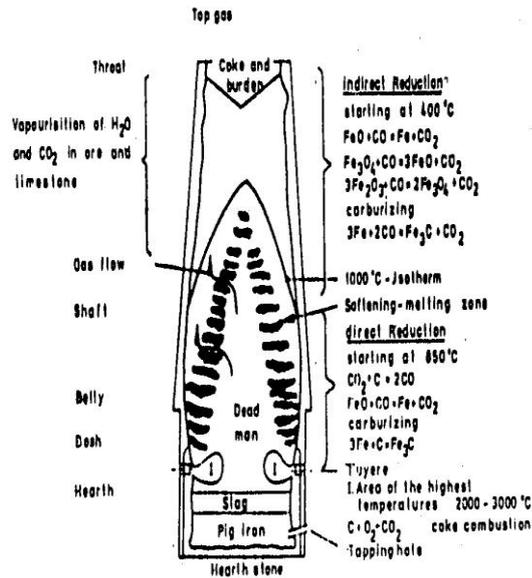


Dari mekanisme reaksi yang terjadi di dalam tanur tiup, maka dipastikan semua oksida besi akan menjadi logam besi seperti terlihat pada reaksi (5), dengan demikian dapat dipastikan pula semua logam besi masuk kedalam *pig - NPI* dan kondisi ini tentunya akan memperkecil kandungan nikel di dalam *pig - NPI*.

Untuk profil pendistribusian gas dan reaksi secara keseluruhan proses yang terjadi dalam tanur tiup ditampilkan pada Gambar 3 dan Gambar 4 berikut:



Gambar 3. Pendistribusian gas di dalam tanur^[6]



Gambar 4. Detail proses peleburan bijih besi di dalam tanur tiup^[7]

Proses produksi berlangsung kontinyu selama 24 jam/hari di dalam tanur tiup. Rentang temperatur yang terjadi di dalam tanur tiup dapat diuraikan sebagai berikut, temperatur pada daerah pengumpulan (*throat*) terjadi pada temperatur 200 – 350 °C, kemudian turun di daerah *stack* atas temperatur berkisar antara 400 – 500 °C.

Kemudian didaerah *stack* tengah temperatur naik lagi sekitar 450 – 700 °C dan masuk ke *stack* bawah temperatur naik lagi sekitar 700 – 1200 °C. Di daerah ini oksida nikel sudah terjadi reduksi secara sempurna menghasilkan logam nikel, sedangkan oksida besi reduksi sempurna terjadi di daerah *belly*. Turun di daerah *belly* temperatur sekitar 1200 – 1400 °C. Selanjutnya oksida logam yang telah tereduksi sempurna masuk kedaerah *bosh* tempat berlangsungnya pembakaran karbon dengan oksigen, di daerah ini temperatur dapat mencapai sampai 1700 °C – 1900 °C, dan disini pun terjadi peleburan logam nikel maupun besi yang selanjutnya di tampung di daerah *hearth*. Proses ini sama untuk memproduksi *pig iron* dari bijih besi maupun NPI dari bijih nikel laterit, yang berbeda hanya preparasi pada bahan baku.

NPI yang dihasilkan dari tanur tiup mempunyai kandungan nikel yang rendah dan kandungan besi tinggi, meskipun dari bahan baku kandungan nikel yang tinggi. Pengembangan pembuatan NPI dengan kupola menggunakan udara panas, diharapkan kandungan logam nikel yang masuk ke dalam NPI akan lebih tinggi karena sebagian besi masih berupa oksida dan akan menjadi slag karena kupola tidak di rancang untuk mereduksi tapi untuk melebur, dimana umpan nikel laterit sebelum masuk ke dalam kupola logam nikelnya sudah direduksi dalam bentuk sinter sedangkan besi tereduksi sebagian, sehingga dengan kondisi ini kandungan nikel NPI kupola udara panas lebih tinggi dibandingkan dengan NPI hasil tanur tiup.

Kupola dan Kupola Udara Panas

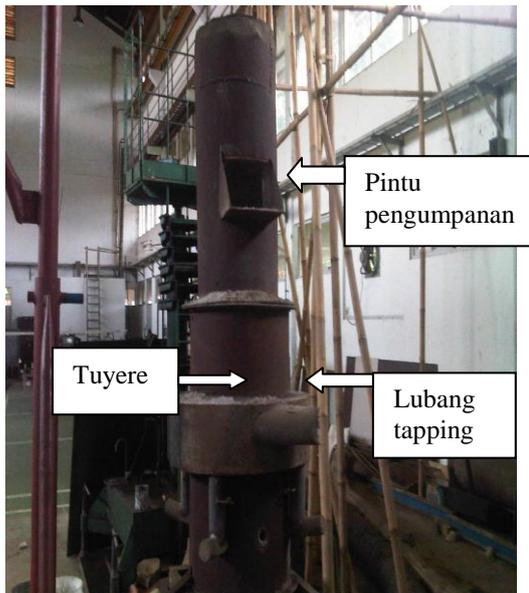
Kupola

Kupola selama ini dikenal di industri pengecoran untuk melebur logam ataupun scrap logam menjadi produk cor. Desain kupola sangat sederhana, dimana bagian luar (*shell*) berbentuk silinder vertikal yang terbuat dari plat baja dan bagian dalamnya di lapiasi dengan bata tahan api. Prosesnya mirip dengan *blast furnace* yaitu secara *counter current*, dimana bahan baku yang berupa besi cor, *scrap* baja, kokas dan bahan imbuah berupa kapur di umpankan dari atas dan dari bawah ditiupkan udara atmosfer (udara dingin) melalui *tuyere*. Untuk bentuk dan profil dari kupola di tampilkan pada Gambar 5 dan Gambar 6.

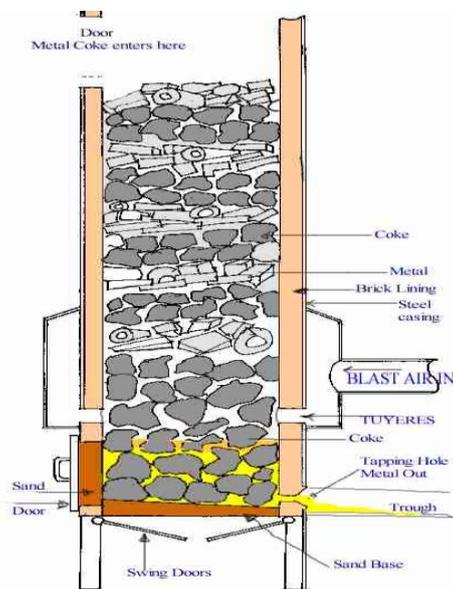
Konstruksi dari kupola secara umum di bagi menjadi empat bagian utama yang meliputi :

1. Bagian pemanasan, yaitu bagian dari pintu pengisian sampai di daerah logam mulai cair.
2. Daerah peleburan, yaitu bagian diatas *tuyere* dimana logam mulai mencair.
3. Daerah pencairan, yaitu daerah mulai terjadi pelehan sampai rata di daerah *tuyere*.

4. Daerah krus, yaitu daerah tempat penampungan logam dan terak cair.



Gambar 5. Kupola [8]



Gambar 6. Profile Kupola [9]

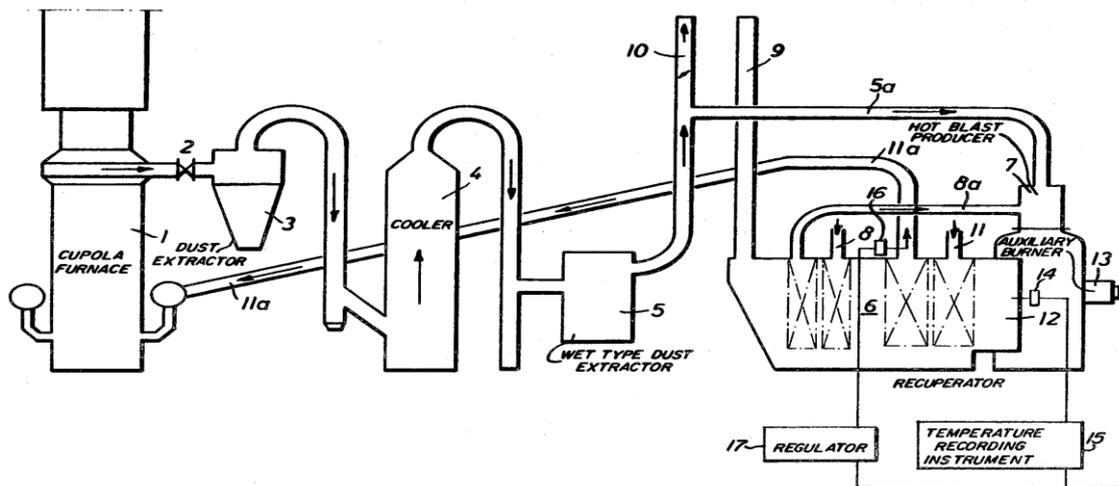
Kupola dirancang untuk melebur logam, sehingga tinggi efektif dari kupola tidak begitu tinggi, berbeda dengan tanur tiup yang memang di rancang untuk mereduksi oksida logam dan daerah pencairan. Di dalam kupola yang utama dibutuhkan reaksi oksidasi karbon (C) dengan oksigen (O_2) yang menghasilkan

energi seperti reaksi berikut, $2C + O_2 \Rightarrow 2CO \quad \Delta H = - 26,4 \text{ kkal}$. Namun reduksi juga bisa terjadi mengingat terbentuknya gas CO yang terbentuk jika adanya oksida logam di dalam kupola namun kondisi tidak begitu besar, karena tinggi efektif di dalam kupola tidak cukup untuk melakukan reduksi secara sempurna.

Kupola Udara Panas

Kupola udara panas juga sudah banyak yang mengembangkannya dan telah lama dilakukan seperti halnya paten Amerika Serikat tahun 1968 yang terlihat pada Gambar 7, namun kupola tersebut masih digunakan untuk industri pengecoran logam. Alasan penggunaan kupola udara panas semata-mata hanya untuk lebih mengefisienkan penggunaan bahan bakar (kokas) serta memperbaiki cairan logam, karena panas yang di hasilkan dari oksidasi karbon dengan oksigen akan semakin baik. Perancangan *hot blast* kupola sama halnya dengan tanur tiup yaitu pemanfaatan gas CO sisa hasil pembakaran untuk memanaskan udara yang akan di tiupkan ke dalam *furnace* melalui *tuyere*, dimana kondisi ini dapat terjadi karena adanya pembakaran gas CO dengan udara (O_2) menjadi CO_2 yang menghasilkan energi.

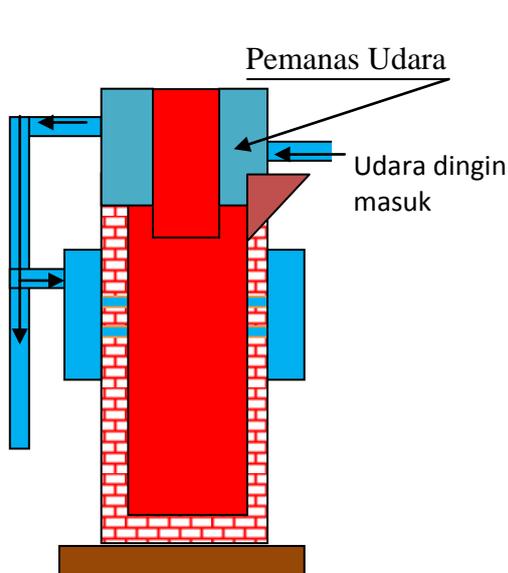
Paten kupola udara panas pada Gambar 7, pemanas udara di lakukan di bagian lain seperti halnya tanur tiup biasa disebut *recuperator* sedangkan di tanur tiup bernama *stove*, dimana tujuannya sama-sama untuk memanaskan udara sebelum di tiupkan ke dalam tanur melalui *tuyere*. Beda halnya dengan kupola udara panas yang dikembangkan di China, alat ini dikembangkan khusus untuk membuat NPI dari bijih nikel laterit. Pemanasan udara dibuat pada bagian atas kupola sehingga peralatan yang di rancang tidak terlalu banyak ataupun terlalu rumit seperti halnya pemanas udara yang digunakan *recuperator*. Tentunya alat ini lebih efisien karena pemanasan udara langsung memanfaatkan panas hasil pembakaran yang terjadi di dalam kupola .



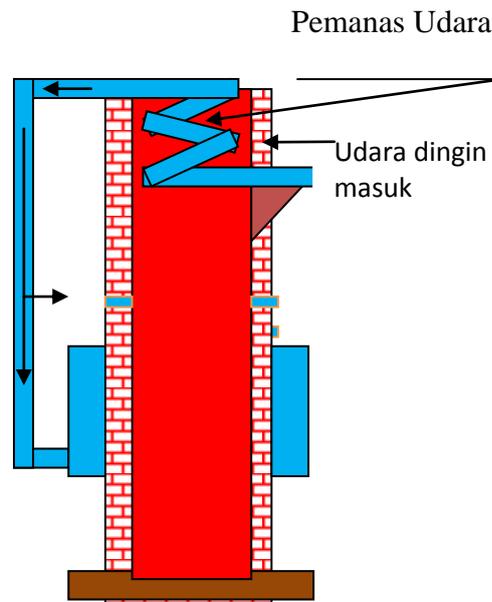
Gambar 7. Kupola udara panas (Paten no.3389897, June 25, 1968, United States Patent)

Melihat kupola udara panas yang di rancang dan dikembangkan di China baik di lokasi fabrikasi dan konstruksi maupun pengamatan langsung pada saat proses produksi yang sedang berlangsung, masih terlihat adanya kelemahan-kelemahan, yang masih dapat di sempurnakan, terutama di bagian atas untuk pemanasan udara, sehingga transfer panas yang terjadi dengan udara dingin lebih maksimal.

Penyempurnaan pemanas udara pada bagian atas kupola ini telah di rancang bersama-sama oleh para peneliti di Bidang Rekayasa Metalurgi, Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI di Serpong, dimana hasil perancangan ini sedang di ajukan untuk memperoleh hak Paten. Secara garis besar kupola udara panas yang di gunakan di China maupun hasil penyempurnaan di tampilkan pada Gambar 8 dan Gambar 9.



Gambar 8. Kupola udara panas di China

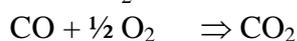
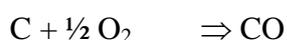


Gambar 9. Modifikasi pemanas udara pada kupola udara panas (dalam proses paten)

Kupola udara panas yang di rancang di China memiliki volume effective minimal 5 m³ dan terbesar 15 m³. Untuk kapasitas ini telah banyak yang beroperasi dan sukses untuk membuat NPI dari bijih nikel laterit. Bahan baku berupa nikel laterit sebagai umpan ke dalam kupola sebelumnya dilakukan sinter, selama proses sinter terjadi oksida nikel mengalami reduksi sempurna sedangkan oksida besi di jaga supaya tidak terjadi reduksi sempurna, berdasarkan data dari proses produksi menggunakan kupola udara panas di China reduksi maksimal untuk oksida besi maksimal 65% oksida besi yang tereduksi menjadi logam besi sisanya masih berupa oksida besi, pada saat di lebur oksida besi ini masuk kedalam *slag*, sehingga logam nikel yang masuk kedalam NPI lebih besar jika di bandingkan dilebur atau diproses menggunakan tanur tiup.

Sesuatu yang menarik dari modifikasi kupola biasa yang menggunakan udara dingin dengan kupola yang menggunakan udara panas (kupola udara panas) adalah pada pemanfaatan energi sisa untuk langsung digunakan memanaskan udara dingin, sehingga diharapkan gas CO yang terbentuk seminimal mungkin di buang ke udara bebas sehingga di perlukan *tuyere* bertingkat. Karena di *tuyere* terjadi reaksi oksidasi antara carbon dan oksigen, namun dalam kondisi kekurangan udara maka terjadi pembakaran tidak langsung yang menghasilkan gas karbon monoksida.

Karena kupola tidak di desain untuk mereduksi oksida dengan menggunakan gas CO, maka gas CO yang terbentuk di uraikan lagi menggunakan oksigen melalui *tuyere* pada tingkat kedua menjadi gas karbon dioksida (CO₂). Seperti mekanisme reaksi berikut ^[5].



Energi yang dihasilkan dari reaksi tersebut cukup besar sehingga proses yang

dilakukan menggunakan kupola udara panas dengan *tuyere* bertingkat akan menghemat pemakaian bahan reduktor. Untuk pemakaian rasio bahan baku yang digunakan di China, komposisi bahan baku dan produk NPI yang dihasilkan dari kupola udara panas ditampilkan pada tabel 1 tabel 2 dan tabel 3^[10]. Contoh kupola udara panas dan proses pencetakan NPI dari kupola udara panas di tampilkan pada Gambar 10 dan Gambar11.



Gambar 10. Kupola udara panas di China^[11]



Gambar 11. Peleburan bijih nikel laterit menjadi NPI di China

Tabel 1. Komposisi bahan baku umpan

Material	Nilai	Satuan
Kokas	100	Kg
Bijih Nikel	300 – 450	Kg
Terak Si	15	Kg
Kapur	15	kg

Tabel 2. Analisa bahan baku

Jenis	Komposisi (%)				
	Ni	TFe	S	P	SiO ₂
Bijih Nikel Indonesia	1,61	20,62	0,018	0,035	14,02

Tabel 3. Analisa produk NPI

Jenis	Komposisi (%)					
	Ni	C	S	P	Si	Mn
Bijih Nikel Indonesia	8,9	3,63	0,046	0,063	1,51	0,063

Simulasi proses produksi NPI menggunakan nikel laterit Indonesia, hasil perhitungan di tampilkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Simulasi pengolahan nikel laterit di Indonesia

Komposisi Nikel Laterit (%)		Kebutuhan Nikel Laterit per ton produk (Ton) Dengan kadar air 30 %	Kandungan nikel di dalam NPI (%) (Megguna kan tanur tiup)	Kandungan nikel di dalam NPI (%) (Megguna kan kupola udara panas)
Ni	TFe			
1	30	4,065	2,85	3,90
1,3	20	6,707	5,00	6,69
1,5	18	7,326	6,09	8,18
1,6	16	8,117	7,04	10,30
1,8	15	8,503	8,24	12,09
2	15	8,403	9,03	12,87

KESIMPULAN

Peleburan bijih nikel laterit menggunakan kupola udara panas sangat cocok untuk dikembangkan di Indonesia, dengan beberapa pertimbangan, diantaranya :

1. Kapasitas desain tidak terlalu besar, sehingga cocok di tempatkan di wilayah-wilayah terpencil di dekat

tambang, sehingga efisiensi transport bahan baku cukup kecil.

