



# METALURGI

VOLUME 28 NOMOR 3, DESEMBER 2013 ISSN 0216 – 3188

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

**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

**Pengantar Redaksi** ..... xxix

**Abstrak** ..... xxxi

**Mekanisme Pembentukan Titanium  
Silikon Karbida dari Sistem Ti-SiC-C**

Solihin ..... 161

**Perbandingan Kekerasan dan  
Ketahanan Abrasi Proses Pelapisan  
Kromisasi, Boronisasi dan Vanadisasi  
pada Besi Cor Kelabu**

Toni Bambang Romijarso ..... 167

**Karakteristik Struktur Mikro dan Sifat  
Mekanik Besi Tuang Putih Paduan  
Krom Tinggi Hasil Thermal Hardening  
untuk Aplikasi Grinding Ball**

Achmad Shofi, dkk ..... 177

**Analisis Kerusakan Pipa Baffle pada  
Sistem Heat Exchanger Suatu Proses  
Transfer Panas**

Eka Febriyanti ..... 185

**Modifikasi Struktur Permukaan  
Aluminium dengan Bubuk Besi  
Menggunakan Metoda Mechanical  
Alloying**

Agus Sukarto Wismogroho dan Pius Sebleku..195

**Kinetika Reaksi Pelarutan Tembaga  
dari Malachite ke dalam Larutan Asam  
Sulfat**

Rudi Subagja dan Lia Andriyah ..... 203

**Indeks**



## PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 28 Nomor 3, Desember 2013 kali ini menampilkan 6 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Solihin berjudul "*Mekanisme Pembentukan Titanium Silikon Karbida dari Sistem Ti-SiC-C*". Toni Bambang Romijarso menulis tentang "*Perbandingan Kekerasan dan Ketahanan Abrasi Proses Pelapisan Kromisasi, Boronisasi dan Vanadisasi pada Besi Cor Kelabu*". Achmad Shofi, dkk juga menulis tentang "*Karakteristik Struktur Mikro dan Sifat Mekanik Besi Tuang Putih Paduan Krom Tinggi Hasil Thermal Hardening untuk Aplikasi Grinding Ball*". Eka Febriyanti menulis tentang "*Analisis Kerusakan Pipa Baffle pada Sistem Heat Exchanger suatu Proses Transfer Panas*". Agus Sukarto Wismogroho dan Pius Sebleku menulis tentang "*Modifikasi Struktur Permukaan Aluminium dengan Bubuk Besi menggunakan Metoda Mechanical Alloying*", Rudi Subagja dan Lia Andriyah juga menulis tentang "*Kinetika Reaksi Pelarutan Tembaga dari Malachite ke dalam Larutan Asam Sulfat*".

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

**REDAKSI**



**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 3 Desember 2013

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

UDC (OXDCF) 620.18

Solihin (Pusat Penelitian Metalurgi- LIPI)

Mekanisme Pembentukan Titanium Silikon Karbida dari Sistem Ti-SiC-C

Metalurgi, Vol 28 No. 3 Desember 2013

Titanium silikon karbida telah dapat dihasilkan dari sistem Ti-SiC-C melalui teknik plasma discharge sintering (PDS) pada temperatur 1300 °C. Mekanisme pembentukan  $Ti_3SiC_2$  pada temperatur ini didahului oleh pembentukan fasa intermediate, TiC and  $Ti_5Si_3$  pada temperatur 700-900 °C.  $Ti_3SiC_2$  baru terbentuk pada 1300 °C melalui reaksi antar padatan antara fasa intermediate TiC and  $Ti_5Si_3$ . Hasil akhir yang didapat adalah komposit dengan  $Ti_3SiC_2$  sebagai matriks dan TiC sebagai fasa terdistribusi.

Kata kunci :  $Ti_3SiC_2$ , Keramik, Plasma, Sintering, Reaksi solid-state

The Mechanisme of Titanium Silicon Carbide in Ti-SiC-C System

Titanium silicon carbide can be synthesized from raw material of Ti-SiC-C system through plasma discharge sintering technique (PDS) at 1300 °C. The mechanism of  $Ti_3SiC_2$  formation is started with the formation of intermediate phases, TiC and  $Ti_5Si_3$  at 700-900 °C.  $Ti_3SiC_2$  can only spontaneously be formed at 1300 °C through solid-state reaction between TiC and  $Ti_5Si$  as intermediate phases. The final result is a composite consisting of matrix phase  $Ti_3SiC_2$  and distributed phase TiC.

Keywords :  $Ti_3SiC_2$ , Ceramic, Plasma, Sintering, Solid-state reaction

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 3 Desember 2013

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

UDC (OXDCF) 667.9

Toni Bambang Romijarso (Pusat Penelitian Metalurgi- LIPI)

Perbandingan Kekerasan dan Ketahanan Abrasi Proses Pelapisan Kromisasi, Boronisasi dan Vanadisasi pada Besi Cor Kelabu

Metalurgi, Vol 28 No. 3 Desember 2013

Untuk meningkatkan kekerasan dan ketahanan abrasi pada besi cor kelabu dilakukan proses diffusion coating pada suhu 875 °C di dalam media padat dari kromisasi, vanadisasi dan boronisasi dengan waktu penahanan bervariasi selama 1; 3 dan 5 jam. Proses pelapisan boronisasi, vanadisasi dan kromisasi menghasilkan lapisan putih (white layer) pada permukaan material, dimana ketebalan lapisan tersebut meningkat seiring dengan meningkatnya waktu penahanan proses. Pada proses kromisasi selama 5 jam, lapisan putih yang terbentuk adalah karbida khrom ( $Cr_xC_y$ ) dengan ketebalan mencapai 85  $\mu m$  dan harga kekerasan 1250 VHN serta ketahanan abrasi 0,0029 g/m. Lapisan putih pada permukaan besi cor kelabu hasil proses vanadisasi dan boronisasi dengan waktu penahanan proses selama 5 jam adalah berupa ferrovanadida ( $Fe_2V$ ) dan ferroboronida ( $Fe_2B$ ) dengan ketebalan mencapai 19,26  $\mu m$  dan 50  $\mu m$ . Harga kekerasan proses vanadisasi dan boronisasi adalah 742 dan 810,5 VHN, sedangkan ketahanan abrasi untuk proses tersebut berturut-turut mencapai 0,0061 g/m dan 0,0102 g/m. Laju difusi paling tinggi diperoleh pada proses kromisasi mencapai  $1,254 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{detik}$ , sedangkan laju difusi yang diperoleh pada vanadisasi dan boronisasi mencapai  $1,034 \times 10^{-10}$  dan  $1,157 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{detik}$ . Dari ketiga proses diffusion coating yang dilakukan, proses kromisasi menghasilkan kekerasan dan ketahanan abrasi yang lebih tinggi dibandingkan proses lainnya.

Kata kunci : Kromisasi, Boronisasi, Vanadisasi, Besi cor kelabu, Kekerasan, Ketahanan abrasi

Comparison of Hardness And Abrasion Resistant of Boronizing Vanadizing and Chromizing Coated Gray Cast Iron

In order to increase the hardness and abrasion resistance of gray cast iron, chromizing, vanadizing and boronizing treatments were carried out at 875°C and holding time variously for 1; 3 and 5 h. Chromizing, vanadizing and boronizing treatments obtained white layer on the surface of gray cast iron. This layer increase due to increasing holding time. A thickness for chromizing layer that contain of chromium carbide ( $Cr_xC_y$ ) is 85  $\mu m$  with hardness value 1250 VHN and abrasion resistant 0.0029 g/m. The layer thickness of vanadizing and boronizing that contain of ferrovanadida ( $Fe_2V$ ) and ferroboronida ( $Fe_2B$ ) were 19.26  $\mu m$  and 50  $\mu m$  for 5 h holding time, respectively. Hardness values of vanadizing and boronizing were 742 and 810.5 VHN, while abrasion resistant for both of these processes were 0.0061 g/m and 0.0102 g/m. Chromized has higher diffusion rate compared to vanadizing and boronizing. Diffusion rates reached approximately  $1,254 \times 10^{-9}$ ;  $1,034 \times 10^{-10}$  and  $1,157 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ , respectively. The results showed that chromizing obtained hardness and abrasion resistance more higher than others.

Keywords : Chromizing, Boronizing, Vanadizing, Gray cast iron, Hardness, Abrasion resistant

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 3 Desember 2013

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

UDC (OXDCF) 662.1

Achmad Shofi, Widi Astuti dan Fajar Nurjaman (UPT Balai Pengolahan Mineral Lampung, LIPI)

Karakteristik Struktur Mikro dan Sifat Mekanik Besi Tuang Putih Paduan Krom Tinggi Hasil Thermal Hardening untuk Aplikasi Grinding Ball

Metalurgi, Vol 28 No. 3 Desember 2013

ASTM A532 Type II-A adalah jenis material besi tuang putih paduan krom tinggi (high chromium white cast iron), dengan kandungan karbon 2,3% dan krom lebih dari 13,3%. Umumnya ASTM A532 Type II-A banyak digunakan sebagai grinding ball. Pada studi penelitian ini, proses perlakuan panas berupa thermal hardening dilakukan terhadap material ASTM A532 Type II-A untuk meningkatkan nilai kekerasannya. Proses quenching menggunakan dua buah media quenching yang berbeda, yaitu oli dan udara paksa (udara ditiupkan secara langsung dari fan), sedangkan proses tempering dilakukan pada temperatur yang bervariasi yaitu 250 °C, 300 °C, dan 350 °C. Hasil proses thermal hardening kemudian diuji keras, metalografi dengan OM (optical microscopy), SEM (scanning electron microscopy) dan XRD (X-ray diffraction). Harga kekerasan optimum dari besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A) adalah sebesar 723 BHN, yang dihasilkan dari proses thermal hardening dengan media quenching oli pada temperatur tempering 300 °C. Tingginya harga kekerasan yang dihasilkan dari proses tersebut adalah akibat terbentuknya fasa martensit temper dan tersebarnya karbida krom dalam jumlah besar (volume fraksi tinggi).

Kata kunci : Thermal hardening, Karakteristik struktur mikro, Sifat mekanik, Besi tuang putih paduan krom tinggi, Grinding ball

Microstructure Characteristic and Mechanical Properties of Thermal Hardened of High Chromium White Cast Iron for Grinding Ball Application

ASTM A532 Type II-A is a high chromium white cast iron with carbon content 2.3% and chromium more than 13.3%. This material is widely used as a grinding ball. In this study, heat treatment process which is thermal hardened, was conducted to increase the hardness of this material. Quenching process used two kind of quench media, such as oil and forced air (which was blown directly from fan), while the tempering process was conducted with various temperatures, 250 °C, 300 °C, and 350 °C. After thermal hardening process, material was characterized by hardness testing, metallography by OM (optical microscopy) and SEM (scanning electron microscopy), and XRD (X-ray diffraction). The optimum hardness value is 723 BHN resulted from thermal hardening process at 300 °C. Higher hardness value was obtained due to form of tempered martensite and numerous of chrom carbide disperse in this material.