2. Harga per unit peralatan tidak terlalu mahal, untuk kupola udara panas dengan kapasitas 15 m³ atau menghasilkan NPI setara dengan 13-15 ton per hari, dibutuhkan biaya berkisar 25 milyar rupiah.
3. Cukup efektif, karena bahan bakar yang digunakan berupa kokas.
4. Tidak dibutuhkan sumber energi listrik yang besar namun dapat digunakan generator set dengan kapasitas 250 KVA.
5. Efisiensi proses cukup tinggi, dengan menghasilkan kandungan nikel lebih tinggi jika dibandingkan dengan menggunakan tanur tiup.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Edi Herianto. 2008., *Peleburan Bijih Nikel Laterit Menggunakan Blast Furnace, Pelajaran Dari China*". Majalah Metalurgi Volume 23 no.2, Desember 2008.: 107-111.
- [2] Kruger, P., Silva, C.A, Viera, C. B., Araujo, F.G.S., Seshadri V. 2010., *Relevant Aspects Related to Production of Nickel Alloys (Pig Iron Containing Nickel) in Mini Blast Furnaces*". Ferro Nickel Smelting, Twelfth International Ferroalloy Congress Sustainable Future, June 6 – 9. Helsinki, Finland: p. 671 – 680.
- [3] Dokumentasi Edi Herianto. 2007., *Kunjungan ke Pabrik Blast Furnace Untuk Melebur Bijih Nikel Kadar Rendah di China*". Shandong Golden-nickel Industry and Trade Co. Ltd.
- [4] Biswas. 2004., *Principles of Blast Furnace Ironmaking*". Cootha Publishing House, Brisbane, Australia.
- [5] Coudurier L, Hopkins. D. W, Wilkomirsky I. 1985., *Fundamentals Of Metallurgical Processes 2nd Edition*". International Series On

- Materials Science and technology.
Volume 27.
- [6] <http://wwwchem.uwimona.edu.jm/courses/blast.html>, *Extraction of Iron in a Blast Furnace*.
- [7] George D.W.R, Daneliak N, Dawhaniuk W.P, Gladysz C.W, Lu W.K, Peart, J.A and Walker G.H. 1978., *Blast Furnace Iron Making*". Volume Two, Mc.Master University, Hamilton. Ontario, Canada.
- [8] Dokumentasi Edi Herianto. 2012. puslit Metalurgi – LIPI.
- [9] http://www.hdowns.co.uk/hdweb_melting_page.htm., H.downs and sons.Ltd, iron founders.
- [10] Paten no.3389897, June 25, 1968, United States Patent)
- [11] Edi Herianto. 2012., *Mini Blast Furnace Sebagai Teknologi Alternatif Pengolahan Nikel Laterit di Indonesia*". Prosiding Indonesian Process Metallurgy. Bandung.

RIWAYAT PENULIS

Edi Herianto, dilahirkan di Jambi 16 Mei 1964, selesai S1 Teknik Kimia dari Universitas Sriwijaya (UNSRI) tahun 1989. Tahun 1990 sampai 1996 bekerja di UPT. Peleburan Bijih Besi Lampung (Blast Furnace) – LIPI, tahun 1997 sampai sekarang bekerja di Puslit Metalurgi – LIPI, sebagai staf Peneliti. Tahun 1997 mengikuti training pengolahan limbah Industri, rumah sakit dan domestik di MIYAMA, Co, Ltd, Jepang. Kunjungan ke beberapa Industri Peleburan Bijih Besi, Nikel Laterit, Tembaga di Negara Jepang dan China.

INTERDIFUSI EFEKTIF-FUNGSI KONSENTRASI DI DALAM PADUAN TERNER Ni-Re-X (X=Ru, Co)

Efendi Mabruri

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan Banten

E-mail : effe004@lipi.go.id, efendi_lipi@yahoo.com

Masuk tanggal : 09-04-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

INTERDIFUSI EFEKTIF-FUNGSI KONSENTRASI DI DALAM PADUAN TERNER Ni-Re-X (X=Ru, Co). Tulisan ini berkaitan dengan penelaahan perilaku interdifusi unsur refraktori Re dengan unsur-unsur penting lain di dalam *superalloy* berbasis nikel dengan mengases koefisien interdifusi efektif sebagai fungsi konsentrasi, \tilde{D}_i^{eff} di dalam paduan terner Ni-Re-X (X= Ru, Co). Hasil asesmen menunjukkan bahwa harga koefisien interdifusi efektif untuk Re lebih rendah dibandingkan dengan koefisien interdifusi efektif untuk Ru dan Co berdasarkan urutan $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$. Gradien konsentrasi Re mempunyai pengaruh yang lebih besar terhadap $\tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}}$ atau $\tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$ dibandingkan dengan pengaruh gradien konsentrasi masing-masing unsur (Ru, Co). Sebaliknya, koefisien interdifusi efektif $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}}$ relatif tidak dipengaruhi oleh gradien konsentrasi Ru dan Co pada masing-masing sistem. Perilaku interdifusi ini merefleksikan bahwa ikatan antar atom Ru-Re atau Co-Re lebih besar dibandingkan ikatan antar atom Ni-Ru atau Ni-Co

Kata kunci : Interdifusi efektif, Superalloy berbasis nikel, Unsur refraktori, Nikel-rhenium, Ruthenium, Kobal

Abstract

CONCENTRATION-DEPENDENT EFFECTIVE INTERDIFFUSION IN Ni-Re-X (X=Ru, Co) TERNARY ALLOYS. This paper is addressed to the study of interdiffusion behaviour of refractory element Re with other important elements in nickel based superalloys by assessing the concentration dependence-effective interdiffusion coefficients \tilde{D}_i^{eff} in the ternary systems of Ni-Re-X (X= Ru, Co). The assesment results showed that the effective interdiffusion coefficient for Re was smaller than that for Ru and Co in the order of $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$. The concentration gradient of Re had a larger influence on $\tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}}$ and $\tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$ than the own concentration gradient of Ru and Co, respectively. On the other hand, the effective interdiffusion coefficient of Re, $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}}$ was not influenced by the concentration gradient of Ru and Co in the respective system. This interdiffusion behaviour reflects that the atomic bond of Ru-Re and Co-Re is larger compared to that of Ni-Ru and Ni-Co, respectively.

Key words : Effective interdiffusion, Nickel based superalloys, Refractory element, Nickel-rhenium, Ruthenium, Cobalt

PENDAHULUAN

Superaloy nikel berkristal tunggal digunakan untuk komponen yang beroperasi pada suhu tinggi dan beban yang tinggi serta di dalam lingkungan yang korosif seperti pada aplikasi turbin gas. Di

dalam superaloy nikel berkristal tunggal yang modern terdapat sekitar sepuluh unsur pepadu yang terkandung di dalam paduan untuk memenuhi sifat-sifat mekanik yang dibutuhkan dan untuk menjamin stabilitas struktur mikro pada suhu tinggi. Unsur-unsur ini meliputi Al,

Ti, Cr, Co, Mo, Nb, Ta, W, Re dan Ru. Tiga unsur-unsur terakhir adalah sangat penting di dalam superalloy nikel berkristal tunggal yang modern karena unsur-unsur ini secara dramatis meningkatkan sifat-sifat mekanik dan kestabilan struktur mikro paduan^[1-5].

Di dalam paduan yang kompleks seperti ini, informasi tentang perilaku unsur-unsur pepadu sangat dibutuhkan untuk dapat menjelaskan peristiwa-peristiwa suhu tinggi yang dialami oleh paduan. Dalam hal ini, kecepatan interdifusi merupakan salah satu data yang penting yang harus diestimasi. Sebagai contoh terjadinya deformasi mulur (*creep*) tergantung dari kecepatan pengaturan secara difusi pada inti dislokasi dan pembesaran ukuran terarah fasa γ atau *rafting* membutuhkan transportasi masa pada skala periodisasi fasa γ ^[6-8]. Kemudian telah ditunjukkan pula bahwa kinetika perbesaran (*coarsening*) fasa γ pada superalloy berbasis nikel yang mengandung Ru dan atau Re dikontrol oleh difusi^[9]. Sementara itu beberapa hasil percobaan mengenai interdifusi di dalam paduan nikel terner telah dipublikasikan oleh penulis^[9-12].

Untuk paduan terner, penentuan empat difusivitas matriks (\tilde{D}_{11}^3 , \tilde{D}_{22}^3 , \tilde{D}_{12}^3 dan \tilde{D}_{21}^3) dibutuhkan dua jenis kopel difusi yang memiliki profil konsentrasi yang berpotongan pada konsentrasi tertentu. Dibutuhkan kopel difusi dalam jumlah yang banyak untuk menentukan ketergantungan koefisien interdifusi terhadap konsentrasi unsur. Untuk menggantikan empat difusivitas matriks pada sistem terner, Dayananda^[13] mengembangkan metode dengan menentukan koefisien interdifusi efektif rata-rata setiap unsur pada selang komposisi tertentu dari profil konsentrasi dari hanya satu kopel difusi. Ketergantungan terhadap konsentrasi dari koefisien interdifusi efektif ini dapat dilakukan dengan menentukan koefisien ini pada beberapa selang komposisi yang kecil di dalam suatu profil konsentrasi. Tulisan ini akan melaporkan perilaku

interdifusi Re dengan Ru dan Co di dalam paduan nikel terner dengan mengases koefisien interdifusi efektif sebagai fungsi konsentrasi yang dikembangkan oleh Dayananda^[13].

Penentuan Koefisien Interdifusi Efektif

Di dalam penelitian ini, penentuan koefisien interdifusi efektif dilakukan dengan mengadopsi metoda yang dikembangkan oleh M. Dayananda dkk^[13]. Di dalam sistem paduan terner, koefisien interdifusi efektif didefinisikan oleh persamaan (1) dan dihubungkan dengan elemen-elemen matrik difusivitas^[13]:

$$\tilde{D}_i^{\text{eff}} = \tilde{D}_{ii}^k + \tilde{D}_{ij}^k \frac{\partial C_j / \partial x}{\partial C_i / \partial x} \quad \dots\dots\dots(1)$$

di mana i atau $j=1,2$ menyatakan komponen-komponen terlarut dan $i \neq j$, sedangkan $k (\neq i, j)$ menyatakan komponen pelarut. \tilde{D}_{ii}^k menyatakan koefisien interdifusi mayor, \tilde{D}_{ij}^k menyatakan koefisien interdifusi minor. $\frac{\partial C_i}{\partial x}$ and $\frac{\partial C_j}{\partial x}$ masing-masing menyatakan gradien konsentrasi komponen i dan j . Koefisien interdifusi mengandung koefisien interdifusi mayor dan minor dan mengilustrasikan multi-interaksi difusi dari komponen-komponen di dalam sistem difusi.

Penentuan koefisien interdifusi efektif rata-rata untuk sebuah selang komposisi yang kecil Δc di dalam profil konsentrasi dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan berikut^[13]:

$$\tilde{D}_{i,\Delta c}^{\text{eff}} = \frac{\tilde{J}_i(x_1)(x_1 - x_0) - \tilde{J}_i(x_2)(x_2 - x_0)}{C_i(x_2) - C_i(x_1)} + \frac{\int_{C_i(x_1)}^{C_i(x_2)} (x - x_0)^2 dC_i}{2t(C_i(x_2) - C_i(x_1))} \quad (2)$$

di mana $\tilde{J}_i(x_1)$ dan $\tilde{J}_i(x_2)$ masing-masing menyatakan fluks interdifusi komponen i pada posisi x_1 dan x_2 di dalam daerah difusi, x_0 menyatakan posisi

bidang matano, t untuk waktu difusi, $C_i(x_1)$ dan $C_i(x_2)$ masing-masing menyatakan konsentrasi pada x_1 dan x_2 .

Bidang Matano adalah sebuah bidang yang membagi jumlah massa yang sama untuk berdifusi melintasinya ke sebelah kiri dan ke sebelah kanan dari posisi awal^[14]. Bidang Matano dan fluks interdifusi masing-masing dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$\int_{C_i^-}^{C_i^+} (x - x_0) dC_i = 0 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\tilde{J}_i = \frac{1}{2t} \int_{C_i^+ \text{ or } C_i^-}^{C_i(x)} (x - x_0) dC_i \quad \dots\dots\dots(4)$$

Dari persamaan (2) dapat kita lihat bahwa dengan membuat selang yang cukup kecil antara x_1 and x_2 , koefisien interdifusi efektif sebagai fungsi konsentrasi dapat ditentukan.

Sedangkan untuk sistem biner, koefisien interdifusi \tilde{D} diestimasi menggunakan metoda of Sauer dan Freise^[15] melalui penggunaan persamaan berikut:

$$\tilde{D} = (1/2t)(dx/dY_i) \left[(1 - Y_i) \int_{-\infty}^x Y_i dx + Y_i \int_x^{+\infty} (1 - Y_i) dx \right] \quad \dots(5)$$

di mana $Y_i = (C_i - C_i^-)/(C_i^+ - C_i^-)$ adalah komposisi ternormalisasi, C_i^- dan C_i^+ adalah masing-masing komposisi batas bawah dan batas atas dari kopel difusi.

PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan

Pada penelitian interdifusi ini digunakan sistem paduan biner Ni-Re, paduan terner Ni-Re-Ru dan paduan terner Ni-Re-Co. Untuk percobaan interdifusi pada sistem paduan biner digunakan satu buah kopel difusi sedangkan untuk sistem paduan terner digunakan dua buah kopel difusi. Satu buah kopel difusi terdiri dari dua buah pelat paduan dengan komposisi berbeda yang digabung sampai permukaan kedua pelat merapat. tanpa celah.

Komposisi (% mol) kopel difusi untuk masing-masing sistem paduan dan kondisi anil difusi ditunjukkan dalam Tabel 1.

Langkah-Langkah Percobaan

Paduan untuk kopel difusi dibuat dari campuran logam-logam murninya yang dilebur di dalam tungku peleburan busur listrik (*Arc Melting Furnace*) dengan atmosfer gas argon kemurnian tinggi (*high purity argon*) dan diocetak dalam bentuk ingot kancing (*button ingot*). Ingot dipotong menjadi bentuk pelat dan dianil pada suhu 1250 °C selama 120 jam untuk homogenisasi komposisi dan memperbesar ukuran butir. Ukuran butir rata-rata pelat yang telah dianil adalah sekitar 1000 µm untuk nikel murni dan 400 µm untuk nikel paduan.

Untuk mendapatkan permukaan yang memenuhi persyaratan untuk proses difusi, pelat diratakan permukaannya dengan mesin gerinda, dipoles dengan kertas ampelas SiC sampai ukuran 2000 dan dipoles dengan sluri intan sampai ukuran 0,25 µm serta diakhiri dengan pencucian oleh aseton di dalam pembersih ultrasonik dan dikeringkan. Setelah itu kopel difusi disusun dari dua buah pelat yang berbeda komposisinya seperti ditunjukkan oleh Tabel 1.

Pada antarmuka pelat diletakkan fiber alumina dengan diameter beberapa mikron yang berfungsi sebagai tanda posisi awal bidang difusi. Kopel difusi kemudian diset di dalam pemegang (*holder*) yang terbuat dari molibdenum. Setelah tersusun, kopel difusi kemudian dimasukkan ke dalam ampul kuarsa dan diisi dengan gas argon. Ampul yang sudah terisi kopel difusi dimasukkan ke dalam tungku muffle untuk dilakukan anil difusi pada suhu dan waktu tertentu sesuai yang ditunjukkan oleh Tabel 1. Setelah anil difusi selesai, ampul didinginkan (*quenching*) dengan memecahkannya di dalam air. Kopel difusi kemudian dipotong melintang, dipoles dan dilakukan pengukuran profil konsentrasi unsur-unsur pada arah tegak lurus dengan antarmuka difusi dengan

menggunakan *energy dispersive x-ray spectrometer* (EDX) yang tergabung dengan alat *scanning electron microscope* (SEM). Penentuan koefisien interdifusi efektif dilakukan pada profil konsentrasi yang dihasilkan dengan menggunakan metoda yang dikembangkan oleh Dayananda^[13] seperti yang diuraikan pada bagian sebelumnya.

Tabel 1. Kopel difusi dan kondisi anil difusi

Sistem Paduan	Kopel Difusi (% mol)	Suhu dan Waktu Anil Difusi
Ni-Re-Ru	Ni/Ni8Ru5Re Ni8Ru/Ni5Re	1250°C, 72 Jam
Ni-Re-Co	Ni/Ni15Co5Re Ni15Co/Ni5Re	1250°C, 72 Jam
Ni-Re	Ni/Ni5Re	1250°C, 72 Jam

HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk menganalisa perilaku interdifusi efektif Re dengan Ru dan Co di dalam paduan nikel terner ini dibuat dua jenis kopel difusi untuk masing-masing sistem paduan, yang dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh gradien konsentrasi terhadap koefisien interdifusi efektif, yaitu gradien konsentrasi searah (*co-current*) dan gradien konsentrasi berlawanan (*counter-current*). Gambar 1 menampilkan tipikal kurva profil konsentrasi yang terukur untuk unsur terlarut (Re dan Ru) di dalam masing-masing kopel difusi sistem Ni-Re-Ru setelah anil difusi pada suhu 1250 °C selama 72 jam. Prosedur di dalam Daftar Pustaka^[16] digunakan untuk melakukan fit kurva profil konsentrasi yang terukur tersebut. Hasil *fitting* ditampilkan dalam bentuk kurva garis pada Gambar 1 yang dapat dinyatakan oleh persamaan berikut:

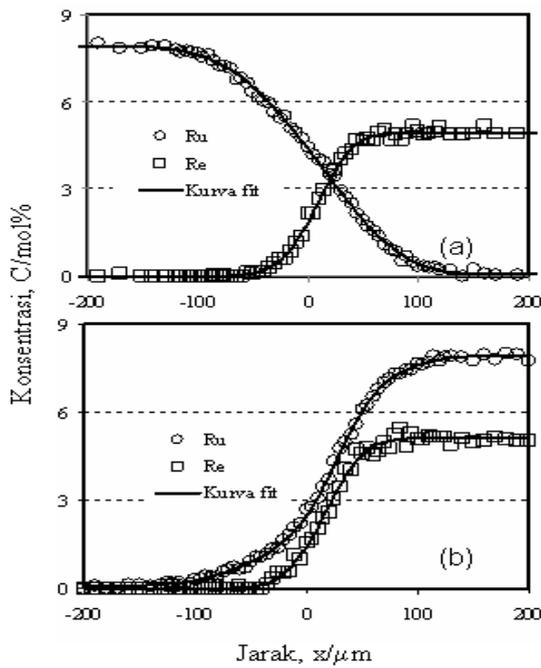
$$C_i(x) = C_i^- + \frac{C_i^+ - C_i^-}{2} [1 + \operatorname{erf}(y)], \quad \dots(6)$$

di mana y merupakan fungsi polinomial yang merepresentasikan data konsentrasi terukur. Penentuan persamaan polinomial y ini sangat penting karena akan

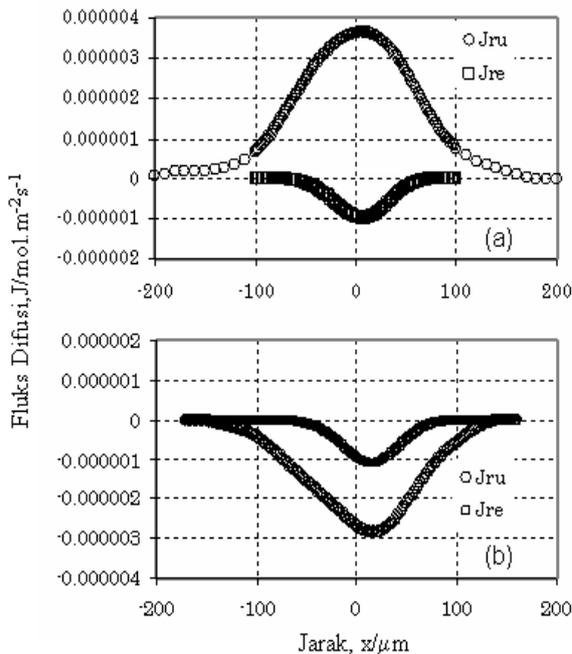
menentukan tingkat kesimetrian kurva $C_i(x)$ yang akan menentukan tingkat ketergantungan koefisien interdifusi efektif terhadap konsentrasi. Semakin asimetri kurva $C_i(x)$, maka koefisien interdifusi efektif semakin tergantung pada perubahan konsentrasi unsur.