Keywords : Thermal hardening, Microstructure, Mechanical properties, High chromium white cast iron, Grinding ball

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 3 Desember 2013

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

UDC (OXDCF) 691.8

Eka Febriyanti (Balai Besar Teknologi Kekuatan Struktur– BPPT)

Analisis Kerusakan Pipa Baffle pada Sistem Heat Exchanger Suatu Proses Transfer Panas

Metalurgi, Vol 28 No. 3 Desember 2013

Tulisan ini membahas tentang kombinasi antara serangan erosi (pengikisan) dan proses korosi yang terjadi pada permukaan luar sebagai faktor penyebab kebocoran pipa baffle dari heat exchanger dan memberi solusi pencegahan pada kasus yang sama di masa yang akan datang. Heat exchanger merupakan alat yang berfungsi untuk memindahkan panas dari cairan bertemperatur tinggi ke cairan yang bertemperatur lebih rendah melalui mekanisme kombinasi antara konduksi dan gaya konveksi. Ketika heat exchanger rusak maka dapat mempengaruhi seluruh sistem dari transfer panas. Pada penelitian ini pipa baffle dari heat exchanger yang rusak diperiksa dengan metode analisa kerusakan untuk menemukan penyebab kerusakan. Beberapa pemeriksaan dan pengujian dilakukan pada permukaan pipa untuk memperoleh data lengkap untuk analisa. Pemeriksaan pada pipa baffle dari heat exchanger menggunakan metode pengamatan visual, fraktografi, struktur mikro, uji kekerasan, analisa komposisi kimia, pemeriksaan SEM (scanning electron microscopy), serta uji komposisi produk korosi dengan EDS (energy dispersive analyze X-ray). Hasil pengamatan secara visual memperlihatkan adanya penipisan dinding akibat serangan erosi dan kehadiran produk korosi pada permukaan luar pipa baffle. Sebagai tambahan, dari analisa produk korosi juga mengkonfirmasi bahwa produk korosi mengandung ion agresif/ion korosif seperti ion Sulfur ( $S^{2-}$ ). Erosi muncul diindikasikan adanya semburan uap dari pipa lainnya yang mengalami bocor di steam drum. Dengan kehadiran partikel keras (hard particle) seperti partikel keras pada debu bahan bakar di aliran turbulensi semburan maka dapat mempercepat proses mekanisme erosi. Setelah proses erosi, permukaan dinding luar pipa baffle terbuka lalu bereaksi dengan lingkungan korosif yaitu ion Sulfur ( $S^{2-}$ ) dari debu bahan bakar sehingga terjadilah fenomena korosi. Jadi, dapat disimpulkan bahwa penyebab kerusakan adalah kombinasi antara serangan erosi dan proses korosi yang muncul di permukaan luar pipa baffle pada heat exchanger.

Kata kunci : Heat exchanger, Pipa baffle, Erosi, Korosi

Failure Analysis of Baffle Tube on Heat Exchanger System in Heat Transfer Process

This paper discussed about combination between erosion attack and corrosion process as a factor cause of baffle tube leaking in heat exchanger system and given some solution to prevent similar case in future. Heat exchangers transfer heat from a hot fluid to a colder fluid through the combined mechanisms of conduction and forced convection. When the heat exchanger fail, all of the processing system could be affected. In this research the failed baffle tubes of heat exchanger were investigated by failure analysis methods to find the caused of the failure. Several examinations were carried out to the baffle tubes to obtain detailed data for analysis. Examinations are carried out such as visual and fractography, microstructure, hardness testing, chemical composition analysis of baffle tube material, SEM and EDS. Visual examination shows wall thinning which caused by erosion attack and corrosion product at outside surfaces of baffle tube. Additional data obtained from EDS analysis confirm aggressive / corrosive ion such as Sulphur ion (ion  $S^{2-}$ ) which spreaded around pipe surface investigated. Erosion attack is caused by steam burst from another pipe which have experienced leaking at steam drum. So, it can be concluded that the cause of failure are combination between erosion attack and corrosion process on the outside surfaces of baffle tube.

Keywords : Heat exchanger, Tube baffle, Erosion, Corrosion

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 3 Desember 2013

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

UDC (OXDCF) 620.16

Agus Sukarto Wismogroho<sup>1)</sup>, Pius Sebleku<sup>2)</sup> (<sup>1)</sup>Pusat Penelitian Fisika - LIPI dan <sup>2)</sup> Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Modifikasi Struktur Permukaan Aluminium dengan Bubuk Besi Menggunakan Metoda Mechanical Alloying  
Metalurgi, Vol 28 No. 3 Desember 2013

Pada penelitian ini telah dilakukan studi mengenai modifikasi struktur permukaan pelat aluminium dengan bubuk besi menggunakan metoda mechanical alloying (MA) yang bertujuan untuk dapat memperoleh lapisan paduan antara aluminium dari pelat dengan bubuk besi yang digunakan. Pelat aluminium, bubuk besi dan bola-bola milling dimasukkan ke dalam bejana milling untuk dilakukan proses MA. Jumlah bubuk besi yang digunakan divariasikan sebanyak 2 dan 10 gram. Lama MA dilakukan sampai 10 jam. Hasil proses MA menunjukkan bahwa lapisan partikel dari bubuk besi dapat diperoleh di permukaan pelat aluminium. Struktur pelapisan yang terbentuk berupa struktur lamellar yang merupakan gabungan antara partikel besi dengan aluminium yang mengalami deformasi memipih karena proses penumbukan yang berulang. Sejalan dengan MA, partikel besi semakin masuk ke dalam permukaan aluminium, sedangkan bagian dari aluminium terdorong keluar sehingga membentuk pemaduan antara keduanya. Pada proses MA dengan bubuk besi 2 gram, diperoleh fasa FeAl selama lebih dari 2 jam. Sedangkan pada proses MA dengan bubuk besi 10 gram, belum diperoleh fasa baru meskipun telah dilakukan MA selama 10 jam. Pembentukan lapisan Fe-Al, pembentukan paduan dan lama pembentukannya sangat dipengaruhi oleh banyaknya bubuk besi yang digunakan dalam proses MA. Ketebalan lapisan optimal berkisar 100  $\mu\text{m}$ , dengan lapisan yang terlihat memiliki kepadatan tinggi dan ikatan yang baik.

Kata kunci : Mechanical alloying, FeAl, Aluminium pelat, Pelapisan, Modifikasi permukaan

Surface Modification of Aluminum Plate With Iron Powder using Mechanical Alloying Method

In this research, a study on the modification of the surface structure of the aluminum plate with iron powder using the mechanical alloying (MA) method was conducted. This process aims to obtain a coating layer of alloy between aluminum plates with iron powder used. Aluminum plates, iron powder and milling balls inserted into the milling vessel for the MA process. The amount of iron powder used was 2 and 10 grams. MA was done up to 10 hours. MA results showed that the coating layer of iron particles can be obtained on the surface of the aluminum plate. The microstructure of the coating layers formed a lamellar structure between Al and Fe. With increasing MA time, the iron particles entered the surface of the aluminum plate, while aluminum was pushed out that made the compound or mixing between Fe and Al. In the MA process with 2 grams iron powder, the FeAl phase was obtained after MA for more than 2 hours. While in the process of MA with 10 grams iron powder, a new phase wasn't observed even though after MA for 10 hours. The coating layers formation of the mixing Fe-Al, the Fe-Al alloy and the formation time were strongly influenced by the amount of iron powder used in the MA process. The optimal coating thickness was about 100 $\mu\text{m}$ , with apparently had a high density and a good bond.

Keywords : Mechanical alloying, FeAl, Aluminum plate, Coating, Surface modification

**METALURGI**  
**(Metallurgy)**

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 3 Desember 2013

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

UDC (OXDCF) 549.7

Rudi Subagja dan Lia Andriyah (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Kinetika Reaksi Pelarutan Tembaga dari Malachite ke dalam Larutan Asam Sulfat

Metalurgi, Vol 28 No. 3 Desember 2013

Penelitian untuk mempelajari kinetika reaksi pelarutan tembaga dari malachite ke dalam larutan asam sulfat telah dilakukan melalui percobaan dalam skala laboratorium di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI, dengan menggunakan reaktor gelas kapasitas 1 liter, dilengkapi dengan pemanas listrik dan alat pengaduk yang digerakan oleh motor listrik. Dari hasil percobaan diketahui bahwa 95,63 % tembaga dapat dilarutkan ke dalam larutan asam sulfat konsentrasi 7,5 % dari bijih malachite ukuran -100 mesh, pada temperatur 60 °C selama waktu reaksi 2 jam, dan kinetika reaksi pelarutan mengikuti model reaksi yang dikontrol oleh proses difusi dengan energi aktivasi 41 Kkal/mol.

Kata kunci : Asam sulfat, Kinetika reaksi, Malachite, Tembaga, Pelindian

Reaction Kinetics of Copper Dissolution for Malachite into Sulfuric Acid Solution

A research to study the reaction kinetics of copper dissolution from malachite into sulfuric acid solution has been done through experiments in laboratory scale at Pusat Penelitian Metalurgi LIPI, using 1 liter capacity glass, equipped by heater and stirrer which is driven by electric motor. The result of this experiment is 95,63% copper can be dissolved into sulfuric acid solution 7,5% from ore malachite -100 mesh, the temperature is 60 °C during 2 hours, and reaction kinetics of dissolution follow the models of reaction that control by diffusion process with the activation energy 41 Kkal/mol.

Keywords : Sulfuric acid, Reaction kinetics, Malachite, Copper, Leaching

# MEKANISME PEMBENTUKAN TITANIUM SILIKON KARBIDA DARI SISTEM Ti-SiC-C

Solihin

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI  
Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan Banten  
E-mail : solihin@lipi.go.id

Masuk tanggal : 13-09-2013, revisi tanggal : 01-11-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 18-11-2013

## Intisari

**MEKANISME PEMBENTUKAN TITANIUM SILIKON KARBIDA DARI SISTEM Ti-SiC-C.** Titanium silikon karbida telah dapat dihasilkan dari sistem Ti-SiC-C melalui teknik *plasma discharge sintering* (PDS) pada temperatur 1300 °C. Mekanisme pembentukan  $Ti_3SiC_2$  pada temperatur ini didahului oleh pembentukan fasa *intermediate*, TiC and  $Ti_5Si_3$  pada temperatur 700-900 °C.  $Ti_3SiC_2$  baru terbentuk pada 1300 °C melalui reaksi antar padatan antara fasa *intermediate* TiC and  $Ti_5Si_3$ . Hasil akhir yang didapat adalah komposit dengan  $Ti_3SiC_2$  sebagai matriks dan TiC sebagai fasa terdistribusi.

*Kata Kunci :  $Ti_3SiC_2$ , Keramik, Plasma, Sintering, Reaksi solid-state*

## Abstract

**THE MECHANISME OF TITANIUM SILICON CARBIDE IN Ti-SiC-C SYSTEM.** Titanium silicon carbide can be synthesized from raw material of Ti-SiC-C system through *plasma discharge sintering technique* (PDS) at 1300 °C. The mechanism of  $Ti_3SiC_2$  formation is started with the formation of intermediate phases, TiC and  $Ti_5Si_3$  at 700-900 °C.  $Ti_3SiC_2$  can only spontaneously be formed at 1300 °C through solid-state reaction between TiC and  $Ti_5Si_3$  as intermediate phases. The final result is a composite consisting of matrix phase  $Ti_3SiC_2$  and distributed phase TiC.

*Keywords :  $Ti_3SiC_2$ , Ceramic, Plasma, Sintering, Solid-state reaction*

## PENDAHULUAN

Sistem terner Ti-Si-C merupakan sistem senyawa yang menarik karena dalam sistem terner tersebut terdapat  $Ti_3SiC_2$  yang merupakan senyawa yang memiliki sifat-sifat gabungan dari sifat logam dan keramik. Kekerasan  $Ti_3SiC_2$  mirip dengan logam (memiliki nilai kekerasan yang rendah) sehingga memiliki mampu mesin yang tinggi sedangkan umumnya keramik memiliki kekerasan yang tinggi dan memiliki mampu mesin yang rendah. Ketahanan  $Ti_3SiC_2$  terhadap temperatur tinggi mirip dengan keramik. Pada temperatur tinggi,  $Ti_3SiC_2$  masih memiliki kekuatan luluh (*yield strength*) yang tinggi<sup>[1]</sup> serta tahan terhadap reaksi oksidasi<sup>[2]</sup>. Daya hantar listrik dan panas

$Ti_3SiC_2$  juga sangat tinggi bahkan lebih tinggi dari daya hantar listrik dan panas logam tunggal titanium<sup>[1]</sup>. Sifat fisik lengkap material ini dapat dilihat pada Tabel 1. Sedangkan perbandingan sifat fisik  $Ti_3SiC_2$  dengan material lain dapat dilihat pada Tabel 2 dan Tabel 3.

Penelitian terdahulu mengenai sifat fisika-kimia material ini juga menemukan bahwa material ini memiliki kestabilan pada tekanan dan temperatur tinggi, dimana tidak ditemukan adanya dekomposisi yang diakibatkan penerapan tekanan dan temperatur tinggi pada material tersebut<sup>[3]</sup>. Ditemukan juga bahwa  $Ti_3SiC_2$  dapat digabungkan dengan karbida lain dalam sistem terner Ti-Si-C tersebut, yakni TiC atau SiC, membentuk suatu komposit. Dilaporkan bahwa ketahanan oksidasi

komposit  $Ti_3SiC_2-SiC$  atau  $Ti_3SiC_2 - TiC$  lebih tinggi dari ketahanan oksida  $Ti_3SiC_2$  murni<sup>[4-5]</sup>.

**Tabel 1.** Sifat Fisik  $Ti_3SiC_2$

Sifat Fisik	Value
Density ( $g/cm^3$ )	4,5
Tensile Strength (MPa)	200
Compressive Strength (MPa)	1100
Modulus of Rupture (MPa)	400
Young's Modulus (GPa)	300
Electrical Conductivity ( $\Omega^{-1}.m^{-1}$ )	$4,5 \times 10^6$
Thermal Conductivity (W/m.K)	37
Co-Efficient of Thermal Expansion ( $^{\circ}C^{-1}$ )	$9 \times 10^6$

**Tabel 2.** Electrical resistivity sebagian logam, keramik dan  $Ti_3SiC_2$

Material	Electrical Resistivity $10^{-6}$ (Ohm-cm)
Cu	1,7
Ti (metal)	55,4
MoC	97
$Ti_3SiC_2$	177
Stainless Steel	69,5 – 108
TiC (keramik)	180 – 250
$Al_2O_3$	$250 \times 10^{12} - 1 \times 10^{20}$

**Tabel 3.** Sifat mekanis sebagian logam, keramik dan  $Ti_3SiC_2$

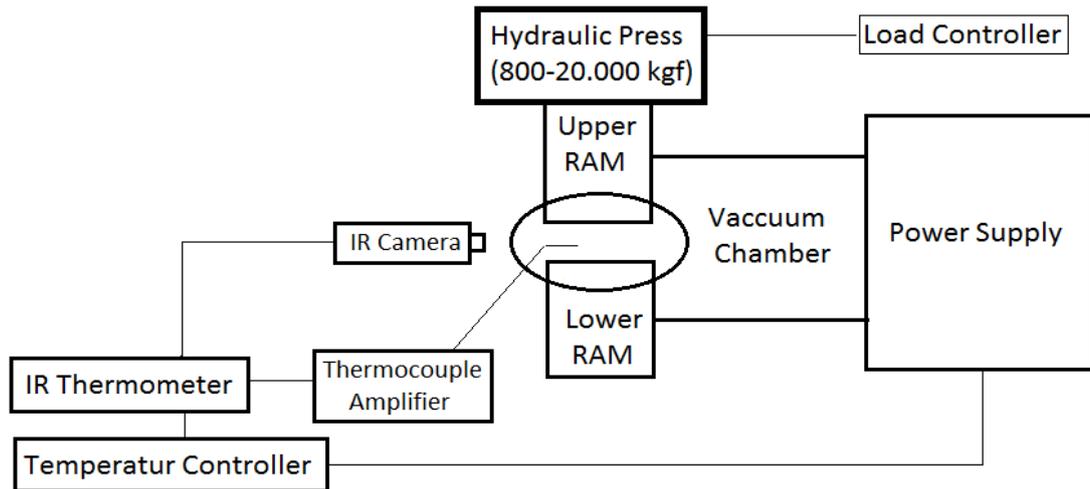
Material	Hardness (Vicker)	Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)
Cu	50	33	210
Ti	60	140	240
Monel Alloy 400	-	240	-
Hastelloy	-	179	-
Stainless Steel 300 series	82 – 399	138 - 1800	250 – 2200
Stainless Steel 400 series	140 - 641	165 - 1900	280 - 2030
$Ti_3SiC_2$	400	230	-
$Al_2O_3$	1365	-	300
MoC	1960	-	-
TiC	3200	-	258

Dengan sifat-sifat gabungan unggulan tersebut, material ini merupakan kandidat material unggulan untuk aplikasi khusus seperti elektroda pada tanur busur listrik (*electric arc furnace*), komutator, bantalan untuk temperatur tinggi dan sudu turbin.

Material ini telah diproduksi dengan berbagai metode dan bahan baku, diantaranya adalah dengan proses *chemical vapor deposition*<sup>[6]</sup>, *isostatic hot pressing*<sup>[7]</sup>, dan busur plasma<sup>[8]</sup>. Umumnya, bahan baku untuk membuat  $Ti_3SiC_2$  adalah serbuk elementer (Ti-Si-C)<sup>[8-10]</sup> dengan temperatur proses pembentukan berkisar antara 1200 - 1500  $^{\circ}C$ . Dalam percobaan ini, akan dilakukan pembentukan  $Ti_3SiC_2$  dengan metode yang berbeda dan komposisi bahan baku yang berbeda. Proses yang akan digunakan adalah *plasma discharge sintering* (PDS) sedangkan bahan baku yang digunakan bukan bahan baku elementer seluruhnya (Ti, Si dan C), tetapi salah satunya menggunakan karbida silikon (SiC) sebagai pengganti Si. Penggantian silikon murni dengan SiC dimaksudkan sebagai alternatif bahan baku, mengingat silikon murni harganya mahal. Penggunaan proses *plasma discharge sintering* dimaksudkan agar energi panas selama proses dapat efisien karena dalam proses ini panas langsung ditransmisikan ke sampel lewat cetakan (*mold*) karbon.

## PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan baku titanium (Ti), grafit (C) dan silikon karbida (SiC), dalam bentuk serbuk, didapat dari Wako (Jepang). Sebelum diproses, material-material tersebut diaduk selama 24 jam dalam pengaduk khusus dengan atmosfer argon untuk menghindari oksidasi. Kemudian campuran bahan baku tersebut ditempatkan dalam cetakan dan ditempatkan dalam peralatan *plasma discharge sintering* (Gambar 1).



Gambar 1. Skema peralatan proses *plasma discharge sintering*

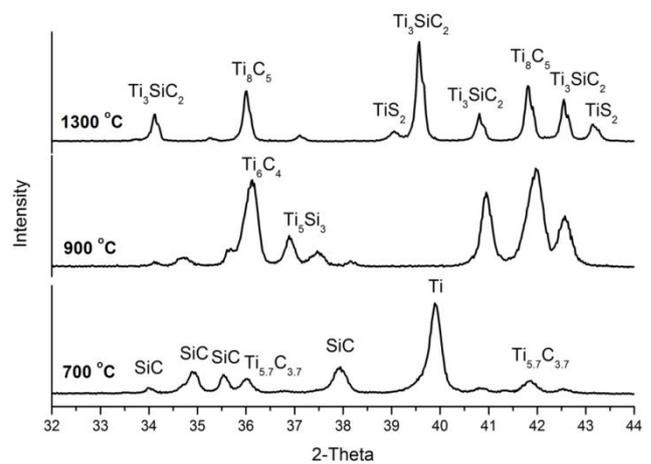
Peralatan tersebut terdiri dari *hydraulic press*, *load controller*, dan *temperatur controller*. Temperatur dinaikkan bertingkat sebelum target temperatur tercapai yaitu 700, 900 dan 1300 °C, dengan waktu penahanan (*holding time*) tetap. Semua proses berlangsung dalam atmosfer argon.

Analisa fasa/senyawa/unsur *starting material* dan hasil proses *plasma discharge sintering* dilakukan melalui peralatan *x-ray diffraction (XRD)* dengan radiasi  $\text{CuK}\alpha$  pada 30kV / 40 mA, sedangkan morfologi sampel diamati melalui SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan EDS-X.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 memperlihatkan pola XRD dari sampel yang diproses pada temperatur 700, 900 dan 1300 °C. Dari gambar terlihat bahwa pada temperatur 700 °C, mulai terdapat fasa baru yakni  $\text{Ti}_{5,7}\text{C}_{3,7}$ . Sementara itu, bahan baku awal, yakni SiC dan Ti, masih tersisa.

Pembentukan senyawa  $\text{Ti}_{5,7}\text{C}_{3,7}$  merupakan hasil reaksi antar padatan antara Ti dan C. Hal ini didasarkan dari percobaan terdahulu menggunakan bahan baku elementer dimana pada temperatur rendah terjadi pembentukan  $\text{Ti}_x\text{C}_y$  melalui reaksi *solid-state* antara Ti dan C<sup>[11]</sup>.



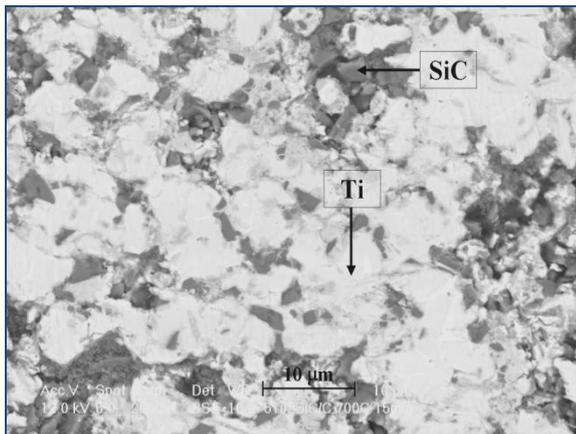
Gambar 2. Pola XRD dari sistem Ti-SiC-C pada berbagai temperatur

*Subscript* x dan y tergantung dari kemajuan reaksi yang sangat dipengaruhi oleh temperatur. Reaksinya dapat dituliskan secara sederhana:



Pada temperatur rendah, SiC tidak bereaksi karena ikatan kovalen antara silikon dan karbon (Si-C) sangatlah kuat. Walaupun atom Ti dan C berdifusi menuju permukaan SiC, tetapi energi aktivasi untuk memutus ikatan kovalen Si-C belum tercapai sehingga Si atau C tidak bisa aktif bereaksi dengan titanium atau karbon. Hasil XRD tersebut diperkuat oleh *back scattering image* hasil SEM pada Gambar

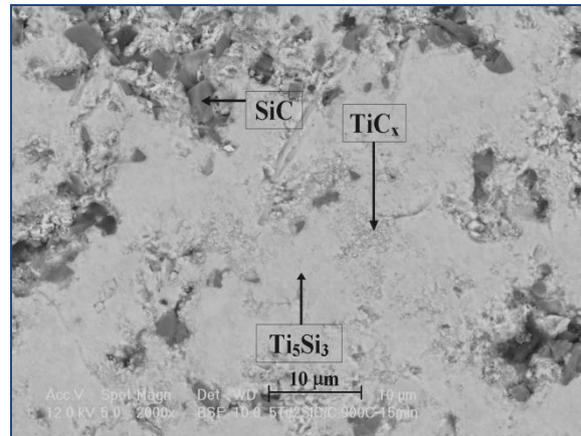
3, dimana dalam sampel yang diproses pada temperatur 700 °C, SiC masih ditemukan utuh belum bereaksi.