Gambar 2 menampilkan tipikal fluks difusi (\tilde{J}_i) untuk Re dan Ru di dalam masing-masing kopel difusi pada sistem Ni-Re-Ru yang ditentukan dari kurva konsentrasi pada Gambar 1 dengan menggunakan Persamaan (4). Fluks difusi ini menyatakan jumlah atom unsur (dalam mol) yang mengalir melalui bidang tertentu (dalam meter persegi) dalam waktu satu detik. Dari Gambar 1 dapat dilihat bahwa kurva fluks difusi untuk Ru jauh lebih besar dibandingkan dengan untuk Re, yang menunjukkan bahwa pada luas bidang yang sama dan waktu yang sama jumlah atom Ru yang mengalir jauh lebih banyak (sekira 3 sampai 3,5 kali) dibandingkan dengan jumlah atom Re. Dari data ini dapat diestimasi bahwa Ru berdifusi lebih cepat dan memiliki koefisien interdifusi yang lebih besar dari pada Re.

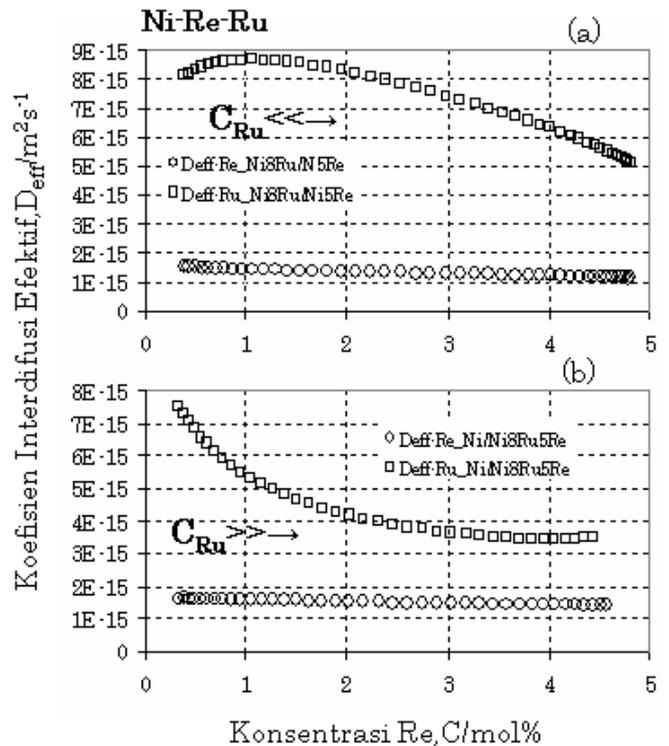
Koefisien interdifusi efektif diestimasi menggunakan persamaan (2), (3) dan (4) untuk setiap selang komposisi yang sangat kecil sepanjang kurva profil konsentrasi. Untuk masing-masing sistem, koefisien interdifusi efektif suatu unsur ditentukan di dalam dua jenis kopel difusi dengan tujuan untuk mengetahui ketergantungannya terhadap gradien konsentrasi searah (*co-current*) dan gradien konsentrasi berlawanan (*counter-current*) dengan unsur yang lain. Sebagai contoh kopel difusi *counter-current* Ni8Ru/Ni5Re pada sistem Ni-Ru-Re (Gambar 1.a), konsentrasi Ru meningkat dengan menurunnya konsentrasi Re, sedangkan pada kopel difusi *co-current* Ni/Ni8Ru5Re (Gambar 1.b), konsentrasi Ru meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi Re.



Gambar 1. Profil konsentrasi Re dan Ru di dalam kopel difusi (a) Ni8Ru/Ni5Re and (b) Ni/Ni8Ru5Re setelah anil difusi pada 1250 °C selama 72 jam



Gambar 2. Fluks difusi Re dan Ru di dalam kopel difusi (a) Ni8Ru/Ni5Re and (b) Ni/Ni8Ru5Re setelah anil difusi pada 1250 °C selama 72 jam

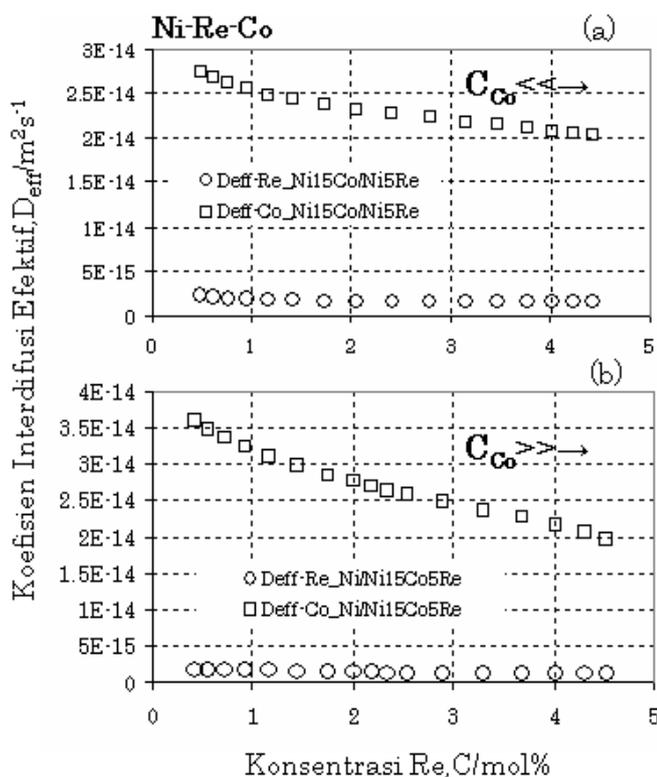


Gambar 3. Koefisien interdifusi efektif Re dan Ru di dalam kopel difusi (a) Ni5Re/Ni8Ru and (b) Ni/Ni5Re8Ru setelah anil difusi pada 1250 °C selama 72 jam

Koefisien interdifusi efektif unsur-unsur sebagai fungsi dari konsentrasi Re pada sistem Ni-Re-Ru dan Ni-Re-Co masing-masing ditunjukkan oleh Gambar 3, dan 4. Pada masing-masing sistem tersebut dapat dilihat bahwa koefisien interdifusi efektif untuk Re, \tilde{D}_{Re}^{eff} , memiliki nilai yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan koefisien interdifusi efektif \tilde{D}_{Co}^{eff} dan \tilde{D}_{Ru}^{eff} . Koefisien interdifusi keempat unsur ini dapat diurutkan berdasarkan urutan $\tilde{D}_{Re}^{eff} < \tilde{D}_{Ru}^{eff} < \tilde{D}_{Co}^{eff}$.

Dari Gambar 3 dan 4 dapat dievaluasi pengaruh gradien konsentrasi suatu unsur terhadap koefisien interdifusi efektif unsur yang lain. Dari kurva-kurva tersebut terlihat bahwa koefisien interdifusi efektif \tilde{D}_{Ru}^{eff} dan \tilde{D}_{Co}^{eff} menurun pada kedua kopel difusi untuk masing-masing sistem yang dievaluasi dengan tingkat penurunan yang semakin besar berdasarkan urutan $\tilde{D}_{Co}^{eff}, \tilde{D}_{Ru}^{eff}$. Ini berarti \tilde{D}_{Ru}^{eff} dan \tilde{D}_{Co}^{eff} tidak tergantung dari naik dan turunnya

konsentrasi unsur masing-masing, di mana konsentrasi unsur naik pada kopel difusi *counter-current* (gradien konsentrasi berlawanan) pada Gambar 3.a dan 4.a, dan konsentrasi unsur turun pada kopel difusi *co-current* (gradien konsentrasi searah) pada Gambar 3.b dan 4.b. Sebaliknya \tilde{D}_{Ru}^{eff} dan \tilde{D}_{Co}^{eff} konsisten menurun pada kedua kopel difusi dengan meningkatnya konsentrasi Re pada masing-masing sistem. Ini berarti bahwa gradien konsentrasi Re mempunyai pengaruh yang lebih besar terhadap \tilde{D}_{Ru}^{eff} dan \tilde{D}_{Co}^{eff} dibandingkan dengan pengaruh gradien konsentrasi masing-masing unsur (Ru, Co).



Gambar 4. Koefisien interdifusi efektif Re dan Co di dalam kopel difusi (a) Ni5Re/Ni15Co and (b) Ni/Ni5Re15Co setelah anil difusi pada 1250 °C selama 72 jam

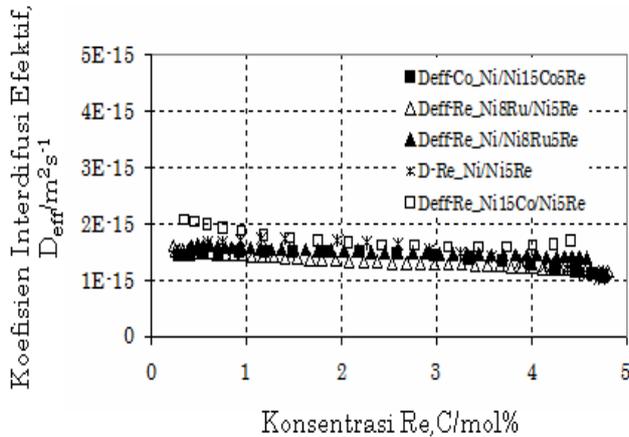
Gambar 5 menampilkan koefisien interdifusi efektif Re di dalam kopel difusi sistem ternier Ni-Re-Ru dan Ni-Re-Co. Koefisien interdifusi Re di dalam kopel difusi sistim biner Ni-Re juga ditampilkan untuk perbandingan. Dari gambar tersebut

dapat dilihat bahwa koefisien interdifusi efektif Re, \tilde{D}_{Re}^{eff} di dalam semua kopel difusi menurun dengan konsisten dengan meningkatnya konsentrasi Re. Dapat diamati bahwa tidak ada perbedaan \tilde{D}_{Re}^{eff} yang berarti antara kopel difusi *counter-current* dan kopel difusi *co-current* pada masing-masing sistem. Lebih jauh dapat diamati pula bahwa koefisien interdifusi Re di dalam sistem biner Ni-Re memiliki nilai yang relatif sama dengan koefisien interdifusi efektif \tilde{D}_{Re}^{eff} di kopel difusi sistem ternier. Dari sini dapat dikatakan bahwa kecepatan interdifusi efektif \tilde{D}_{Re}^{eff} relatif tidak dipengaruhi oleh masing-masing gradien konsentrasi Ru dan Co.

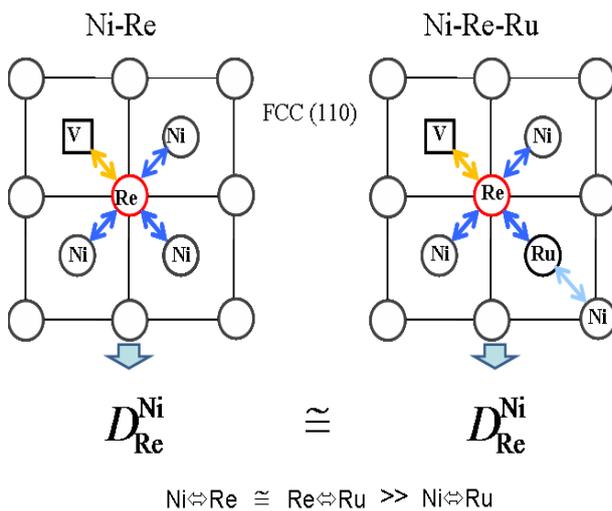
Perilaku interdifusi dalam penelitian ini dapat diilustrasikan dengan mekanisme difusi kekosongan kisi (*vacancy-assisted diffusion*) karena unsur-unsur yang terkait membentuk larutan padat di dalam nikel^[14]. Gambar 6 menampilkan secara skematik difusi atom sistem Ni-Re dan Ni-Re-Ru di dalam kristal FCC (110). Dari gambar tersebut dipahami bahwa difusi akan terjadi apabila ada perpindahan atom menuju kekosongan kisi di sebelahnya.

Dengan mempertimbangkan bahwa energi migrasi kekosongan kisi terkait juga dengan ikatan antar atom di sebelahnya, maka perilaku interdifusi unsur-unsur ini dapat merefleksikan secara kualitatif ikatan antar atom yang terkait. Hasil percobaan pada sistem Ni-Re-Ru menunjukkan bahwa kecepatan interdifusi efektif Ru dipengaruhi oleh gradien konsentrasi Re, sedangkan kecepatan interdifusi efektif Re relatif tidak berubah dengan adanya Ru di dalam paduan. Hasil ini merefleksikan secara kualitatif bahwa ikatan antar atom Ni-Re atau Ru-Re lebih besar dibandingkan ikatan antar atom Ru-Re, sedangkan ikatan antar atom Ni-Re relatif sebanding dengan ikatan antar atom Ru-Re. Hasil penelitian sebelumnya yang telah dilaporkan penulis^[9] mendukung hal ini yang menunjukkan adanya fenomena

difusi menanjak (*uphill diffusion*) sebagai akibat penurunan potensial kimia pada interaksi Ru-Re dan Co-Re di dalam paduan nikel, yang merefleksikan ikatan antar atom yang stabil secara termodinámika.



Gambar 5. Koefisien interdifusi efektif Re di dalam semua kopel difusi sistem terner Ni-Re-X (X=Ru, Co) dan biner Ni-Re



Gambar 6. Skematik difusi atom sistem Ni-Re dan Ni-Re-Ru di dalam kristal FCC (110)

Seperti diketahui bahwa keberadaan unsur refraktori (khususnya Re) di dalam superalloy nikel meningkatkan kapabilitas suhu tinggi secara signifikan. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa Re memiliki difusifitas yang sangat rendah yang merupakan faktor yang penting dalam peningkatan stabilitas struktur mikro

pada suhu tinggi. Akan tetapi jumlah unsur ini di dalam superalloy nikel dibatasi oleh adanya segregasi unsur ini pada konsentrasi yang tinggi yang mengakibatkan terjadinya pembentukan fasa TCP (*topologically close packed*) pada eksposur suhu tinggi^[17-18]. Fasa ini getas dan menurunkan kekuatan *creep* suhu tinggi. Dari studi ini dapat diketahui bahwa keberadaan Ru dan Co dapat meningkatkan kelarutan Re di dalam superalloy nikel karena ikatan antar atom Ru-Re dan Co-Re yang stabil secara termodinámika. Sehingga kombinasi unsur-unsur Re-Ru-Co menjadi penting dalam meningkatkan kapabilitas suhu tinggi superalloy berbasis nikel yang modern.

KESIMPULAN

Perilaku interdifusi unsur refraktori Re dengan unsur-unsur penting lain di dalam *superalloy* berbasis nikel telah ditelaah dengan mengases koefisien interdifusi efektif sebagai fungsi konsentrasi, \tilde{D}_i^{eff} di dalam paduan terner Ni-Re-X (X= Ru,Co). Beberapa kesimpulan dari penelaahan ini adalah:

1. Pada masing-masing sistem Ni-Re-X (X=Ru,Co) koefisien interdifusi efektif untuk Re, $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}}$, memiliki nilai yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan koefisien interdifusi efektif unsur lainnya berdasarkan urutan $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}} < \tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$.
2. Gradien konsentrasi Re mempunyai pengaruh yang lebih besar terhadap $\tilde{D}_{\text{Ru}}^{\text{eff}}, \tilde{D}_{\text{Co}}^{\text{eff}}$ dibandingkan dengan pengaruh gradien konsentrasi masing-masing unsur (Ru, Co).
3. Kecepatan interdifusi efektif $\tilde{D}_{\text{Re}}^{\text{eff}}$ relatif tidak dipengaruhi oleh gradien konsentrasi Ru dan Co pada masing-masing sistem.
4. Hasil asesmen interdifusi efektif merefleksikan secara kualitatif bahwa ikatan antar atom Ru-Re atau Co-Re

lebih besar dibandingkan ikatan antar atom Ni-Ru atau Ni-Co

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didukung secara finansial oleh JSPS (Japan Society for The Promotion of Sciences). Penulis mengucapkan terima kasih kepada Prof. Y. Murata dan Prof. M. Morinaga dari Universitas Nagoya, Jepang atas bimbingannya dalam penelitian ini serta M. Hattori dan N. Goto atas bantuannya dalam percobaan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] P. Carron and T. Khan, *Aerosp. Technol.*, 3 : 513-523.
- [2] K. Matsugi, Y. Murata, M. Morinaga and N. Yukawa. 1992. *Superalloys*, TMS, Warrendale, PA, pp.307-316.
- [3] T. Hino, et al. 1998. *Materials for Adv. Power Eng.* Forschungszentrum Julich Publisher, Julich, pp. 1129.
- [4] R. Darolia, D. F. Lahrman and R. D. Field. 1998. *Superalloys*, TMS, Warrendale, PA pp. 255-264.
- [5] D. Blavette, P. Caron, T. Khan . 1986. *Scripta Metall.*, 20 : 1395-1400.
- [6] T. M. Pollock and A. S. Argon. 1992. *Acta Metall. Mater.*, 40: 1-30.
- [7] N. Matan, D. C. Cox, C. M. F. Rae and R. C. Reed. 1999. *Acta Mater.*, 47 : 2031.
- [8] C.L.Fu, R. Reed, A. Janotti and M. Kremar. 2004. *Superalloys*, TMS, Warrendale PA, pp.867-875.
- [9] E. Mabruri, Shingo Sakurai, Yoshinori Murata, Toshiyuki Koyama and Masahiko Morinaga. 2004. *Mater. Trans.*, 49 (4) pp.792 – 799.
- [10] E. Mabruri, S. Sakurai, Y. Murata, T. Koyama and M. Morinaga. 2008. *Mater. Trans.*, 49 (6) 1441-1445.
- [11] E. Mabruri, M. Hattori, K. Hasuike, T. Kunieda, Y. Murata, and M. Morinaga. 2006. *Mater. Trans.*, 47 (5) 1408-1411.
- [12] E. Mabruri, S. Sakurai, Y. Murata, T. Koyama and M. Morinaga. 2007. *Mater. Trans.*, 48 (10) 2718-2723.
- [13] M.A. Dayananda and D.A. Behnke. 1991. *Scripta Metall. et Mater.*, 2187-2191.
- [14] M. E. Glicksman. 2000. *Diff. in Sol.*, John Wiley and Son.
- [15] F. Sauer and V. Freise. 1962. *Z. Elektrochem.*, 66 : 353-363.
- [16] T. Ikeda, A. Almazouzi, H. Numakura, M. Koiwa, W. Sprengel, and H. Nakajima. 1998. *Acta Mater.*, 46 (15) 5369-5376.
- [17] C.M.F. Rae and R.C. Reed. 2001. *Acta Mater.*, 49 : 4113-4125.
- [18] A. C. Yeh and S. Tin. 2006. *Metall. Mater. Trans.*, 37A : 2621-2631.

RIWAYAT PENULIS

Efendi Mabruri, Lulus Sarjana Teknik Pertambangan ITB tahun 1995, Master Teknik Material ITB tahun 2002 dan Doctor of Engineering bidang Materials Science and Engineering Nagoya University, Jepang tahun 2008. Bekerja sebagai peneliti sejak tahun 1996 dan sekarang sebagai Kepala Bidang Konservasi Bahan di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI.

ANALISA KEGAGALAN POROS RODA BELAKANG KENDARAAN

M. Syahril

Balai Besar Teknologi Kekuatan Struktur (B2TKS) – BPP Teknologi

Kawasan PUSPIPTEK Tangerang 15314

E-mail : msyahrilluk@yahoo.com

Masuk tanggal : 18-10-2012, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

ANALISA KEGAGALAN POROS RODA BELAKANG KENDARAAN. Tulisan ini membahas tentang kegagalan yang terjadi pada poros roda belakang kendaraan dengan spesifikasi material baja karbon medium S43C. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui faktor penyebab kegagalan tersebut dan memberikan solusi bila terjadi kasus yang serupa pada komponen dengan material yang sama. Studi pada analisa kerusakan poros roda belakang ini menggunakan metode pengamatan visual, makro struktur dengan mikroskop stereo, pengamatan metalografi dengan mikroskop optik (OM), fraktografi permukaan patahan dengan *scanning electron microscope* (SEM), uji kekerasan mikro dengan Vicker's serta analisa komposisi kimia menggunakan *optical emission spectroscopy* (OES). Hasil fraktografi menunjukkan bahwa permukaan patahan merupakan tipe kerusakan dini atau patah tanpa terjadi deformasi plastis. Struktur mikro menunjukkan adanya fasa ferit sebagai batas butir dari fasa martensit. Struktur material seperti ini dapat mengurangi ketahanan material terhadap benturan (*impact*) terutama di area yang memiliki konsentrasi tegangan yang tinggi. Pada akhirnya ketika terjadi benturan, kekuatan komponen poros roda belakang menjadi lebih rendah dari disain normalnya.

Kata kunci : Poros roda belakang, Pengerasan permukaan, Batas butir ferit

Abstract

FAILURE ANALYSIS OF THE VEHICLE REAR AXLE SHAFT. This paper discussed about failure on the vehicle rear axle shaft which made from medium carbon steel S43C. The purpose of this study was to find out the root cause of the failure and provide prevention solutions when a similar case occur in the same component or material. In order to solve these problems, several examinatioes were conducted such as macro structure observation by stereo microscope, metallography by optical microscopy (OM), fractography on the fracture surface of the component by scanning electron microscope (SEM), hardness test by Vicker's, and the analysis of chemical composition by using optical emission spectroscopy (OES). The fractograph result show that the fracture surface is a type of premature damage or the fracture without plastic deformation. Microstructure shows the ferrite phase as grain boundaries of the martensite phase. This condition reduced a resistance of material during impact loading especially at high stress concentration area. In the end when the impact occurred, strength of rear axle component became poor when compared to design property of that material.

Key words : Vehicle rear axle, Surface hardening, Ferrite grain boundary

PENDAHULUAN

Kriteria umum yang mendasari industri rancang bangun otomotif yaitu berkekuatan tinggi, handal dan yang paling utama adalah ekonomis. Sifat-sifat mekanis suatu material konstruksi berhubungan dengan ketahanan material terhadap besarnya intensitas distribusi gaya dari luar pada saat kondisi operasi. Oleh karena itu, para perancang dan pembuat otomotif juga telah

berupaya meningkat-kan kualitas rancangan dengan cara mengoptimasi disain.

Meskipun demikian, kegagalan atau kerusakan suatu produk masih sering terjadi yang disebabkan oleh insiden dan bukan insiden^[1]. Kegagalan karena insiden umumnya terjadi karena beban yang melebihi kekuatan komponen atau struktur, misalnya beban kejut (*shock*) karena benturan, beban berlebih (*over load*), dan

lain sebagainya. Sedangkan kegagalan yang bukan insiden disebabkan karena umur operasi yang telah melampaui kalkulasi disain.

Salah satu bentuk kegagalan dari komponen otomotif adalah kegagalan yang terjadi pada sebuah poros roda belakang (*rear axle shaft*) kendaraan. Kondisi tersebut terjadi karena batang poros roda tersebut mengalami kegagalan dini (*premature fracture*) setelah melakukan perjalanan dengan jarak tempuh 3782 km yang tercatat pada *indikator*.

Kegagalan tersebut menimbulkan kerugian baik materi dan non materi yang sangat besar, sehingga suatu penelitian pada kasus tersebut sangat diperlukan untuk mengetahui penyebab terjadinya kegagalan (*root cause of failure*) dari batang poros roda. Dengan demikian, kegagalan atau kerusakan yang sama dapat dihindari atau dicegah dengan memperbaiki prosedur proses pembuatan (*fabrication*) dan kerugian ekonomis dapat diminimalisir.

Komponen poros roda belakang (*rear axle shaft*) yang berfungsi sebagai penggerak belakang dari kendaraan roda empat atau mobil yang dibuat dengan menggunakan material yang mempunyai spesifikasi standar berupa JIS G4051 – S43C.

Dalam proses pembuatan poros roda belakang, batang yang berupa *round bar* dibentuk dengan cara proses tempa (*forging*) dan kemudian dilakukan proses pengerasan permukaan hingga kedalaman 2,5 – 5 mm dengan cara induksi. Adapun nilai kekerasan permukaan yang diharapkan adalah sebesar 550-750 HV, berdasarkan disain manual yang dimiliki oleh industri manufaktur tersebut.

Beberapa teknologi yang digunakan dalam proses pengerasan permukaan adalah^[2]:

- *Carburizing* yaitu pengerasan permukaan dengan cara memanaskan bahan dalam lingkungan karbon, lalu dibiarkan beberapa waktu pada suhu tersebut dan kemudian didinginkan.

Tujuan dari pengerjaan panas itu adalah untuk memberi lapisan luar pada benda kerja yang akan dikeraskan. Lapisan luar benda kerja yang telah mengambil karbon dinamakan lapisan karbonasi.

- *Carbonitriding* (sianida kering) adalah suatu proses pengerasan permukaan di mana baja dipanaskan di atas suhu kritis dalam lingkungan gas dan terjadi penyerapan karbon dan nitrogen.
- *Cyaniding* atau *carbonitriding* cair merupakan proses dimana terjadi absorpsi karbon dan nitrogen untuk memperoleh permukaan yang keras pada baja karbon rendah yang sulit dikeraskan. Proses ini dilakukan dengan rendaman air garam yang terdiri dari natrium karbonat dan natrium sianida yang dicampur dengan salah satu bahan klorid natrium dan klorid barium, tebal lapisan sekitar 0,3 mm.
- *Nitriding* adalah suatu proses pengerasan permukaan baja paduan dengan cara dipanaskan untuk waktu yang lama dalam suatu atmosfer dari gas nitrogen. Baja dipanaskan sampai 510 °C dalam lingkungan gas ammonia. Nitride yang diserap oleh logam akan membentuk lapisan keras yang tersebar rata pada permukaan logam.

PROSEDUR PERCOBAAN

Penelitian terfokus pada kegagalan suatu poros roda belakang penggerak otomotif yang baru terpasang, maka metode-metode yang digunakan terbatas seperti terlihat pada skema dalam Gambar 1.



Gambar 1. Skema alur penelitian kegagalan poros roda belakang kendaraan

Uraian Metode Penelitian

Pengamatan Visual

Pengamatan visual dimaksudkan untuk memverifikasi dari permasalahan yang terjadi pada poros roda belakang berupa lokasi dan tipe kerusakan seperti bentuk permukaan patahan, area patahan dan indikasi lain yang informatif.

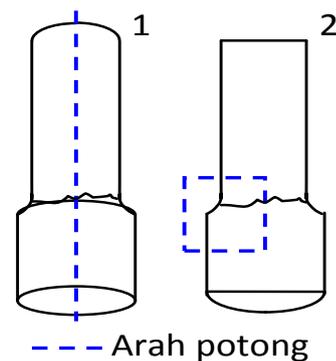
Pemeriksaan Makro

Pengamatan dilakukan pada permukaan patahan sebelum dan setelah pemotongan sampel untuk mengidentifikasi bentuk permukaan patahan dan kemungkinan adanya cacat material yang secara visual tidak dapat terlihat. Peralatan yang digunakan dalam pengamatan makro ini adalah stereo microscope dengan perbesaran 12X.

Metalografi

Uji metalografi mengacu pada standard ASTM E 3-01 yang meliputi beberapa tahapan antara lain : Posisi pemotongan sampel sesuai dengan lokasi yang telah ditentukan seperti terlihat pada Gambar 2.

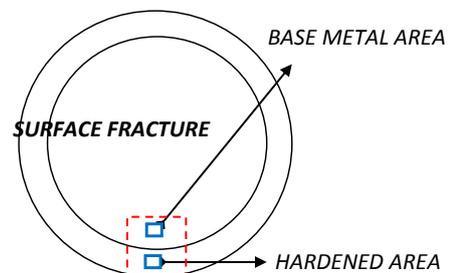
Proses grinding / pengampelasan menggunakan mesin grinding Struers dan kertas ampelas silikon karbida (SiC) dengan berbagai kekasaran dari kekasaran 80 sampai dengan 1200 mesh. Proses pencucian menggunakan alkohol 95%, kemudian dikeringkan dengan peralatan pengering (*hair dryer*). Proses pemolesan (*polishing*) sampel uji pipa menggunakan diamond pasta produk *Struer*. Selanjutnya dilakukan etsa pada sampel uji pipa yang mengacu pada standard ASTM E 407-01 dimana larutan yang digunakan adalah nital 2%.



Gambar 2. Ilustrasi area pemotongan sampel poros roda belakang untuk benda uji metalografi

Fraktografi

Metode ini digunakan untuk mengidentifikasi jenis patahan yang terjadi dengan perbesaran dalam mikron menggunakan SEM (scanning electron microscope).



Gambar 3. Sketsa lokasi pemeriksaan dengan SEM pada permukaan patahan poros roda belakang

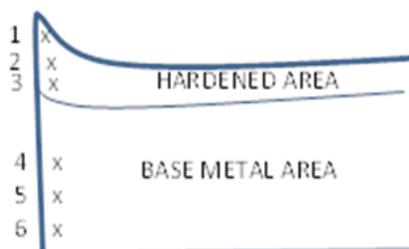
Analisa Komposisi Kimia

Analisa komposisi kimia dilakukan dengan menggunakan *spark spectrometer* untuk mencocokkan kesesuaian komposisi

dari unsur-unsur yang terkandung dalam material terhadap spesifikasi yang digunakan sebagai acuan.

Uji Kekerasan

Pengujian ini dilakukan menggunakan peralatan mesin *hardness tester* “*frank fino test*“, dengan beban uji sebesar 5 kg dan sudut *diamond* 120°. Adapun posisi pengujian yang dilakukan adalah di sekitar permukaan patahan poros roda belakang seperti terlihat dalam ilustrasi pada Gambar 4.

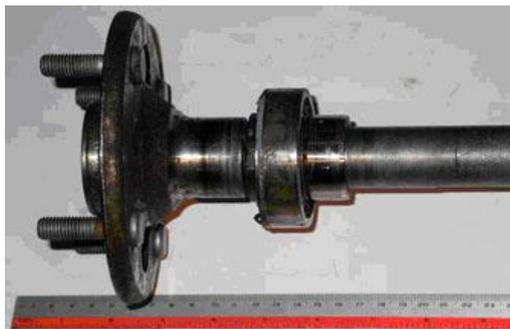


Gambar 4. Ilustrasi lokasi uji kekerasan pada poros roda belakang kendaraan yang patah

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengamatan Visual

Hasil pengamatan visual pada poros roda belakang kendaraan yang mengalami kegagalan menunjukkan bahwa kegagalan berupa patahnya poros roda belakang terjadi pada bagian luar dari kelahar (*bearing*) yaitu di area transisi antara diameter 32 ke 42 (*fillet radius*) (Gambar 5, 6 dan 7). Pada permukaan patahan juga tidak terlihat adanya indikasi deformasi plastis maupun patah akibat *fatigue*^[3].



Gambar 5. Kondisi visual axle shaft yang mengalami patah di luar area kelahar (*bearing*)



Gambar 6. Kondisi visual setelah kelahar dibuka terlihat poros belakang mengalami patah di area transisi diameter (*fillet radius*)

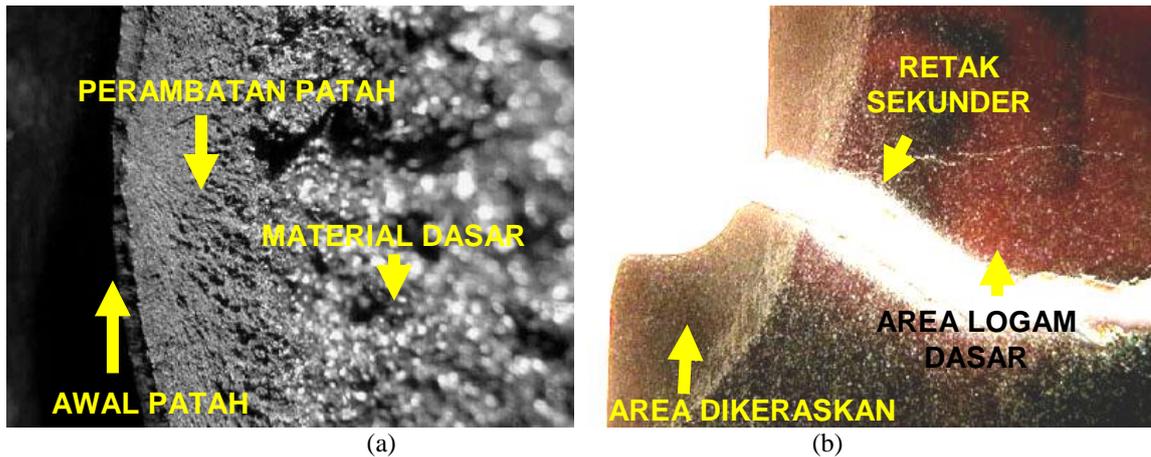


Gambar 7. Kondisi visual batang poros roda belakang kendaraan. Pada permukaan patahan tidak terlihat adanya deformasi plastis

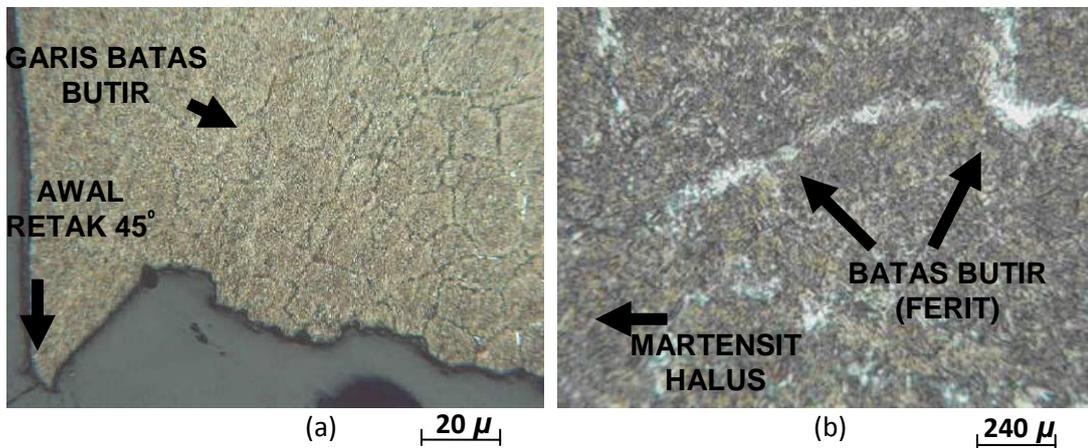
Pengamatan Makro

Pengamatan secara makro pada permukaan patahan dengan perbesaran 12 kali memperlihatkan adanya perbedaan karakteristik patahan yaitu antara permukaan patah diameter luar dengan permukaan dalam seperti terlihat pada Gambar 8a, dimana permukaan patah di area diameter luar lebih halus dibandingkan dengan bagian dalam.

Dengan adanya indikasi tersebut dan terlihat adanya batasan sangat jelas di permukaan dalam material pada Gambar 8b yang merupakan penampang potongan memanjang membuktikan bahwa di permukaan luar poros roda belakang telah mengalami proses pengerasan (*heat treatment*)^[4] sehingga lebih keras dan getas dibandingkan dengan bagian dalam atau material dasar.



Gambar 8. Foto struktur makro permukaan patahan pada komponen poros roda belakang dengan *stereo microscope* ; (a) permukaan patahan yang halus dan perambatan patah ulet yang kasar pada area tepi, (b) potongan memanjang di area patahan terlihat adanya batas area yang dikeraskan dan perambatan retak sekunder pada material dasar



Gambar 9. Foto struktur mikro dengan mikroskop optik pada area potongan memanjang dari area awal patah pada komponen batang poros roda menunjukkan ; (a) Pada permukaan yang dikeraskan terlihat adanya batas butir dan sudut 45° di permukaan patah, (b) Struktur mikro permukaan dikeraskan berupa martensit dan sisa ferit di area batas butir. Etsa ; Nital 2 %

Dari Gambar 8a dan 8b teramati pula bahwa di permukaan patahan terlihat adanya indikasi awal patah (*initial fracture*) dengan permukaan lebih halus dan perambatan patah (*propagation of fracture*)^[5] dengan permukaan lebih kasar yang merupakan ciri dari permukaan patah tanpa terjadinya deformasi plastis.

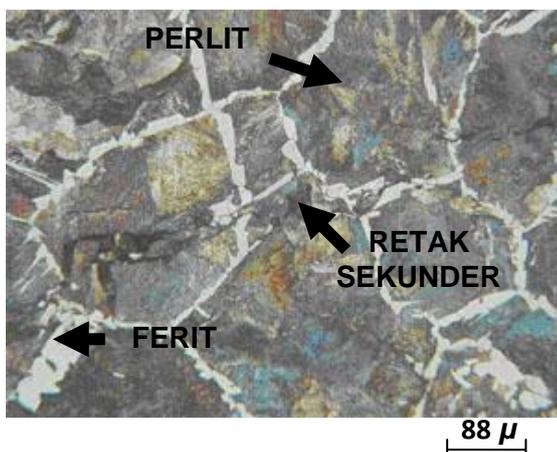
Pengamatan Mikro

Dari hasil pengamatan secara mikro di permukaan patahan luar poros roda yaitu di sekitar area yang dikeraskan seperti ditunjukkan pada Gambar 9a, permukaan luar patahan terindikasi sebagai area awal

patah (bibir patahan) terbentuk sudut 45° dan juga terlihat adanya batas butir^[6]. Struktur yang terbentuk di area yang telah mengalami proses pengerasan berupa martensit temper halus (*fine tempered martensite*), dan tidak terlihat adanya inklusi atau senyawa pengotor lain di dalam struktur tersebut (Gambar 9a).

Gambar 9b adalah perbesaran dari Gambar 9a, dimana dalam gambar tersebut terlihat bahwa batas butir yang terbentuk memiliki struktur ferit. Fasa ferit kemungkinan masih tetap bertahan sesuai dengan struktur material dasar yang berupa ferit – perlit normal seperti terlihat pada

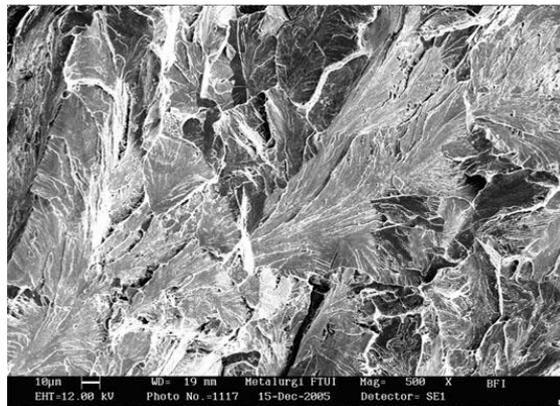
Gambar 10. Diketahui bahwa material dasar poros roda belakang kendaraan merupakan tipe dari material baja karbon^[7]. Pada gambar tersebut juga terlihat jelas adanya retak sekunder yaitu retak yang timbul sebagai efek dari patahnya poros roda belakang, tidak terdeteksi adanya inklusi atau senyawa pengotor lainnya dalam struktur yang bisa menjadi faktor penyebab retakan (Gambar 10).