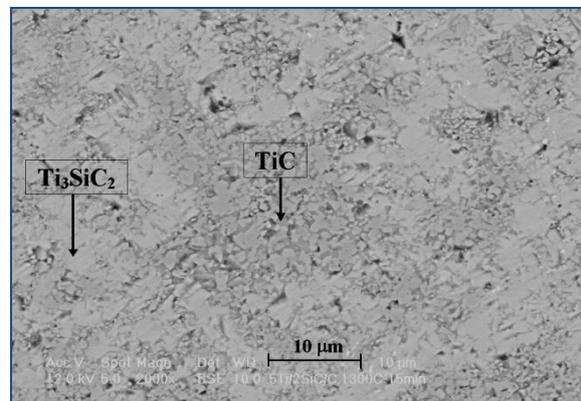
**Gambar 3.** Back scattering image dari sampel yang diproses pada temperatur 700 °C

Dalam gambar XRD yang sama (Gambar 2), pada sampel yang diproses pada temperatur 900 °C ditemukan adanya fasa baru lain yang terbentuk selain  $Ti_xC_y$ , yakni  $Ti_5Si_3$ . Jelas sekali bahwa pada temperatur ini, ikatan kovalen Si-C berhasil diputuskan sehingga Si bisa bereaksi dalam keadaan padat dengan titanium membentuk  $Ti_5Si_3$ . Sementara itu, karbon yang terlepas dari SiC berdifusi dan bereaksi dengan titanium membentuk senyawa  $Ti_xC_y$ . Ikatan Ti-C lebih mudah terbentuk karena energi pembentukan ikatan ini lebih rendah daripada energi ikatan pembentukan Si-C. Silikon lebih reaktif dengan titanium membentuk senyawa  $Ti_5Si_3$ . Pada temperatur ini, belum terjadi pembentukan senyawa  $Ti_3SiC_2$ . Back scattering image dari sampel yang diproses pada temperatur 900 °C (Gambar 4) juga tidak menunjukkan adanya pembentukan  $Ti_3SiC_2$ . Penelitian sebelumnya menggunakan bahan baku elementer melaporkan bahwa pembentukan  $Ti_3SiC_2$  sebenarnya telah terjadi pada temperatur 900 °C dengan phase purity 3,5 %<sup>[12]</sup>. Hasil penelitian sebelumnya tersebut dapat digunakan sebagai dasar dalam penelitian ini karena pada temperatur 900 °C silikon dan karbon terpisah dari asalnya sehingga dapat

dianggap bahwa pada temperatur ini semua bahan dalam keadaan elementer. Tetapi kadar  $Ti_3SiC_2$  yang sekecil ini tidak akan terdeteksi oleh XRD dan juga sulit ditemukan melalui SEM.



**Gambar 4.** Back scattering image dari sampel yang diproses pada temperatur 900 °C



**Gambar 5.** Back scattering image dari sampel yang diproses pada temperatur 1300 °C

Pemanasan sampel pada temperatur yang lebih tinggi (1300 °C) ternyata menghasilkan  $Ti_3SiC_2$  sebagai fasa dominan. Sementara sisa-sisa  $Ti_xC_y$  dan  $Ti_5Si_3$  masih ditemukan. Hal ini diperkuat oleh back scattering image dari sampel yang diproses pada temperatur 1300 °C (Gambar 5) dimana ditemukan fasa  $Ti_3SiC_2$  dan TiC.

Dari pengamatan terhadap rangkaian fasa-fasa yang muncul pada temperatur 700, 900 dan 1300 °C, dimana pada temperatur rendah sampai tinggi urutan fasa baru yang muncul adalah  $Ti_xC_y$ ,  $Ti_5Si_3$  dan akhirnya  $Ti_3SiC_2$ . Maka dapat

disimpulkan bahwa  $Ti_3SiC_2$  terbentuk melalui mekanisme reaksi antar-padatan sebagai berikut:



*Subscript* p dan q pada  $Ti_pC_q$  untuk menunjukkan senyawa ikatan Ti-C yang terbentuk dari karbon hasil pelepasan dari SiC, untuk membedakan Ti-C yang terbentuk dari Ti dan C elementer. Reaksi (2) berlangsung pada temperatur rendah (700 °C), sedangkan reaksi (3), (4) dan (5) berlangsung pada temperatur 900 °C. Dan akhirnya pada temperatur tinggi, terbentuk  $Ti_3SiC_2$  melalui reaksi antara  $Ti_xC_y$ ,  $Ti_pC_q$ , dan  $Ti_5Si_3$ . Dari mekanisme di atas, jelas sekali bahwa pembentukan  $Ti_3SiC_2$  tidak terjadi langsung dari reaksi antara bahan-bahan elementer (Ti, Si dan C) tetapi melalui pembentukan senyawa *intermediate* yang memiliki ikatan Ti-C dan Ti-S. Hal ini terjadi karena senyawa-senyawa *intermediate* tersebut secara spontan terbentuk terlebih dahulu pada temperatur rendah, sementara pada temperatur rendah reaksi tiga bahan elementer tidak terjadi. Akibatnya pada temperatur tinggi, fasa yang tersedia sebagai bahan baku adalah senyawa *intermediate* tersebut bukan bahan elementer. Di sisi lain, reaksi antara tiga unsur (Ti, Si, C) dalam keadaan *solid-state* lebih sulit terjadi dibanding reaksi antar dua komponen karbida dan sulfida (Ti-C dan Ti-S).

## KESIMPULAN

Titanium silikon karbida ( $Ti_3SiC_2$ ) dapat dihasilkan dari sistem bahan baku Ti-SiC-C melalui proses *plasma discharge sintering*. Pembentukan  $Ti_3SiC_2$  didahului dengan pembentukan fasa *intermediate*, yakni  $Ti_xC_y$ ,  $Ti_pC_q$  dan  $Ti_5Si_3$ . Pada temperatur rendah (700 °C) fasa

*intermediate* terbentuk memiliki ikatan Ti-C, sedangkan SiC masih stabil. Pada temperatur sedang (900 °C), ikatan Si-C dalam SiC terputus dan terbentuk  $Ti_5Si_3$ . Pembentukan  $Ti_3SiC_2$  terjadi pada temperatur 1300 °C, melalui *reaksi solid-state* antara  $Ti_xC_y$ ,  $Ti_pC_q$  dan  $Ti_5Si_3$ .

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada para staf peneliti Divisi Material System AIST Japan atas bantuannya dalam memfasilitasi peralatan *plasma discharge sintering* sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan lancar.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Michele W. Barsoum and Tamer El Raghby. 1996., Synthesis and Characterization of a remarkable Ceramic:  $Ti_3SiC_2$ ". *J. Am. Ceramic Soc.*: 79[7] 1953-1956. C.
- [2] Racault, et.al. 1994., Solid state synthesis and characterization of the ternary phase  $Ti_3SiC_2$ ". *J. of Mat.Sci.*: 29 : 3384-3392.
- [3] Jordan JL, T Sekine, T Kobayashi, X Li, NN Thadhani, T El-Raghby, MW Barsoum. 2003., High Pressure Behaviour of Titanium-Silicon Carbide". *Journal of Applied Physisc.*: 93 (12) : 9639-9643.
- [4] Solihin. 2011., Sintesis Titanium Silikon Karbida dari bahan baku elementer dan tinjauan ketahanan korosinya pada temperatur tinggi". Submitted to *Corrosion Journal* .
- [5] Sun Z, Y Zhou, M, Li. 2001., High Temperature Oxidation Behaviour of  $Ti_3SiC_2$  Material Based in Air". *Acta mater.*: 49 : 4347-4353.
- [6] Goto T, T Hirai. 1987., Chemical Vapor Deposited  $Ti_3SiC_2$ ". *Mater. Res. Bull.*: 22:1195.
- [7] Lis J, Y Miyamoto, R Pampuch, K Tanihata. 1995. *Material Letters.*: 22 : 163.

- [8] Arunajatesan S, A H. Carim. 1995.,,Synthesis of Titanium Silicon Carbide". *J. American Soc.:* 78 (3) : 667-672.
- [9] Radhakrishnan R, JJ William, M. Akinc. 1999.,,Synthesis and high temperature stability of  $Ti_3SiC_2$ ". *J. of Alloy and Compound.:* 285 : 85-88.
- [10] Goesmann F, R Wenzel, RS Fetzer. 1998.,,Preparation of  $Ti_3SiC_2$  by electron beam Ignited Solid State reaction". *J. Am. Soc.:* 11 : 3025-28.
- [11] Zhang ZF, ZM Sun, H Hashimoto. 2002.,,Fabrication and Mechanical Properties of  $Ti_3SiC_2$ ". *Advanced Engineering Materials.:* 4 (11) : 1438-1656.
- [12] Solihin. 2009.,,Studi Kinetika Pertumbuhan Titanium Silikon Karbida dari Bahan Baku Ti-Si-TiC". *Majalah Metalurgi.:* 24 (2).

# PERBANDINGAN KEKERASAN DAN KETAHANAN ABRASI PROSES PELAPISAN KROMISASI, BORONISASI DAN VANADISASI PADA BESI COR KELABU

**Toni Bambang Romijarso**  
Pusat Penelitian Metalurgi LIPI  
Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan Banten  
E-mail : tonibr2000@yahoo.com

Masuk tanggal : 06-09-2013, revisi tanggal : 01-11-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 18-11-2013

## Intisari

**PERBANDINGAN KEKERASAN DAN KETAHANAN ABRASI PROSES PELAPISAN KROMISASI, BORONISASI DAN VANADISASI PADA BESI COR KELABU.** Untuk meningkatkan kekerasan dan ketahanan abrasi pada besi cor kelabu dilakukan proses *diffusion coating* pada suhu 875 °C di dalam media padat dari kromisasi, vanadisasi dan boronisasi dengan waktu penahanan bervariasi selama 1; 3 dan 5 jam. Proses pelapisan boronisasi, vanadisasi dan kromisasi menghasilkan lapisan putih (*white layer*) pada permukaan material, dimana ketebalan lapisan tersebut meningkat seiring dengan meningkatnya waktu penahanan proses. Pada proses kromisasi selama 5 jam, lapisan putih yang terbentuk adalah karbida khrom ( $Cr_xC_y$ ) dengan ketebalan mencapai 85  $\mu m$  dan harga kekerasan 1250 VHN serta ketahanan abrasi 0,0029 g/m. Lapisan putih pada permukaan besi cor kelabu hasil proses vanadisasi dan boronisasi dengan waktu penahanan proses selama 5 jam adalah berupa ferrovanadida ( $Fe_2V$ ) dan ferroboronida ( $Fe_2B$ ) dengan ketebalan mencapai 19,26  $\mu m$  dan 50  $\mu m$ . Harga kekerasan proses vanadisasi dan boronisasi adalah 742 dan 810,5 VHN, sedangkan ketahanan abrasi untuk proses tersebut berturut-turut mencapai 0,0061 g/m dan 0,0102 g/m. Laju difusi paling tinggi diperoleh pada proses kromisasi mencapai  $1,254 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{detik}$ , sedangkan laju difusi yang diperoleh pada vanadisasi dan boronisasi mencapai  $1,034 \times 10^{-10}$  dan  $1,157 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{detik}$ . Dari ketiga proses *diffusion coating* yang dilakukan, proses kromisasi menghasilkan kekerasan dan ketahanan abrasi yang lebih tinggi dibandingkan proses lainnya.

*Kata kunci : Kromisasi, Boronisasi, Vanadisasi, Besi cor kelabu, Kekerasan, Ketahanan abrasi*

## Abstract

**COMPARISON OF HARDNESS AND ABRASSION RESISTANT OF BORONIZING VANADIZING AND CHROMIZING COATED GRAY CAST IRON.** In order to increase the hardness and abrasion resistance of gray cast iron, chromizing, vanadizing and boronizing treatments were carried out at 875°C and holding time variously for 1; 3 and 5 h. Chromizing, vanadizing and boronizing treatments obtained white layer on the surface of gray cast iron. This layer increase due to increasing holding time. A thickness for chromizing layer that contain of chromium carbide ( $Cr_xC_y$ ) is 85  $\mu m$  with hardness value 1250 VHN and abrasion resistant 0.0029 g/m. The layer thickness of vanadizing and boronizing that contain of ferrovanadida ( $Fe_2V$ ) and ferroboronida ( $Fe_2B$ ) were 19.26  $\mu m$  and 50  $\mu m$  for 5 h holding time, respectively. Hardness values of vanadizing and boronizing were 742 and 810.5 VHN, while abrasion resistant for both of these processes were 0.0061 g/m and 0.0102 g/m. Chromized has higher diffusion rate compared to vanadizing and boronizing. Diffusion rates reached approximately  $1,254 \times 10^{-9}$ ;  $1,034 \times 10^{-10}$  and  $1,157 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ , respectively. The results showed that chromizing obtained hardness and abrasion resistance more higher than others.