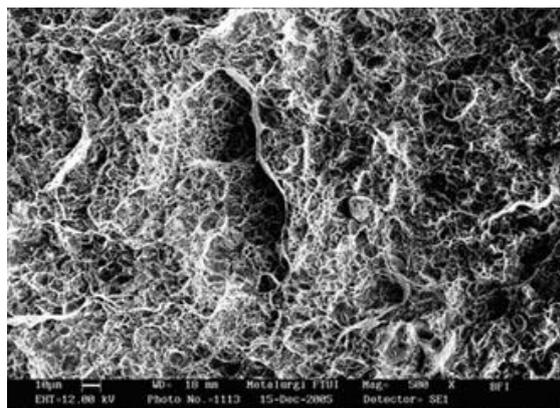
Gambar 10. Struktur mikro material dasar dari poros roda belakang berupa ferit - perlit normal, terlihat jelas perambatan retak yang memotong butiran. Etsa 2 % HCl

Analisa Fraktografi

Gambar 11 menunjukkan foto fraktografi hasil SEM pada permukaan patahan dari komponen poros roda belakang, terlihat adanya perbedaan karakteristik patahan antara area permukaan yang dikeraskan dengan area inti atau logam dasar. Pada permukaan yang dikeraskan (Gambar 11a) terlihat ciri-ciri dari patah getas (*brittle fracture*), dimana permukaan patahan berupa serpihan daun (*cleavage fracture*). Sedangkan pada Gambar 11b, permukaan patahan memiliki ciri-ciri dari patah ulet (*ductile fracture*)^[8], dimana dipermukaan patah membentuk rongga-rongga mikro (*microvoid coalescence*).



(a)



(b)

Gambar 11. Foto fraktografi permukaan dengan SEM dari komponen poros roda belakang pada; (a) area dikeraskan, (b) area material dasar

Analisa Komposisi Kimia

Hasil analisa komposisi kimia seperti terlihat pada Tabel 1 menunjukkan bahwa material batang poros roda belakang memiliki komposisi kimia sesuai dengan standar JIS G 4051 dan tergolong baja karbon medium dengan kandungan C = 0,44% berat, dimana kandungan karbon untuk baja karbon medium adalah berkisar antara 0,40-0,46% berat.

Tabel 1. Hasil analisa komposisi kimia batang poros roda belakang dan standar acuan material

Unsur	Hasil Uji (% berat)	Standar JIS G 4051 (% berat)
C	0,44	0,40 – 0,46
Si	0,21	0,15 – 0,35
Mn	0,87	0,60 – 0,90
P	0,017	0,03 maks.
S	0,019	0,035 maks

Uji Kekerasan

Uji kekerasan yang dilakukan di area yang dikeraskan (disekitar patahan poros roda belakang) dan material dasar menunjukkan bahwa nilai kekerasan rata-rata di permukaan yang dikeraskan sebesar 626 HV, sedangkan nilai kekerasan pada area logam dasar adalah sebesar 230 HV (Tabel 2).

Tabel 2. Perbandingan nilai kekerasan hasil uji terhadap disain dan standar

Lokasi	Hasil Uji (HV)	Kekerasan (HV)
Area Permukaan dikeraskan	653	(Disain) 550 - 750
	558	
	667	
Area logam dasar	223	(Standar JIS G 4051) 400 max.
	232	
	236	

Pembahasan

Berdasarkan hasil analisa komposisi kimia, uji kekerasan dan struktur mikro pada material dasar poros roda belakang penggerak roda otomotif (*axle shaft*) dapat digolongkan ke dalam kriteria standar JIS G 4051^[9] dan memenuhi ketentuan disain. Sehingga dimungkinkan bahwa kegagalan poros roda belakang disebabkan oleh faktor lain.

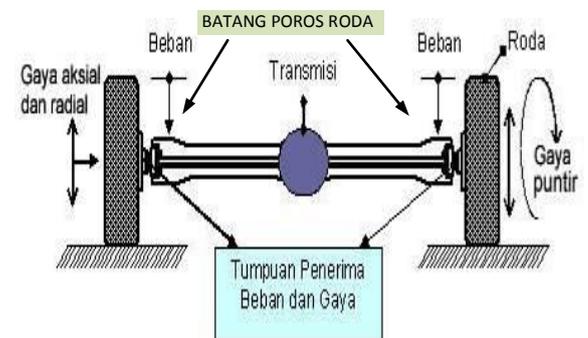
Dari hasil pengamatan visual, struktur makro dan struktur mikro menunjukkan bahwa tidak terlihat adanya indikasi fatigue, retak awal, dan elemen pengotor yang menyebabkan kerusakan poros roda belakang. Struktur mikro material dasar poros roda belakang berupa fasa ferit dan perlit dimana fasa tersebut adalah struktur normal dari material logam dasar. Sedangkan permukaan yang dikeraskan mempunyai struktur berupa martensit halus yang merupakan hasil temper^[10].

Namun terlihat bahwa kegagalan poros roda belakang penggerak otomotif terjadi di area transisi diameter 32 ke 42 mm (*out side bearing*), dengan karakteristik

permukaan patahan yang sangat cepat, awal patahan yang membentuk sudut 45°, dan adanya ferit sisa di dalam struktur martensit temper. Maka kegagalan / patahnya poros roda belakang dapat dinyatakan sebagai akibat dari kegagalan proses fabrikasi, meskipun secara komposisi dan kekerasan material telah memenuhi kriteria standar acuan.

Perbedaan permukaan patahan di area yang dikeraskan dengan area material dasar disebabkan oleh perbedaan fasa dari struktur mikro yaitu fasa martensit temper di area yang dikeraskan dan fasa ferit-perlit di area logam dasar. Dari perbedaan fasa di kedua area tersebut, struktur martensit temper mempunyai kekerasan cukup tinggi dan bersifat getas (*brittle*)^[11] sehingga tidak ada deformasi plastis pada permukaan patahan. Lain halnya bila dibandingkan dengan permukaan patahan dari logam dasar yang memiliki fasa ferit-perlit.

Pada saat kendaraan dijalankan maka di area poros roda belakang akan menerima beban tegangan (*load stress*) yang sangat besar, terutama di area transisi diameter 32 ke 42 mm seperti terlihat pada skema sederhana dari rangkaian poros roda belakang pada Gambar 12 berikut ini.



Gambar 12. Skema sederhana rangkaian poros roda belakang pada kendaraan^[12-13]

Terbentuknya sudut 45° yang merupakan karakteristik dari kekuatan tarik^[8,14] membuktikan adanya beban kerja yang diterima poros roda belakang cukup besar, terutama di area terjadinya patah dimana merupakan area yang kritis terhadap beban. Oleh sebab itu, patahnya

poros roda belakang diperkirakan adanya beban bentur (*impact load*) sesaat yang cukup besar. Benturan pada roda otomotif dapat terjadi pada saat roda melewati lubang yang dalam atau roda membentur benda keras seperti batuan, pembatas jalan dan lainnya.

Pada dasarnya, poros roda belakang telah didisain dengan perhitungan yang matang oleh para perancang (*designer*) yang mempunyai kemampuan dibidangnya masing-masing.

Dalam proses pembuatan poros roda, proses pengerasan permukaan pada kedalaman tertentu terhadap logam dasar bertujuan untuk meningkatkan sifat mekanis seperti kekuatan (*strength*), ketahanan aus (*wear resistance*) dan kekakuan (*stiffness*). Karena material poros roda merupakan baja karbon yang berupa fasa ferit - perlit bersifat lunak dan ulet, sehingga dilakukan proses pengerasan permukaan pada poros roda belakang tersebut. Proses pengerasan dilakukan dengan merubah fasa di permukaan menjadi fasa martensit temper yang bersifat keras dan getas sehingga kekuatan poros roda meningkat.

Tetapi, dengan adanya batas butir yang berupa ferit yang bersifat lunak di dalam fasa martensit temper akan melemahkan kekuatannya dan merupakan indikasi dari kegagalan proses pengerasan permukaan.

Kegagalan dalam proses pengerasan poros roda belakang ini dapat terjadi akibat temperatur proses perlakuan panas (*heat treatment*) dari permukaan poros roda belakang tersebut belum mencapai temperatur austenitasi^[15] sehingga hasil akhir dari proses perlakuan panas di permukaan poros roda belakang yang diharapkan sepenuhnya fasa martensit (*full martensit*) tidak terjadi karena batas butir berupa ferit masih tersisa di dalam struktur mikro tersebut (fasa martensit).

Dengan tidak tercapainya kekuatan yang diharapkan dalam proses fabrikasi (*heat treatment*) di area transisi poros roda belakang tersebut, maka beban tegangan yang seharusnya masih dapat ditahan oleh

poros roda belakang tidak dapat terjadi sesuai dengan ketentuan yang diinginkan.

KESIMPULAN

Berdasarkan analisis dari hasil penelitian mengenai kegagalan yang terjadi pada komponen poros roda belakang kendaraan dapat disimpulkan bahwa :

1. Kegagalan komponen poros roda saat dioperasikan merupakan bentuk dari patah yang diakibatkan oleh proses pengerasan permukaan material yang tidak sempurna.
2. Ketidak sempurnaan pengerasan terlihat pada struktur mikro permukaan yang dikeraskan yang masih menyisakan batas butir di dalam fasa martensit, sehingga kekuatan material poros roda belakang (*rear axle shaft*) tidak sesuai dengan kriteria yang diinginkan (kekuatannya rendah).
3. Dengan kekuatan material yang rendah, khususnya di area tumpuan beban (*stress concentration*), maka adanya beban yang cukup besar terutama beban kejut (*impact load*) menyebabkan patahnya poros roda belakang penggerak kendaraan ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Djoko W Karmiadi. 2011. *Optimasi Disain : Material, Komponen, Konstruksi. Teori dan Aplikasi. Fakultas Teknik . Universitas Pancasila Jakarta : Engineering clinic.*
- [2] George E Totten Phd. 2006. *Steel Heat Treatment Metallurgy And Technologies. Steel Treatment Hand-book*, Oregon : Yaylor & Francis LLC.
- [3] Stanley T Rolfe & John M Barsom. 1977. *Fractures and Fatigue Control in Structures. Application of Fracture Mechanics*, New Jersey : Prentice hall Inc.
- [4] J R Davis. 1994. *Surface Engineering : Surface Engineering*

- of Carbon and Alloy Steel. ASM Handbook : Material Information Society, Ohio : Vol 5.*
- [5] Helmet Thielsch. 1963. *Defects And Failures in Pressure Vessel And Piping*, Malabar Florida : Robert Krieger Publishing.
- [6] JR Davis. 1992. *Materials Engineering Dictionery. ASM Handbook : Material Information Society. Ohio.*
- [7] Bruce L Bramfitt. 2002. *Carbon And Alloys Steel. Handbook of Materials Selection Edited by Myer Kutz*, New York : John Wiley & Sons inc.
- [8] Colengelo & Hesser. 1974. *Analysis of Metallurgical Failures*, New York : Jhon Willey & Sons.
- [9] JIS Standards. 1998. *Ferrous Materials & Metallurgy I. JIS Handbook G 4051*, Tokyo : Japan Standard Association.
- [10] George Krauss. 1998. *Properties and Selection : Irons, Steels and High-Performance Alloys, Microstructures, Processing, and Properties of Steels. ASM Hand-book : Material Information Society, Ohio : Vol 1.*
- [11] Michael B. Bever. 2004. *Metallography and Microstructures. Introduction to Structures in Metals. ASM Hand-book : Material Information Society, Ohio : Vol 9.*
- [12] RC Van Ree. 1952. *Teknik Mobil. Buku Teknik*, Jakarta Raya.
- [13] Toyota Astra Motor. 1995. *Pedoman Reparasi Chasis dan Bodi. Toyota Kijang Seri KF40–50. RA 3 – 7*, Jakarta.
- [14] WT Becker. 1994. *Failure Analysis : Mechanisms and Appearances of Ductile and Brittle Fracture in Metals. ASM Handbook : Material Information Society, Ohio : Vol 11.*
- [15] William C Leslie. 1981. *The Physical Metallurgy of Steels*, New York : Mc Graw Hill.

RIWAYAT PENULIS

M. Syahril, dilahirkan di Palembang pada tanggal 04 Agustus 1965. Tahun 1986-1992 Lulus Sarjana Teknik Kimia Universitas Sriwijaya. Tahun 2012 menyelesaikan Pasca Sarjana Teknik Manufaktur di Universitas Pancasila. Tahun 1996 melaksanakan program Training “*Corrosion Engineering*” di Singapura. Tahun 2002 melaksanakan kursus dan akreditasi Ahli Korosi Madya, di INDOCOR Bandung. Sampai saat ini masih aktif bekerja pada B2TKS (UPT-LUK) BPP Teknologi berkedudukan di Serpong, sebagai staf peneliti Bidang Material.

PEMBUATAN KOMPOSIT POLIKAPROLAKTON-KITOSAN-HIDROKSIAPATIT IRADIASI UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL

Yessy Warastuti, Basril Abbas dan Nani Suryani

Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi (PATIR) – BATAN

Jl. Lebak Bulus Raya, Pasar Jumat Jakarta Selatan

E-mail : yessyw@batan.go.id; warastuti79@gmail.com

Masuk tanggal : 09-04-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

PEMBUATAN KOMPOSIT POLIKAPROLAKTON-KITOSAN-HIDROKSIAPATIT IRADIASI UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL. Biokompatibel komposit polikaprolakton-kitosan-hidroksiapatit dengan berbagai komposisi telah dibuat menggunakan pelarut asam asetat glasial dan menggunakan metode *film casting* pada suhu kamar. Dilakukan proses iradiasi dengan mesin berkas elektron pada dosis 10-50 kGy. Membran komposit tersebut diuji kemampuannya untuk mengabsorpsi air, uji sifat mekanik, identifikasi gugus fungsi dengan *fourier transform infra red spectroscopy* (FTIR) dan analisa pola difraksi dengan *x-ray diffraction* (XRD). Uji absorpsi air menunjukkan peningkatan seiring dengan bertambahnya konsentrasi kitosan dan hidroksiapatit karena sifat hidrofilisitas dari keduanya. Uji sifat mekanik menunjukkan kenaikan nilai kekuatan tarik maksimum dan penurunan elongasi seiring dengan kenaikan dosis iradiasi. Pita serapan FTIR dari membran komposit I - IV menunjukkan gabungan puncak-puncak yang khas dari bahan penyusunnya. Analisa pola difraksi dengan XRD menunjukkan tidak teramatinya perubahan struktur kristal pada membran komposit. Penelitian ini menghasilkan komposisi membran yang prospektif untuk dikembangkan lebih lanjut sebagai bahan biomaterial untuk aplikasi klinis.

Kata kunci : Komposit, Polikaprolakton, Hidroksiapatit, Iradiasi berkas elektron

Abstract

PREPARATION OF IRRADIATED POLYCAPROLACTONE-CHITOSAN-HYDROXYAPATITE FOR BIOMATERIAL APPLICATION. Biocompatible polycaprolactone-chitosan-hydroxyapatite composite with various composition were prepared using glacial acetic acid solvent and film casting method at room temperature. Irradiation process was done using electron beam machine at the dose of 10-50 kGy. These membranes were investigated for its ability to absorb water, mechanical properties, identification of functional group with *fourier transform infra red spectroscopy* (FTIR) and diffraction pattern analysis with *x-ray diffraction* (XRD). Water absorption increased with the increasing of chitosan and hydroxyapatite because of their hydrophilicity. Mechanical properties test shows the increased of tensile strength and decreased of elongation as the irradiation dose rises. FTIR absorbed bands composite membrane I to IV shows association of specific peaks of polycaprolactone, chitosan and hydroxyapatite. Diffraction pattern analysis by using XRD shows unchanged of crystal structures in composite membranes. The results of this study show the composition of membranes is prospective for the further development of biomaterial for clinical application.

Key words : Composite, Polycaprolactone, Hydroxyapatite, Electron beam irradiation

PENDAHULUAN

Beberapa tahun terakhir ini telah dikembangkan polimer yang bersifat biodegradabel untuk aplikasi biomaterial. Salah satunya adalah pemakaian polimer sebagai membran *guided tissue regeneration* (GTR) atau *guided bone*

regeneration (GBR) pada aplikasi periodontal. GBR adalah suatu teknik dimana pertumbuhan tulang diperoleh dengan mempertahankan ruang dan mencegah pertumbuhan jaringan lunak ke daerah yang akan dikembangkan dengan menggunakan membran sebagai penutup pada tulang yang akan direkonstruksi^[1].

Beberapa kelompok peneliti di berbagai negara telah mengembangkan membran GTR/GBR dengan menggabungkan polimer alam (kolagen atau kitosan) dan polimer sintetik seperti *poly caprolactone* (PCL), *poly(glycolic acid)* (PGA), atau *poly(lactic acid)* (PLA). Pengembangan bahan dengan sifat mekanik, degradasi dan sifat biologi masih diperlukan untuk menghasilkan komposisi membran yang paling baik untuk aplikasi *in vivo*^[2].

Polikaprolakton (PCL) merupakan polyester yang bersifat biodegradabel dan biokompatibel. PCL merupakan salah satu jenis bahan yang ideal karena bersifat non toksik, dapat diresorpsi setelah diimplantasi dan memiliki sifat mekanik yang bagus. Selain itu PCL juga dapat digabung dengan polimer lain karena memiliki titik leleh yang cukup rendah yaitu 60 °C. PCL telah banyak digunakan untuk aplikasi biomedis seperti kateter, benang operasi dan untuk *drug delivery*^[3]. PCL memiliki beberapa kekurangan yaitu bersifat sangat hidrofobik, proses biodegradasi yang agak lambat, dan memiliki kepekaan terhadap aktivitas mikroba. Akan tetapi, kemampuan PCL untuk bercampur dengan polimer lain melalui proses modifikasi mampu mengatasi kekurangan-kekurangan tersebut^[4]. Mencampur dua polimer merupakan pengembangan biomaterial baru dengan kombinasi sifat yang tidak dapat dicapai oleh individual polimer.

Kitosan adalah produk deasetilasi dari kitin. Beberapa keunggulan dari kitosan antara lain biodegradabel, biokompatibel, hidrofilik, non toksik, dan memiliki sifat anti mikroba^[5-6]. Selain itu kitosan dapat larut di dalam asam lemah (pH < 6,3) dan mudah diproses menjadi bentuk film dan scaffold. Kitosan memiliki kekurangan sifat mekanik yaitu kurang fleksibel dan rapuh pada kondisi basah^[5]. Untuk mengatasi kekurangan tersebut, perlu dilakukan modifikasi dengan menambahkan polimer sintetik yaitu polikaprolakton. Campuran antara kitosan dan polikaprolakton menunjukkan sifat

biokompatibel yang baik satu dengan yang lain karena titik lelehnya yang rendah. Selain itu, proses degradasi PCL yang lambat dapat dipercepat dengan menambahkan polimer alam (kitosan) untuk mengurangi kristalinitas dan sifat hidrofobitas-nya^[3].

Saat ini, penggunaan komposit membran PCL/kitosan terbatas karena tidak adanya sifat bioaktifitas dan rendahnya sifat mekanik^[7]. Oleh karena itu dilakukan pengembangan lebih lanjut dengan membuat komposit keramik/polimer, dimana sifat bioaktif dari partikel keramik dapat menempel pada matriks biodegradabel polimer. Komposit tersebut diketahui memiliki bioaktifitas dan bisa memperbaiki sifat mekanik membran jika dibandingkan dengan individual polimer^[7]. Hidroksiapatit telah digunakan secara luas sebagai bahan keramik yang bersifat kompatibel karena memiliki sifat osteokonduksi dan resorpsi yang baik. Hidroksiapatit memiliki sifat biokompatibilitas yang sangat baik dengan tulang, gigi, kulit dan otot baik secara *in vivo* dan *in vitro*. Bentuknya dapat berasal dari jaringan biologi maupun sintetik. Selain bioaktif dan osteokonduktif, hidroksiapatit juga tidak toksik dan tidak imunogenik sehingga senyawa ini paling banyak digunakan untuk bahan pengganti tulang^[8-10]. Pencampuran antara polikaprolakton, kitosan dan hidroksiapatit diharapkan dapat menghasilkan komposit dengan sifat fisik dan mekanik yang ideal untuk dijadikan membran GBR.

Pada penelitian ini dilakukan penggabungan antara polikaprolakton, kitosan dan hidroksiapatit yang dicampur secara homogen melalui pengadukan. Komposit yang terbentuk diproses menjadi membran tipis dengan metode penuangan dan penguapan pelarut pada suhu kamar. Dilakukan iradiasi mesin berkas elektron dengan variasi dosis iradiasi untuk melihat pengaruh radiasi terhadap sifat fisik membran komposit. Karakterisasi yang dilakukan adalah uji absorpsi air, uji sifat mekanik, identifikasi gugus fungsi dengan

fourier transform infra red spectroscopy (FTIR) dan analisa pola difraksi dengan *x-ray diffraction* (XRD).

PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan antara lain polikaprolakton produksi Daicel Chemical Industry Ltd, Jepang, kitosan *medical grade* produksi PT Biotech Surindo, Cirebon, kalsium nitrat, diammonium hidrogen fosfat, larutan amoniak 25%, larutan natrium hidroksida dan asam asetat glasial produksi Merck.

Peralatan yang digunakan antara lain mesin berkas elektron (MBE) GJ-2 buatan Cina, Spektrometer FTIR Shimadzu buatan Jepang, Shimadzu X-Ray Diffractometer 7000 buatan Jepang, Toyoseiki Stograph-RI buatan Jepang, Sanyo *freezer, lyophilizer* Christ Beta I, timbangan analitik Acculab BL 210 S Sartorius, IKA C-Mag HS 7 *hot plate stirrer*, peralatan gelas (gelas ukur, Erlenmeyer, dan gelas piala) dan cetakan plastik polipropilena.

Pembuatan Komposit Membran Polikaprolakton

Serbuk hidroksiapatit dibuat dengan cara mencampur kalsium nitrat, diammonium hidrogen fosfat dan amoniak 25% dengan menggunakan metode yang dilakukan oleh Mobasherpour^[11].

Butiran polikaprolakton dilarutkan dalam asam asetat glasial 100% pada suhu 60 °C menggunakan *hot plate stirrer*. Setelah polikaprolakton larut, ditambahkan serbuk kitosan dan hidroksiapatit, dengan komposisi perbandingan berat seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi membran komposit sesuai dengan perbandingan berat unsur penyusunnya

Komposit	Polikaprolakton (% berat)	Kitosan (% berat)	Hidroksiapatit (% berat)
I	50	25	25
II	45	35	20
III	25	50	25
IV	-	70	30

Campuran polikaprolakton, kitosan dan hidroksiapatit diaduk selama enam jam pada suhu 40 °C sampai homogen. Kemudian dituang ke dalam cetakan plastik polipropilena berukuran 12 cm x 7,5 cm. Komposit tersebut dikeringkan pada suhu kamar. Setelah kering, membran direndam dalam 1% larutan natrium hidroksida selama satu malam. Membran dicuci dengan akuadest sampai bersih dari sisa larutan natrium hidroksida. Membran dibekukan pada suhu -20 °C selama satu malam, kemudian dikeringbekukan selama 48 jam. Membran dikemas dalam plastik, kemudian diiradiasi dengan menggunakan mesin berkas elektron (MBE). Dosis iradiasi yang digunakan yaitu 10 kGy, 20 kGy, 30 kGy, 40 kGy, dan 50 kGy dengan tegangan 1,5 MeV, arus 2 mA, dan kecepatan konveyor 11,7 Hz.

Uji Absorpsi Air Membran Komposit

Membran komposit iradiasi dan non iradiasi dipotong berukuran 15 mm x 20 mm. Kemudian membran dikeringkan dalam oven pada suhu 40 °C selama 24 jam, didinginkan dalam desikator, lalu ditimbang sebagai berat awal (W_0).

Membran dicelup dalam aquadest volume 50 ml pada suhu 25 °C dan direndam dengan variasi waktu perendaman antara dua menit sampai enam puluh menit. Setelah itu, sampel diletakkan pada kertas saring untuk menghilangkan air di atas permukaan membran dan langsung ditimbang (sebagai W_1). Persentase kenaikan absorpsi air dihitung sebagai :

$$\% \text{ Absorpsi} = 100 \times (W_1 - W_0) / W_0$$

dimana :

W_0 = berat awal membran

W_1 = berat membran setelah mengabsorpsi air

Uji Sifat Mekanik Membran Komposit

Pengujian sifat mekanik membran komposit dilakukan dengan cara mengukur kekuatan tarik maksimum dan elongasi.

Pengujian dilakukan berdasarkan SNI 06-4209-1996 dengan menggunakan alat uji tarik Stograph-RI Toyoseiki dengan kecepatan 50 mm/menit. Kekuatan tarik maksimum dan elongasi dihitung sebagai :

$$\text{Kekuatan tarik maksimum (kg/cm}^2\text{)} = P/A$$

dimana :

P = beban (kg) dan

A (kg/cm²) = lebar sampel (cm) x tebal sampel (cm)

$$\text{Elongasi (\%)} = [(L_1 - L_0)/L_0] \times 100$$

dimana

L₁ = perpanjangan ketika putus dan

L₀ = panjang area sampel sebelum putus

Analisis Gugus Fungsi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Membran komposit iradiasi dan non iradiasi dicetak dengan ketebalan 0,01 sampai 0,02 mm. Potongan kecil sampel berukuran 0,2 mm x 0,2 mm diletakkan di atas serbuk KBr, kemudian dianalisis dengan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 4000 cm⁻¹ hingga 500 cm⁻¹. Serbuk polikaprolakton, kitosan dan hidroksiapatit diukur pula serapannya.

Karakterisasi Membran Komposit Menggunakan XRD

Membran komposit iradiasi dan non iradiasi dipotong berukuran 20 mm x 20 mm. Sampel dikarakterisasi menggunakan alat X-Ray Diffractometer 7000, Shimadzu dengan kondisi pengukuran target X-Ray adalah Cu, diukur pada tegangan 40 kV dan kuat arus 30 mA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji Absorpsi Air Membran Komposit

Sampel membran komposit polikaprolakton-kitosan-hidroksiapatit disajikan pada Gambar 1. Gambar 1(a) adalah membran komposit yang diiradiasi menggunakan mesin berkas elektron, sedangkan gambar 1 (b) dan (c) berturut-

turut adalah membran komposit dalam kondisi basah setelah dicelup dalam air dan membran komposit yang diregangkan.



(a)



(b)

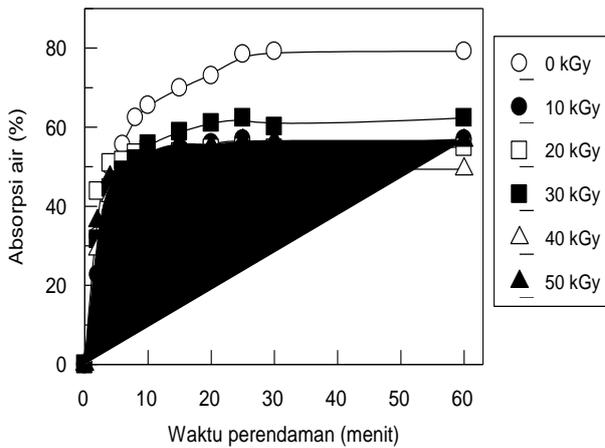


(c)

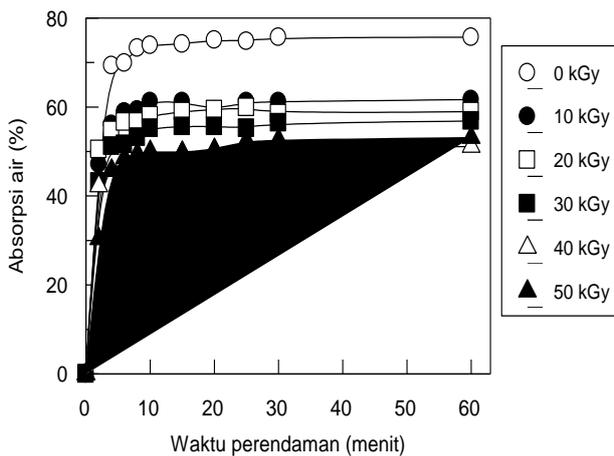
Gambar 1. (a) Sampel membran komposit polikaprolakton-kitosan-hidroksiapatit iradiasi, (b) sampel membran komposit dalam kondisi basah, dan (c) sampel membran komposit yang diregangkan

Secara visual, membran komposit iradiasi dan non iradiasi terlihat berwarna putih dan homogen, tidak terlihat adanya sisa serbuk atau gumpalan dari hidroksiapatit maupun kitosan. Kondisi pengadukan terus-menerus pada suhu 40 °C selama enam jam cukup untuk membuat komposit yang homogen. Membran setelah dikeringkan direndam dalam larutan natrium hidroksida untuk menetralkan pH yang bersifat asam karena penggunaan larutan asam asetat. Selain itu, NaOH berperan pula pada proses gelasi (pembentukan gel) sehingga dihasilkan membran dengan permukaan yang lebih

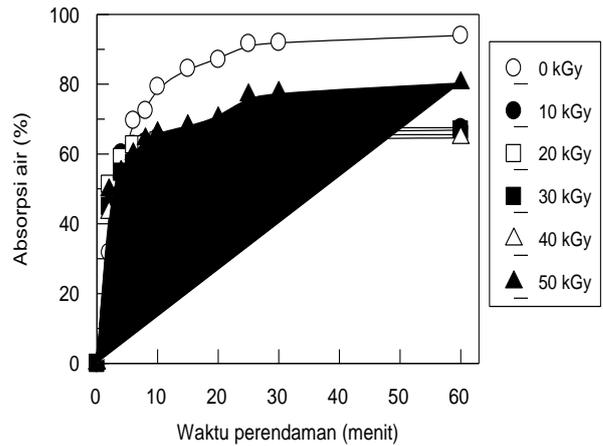
halus dan rapat. Membran komposit pada kondisi kering bersifat keras dan kaku tetapi setelah dicelup dalam air, membran menjadi lentur, dapat diregangkan dan tidak mudah sobek. Membran komposit non iradiasi dan membran iradiasi 10 kGy sampai 50 kGy diukur kemampuannya untuk mengabsorpsi air. Hasil pengukuran absorpsi air ditampilkan pada Gambar 2 sampai dengan Gambar 5.



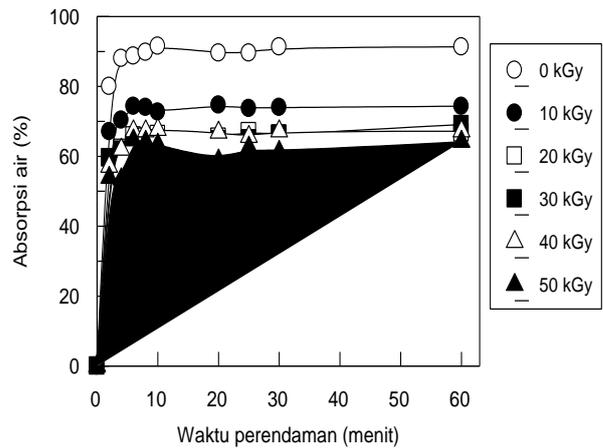
Gambar 2. Grafik hasil pengukuran absorpsi air membran komposit I



Gambar 3. Grafik hasil pengukuran absorpsi air membran komposit II



Gambar 4. Grafik hasil pengukuran absorpsi air membran komposit III



Gambar 5. Grafik hasil pengukuran absorpsi air membran komposit IV

Grafik absorpsi air komposit I sampai IV disajikan pada Gambar 2 sampai dengan Gambar 5. Pada grafik keempat membran komposit menunjukkan kenaikan yang tajam pada proses awal absorpsi air dan cenderung mendatar seiring dengan bertambahnya waktu perendaman serta tercapainya kesetimbangan (Gambar 5).

Secara umum, kesetimbangan absorpsi air dicapai pada waktu perendaman kurang dari 30 menit. Setelah dilakukan perhitungan rata-rata absorpsi air diperoleh data absorpsi air komposit I, II, III, dan IV berturut turut adalah 52,7%, 56,1%, 64,3% dan 69,4%. Komposit I menunjukkan absorpsi air yang paling kecil, sedangkan komposit IV menunjukkan absorpsi paling besar diantara komposit lain. Hal ini disebabkan karena persentase kandungan

polikaprolakton pada komposit I paling besar dibanding yang lain, yaitu sekitar 50%. Selain itu, kandungan kitosan pada komposit I juga paling kecil diantara komposit lain, yaitu sekitar 25%.

Kandungan kitosan pada komposit I, II, III, dan IV berturut-turut adalah 25%, 35%, 50% dan 70%. Polikaprolakton bersifat hidrofobik sedangkan kitosan dan hidroksiapatit bersifat hidrofilik, sehingga komposit dengan kandungan polikaprolakton paling besar dan kitosan paling kecil menunjukkan absorpsi air yang kecil. Semakin besar kandungan kitosan menunjukkan semakin besar pula absorpsi air. Kenaikan absorpsi air kemungkinan disebabkan karena bertambahnya tingkat kesulitan pada pembentukan susunan rantai polimer karena kitosan menghalangi pergerakan polimer dan sifat hidrofilik dari kitosan menyebabkan lemahnya perlekatan dengan polikaprolakton yang bersifat hidrofobik^[12].

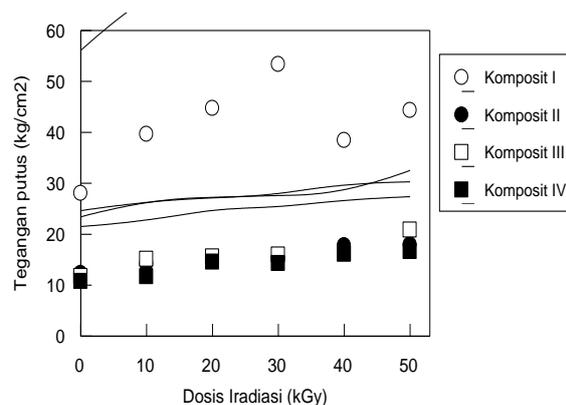
Adanya bahan pengisi seperti hidroksiapatit juga mempengaruhi absorpsi air. Komposit IV memiliki kandungan hidroksiapatit sekitar 30%. Absorpsi air meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah hidroksiapatit. Hal ini disebabkan karena dua faktor, yaitu sifat hidrofilik dari hidroksiapatit dan adanya rongga diantara matriks (polikaprolakton – kitosan) dengan bahan pengisi (hidroksiapatit). Gugus fungsi –OH bebas pada hidroksiapatit menyebabkan absorpsi air karena terbentuk ikatan hidrogen dengan molekul air, sehingga absorpsi air meningkat seiring dengan meningkatnya bahan pengisi karena semakin banyak pula air yang masuk kedalam rongga^[7,13]. Dari keempat grafik pada Gambar 2 – 5 terlihat pula bahwa absorpsi air terbesar adalah pada membran komposit yang tidak diiradiasi, kemampuan membran untuk mengabsorpsi air menurun seiring dengan kenaikan dosis iradiasi. Absorpsi air terkecil terjadi pada membran yang diiradiasi dosis 40 kGy sampai 50 kGy. Penurunan absorpsi air pada membran komposit iradiasi dosis

tinggi kemungkinan disebabkan karena terjadinya degradasi pada kitosan, sehingga kemampuan absorpsinya menjadi berkurang.

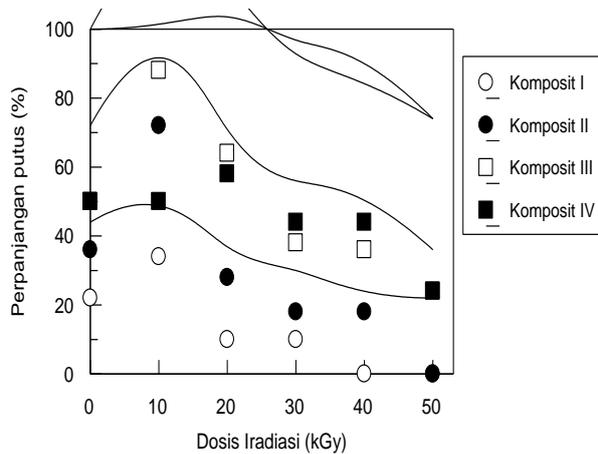
Uji Sifat Mekanik Membran Komposit

Komposit dengan sifat mekanik yang baik dapat diperoleh jika bahan pengisi dapat terdispersi dengan baik di dalam matriks. Bahan pengisi dan matriks harus bersifat kompatibel atau sesuai satu sama lain^[14]. Dalam penelitian ini, bahan pengisi yang digunakan adalah hidroksiapatit dan matriksnya adalah polikaprolakton dan kitosan. Uji sifat mekanik penting dilakukan untuk memperoleh gambaran sifat membran yang akan digunakan sebagai membran *guided bone regeneration* (GBR).

Kekuatan tarik maksimum (*tensile strength*) adalah kemampuan suatu bahan untuk menahan beban tanpa membuat bahan tersebut putus. Sifat mekanik sangat penting diuji untuk polimer yang pada pemakaiannya akan diregangkan, contohnya seperti membran. Perpanjangan (*elongation*) adalah suatu deformasi, atau perubahan bentuk yang dialami oleh suatu bahan karena adanya tekanan, sampel mengalami regangan sehingga lebih panjang. Elongasi adalah tegangan yang dialami suatu bahan ketika putus^[15]. Hubungan pengaruh iradiasi terhadap kekuatan tarik maksimum dan elongasi empat komposisi membran ditunjukkan pada Gambar 6 dan Gambar 7.