*Keywords : Chromizing, Boronizing, Vanadizing, Gray cast iron, Hardness, Abrasion resistant*

## PENDAHULUAN

Besi cor kelabu (BCK) dengan kandungan karbon (C) 2,5-5% dan silikon (Si) 0,8-3% adalah material yang paling

banyak digunakan dalam pembuatan komponen mesin karena material tersebut memiliki beberapa keuntungan<sup>[1-4]</sup>. Sampai saat ini BCK masih digunakan hampir 65% untuk bagian komponen mesin yang dicor

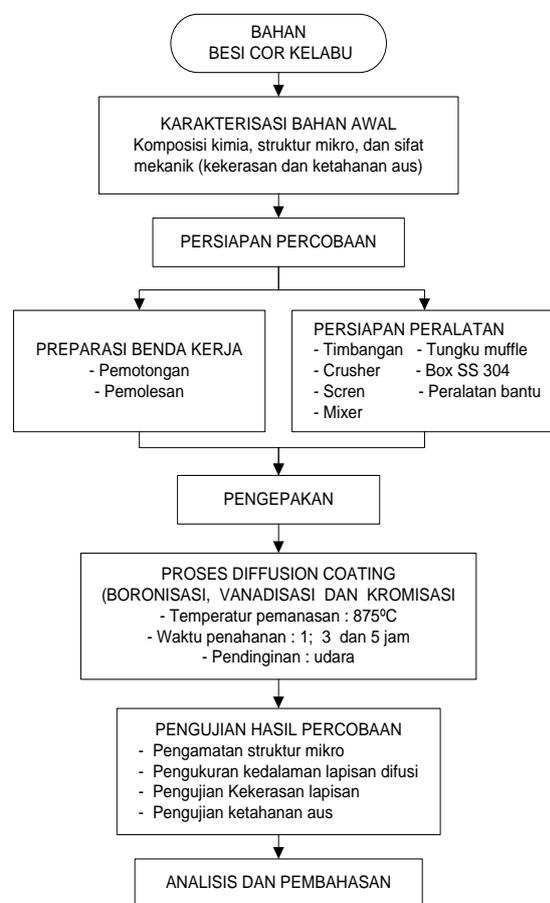
karena kualitas permukaan yang lebih baik dan biaya yang tidak begitu mahal. Grafit dalam BCK menghasilkan material yang memiliki ketahanan abrasi dan kekerasan yang tinggi, kemampuan dimesin yang baik (*machine ability*), akan tetapi ketahanan pelumasan-friksi yang rendah (*low lubrication-friction resistance*)<sup>[5-7]</sup>. BCK juga mudah teroksidasi dan terjadi dekomposisi fasa perlit pada suhu tinggi<sup>[8]</sup>.

*Boronizing*, *vanadizing* dan *chromizing* adalah proses difusi panas pada permukaan material secara kimia (*thermochemical diffusion surface treatment*). Proses-proses pelapisan ini banyak dilakukan pada baja, dan juga dikembangkan untuk besi cor dikarenakan rendahnya ketahanan aus dari besi cor. Pada proses *boronizing* atom-atom boron akan berdifusi pada permukaan material untuk membentuk lapisan *boride* dan biasanya mengandung fasa *boride* yang sangat keras seperti FeB dan Fe<sub>2</sub>B. Terbentuknya fasa-fasa tersebut sangat dipengaruhi oleh aktivitas boron, dan boron yang terkandung dalam temperatur substrat dari proses yang dilakukan<sup>[9-11]</sup>. Proses *vanadizing* dengan karbida vanadium (VC) merupakan proses yang sangat banyak digunakan dengan pertimbangan dapat meningkatkan ketahanan aus pada permukaan material terutama untuk bagian-bagian mesin yang mendapat tegangan sangat tinggi pada bagian permukaan. Bila dilakukan pada baja yang mengandung karbon rendah, nilai kekerasan permukaan meningkat hingga 25%, sedangkan bila dilakukan pada baja yang mengandung karbon tinggi nilai kekerasan permukaan naik mencapai 60 – 70%. Hal ini terjadi karena atom-atom diffuser (B, V, Cr) larut dalam struktur  $\alpha$ -Fe dan juga membentuk senyawa karbida yang keras. Pada proses *chromizing* atom-atom Cr akan berdifusi pada permukaan material. Material yang mengandung karbon tinggi akan membentuk lapisan senyawa karbida Cr<sub>x</sub>C<sub>y</sub>, sedangkan pada material yang sedikit mengandung karbon akan membentuk lapisan senyawa (Cr,Fe<sub>2</sub>)<sub>7</sub><sup>[12]</sup>.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk membandingkan proses *diffusion coating* boronisasi, vanadisasi dan kromisasi terhadap kekerasan dan ketahanan abrasi besi cor kelabu. Dari ketiga proses tersebut akan terlihat proses mana yang optimal dapat meningkatkan sifat mekanik dari besi cor kelabu dikaitkan dengan waktu penahanan dari proses yang dilakukan, sehingga proses tersebut dapat dikembangkan untuk meningkatkan ketahanan aus dari besi cor kelabu pada komponen automotif.

## METODA PENELITIAN

Secara skematis tahapan penelitian yang dilakukan ditunjukkan pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Diagram alir penelitian proses *diffusion coating* pada besi cor kelabu

### Material Awal dan Bahan Baku Proses

Material yang digunakan adalah besi cor kelabu yang diperoleh dari komponen

*disc brake* pada mobil sedan yang beredar di pasaran, dengan komposisi kimia ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Komposisi kimia besi cor kelabu yang digunakan dalam penelitian

Unsur	C	Si	S	P	Mn	Ni
% berat	3,162	2,290	0,052	0,012	0,563	0,018
Unsur	Cr	Cu	Ti	Sn	Al	Fe
% berat	0,028	0,017	0,009	0,005	0,007	Bal

Untuk proses *diffusion coating*, bahan yang digunakan adalah sebagai berikut :

- Proses Boronisasi menggunakan campuran serbuk Fe-B (*high carbon*); NH<sub>4</sub>Cl dan serbuk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan perbandingan persen berat : 60 : 3,5 : 36,5
- Proses Vanadisasi menggunakan campuran serbuk Fe-V (*high carbon*); NH<sub>4</sub>Cl dan serbuk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan perbandingan persen berat : 60 : 3,5 : 36,5
- Proses Kromisasi menggunakan campuran serbuk Fe-Cr (*high carbon*); NH<sub>4</sub>Cl dan serbuk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan perbandingan persen berat : 50 : 7 : 43

### Peralatan Proses dan Alat Uji

Proses *diffusion coating* menggunakan mesin *jaw crusher* untuk pemecah Fe-B, Fe-V dan Fe-Cr. *Screen* digunakan untuk mengatur kehalusan dan distribusi ukuran serbuk. *Mixer* digunakan untuk mencampur serbuk hingga homogen. Untuk menampung campuran serbuk boronisasi, vanadisasi, kromisasi dan BCK digunakan boks yang terbuat dari baja tahan karat SS 304. Proses *diffusion coating* dilakukan menggunakan tungku *muffle* dengan temperatur maksimum tungku berkisar 1200 °C.

Material hasil proses kemudian diuji keras, metalografi dan uji abrasi. Uji keras dilakukan menggunakan metoda Brinell untuk material awal, sedangkan kekerasan permukaan hasil *coating* diuji dengan Vicker's. Metalografi menggunakan

mikroskop optik metalurgi dengan larutan etsa yang digunakan adalah nital 2%.

Uji abrasi dilakukan untuk mengetahui ketahanan abrasi dari material sebelum dan setelah mengalami proses *diffusion coating*. Pengujian ini dihitung melalui kehilangan berat material. Kertas ampelas yang digunakan untuk pengujian menggunakan ukuran 400 grit. Putaran mesin berkecepatan 54 rpm, gaya penekanan dari kertas ampelas yang berputar adalah 6 kg, dan waktu uji abrasi dilakukan selama 30 menit. Harga keausan abrasi dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut<sup>[12]</sup> :

$$\Delta W = W_{(awal)} - W_{(akhir)}$$

$$Keausan \cdot abrasi = \frac{\Delta W}{2 \times \pi \times R \times t \times rpm} \times \left( \frac{g}{m} \right)$$

dimana :

- W : berat benda uji, g
- ΔW : total kehilangan berat, g
- R : jarak antara benda uji dengan pusat sumbu rotasi, mm
- T : waktu, menit
- m : meter

### Prosedur Percobaan

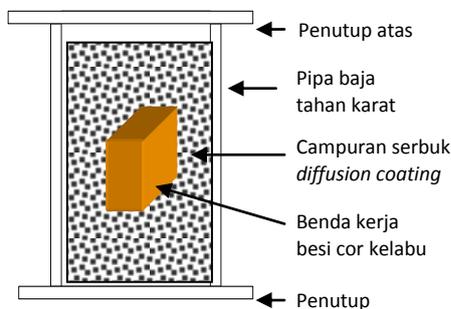
Prosedur percobaan proses *diffusion coating* dilakukan melalui tahapan sebagai berikut :

- a. Persiapan material awal  
BCK diuji kekerasannya dan dilakukan metalografi untuk mengetahui struktur yang ada dalam material. Material sebelumnya dibentuk menjadi balok dengan ukuran 10 x 5 x 20 mm menggunakan mesin frais, kemudian setiap permukaannya diratakan dengan mesin *polishing*.
- b. Material dimasukkan ke dalam boks baja tahan karat SS 304 bersama-sama dengan campuran serbuk untuk proses boronisasi, vanadisasi dan kromisasi. Kemudian bagian atas tabung tersebut ditutup rapat dengan menggunakan penutup dari bahan yang sama, agar gas yang terbentuk pada saat proses

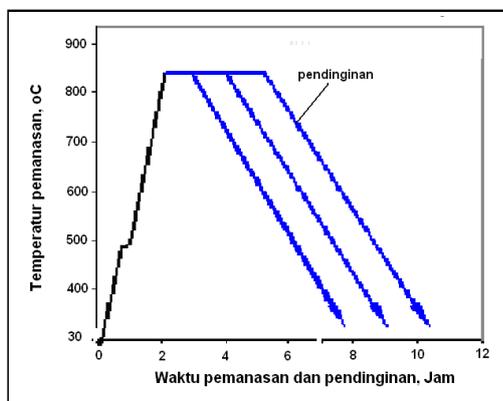
pemanasan berlangsung tidak keluar/bocor.

- c. Proses *diffusion coating* dilakukan pada suhu pemanasan 875°C (pada daerah austenit + sementit, karena pada umumnya pengerasan besi cor dilakukan pada suhu 860 – 900°C) [13] dengan waktu penahanan selama 1, 3 dan 5 jam. Sedangkan pendinginan dilakukan di udara.
- d. Setelah proses *diffusion coating* dilakukan pengukuran kedalaman lapisan yang terbentuk di permukaan material, dilakukan uji kekerasan dan uji ketahanan aus.

Posisi material di dalam boks SS 304 ditunjukkan pada Gambar 2, sedangkan alur proses *diffusion coating* pada BCK ditunjukkan pada Gambar 3.



**Gambar 2.** Pengemasan besi cor kelabu di dalam boks SS 304.

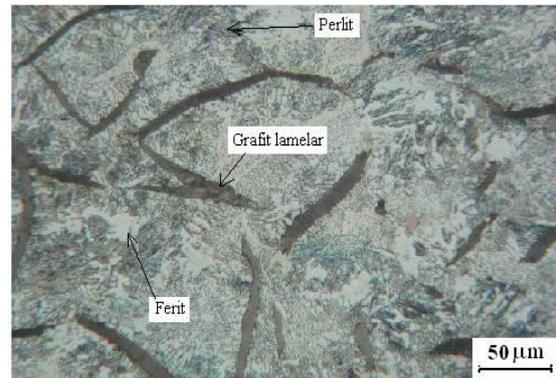


**Gambar 3.** Alur proses pemanasan dan pendinginan pada proses *diffusion coating* yang dilakukan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakterisasi Material Awal

Hasil pengamatan struktur mikro material awal ditunjukkan pada Gambar 4. BCK tergolong ke dalam jenis besi cor kelabu perlitik yang mengandung fasa perlit, grafit lamelar, dan fasa ferit.



**Gambar 4.** Struktur mikro material awal dari besi cor kelabu dengan OM. Etsa Nital 2%

Nilai kekerasan BCK sebelum proses *diffusion coating* ditunjukkan pada Tabel 2. Harga kekerasan rata-rata yang diperoleh untuk material awal BCK adalah sebesar 202 HB.

**Tabel 2.** Kekerasan besi cor kelabu sebelum proses *diffusion coating*

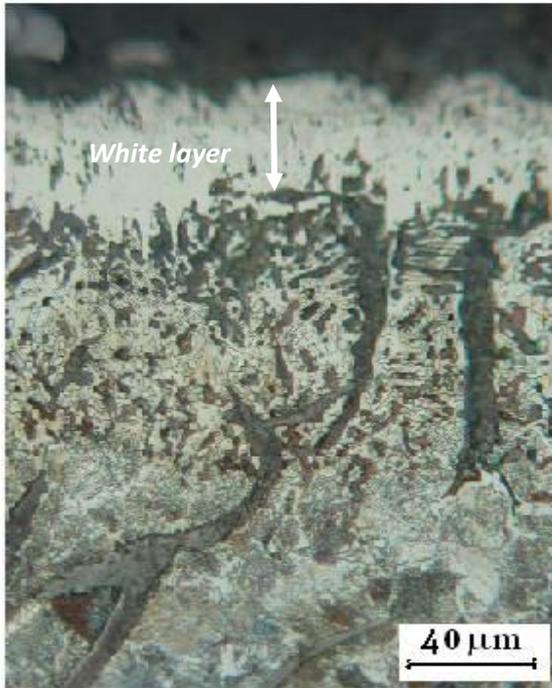
Posisi Indentasi	Harga Kekerasan (HB)
1	202
2	198
3	205
<b>Kekerasan rata-rata</b>	<b>202</b>

### Hasil Proses *Diffusion Coating*

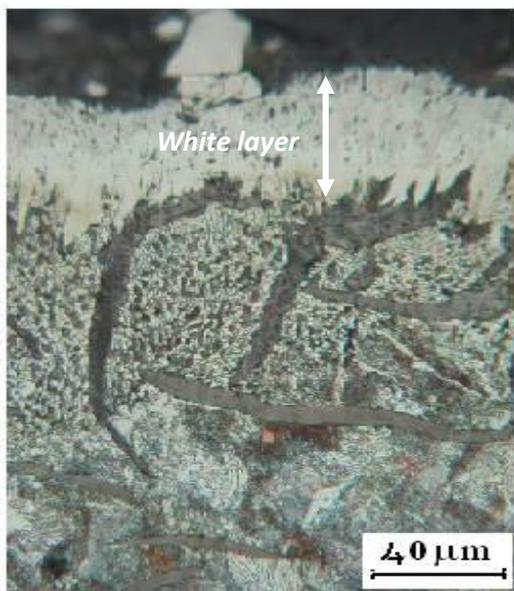
Struktur mikro dan pengukuran ketebalan lapisan putih (*white layer*) dari proses *diffusion coating* ditunjukkan pada Gambar 5 - 7.

### Proses Boronisasi

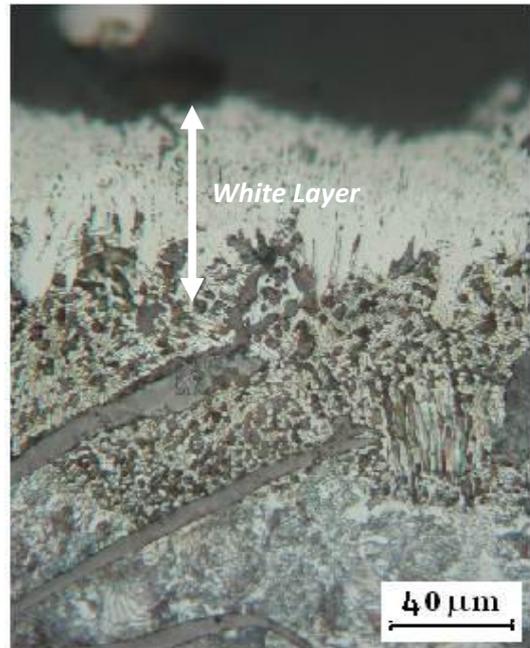
Struktur mikro proses boronisasi pada BCK dapat dilihat pada Gambar 5(a)-5(c). Tampak lapisan putih hasil boronisasi memiliki tampilan seperti gerigi gergaji (*sawtooth morphology*)<sup>[14]</sup>, hal ini sangat dipengaruhi oleh morfologi pertumbuhan dan komposisi kimia dari lapisan (Gambar 5(a)-5(c)).



(a)



(b)

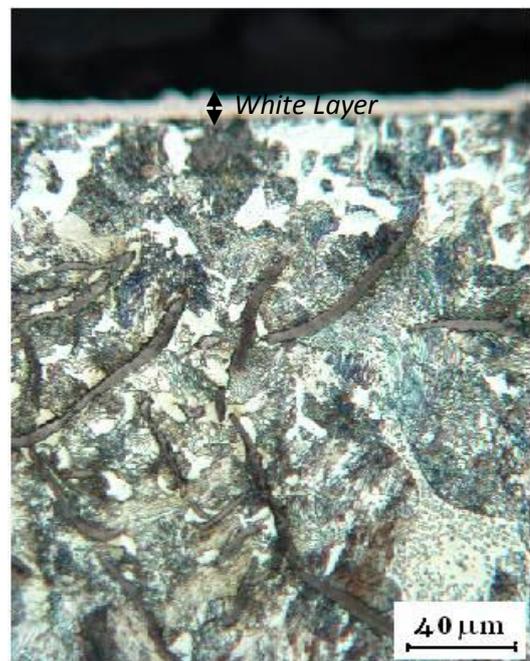


(c)

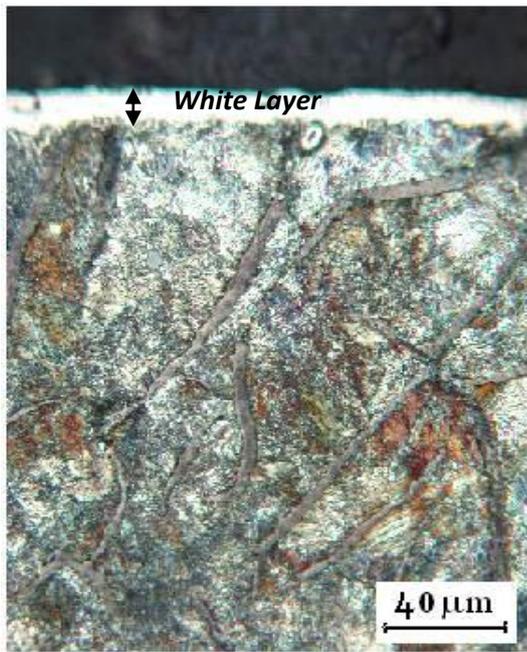
**Gambar 5.** Struktur mikro hasil OM setelah proses boronisasi pada suhu 875°C dengan waktu penahanan dan ketebalan lapisan putih rata-rata sebesar ; (a) 1 jam dan 36 μm; (b) 3jam dan 40,4 μm; (c) 5 jam dan 50 μm. Etsa Nital 2%

### Proses Vanadisasi

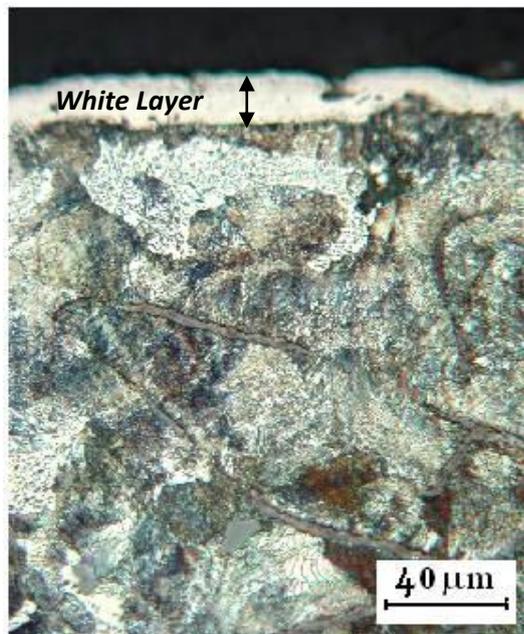
Struktur mikro dan lapisan putih hasil proses vanadisasi pada BCK ditunjukkan pada Gambar 6(a)-6(c).



(a)



(b)

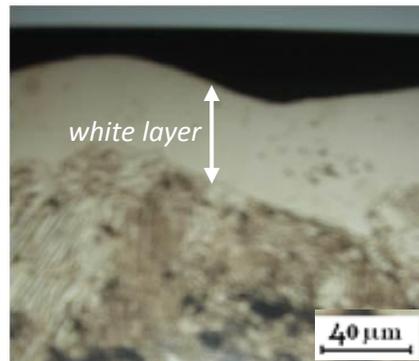


(c)

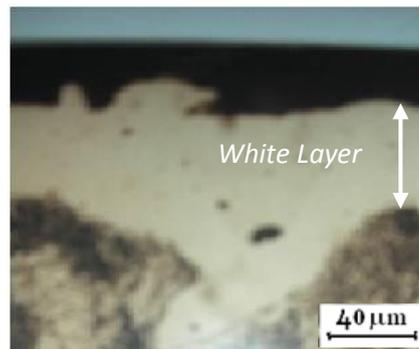
**Gambar 6.** Struktur mikro hasil OM setelah proses vanadisasi pada suhu 875 °C dengan waktu penahanan dan ketebalan lapisan putih rata-rata sebesar ; (a) 1 jam dan 8,58 μm; (b) 3 jam dan 14,14 μm; (c) 5 jam dan 19,26 μm. Etsa Nital 2%

### Proses Kromisasi

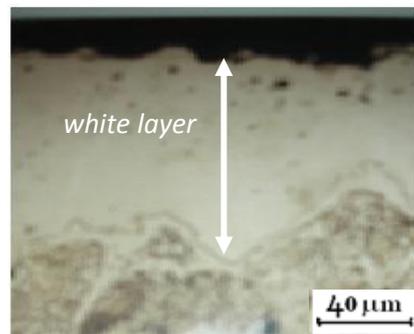
Gambar 7(a)-7(c) menunjukkan struktur mikro dan lapisan putih pada permukaan BCK hasil proses kromisasi.



(a)



(b)



(c)

**Gambar 7.** Struktur mikro hasil OM setelah proses kromisasi pada suhu 875 °C dengan waktu penahanan dan ketebalan lapisan putih rata-rata sebesar ; (a) 1 jam dan 32 μm; (b) 3 jam dan 36 μm; (c) 5 jam dan 85 μm. Etsa Nital 2%

### Hasil Uji Abrasi

Hasil pengujian abrasi setelah proses boronisasi, vanadisasi dan kromisasi pada permukaan BCK dapat dilihat pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Hasil pengujian abrasi pada permukaan besi cor kelabu sebelum dan setelah proses *diffusion coating*.