Gambar 6. Grafik pengaruh iradiasi terhadap kekuatan tarik maksimum membran komposit I - IV



Gambar 7. Grafik pengaruh iradiasi terhadap elongasi membran komposit I-IV

Pada Gambar 6 terlihat bahwa kekuatan tarik maksimum membran komposit sebagai fungsi dari dosis iradiasi pada komposisi I sampai IV berbeda-beda. Dengan bertambahnya dosis iradiasi, kekuatan tarik maksimum komposit I sampai IV cenderung bertambah. Pada komposit I, kekuatan tarik maksimum dicapai pada dosis iradiasi 30 kGy, kemudian berkurang dengan bertambahnya dosis. Ada dua mekanisme interaksi radiasi pada polimer, yaitu pemutusan rantai yang mengakibatkan menurunnya kekuatan tarik maksimum dan elongasi, dan ikatan silang yang menaikkan kekuatan tarik maksimum tetapi menurunkan nilai elongasi sampai dengan putus. Kedua reaksi tersebut terjadi bersamaan, tetapi salah satu reaksi bersifat lebih dominan tergantung pada jenis polimer dan bahan tambahan yang digunakan^[16].

Pada penelitian ini, reaksi yang bersifat dominan adalah ikatan silang, hal tersebut dapat diamati dari semakin bertambahnya nilai kekuatan tarik maksimum seiring dengan pertambahan dosis iradiasi. Komposit I menunjukkan nilai kekuatan tarik maksimum yang paling tinggi karena memiliki konsentrasi polikaprolakton paling tinggi, yaitu 50% yang dapat dilihat pada Gambar 6. Seperti halnya terlihat pada Gambar 6, komposit IV memiliki nilai kekuatan tarik paling rendah karena matriksnya tidak mengandung polikaprolakton, hanya kitosan saja

sehingga nilainya kecil. Hal tersebut sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh Narkis dkk. dan Cottam dkk^[17-18] bahwa kekuatan tarik maksimum membran komposit menurun seiring dengan meningkatnya kandungan hidroksiapatit.

Komposit IV dengan kandungan hidroksiapatit paling besar yaitu 30% memiliki kekuatan tarik maksimum yang paling rendah jika dibanding dengan kekuatan tarik maksimum komposit I, II, dan III yang memiliki kandungan hidroksiapatit lebih kecil. Penurunan tersebut disebabkan karena adanya sifat adhesi atau perlekatan antarmuka antara matriks dan bahan pengisi dan kemampuannya untuk memindahkan tekanan melewati antarmuka tersebut. Ketiadaan perlekatan menyebabkan terbentuknya pori yang ada kaitannya dengan lepasnya ikatan serat polimer.

Ketika komposit mendapatkan tekanan, kekosongan perlekatan antara polimer dan hidroksiapatit membuat terbatasnya proses pemindahan tekanan. Semakin rendah perlekatan antara hidroksiapatit dan matriks, semakin rendah pula tekanan yang menyebabkan ikatan terlepas sehingga serat polimer kurang mampu menguatkan komposit. Semakin bertambahnya hidroksiapatit maka semakin rendah pula perlekatan antarmuka, sehingga rantai molekul komposit terputus dan menyebabkan berkurangnya kekuatan tarik maksimum membran komposit^[7]. Selain itu, kitosan relatif rapuh karena memiliki struktur kristal yang *rigid* atau kaku. Adanya penambahan hidroksiapatit yang memiliki sifat yang lebih rapuh dari pada kitosan akan meningkatkan sifat kerapuhan dari membran komposit sehingga mengakibatkan menurunnya kekuatan tarik maksimum^[19].

Keberadaan bahan pengisi pada matriks polikaprolakton dan kitosan iradiasi juga menyebabkan terjadinya perubahan sifat elongasi membran komposit. Semakin bertambahnya dosis iradiasi, berakibat pada semakin berkurangnya nilai elongasi. Elongasi maksimum diperoleh pada dosis

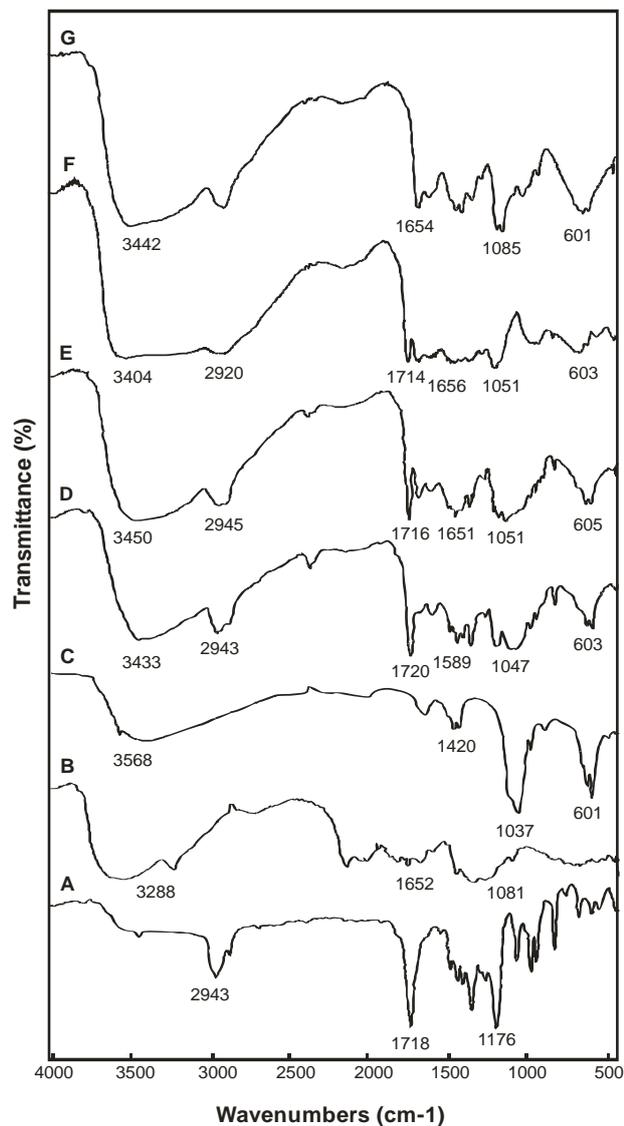
iradiasi 10 kGy, penambahan dosis selanjutnya menyebabkan menurunnya nilai elongasi. Iradiasi dapat memperbaiki sifat kekakuan dan kekuatan membran karena dapat menyebabkan perlekatan yang kuat antara bahan pengisi dan matriks polimer. Sebagai konsekuensi, ketahanan dari membran komposit berkurang sehingga nilai elongasi juga berkurang^[13].

Komposit III memiliki elongasi yang relatif lebih besar dibandingkan dengan komposit lain. Perbandingan komposisi polikaprolakton (25%): kitosan (50%): hidroksiapatit (25%) menghasilkan membran dengan sifat kelenturan atau elastisitas yang cukup baik jika dibandingkan dengan komposit I yang memiliki komposisi polikaprolakton (50%) : kitosan (25%) : hidroksiapatit (25%). Komposit IV tidak memiliki pola elongasi yang sama dengan tiga komposit lain karena pada komposit tersebut tidak terdapat polikaprolakton pada matriksnya.

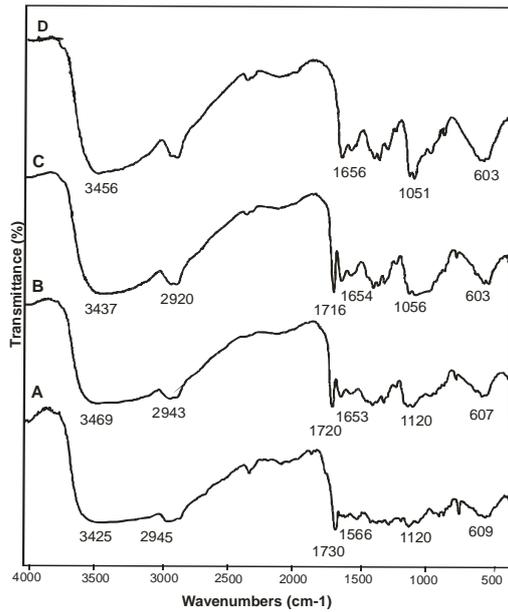
Dari hasil pengujian kekuatan tarik maksimum dan elongasi terlihat bahwa komposit III memiliki sifat mekanik yang prospektif untuk dijadikan membran. Hal ini disebabkan karena komposit tersebut memiliki kekuatan tarik maksimum yang cukup baik dan elastisitas paling baik yang dapat dilihat dari nilai elongasi-nya.

Analisis Gugus Fungsi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektroskopi FTIR digunakan untuk mengetahui karakteristik gugus fungsi yang terbentuk dari membran komposit. Spektrum FTIR dari membran komposit non iradiasi dan iradiasi disajikan pada Gambar 8 dan 9.



Gambar 8. (a) Spektrum FTIR polikaprolakton ,(b) kitosan, (c) hidroksiapatit, (d) membran komposit I, (e) membran komposit II , (f) membran komposit III, dan (g) membran komposit IV



Gambar 9. (a) Spektrum FTIR membran iradiasi 50 kGy komposit I, (b) komposit II, (c) komposit III, dan (d) komposit IV

Spektrum FTIR dari polikaprolakton terdapat pada Gambar 8(a). Spektrum yang khas dari struktur polikaprolakton terdiri :

- 1) Vibrasi regang dan tekuk dari $-(CH_2)-$ pada bilangan gelombang 3000-2850 cm^{-1} dan 1250-1480 cm^{-1} ;
- 2) Ikatan C=O pada daerah di sekitar bilangan gelombang 1700 -1750 cm^{-1}
- 3) Vibrasi regang C-O pada daerah sekitar 1050 – 1250 cm^{-1} . Absorpsi yang kuat di sekitar daerah 1750 cm^{-1} mengindikasikan gugus ester alifatik^[20].

Gambar 8(b) adalah spektrum FTIR dari kitosan. Spektrum khas dari kitosan yaitu vibrasi regang H-NH terdapat pada panjang gelombang 3288-3103 cm^{-1} , vibrasi regang C-H alifatik atau O-CH₃ pada 2878 cm^{-1} , vibrasi regang NH₂ pada bilangan 1652 cm^{-1} , dan vibrasi tekuk C-H dari CH₂ pada bilangan gelombang 1419 cm^{-1} . Gambar 8(c) adalah spektrum dari hidroksiapatit. Panjang gelombang dari vibrasi regang OH (ikatan H intermolekular) terdapat pada 3568-3388 cm^{-1} , serapan khas dari karbonat (CO₃²⁻) pada 1420 cm^{-1} dan 874 cm^{-1} kemudian serapan fosfat (PO₄³⁻) pada 1037, 601, dan 569 cm^{-1} . Unsur karbonat yang ada pada

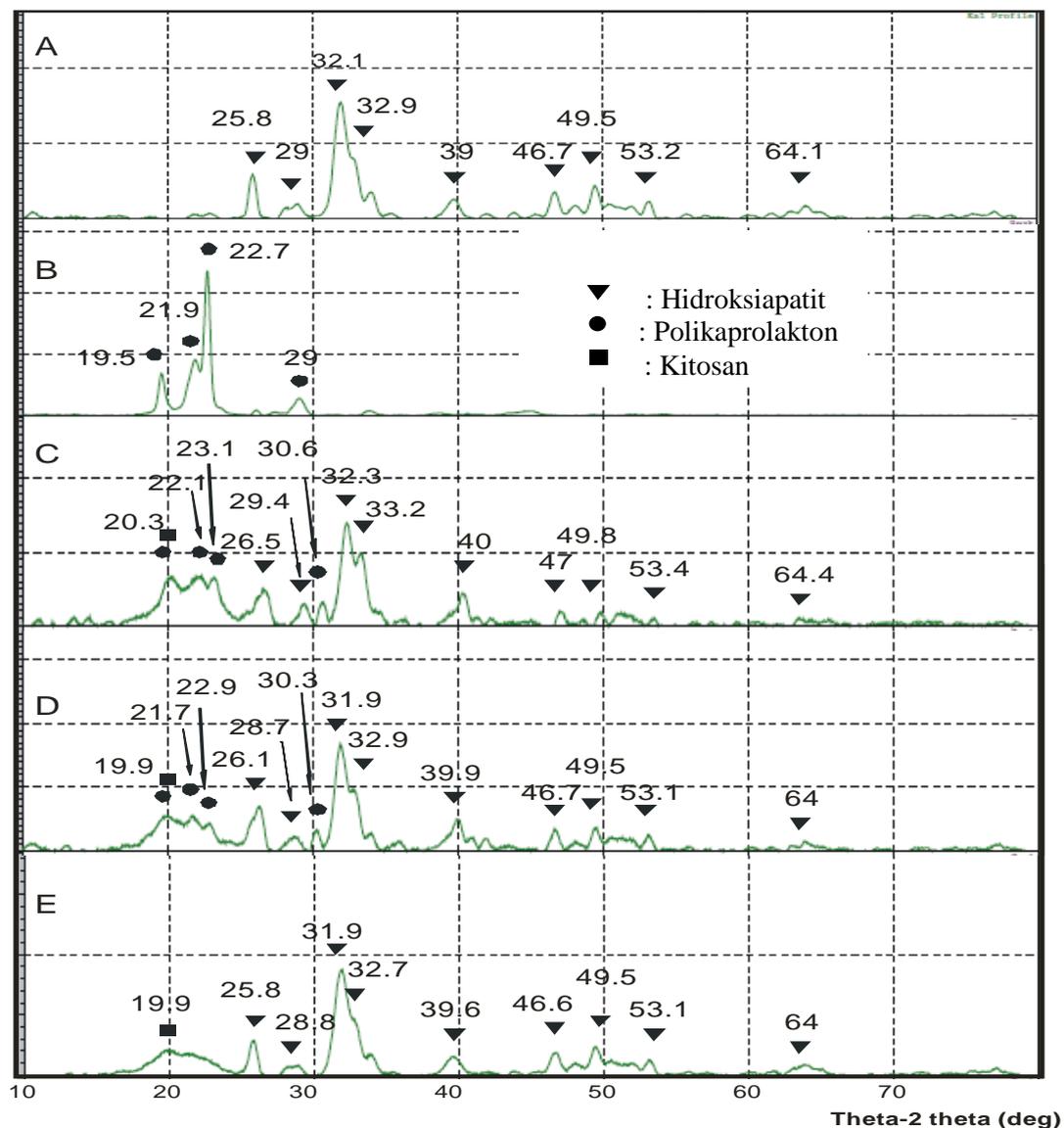
hidroksiapatit menunjukkan bahwa senyawa tersebut memiliki kristalinitas rendah sehingga memiliki sifat bioaktifitas yang baik^[7]. Spektum FTIR dari membran komposit I sampai IV terdapat pada

Gambar 8 (d, e, f, dan g). Keempat spektrum FTIR membran komposit tersebut, menunjukkan gabungan puncak-puncak yang khas dari bahan penyusunnya. Misalnya pada komposit I menunjukkan gabungan spektrum polikaprolakton, kitosan dan hidroksiapatit (3500-3300, 2864, 1720, 1091, 875 - 1389, dan 567 - 1047 cm^{-1})^[21]. Gugus amin pada kitosan berpotensi membentuk ikatan amida dengan gugus karbonil dari polikaprolakton. Pada kasus tersebut, panjang gelombang gugus karbonil di sekitar 1700 - 1750 cm^{-1} akan bergeser ke panjang gelombang yang lebih rendah (sekitar 1630 - 1680 cm^{-1}). Perubahan ini tidak teramati pada komposit, sehingga dapat disimpulkan bahwa tidak terjadi ikatan kimia antara kitosan dan polikaprolakton, hanya bercampur bersama^[22].

Gambar 9 adalah spektrum FTIR membran komposit iradiasi. Terlihat bahwa ada sedikit pergeseran puncak panjang gelombang C=O pada membran komposit iradiasi dibandingkan pada membran non iradiasi. Pada komposit I, terjadi pergeseran dari panjang gelombang 1720 cm^{-1} menjadi 1730 cm^{-1} , begitu pula halnya dengan komposit II, III, dan IV. Hal tersebut mengindikasikan bahwa kemungkinan terjadi reaksi pada gugus karbonil^[13].

Karakterisasi Membran Komposit Menggunakan XRD

Karakterisasi ini bertujuan untuk melihat pola difraksi dari membran komposit dan melakukan perbandingan dengan pola difraksi unsur penyusunnya yaitu polikaprolakton, hidroksiapatit dan kitosan. Spektrum difraksi membran komposit dan unsur penyusunnya disajikan pada Gambar 10.



Gambar 10. (a) Spektrum difraksi XRD hidroksiapatit, (b) polikapolakton, (c) membran komposit II, (d) membran komposit III, dan (e) membran komposit IV

Spektrum difraksi dari hidroksiapatit terdapat pada Gambar 10(a). Sekurangnya terdapat 9 puncak difraksi pada sudut 2θ $25,8^\circ$ sampai $64,1^\circ$ dan puncak dengan intensitas kuat pada 2θ $25,8^\circ$, $32,1^\circ$ dan $32,9^\circ$. Puncak yang agak melebar dan kurang tajam menunjukkan bahwa hidroksiapatit berada dalam fase semi kristalin. Gambar 10(b) adalah pola difraksi dari polikaprolakton. Ada 4 puncak difraksi yang menunjukkan pola karakteristik dari polikaprolakton pada sudut 2θ $19,5^\circ$ sampai 29° . Puncak dengan intensitas kuat terdapat pada sudut 2θ $19,5^\circ$; $21,9^\circ$; dan $22,7^\circ$. Puncak yang agak melebar menunjukkan bahwa

polikaprolakton juga berada pada fase semi kristalin. Gambar 10(c) dan 10(d) berturut-turut adalah pola difraksi membran komposit II dan III. Terlihat bahwa spektrum difraksinya menunjukkan pola difraksi gabungan dari hidroksiapatit, polikaprolakton dan kitosan. Terdapat 9 puncak difraksi dari hidroksiapatit dan 4 puncak difraksi dari polikaprolakton dengan sudut 2θ yang hampir sama atau terjadi sedikit pergeseran. Misalnya salah satu sudut 2θ pada polikaprolakton adalah 29° , sementara pada membran komposit II bergeser menjadi $30,6^\circ$ dan pada membran komposit III menjadi $30,3^\circ$. Intensitas dan tinggi puncak difraksi polikaprolakton

pada membran komposit II sedikit lebih tinggi daripada membran komposit III. Hal tersebut terjadi disebabkan karena persentase jumlah polikaprolakton lebih kecil dan persentase jumlah hidroksiapatit lebih besar pada membran komposit III. Dengan bertambahnya hidroksiapatit, polikaprolakton melekat pada rongga mikro dari hidroksiapatit atau terabsorpsi pada permukaan komposit, membuat polikaprolakton terkristalisasi sebagian. Sifat tersebut ada kaitannya dengan penurunan jumlah polikaprolakton pada komposit^[7]. Selain itu, terdapat penggabungan puncak serapan antara kitosan dan polikaprolakton diantara sudut 2θ 19° sampai 23° . Pada membran komposit II dan III, puncak difraksi khas dari polikaprolakton di sudut 2θ $19,5^\circ$ sampai $22,7^\circ$ yang semula memiliki puncak yang tajam, berubah menjadi melebar karena adanya penggabungan dengan puncak difraksi kitosan. Hal tersebut diperkuat dengan analisa pola difraksi Gambar 10(e), yaitu pada membran komposit IV. Membran komposit tersebut hanya terdiri dari kitosan dan hidroksiapatit saja, tanpa adanya polikaprolakton. Terlihat puncak difraksi yang khas dari kitosan pada sudut 2θ $19,9^\circ$.