Kode Sampel	Berat (g)		Selisih Berat	
	Awal	Akhir	G	%
Bahan Awal	10,91	10,87	0,0400	4
B (875-1)	8,126	8,12	0,0064	0,0783
B (875-3)	8,776	8,77	0,0056	0,0637
B (875-5)	8,745	8,74	0,0052	0,0596
V (875-1)	9,953	9,95	0,0034	0,0341
V (875-3)	9,973	9,97	0,0032	0,0323
V (875-5)	9,843	9,84	0,0031	0,0316
K (875-1)	10,33	10,33	0,0026	0,0130
K (875-3)	10,46	10,46	0,0020	0,0099
K (875-5)	10,94	10,94	0,0015	0,0078

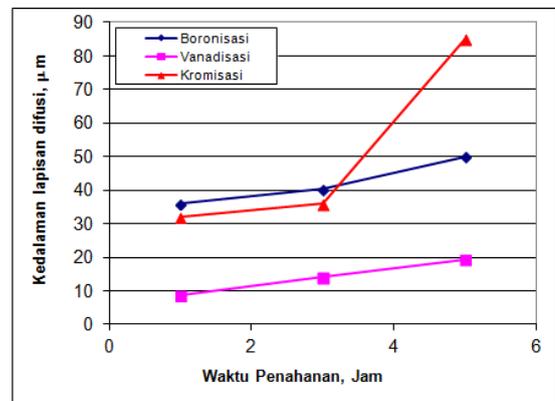
### PEMBAHASAN

Hasil pengamatan struktur mikro pada *raw material* menunjukkan bahwa material BCK tergolong ke dalam besi cor kelabu perlitik, dimana sebagian besar struktur mikro besi cor ini terdiri dari fasa perlit dan grafit lamelar (Gambar 4). Berdasarkan perhitungan *carbon equivalent* (CE meter), BCK ini memiliki harga CE 3,89. Pada besi cor, CE sangat penting karena digunakan untuk memprediksi bagaimana unsur-unsur yang terkandung akan berpengaruh terhadap karakteristik hasil cor dan proses perlakuan panas yang akan dilakukan. CE akan memberikan informasi kekuatan mekanik dari besi cor berhubungan dengan jumlah austenit dan grafit yang dihasilkan pada produk akhir dari besi cor. Pada penelitian ini, besi cor yang digunakan memiliki CE yang tidak lebih dari 4,3 % C (komposisi *eutectic* besi cor) sehingga grafit yang dihasilkan tidak tergolong dalam grafit tipe C, yaitu *kish graphite (hypereutectic composition)* dimana material besi cor yang dihasilkan akan bersifat sangat getas [15].

Proses *diffusion coating* menghasilkan lapisan putih pada permukaan BCK.

Lapisan putih tersebut semakin tebal seiring dengan bertambahnya waktu proses. Pada proses boronisasi lapisan putih yang terbentuk di permukaan material adalah ferroborida ( $Fe_2B$ ) (Gambar 5(a)-5(c)). Sedangkan lapisan yang terbentuk dari proses kromisasi adalah karbida kromium ( $Cr_xCy$ ) (Gambar 6(a)-6(c)). Untuk proses vanadisasi lapisan yang terbentuk adalah ferrovandida atau  $Fe_2V$  (Gambar 7(a)-7(c))<sup>[16]</sup>.

Kedalaman lapisan difusi hasil proses *diffusion coating* pada BCK adalah bervariasi (Gambar 5-7). Gambar 8 menunjukkan grafik hubungan antara waktu penahanan dengan kedalaman lapisan putih yang dihasilkan dari proses boronisasi, vanadisasi dan kromisasi. Terlihat bahwa dengan bertambahnya waktu penahanan, maka kedalaman lapisan difusi tersebut cenderung meningkat.



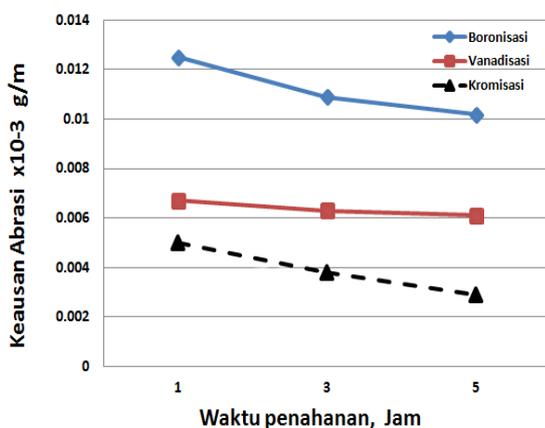
**Gambar 8.** Hubungan waktu penahanan terhadap kedalaman lapisan putih hasil boronisasi, vanadisasi dan kromisasi

Proses boronisasi pada temperatur 875 °C dengan waktu penahanan 1 jam tebal lapisan mencapai 36 μm (Gambar 5(a)), kemudian dengan waktu penahanan 3 dan 5 jam, tebal lapisan putih meningkat mencapai 40,4 μm dan 50 μm (Gambar 5(b)-5(c)). Hal ini terjadi karena energi yang diperlukan untuk menggerakkan atom-atom besi pada jarak yang lebih besar tetap tercapai sehingga atom-atom boron dapat berdifusi diantara atom besi pada suhu 875 °C<sup>[17]</sup>.

Pada proses vanadisasi tebal lapisan putih yang mengandung ferrovanadida ( $\text{Fe}_2\text{V}$ )<sup>[16]</sup> mencapai 8,58  $\mu\text{m}$  dengan waktu penahanan 1 jam (Gambar 6(a)). Dengan meningkatnya waktu penahanan menjadi 3 dan 5 jam, ketebalan lapisan putih juga meningkat masing-masing mencapai kedalaman 14,14  $\mu\text{m}$  dan 19,26  $\mu\text{m}$  (Gambar 6(b)-6(c)).

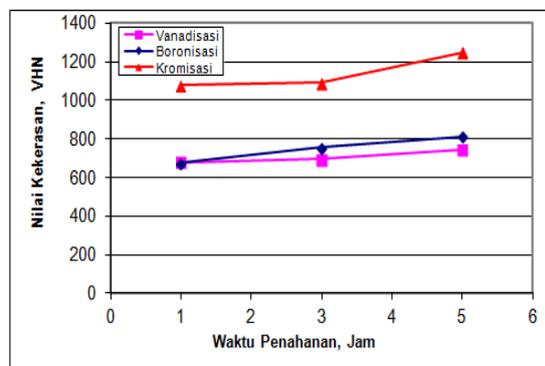
Untuk proses kromisasi, tebal lapisan putih yang terbentuk pada  $T = 875^\circ\text{C}$  dengan waktu penahanan 1 ; 3 dan 5 jam berturut-turut mencapai kedalaman 32  $\mu\text{m}$  ; 36  $\mu\text{m}$  dan 85  $\mu\text{m}$  (Gambar 7(a)-7(c)).

Grafik hubungan antara waktu penahanan terhadap keausan abrasi pada proses *diffusion coating* besi cor kelabu ditunjukkan pada Gambar 9. Terlihat bahwa pada umumnya keausan abrasi lapisan difusi cenderung meningkat dengan bertambahnya waktu penahanan atau dengan meningkatnya ketebalan lapisan hasil proses *diffusi coating*. Ketahanan aus paling baik diperoleh pada proses kromisasi besi cor kelabu dengan waktu penahanan 5 jam, yaitu sekitar 0,0029 g/m. Ketahanan aus yang paling rendah diperoleh pada proses vanadisasi dan boronisasi, yaitu berkisar 0,0061 g/m dan 0,0102 g/m, dengan waktu penahanan 5 jam (Gambar 9).



**Gambar 9.** Grafik hubungan antara waktu penahanan dengan keausan abrasi pada proses boronisasi, vanadisasi dan kromisasi besi cor kelabu

Grafik hubungan antara waktu penahanan terhadap kekerasan lapisan pada proses *diffusion coating* BCK ditunjukkan pada Gambar 10. Terlihat dalam seluruh proses *diffusion coating* bahwa harga kekerasan lapisan difusi cenderung meningkat dengan bertambahnya waktu penahanan.



**Gambar 10.** Grafik hubungan antara kekerasan dengan waktu penahanan pada proses boronisasi, vanadisasi dan kromisasi besi cor kelabu.

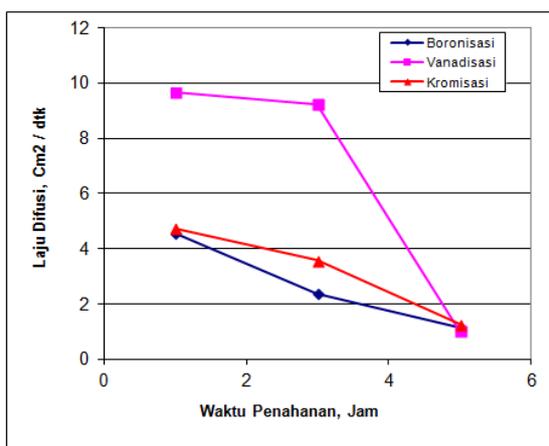
Harga kekerasan tertinggi dalam grafik pada Gambar 10, diperoleh pada proses kromisasi BCK dengan waktu penahanan 5 jam, yaitu sebesar 1250 VHN. Tingginya harga kekerasan dimungkinkan karena terbentuknya lapisan krom karbida ( $\text{Cr}_x\text{C}_y$ ). Harga kekerasan terendah diperoleh pada proses vanadisasi, yaitu sekitar 742 VHN akibat terbentuknya lapisan *ferrovanadida* ( $\text{Fe}_2\text{V}$ ). Lapisan boronisasi besi cor kelabu dengan waktu penahanan 5 jam kekerasannya mencapai 810,5 VHN dan terbentuknya lapisan *ferroboronida* ( $\text{Fe}_2\text{B}$ ).

Berdasarkan hasil pengukuran kedalaman lapisan yang terbentuk, maka dapat ditentukan laju difusi dengan perhitungan rumus jarak rata-rata difusi menurut *Einstein*<sup>[17-18]</sup> :

$$\bar{x} = \sqrt{2 \times Dt}$$

Data hasil perhitungan laju difusi kemudian diplot ke dalam bentuk grafik, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 11. Dari grafik tersebut terlihat dengan

bertambahnya waktu penahanan maka laju difusi akan cenderung semakin menurun.



**Gambar 11.** Pengaruh waktu penahanan terhadap laju difusi pada proses boronisasi, vanadisasi dan kromisasi besi cor kelabu

Proses kromisasi pada suhu pemanasan 875 °C dengan waktu penahan 5 jam, laju difusinya relatif rendah, yaitu sekitar  $1,254 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{detik}$ . Proses vanadisasi dan boronisasi pada suhu dan waktu penahanan yang sama laju difusinya masing-masing mencapai  $103,041 \times 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{detik}$  dan  $1,157 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{detik}$ .

## KESIMPULAN

Proses *diffusion coating* boronisasi, vanadisasi dan kromisasi dari besi cor kelabu pada  $T = 875 \text{ }^\circ\text{C}$  dan waktu penahanan selama 1, 3 dan 5 jam dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut;

1. Ketiga proses *diffusion coating* menghasilkan lapisan putih pada permukaan material, dimana ketebalan lapisan meningkat seiring dengan meningkatnya waktu penahanan, akan tetapi laju difusi akan semakin menurun.
2. Proses *diffusion coating* yang optimal pada permukaan besi cor kelabu adalah kromisasi yang menghasilkan ketebalan lapisan 85  $\mu\text{m}$  dengan kekerasan sebesar 1250 VHN dan ketahanan abrasi 0,0029 g/m pada waktu penahanan 5 jam.