Puncak yang melebar menunjukkan bahwa kitosan berada pada fase amorf. Tidak terbentuknya puncak difraksi baru dan tidak terjadinya pergeseran sudut difraksi secara signifikan pada membran komposit menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan struktur kristal pada campuran polikaprolakton, kitosan dan hidroksiapatit.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa membran komposit polikaprolakton-kitosan-hidroksiapatit dapat dibuat dengan menggunakan teknik iradiasi berkas elektron. Dosis iradiasi maksimum dicapai pada dosis 30 kGy, jika dosis iradiasi lebih

dari dosis tersebut menunjukkan adanya perubahan sifat fisik dan mekanik.

Berdasarkan uji absorpsi air, sifat mekanik, analisa gugus fungsi dengan FTIR dan analisa pola difraksi dengan XRD pada empat membran komposit dapat disimpulkan bahwa membran komposit III dengan komposisi polikaprolakton : kitosan : hidroksiapatit 25% : 50% : 25% prospektif dijadikan membran untuk aplikasi biomaterial.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Yang Fang, K.B Sanne et al. 2009., *Development of an electrospun nano-apatite/PCL composite membrane for GTR/GBR application*". Acta Biomat 5.:3295-3304
- [2] Bottini M.C, T.Vinoy et al. 2012., *Recent advances in the development of GTR/GBR membranes for periodontal regeneration-A materials perspective*". Dental Materials XXX
- [3] Sarasam A, R.K Krisnashwamy et al. 2006., *Blending Chitosan with Polycaprolactone: Effects on physicochemical and antibacterial properties*". Biomacromolecules 7.:1131-1138
- [4] Sarasam A, V.M.Sudararajan. 2005., *Characterization of chitosan-polycaprolactone blends for tissue engineering applications*". Biomaterials 26.:5500-5508
- [5] Wan Ying, Wu Hua et al. 2008., *Compressive mechanical properties and biodegradability of porous poly(caprolactone)/chitosan scaffolds*". Polymer DegradStab 93.:1736-1741
- [6] Wan Ying, Lu Xiaoling, et al. 2009., *Thermophysical properties of polycaprolactone/chitosan blend membranes*". Thermochimica Acta 487.:33-38
- [7] Xiufeng Xiao, Rongfang Liu et all. 2009., *Preparation and*

- characterization of hydroxyapatite/polycaprolactone-chitosan composites". *J Mater Sci:Mater Med* 20.:2375-2383
- [8] Armentano I., Dottori M, et al. 2010.,, *Biodegradable polymer matrix nanocomposites for tissue engineering: A review*". *J.polymdegradstab* 95.:2126-2146
- [9] Nayak, K.A. 2010.,, *Hydroxyapatite synthesis methodologies: An overview*". *Int.J. Chem. Tech.Res.*, 2 (2):. 903-907
- [10] Cengiz B, Yavuz G et al. 2008.,, *Synthesis and characterization of hydroxyapatite nanocomposite*". *Colloids and Surface A:Physicochem.Eng.Aspects*, 322.: 29-33
- [11] Mobasherpor, Heshajin M.S et al. 2007.,, *Synthesis of nanocrystalline hydroxyapatite by using precipitation method*". *J.Alloys and Compounds* 430.: 330–333
- [12] Chin-San Wu. 2005.,, *A comparison of the structure, thermal properties, and biodegradability of polycaprolactone/chitosan and acrylic acid grafted polycaprolactone/chitosan*". *Polymer* 46 .:147-155
- [13] Chang S.Y, Ismail H, Ahsan Q. 2012.,, *Effect of maleic anhydride of kenaf dust filled polycaprolactone-thermoplastic sago starch composites*". *BioResources* 7 (2):.1594-1616
- [14] Ibrahim N.A, Ahmad S.N.A, et al. 2009.,, *Effect of electron beam irradiation and poly(vinylpyrrolidone) addition on mechanical properties of polycaprolactone with empty fruit bunch fibre (OPEFB) composite*". *eXPRESS Polymer Letters* 3, No.4.: 226-234
- [15] Bhattacharya Amit, Ray Paramit et al. 2009. *Polymer Grafting and Crosslinking*. New Jersey : John ley & Sons.Inc.
- [16] Arshak Khalil, Korostynska Olga. 2006.,, *Advanced Materials and Techniques for Radiation Dosimetry*. Portland: Artech House.Book News.Inc.
- [17] Narkis M, S.Sibony-Chaouat, et al.,, *Irradiation effects on polycaprolactone*. *Polymer* 26
- [18] Cottam E, W.L.H David, et al. 2009.,, *Effect of sterilization by gamma irradiation on the ability of polycaprolactone (PCL) to act as a scaffold material*" *Medical Engineering & Physics* 31.: 221-226
- [19] Teng Shu-Hua, Lee eun-Jung, et al. 2008.,, *Chitosan/nanohydroxyapatite composite membranes via dynamic filtration for guided bone regeneration*". *J.Biomedical Material Research Part A* 27.:570-581
- [20] Johari N, Fathi M.H, Golozar M.A. 2012.,, *Fabrication, characterization and evaluation of the mechanical properties of poly(ϵ -caprolactone)/nano-fluoridated hydroxyapatite scaffold for bone tissue engineering*". *Composite:Part B* 43.:1671-1675
- [21] Sahoo S, Sasmal A, et al.2010.,, *Synthesis of chitosan-polycaprolactone blend for control delivery of ofloxacin drug*". *Carbohydrate Polymers* 79 .:106-113
- [22] Sarasam A. 2006. "Chitosan-Polycaprolactone mixtures as biomaterials-influence of surface morphology on cellular activity". Online dissertation Oklahoma state university.(<http://digital.library.okstate.edu/etd/umi-okstate>, diakses 16 Juli 2012)

RIWAYAT PENULIS

Yessy Warastuti, lahir di Jakarta, 29 Maret 1979. Lulus Sarjana Kimia di Universitas Indonesia pada tahun 2002. Bekerja sebagai peneliti di Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radas (BATAN).

Indeks Penulis

B

Bambang Sriyono 73
Basril Abbas 149

E

Edi Herianto 121
Efendi Mabruri 131
Eni Febriana 83

F

Franciska Pramuji Lestari 73

I

Ika Kartika 73

M

M. Syahril 139
Mashadi 89

N

Nani Suryani 149

P

Pius Sebleku 97

R

Rahardjo Binudi 121

S

Saeful Yusuf 89
Solihin 83

T

Tri Arini 83

W

Wisnu Ari Adi 97

Y

Yessy Warastuti 149
Yudi Nugraha T 73
Yunasfi 89

Z

Zulfiadi Zulhan 105

Indeks

A

- Absorpsi 97, 102, 103, 149, 150, 151, 152, 153, 154
Absorption 97, 103, 104, 149

B

- Batas butir ferit 139
Bijih besi 105, 107, 108, 109, 110, 111, 112, 113, 114, 115, 116, 117, 118, 122, 124, 129
Biodegradabel 73, 74, 149, 150
Biodegradable 73, 81, 160
Blast furnace 105, 110, 111, 113, 114, 115, 116, 117, 118, 122, 124, 129

C

- Capex 105, 114, 115, 116
Cobalt 131
Composite 89, 95, 103, 149, 159, 160
Crystal structure 97, 104, 149

D

- Dolomit 83, 84, 85, 86
Dolomite 83, 84
Dry milling 73, 74, 75, 76, 78, 80

E

- Effective interdifusion 131
Electrical conductivity 89, 95
Electromagnetic wave 97, 103
Electron beam irradiation 149, 160

F

- Fe-C thin film 89
Ferrite grain boundary 139

G

- Gelombang elektromagnetik 97, 98, 102, 103

H

- Hidroksiapatit 75, 149, 150, 151, 152, 154, 155, 156, 157, 158, 159
Hot blast cupola 121
Hydroxyapatite 149, 160

I

- Interdifusi efektif 131, 132, 133, 134, 135, 136, 137
Iradiasi berkas elektron 149, 159
Iron ore 105, 118

K

- Kobal 131
Komposit 89, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 149, 150, 151, 152, 153, 154, 155, 156, 157, 158, 159
Konduktivitas listrik 89
Kupola udara panas 121, 123, 124, 125, 126, 127, 128

L

- LaMnO₃ 97, 98, 99, 100, 101, 102, 103, 104
Lapisan Tipis Fe-C 89, 91
Laterit 105, 108, 113, 114, 118, 121, 122, 123, 124, 125, 126, 127, 128, 129
Laterite 121

M

- Magnesium carbonate 83, 87
Magnesium karbonat 83, 84, 85, 86
Magnetic 89, 95, 97, 98, 103
Magnetik 89, 90, 93, 94, 97, 98, 99, 100, 101, 102, 103
Magnetoresistance ratio 89, 93
Metal foam 73, 74, 75
Mg-Ca-Zn-CaH₂ powder 73

N

Nanosize particle 83
Nickel based superalloys 131
Nickel 103, 121, 122, 128, 131
Nickel-rhenium 131
Nikel 109, 113, 121, 122, 123, 124, 127,
128, 129, 131, 132, 133, 134, 137
Nikel-rhenium 131
Nisbah magnetoresistance 89, 91, 93
NPI 121, 122, 123, 124, 127, 128

O

Opex 105, 114, 116

P

Partikel ukuran nano 83
Pengerasan permukaan 139, 140, 146
Polikaprolakton 149, 150, 151, 152,
154, 155, 156, 157,
158, 159
Polycaprolactone 149, 159, 160
Poros roda belakang 139, 140, 141, 142,
143, 144, 145, 146

R

Refractory element 131
Resistivitas 89, 91, 93, 94
Resistivity 89
Rotary kiln 105, 112, 113, 114, 115,
116, 118
Ruthenium 131

S

Serbuk Mg-Ca-Zn-CaH₂ 73, 75, 76, 78,
80
Serbuk ultra halus 83
Struktur kristal 97, 98, 149, 155, 159
Superalloy berbasis nikel 131, 132, 137
Surface hardening 139

U

Ultra fine grain 83, 84, 86
Unsur refraktori 131, 137

V

Vehicle rear axle 139



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
PUSAT PENELITIAN METALURGI

Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314, Tlp.021-7560911 Fax. 021-7560553

PANDUAN BAGI PENULIS

1. Penulis yang berminat menyumbangkan hasil karyanya untuk dimuat di dalam majalah Metalurgi, diharuskan mengirim naskah asli dalam bentuk final baik hardcopy atau softcopy (dalam file doc), disertai pernyataan bahwa naskah tersebut belum pernah diterbitkan atau tidak sedang menunggu penerbitannya dalam media tertulis manapun.
2. Penulis diminta mencantumkan nama tanpa gelar, afiliasi kedudukan dan alamat emailnya setelah judul karya tulisnya, dan ditulis dengan Times New Roman (TNR), jarak 1 spasi, font 12.
3. Naskah harus diketik dalam TNR font 12 dengan satu (1) spasi. Ditulis dalam bentuk hardcopy dengan kertas putih dengan ukuran A4 pada satu muka saja. Setiap halaman harus diberi nomor dan diusahakan tidak lebih dari 30 halaman
4. Naskah dapat ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa Inggris, harus disertai dengan judul yang cukup ringkas dan dapat melukiskan isi makalah secara jelas. Judul ditulis dalam bahasa Indonesia dan bahasa Inggris dengan huruf kapital menggunakan TNR font 14 dan ditebalkan. Untuk yang berbahasa Indonesia, usahakanlah untuk menghindari penggunaan bahasa asing.
5. Isi naskah terdiri dari Judul naskah, Nama Pengarang dan Institusi beserta email, Intisari/Abstract, Pendahuluan, Tata Kerja/Prosedur Percobaan, Hasil Percobaan, Pembahasan, Kesimpulan dan Saran, Daftar Pustaka, Ucapan Terimakasih dan Riwayat Hidup. Pakailah bahasa yang baik dan benar, singkat tapi cukup jelas, rapi, tepat dan informatif serta mudah dicerna/dimengerti. Sub judul ditulis dengan huruf kapital TNR font 12, ditebalkan tanpa penomoran urutan sub judul, misalnya :
PENDAHULUAN
PROSEDUR PERCOBAAN, dan seterusnya.
6. Naskah harus disertai intisari pendek dalam bahasa Indonesia dan abstract dalam bahasa Inggris ditulis TNR 10 jarak 1 spasi diikuti dengan kata kunci/keywords ditulis miring. Isi dari intisari/abstract merangkum secara singkat dan jelas tentang :
 - Tujuan dan Ruang Lingkup Litbang
 - Metoda yang Digunakan
 - Ringkasan Hasil
 - Kesimpulan
7. Isi pendahuluan menguraikan secara jelas tentang :
 - Masalah dan Ruang Lingkup
 - Status Ilmiah dewasa ini
 - Hipotesis
 - Cara Pendekatan yang Diharapkan
 - Hasil yang Diharapkan
8. Tata kerja/prosedur percobaan ditulis secara jelas sehingga dapat dipahami langkah-langkah percobaan yang dilakukan.
9. Hasil dan pembahasan disusun secara rinci sebagai berikut :
 - Data yang disajikan telah diolah, dituangkan dalam bentuk tabel atau gambar, serta diberi keterangan yang mudah dipahami. Penulisan keterangan tabel diletakkan di atas tabel, rata kiri dengan TNR 10 dengan spasi 1. Kata tabel ditulis tebal. Akhir keterangan tidak



PANDUAN BAGI PENULIS

diberi tanda titik .

Contoh : Tabel 1. Harga kekerasan baja SS 316L

Penulisan keterangan gambar ditulis di bawah gambar, rata kiri dengan TNR 10 jarak 1 spasi, format “*in line with text*”. Kata gambar ditulis tebal. Akhir keterangan tidak diberi tanda titik.

Contoh : Gambar 1. Struktur mikro baja SS 316L

- Pada bagian pembahasan terlihat adanya kaitan antara hasil yang diperoleh dengan konsep dasar dan atau hipotesis
- Kesesuaian atau pertentangan dengan hasil litbang lainnya
- Implikasi hasil litbang baik secara teoritis maupun penerapan

10. Kesimpulan berisi secara singkat dan jelas tentang :

- Esensi hasil litbang
- Penalaran penulis secara logis dan jujur, fakta yang diperoleh

11. Penggunaan singkatan atau tanda-tanda diusahakan untuk memakai aturan nasional atau internasional. Apabila digunakan sistem satuan maka harus diterapkan Sistem Internasional (SI)

12. Kutipan atau Sitasi

- Penulisan kutipan ditunjukkan dengan membubuhkan angka (dalam format superscript) sesuai urutan.
- Angka kutipan ditulis **sebelum** tanda titik akhir kalimat tanpa spasi, dengan tanda kurung siku dan **tidak** ditebalkan (*bold*).
- Jika menyebut nama, maka angka kutipan langsung dibubuhkan setelah nama tersebut.
- Tidak perlu memakai catatan kaki.
- Urutan dalam Daftar Pustaka ditulis sesuai dengan nomor urut kutipan dalam naskah.

Contoh: Struktur mikro baja SS 316L^[2].

13. Penyitiran pustaka dilakukan dengan memberikan nomor di dalam tanda kurung. Daftar pustaka itu sendiri dicantumkan pada bagian akhir dari naskah. Susunan penulisan dari pustaka sebagai berikut :

1. Buku dengan satu pengarang atau dua pengarang (hanya nama pengarang yang dibalik) :

[1] Peristiwady, Teguh. 2006. *Ikan-ikan Laut Ekonomis Penting di Indonesia : Petunjuk Identifikasi*. Jakarta : LIPI Press.

[2] Bambang, Dwiloka dan Ratih Riana. 2005. *Teknik Menulis Karya Ilmiah*. Jakarta : Rineka Cipta.

2. Buku dengan tiga pengarang atau lebih

[1] Suwahyono, Nurasih dkk. 2004. *Pedoman Penampilan Majalah Ilmiah Indonesia*. Jakarta : Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah, LIPI.

3. Buku tanpa nama pengarang, tapi nama editor dicantumkan.

[1] Brojonegoro, Arjuno dan Darwin (Ed.). 2005. *Pemberdayaan UKM melalui Program Iptekda LIPI*, Jakarta : LIPI Press.

4. Buku tanpa pengarang, tapi ditulis atas nama Lembaga.

[1] Pusat Bahasa Departemen Pendidikan dan Nasional. 2006. *Kamus Besar bahasa*



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
PUSAT PENELITIAN METALURGI

Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314, Tlp.021-7560911 Fax. 021-7560553

PANDUAN BAGI PENULIS

Indonesia Jakarta : Balai Pustaka.

5. Artikel dari Jurnal/majalah dan koran (bila tanpa pengarang)

[1] Haris, Syamsudin. 2006., „Demokratisasi Partai dan Dilema Sistem Kepartaian di Indonesia”. *Jurnal Penelitian Politik.*: 67-76 Jakarta.

6. Artikel dari bunga rampai

[1] Oetama, Yacob. 2006., Tradisi Intelektualitas, Taufik Abdullah, Jurnalisme Makna”. Dalam A.B. Lapijan dkk. (Ed.), *Sejarah dan Dialog Peradaban.* Jakarta : LIPI Press.

7. Bahan yang belum dipublikasikan atau tidak diterbitkan

[1] Wijana, I dewa Putu. 2007., „Bias Gender pada Bahasa Majalah Remaja”. Tesis, Fakultas Ilmu Budaya Yogyakarta : Universitas Gajah Mada.

8. Bahan yang belum dipublikasikan atau tidak diterbitkan

[1] Wijana, I dewa Putu. 2007., „Bias Gender pada Bahasa Majalah Remaja”. Tesis, Fakultas Ilmu Budaya Yogyakarta : Universitas Gajah Mada.

9. Tulisan Bersumber dari Internet

[1] Rustandy, Tandean. 2006 “Tekan Korupsi Bangun Bangsa”.
(<http://www.kpk.go.id/modules/news/article.php?storyid=1291>, diakses 14 Januari 2007)

14. Ucapan terimakasih ditulis dengan huruf kapital TNR font 12 dan ditebalkan. Isi dari ucapan terimakasih ditulis dengan TNR 12 dan spasi 1.

15. Naskah yang dinilai kurang tepat untuk dimuat di dalam majalah akan dikirim kembali kepada penulis. Saran-saran akan diberikan apabila ketidak tepatan tersebut hanya disebabkan oleh format atau cara penyajian.

16. Penulis bertanggung jawab penuh atas kebenaran naskahnya.

17. Setiap penerbitan tidak ada dua kali atau lebih penulis utama yang sama. Apabila ada, salah satu naskahnya penulis utama tersebut ditempatkan pada penulis kedua.

Serpong, April 2012
Redaksi Majalah Metalurgi



LEMBAGA
ILMU PENGETAHUAN
INDONESIA

**P2
MI**
Panitia
Penilai
Majalah
Ilmiah



Certified Company
Cert No. : 16.100.1275



SERTIFIKAT

Nomor: 442/AU2/P2MI-LIPI/08/2012

Akreditasi Majalah Ilmiah

Kutipan Keputusan Kepala Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
Nomor 742/E/2012 Tanggal 7 Agustus 2012

Nama Majalah : **Metalurgi**
ISSN : **0216-3188**
Redaksi : **Pusat Penelitian Metalurgi - LIPI**

Ditetapkan sebagai Majalah Ilmiah

TERAKREDITASI

Akreditasi sebagaimana tersebut di atas berlaku selama 3 (tiga) tahun

Cibinong, 7 Agustus 2012

Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
Ketua Panitia Penilai Majalah Ilmiah-LIPI

Prof. Dr. Rochadi
NIP 195007281978031001