3. Proses yang menghasilkan kekerasan dan ketahanan aus terendah adalah vanadisasi yaitu sebesar 742 VHN dan 0,0061 g/m. Kedalaman lapisan putih pada proses vanadisasi dengan waktu penahanan 5 jam mencapai 19,26  $\mu\text{m}$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] H. Berns. 2003., „Comparison of wear resistant MMC and white cast iron”. *Wear.*: vol. 254, no. 1-2, pp. 47–54.
- [2] C. Kowandy, C. Richard, Y.-M. Chen, and J.-J. Tessier. 2007. „Correlation between the tribological behaviour and wear particle morphology-case of grey cast iron 250 versus Graphite and PTFE”. *Wear.*: vol. 262, no. 7-8, pp. 996–1006.
- [3] E. Albertin and A. Sinatora. 2001. „Effect of carbide fraction and matrix microstructure on the wear of cast iron balls tested in a laboratory ball mill”. *Wear.*: vol. 250-251, no. 1, pp. 492–501.
- [4] J. Asensio, J. A. Pero-Sanz, and J. I. Verdeja. 2002., „Microstructure selection criteria for cast irons with more than 10 wt.% chromium for wear applications”. *Materials Characterization.*: vol. 49, no. 2, pp. 83–93.
- [5] B. K. Prasad, O. P. Modi, and H. K. Khaira. 2004., „High-stress abrasive wear behaviour of a zinc-based alloy and its composite compared with a cast iron under varying track radius and load conditions”. *Materials Science and Engineering A.*: vol. 381, no. 1-2, pp. 343–354.
- [6] T. Murakami, T. Inoue, H. Shimura, M. Nakano, and S. Sasaki. 2006. „Damping and tribological properties of Fe-Si-C cast iron prepared using various heat treatments”. *Materials Science and Engineering A.*: vol. 432, no. 1-2, pp. 113–119.
- [7] A. K. Tieu and Y. J. Liu. 2004., „Friction Variation in the Cold-

- Rolling Process". *Tribology International*.: vol. 37, No. 2, pp. 177–183.
- [8] William A Henning & Jerry Mercer. 1993., „Ductile Iron Handbook”. *Revised Edition Illinois*. USA.
- [9] Martini C and Palombarini G. 2004. „Carbucicchio”. *M.J Mater Sci*.: 39, 933-937.
- [10] Xu C.H., Xi J. K. And Gao, J Mater. 1997. „Process Technol”.: 65, 94-98
- [11] Keddam M. and Chentouf S. M. 2005. „Appl Surf Sci”.: 252, 393-399
- [12] Zakharov, B. 1962. „Heat treatment of Metals”. *Foreign Languages Publishing House Moscow*.: Soviet Socialist Republics.
- [13] *Heat Treatment*. ASM Handbook Ninth Edition : vol 4
- [14] Sen S., Ozbek I., Sen U. and Bindal C. 2001., „Surf Coat Technol”.: (135) 173-177.
- [15] Rudnev, Valery. 2003. *Handbook of induction heating*. CRC Press : ISBN 978-0-8247-0848-1.
- [16] Kawalec M. and Fra’s E. 2008., „Structure, Mechanical Properties and Wear Resistance of High Vanadium Cast Iron”. *ISIJ International*.
- [17] Lakhtin, Y. 1964. *Engineering Physical Metallurgy*. Publisher Moscow : Second printing.
- [18] Karus, G. 1980., „Principle of Heat Treatment of Steel”. *American Society of Metal*.: Metal Part Ohio.

# KARAKTERISTIK STRUKTUR MIKRO DAN SIFAT MEKANIK BESI TUANG PUTIH PADUAN KROM TINGGI HASIL *THERMAL HARDENING* UNTUK APLIKASI *GRINDING BALL*

Achmad Shofi, Widi Astuti dan Fajar Nurjaman

UPT Balai Pengolahan Mineral Lampung, LIPI

Jalan Ir. Sutami Km. 15 Tanjung Bintang, Lampung Selatan, 35361

E-mail : ashofi\_ceo81@yahoo.com

Masuk tanggal : 23-09-2013, revisi tanggal : 01-11-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 18-11-2013

## Intisari

**KARAKTERISTIK STRUKTUR MIKRO DAN SIFAT MEKANIK BESI TUANG PUTIH PADUAN KROM TINGGI HASIL *THERMAL HARDENING* UNTUK APLIKASI *GRINDING BALL*.** ASTM A532 Type II-A adalah jenis material besi tuang putih paduan krom tinggi (*high chromium white cast iron*), dengan kandungan karbon 2,3% dan krom lebih dari 13,3%. Umumnya ASTM A532 Type II-A banyak digunakan sebagai *grinding ball*. Pada studi penelitian ini, proses perlakuan panas berupa *thermal hardening* dilakukan terhadap material ASTM A532 Type II-A untuk meningkatkan nilai kekerasannya. Proses *quenching* menggunakan dua buah media *quenching* yang berbeda, yaitu oli dan udara paksa (udara ditiupkan secara langsung dari *fan*), sedangkan proses *tempering* dilakukan pada temperatur yang bervariasi yaitu 250 °C, 300 °C, dan 350 °C. Hasil proses *thermal hardening* kemudian diuji keras, metalografi dengan OM (*optical microscopy*), SEM (*scanning electron microscopy*) dan XRD (*X-ray diffraction*). Harga kekerasan optimum dari besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A) adalah sebesar 723 BHN, yang dihasilkan dari proses *thermal hardening* dengan media *quenching* oli pada temperatur *tempering* 300 °C. Tingginya harga kekerasan yang dihasilkan dari proses tersebut adalah akibat terbentuknya fasa martensit temper dan tersebarinya karbida krom dalam jumlah besar (volume fraksi tinggi).

*Kata kunci : Thermal hardening, Karakteristik struktur mikro, Sifat mekanik, Besi tuang putih paduan krom tinggi, Grinding ball*

## Abstract

**MICROSTRUCTURE CHARACTERISTIC AND MECHANICAL PROPERTIES OF THERMAL HARDENED OF HIGH CHROMIUM WHITE CAST IRON FOR GRINDING BALL APPLICATION.** ASTM A532 Type II-A is a high chromium white cast iron with carbon content 2.3% and chromium more than 13.3%. This material is widely used as a grinding ball. In this study, heat treatment process which is thermal hardened, was conducted to increase the hardness of this material. Quenching process used two kind of quench media, such as oil and forced air (which was blown directly from fan), while the tempering process was conducted with various temperatures, 250 °C, 300 °C, and 350 °C. After thermal hardening process, material was characterized by hardness testing, metallography by OM (*optical microscopy*) and SEM (*scanning electron microscopy*), and XRD (*X-ray diffraction*). The optimum hardness value is 723 BHN resulted from thermal hardening process at 300 °C. Higher hardness value was obtained due to form of tempered martensite and numerous of chrom carbide disperse in this material.

*Keywords : Thermal hardening, Microstructure, Mechanical properties, High chromium white cast iron, Grinding ball*

## PENDAHULUAN

Industri semen merupakan salah satu sektor industri di Indonesia yang cukup pesat kemajuannya. Dalam

perkembangannya, industri semen masih memiliki kendala dalam penyediaan salah satu komponen penggerusnya, yaitu berupa *grinding ball* dalam mesin *ball mill*. Hingga saat ini kebutuhan industri semen

terhadap *grinding ball* masih sepenuhnya bergantung pada produk *grinding ball* impor<sup>[1]</sup>. Untuk mengatasi hal tersebut perlu adanya suatu terobosan dengan melakukan penelitian terhadap salah satu jenis material yang memenuhi standar untuk dijadikan material *grinding ball*, dimana diharapkan nantinya akan diperoleh produk *grinding ball* lokal yang memiliki kualitas yang tidak kalah atau bahkan lebih baik dari produk impor. Kualitas *grinding ball* menjadi penting dalam industri semen karena apabila terjadi kegagalan dini maka akan berdampak pada berkurangnya kapasitas produksi akibat tidak beroperasinya mesin *ball mill* dikarenakan proses penggantian *grinding ball*, dan hal tersebut akan menyebabkan biaya operasional yang harus dikeluarkan menjadi sangat mahal<sup>[2]</sup>.

Material *grinding ball* memiliki persyaratan berupa nilai kekerasan yang tinggi serta ketahanan aus yang baik<sup>[3]</sup>. Berdasarkan spesifikasi *grinding ball* menurut SNI-1069, material *grinding ball* yang terbuat dari material besi tuang paduan krom tinggi memiliki kekerasan tertinggi sebesar 600 BHN/59 HRC<sup>[4]</sup>.

Besi tuang putih paduan krom tinggi atau ASTM A532 Type II-A adalah jenis material dengan kandungan karbon 2,23% dan krom lebih dari 13,3%. Tingginya nilai kekerasan tersebut diakibatkan oleh keberadaan unsur krom dan beberapa unsur penyertanya, seperti nikel dan molibdenum. Keberadaan unsur krom pada besi tuang putih paduan krom tinggi berperan sebagai penghalang terbentuknya grafit pada material besi tuang putih (*white cast iron*), selain itu unsur krom merupakan salah satu unsur pembentuk karbida yang cukup kuat, dimana unsur-unsur pembentuk karbida umumnya akan memberikan sifat kekerasan yang tinggi<sup>[5]</sup>, dan memberikan ketahanan aus yang sangat baik, terutama dalam penggunaannya sebagai material *grinding ball* dalam *ball mill unit*<sup>[6]</sup>. *Grinding ball* dengan material besi tuang putih paduan krom tinggi akan memberikan ketahanan aus yang lebih baik

jika dibandingkan dengan material *low alloy steel* (baja paduan rendah)<sup>[7]</sup>.

Perlakuan panas (*heat treatment*) berupa pengerasan secara *thermal hardening* pada besi tuang bertujuan untuk meningkatkan sifat-sifat mekanik dari material tersebut, diantaranya nilai kekerasan dan ketahanan aus<sup>[8]</sup>. *Thermal hardening* dilakukan dengan memanaskan benda kerja sampai dengan temperatur austenit, dilanjutkan dengan pendinginan secara cepat (*quenching*). Tingginya nilai kekerasan akibat proses *thermal hardening* akan meningkatkan kekerasan dari besi tuang putih. Hal ini diakibatkan terjadinya perubahan struktur mikro dari struktur yang bersifat lunak (ferit dan austenit) menjadi struktur yang bersifat keras (martensit)<sup>[9]</sup>.

Saat ini beberapa penelitian terkait teknologi proses yang menghasilkan paduan logam untuk aplikasi *grinding ball* lebih menitikberatkan pada penambahan unsur paduan pembentuk karbida, seperti penambahan unsur molibdenum, vanadium dan boron pada besi paduan krom tinggi untuk meningkatkan nilai kekerasan dan ketahanan aus *grinding ball*<sup>[10-11]</sup>, namun penambahan unsur paduan tersebut akan berdampak pada mahalnya harga jual produk *grinding ball*. Oleh karena itu perlu dikembangkan suatu metode perlakuan panas *thermal hardening* untuk memperoleh sifat-sifat mekanik yang optimal dari material tersebut tanpa adanya penambahan unsur-unsur paduan pembentuk karbida (molibdenum, vanadium dan boron).

Dalam penelitian ini akan dilakukan optimasi terhadap nilai kekerasan dari besi tuang paduan krom tinggi tanpa penambahan unsur paduan pembentuk karbida. Pengaruh perlakuan panas (*heat treatment*) berupa *thermal hardening*, dengan variasi media *quench* berupa oli dan udara paksa (yang ditiupkan dengan menggunakan *fan*) serta variasi suhu *tempering* akan dipelajari dalam penelitian ini. Material hasil proses kemudian akan dikarakterisasi dengan metalografi

menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*) dan OM (*optical microscopy*), serta uji keras.

## PROSEDUR PERCOBAAN

Dalam penelitian ini, komposisi kimia material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A) ditunjukkan pada Tabel 1. Sampel material tersebut dibuat dengan cara melebur *scrap* besi dan baja, serta material paduan (*ferro chrom*) dalam tungku induksi menjadi *ingot* berukuran Ø 30 mm x 10 mm. Analisis komposisi kimia dan struktur mikro, serta uji kekerasan dilakukan terhadap *raw material* tersebut. Selanjutnya dilakukan proses *thermal hardening* terhadap raw material ASTM A532 Type-IIA berupa pemanasan awal hingga temperatur pemanasan 650 °C dan ditahan selama 30 menit, kemudian pemanasan dilanjutkan sampai dengan temperatur austenit 950 °C dan ditahan selama 5 jam menggunakan *muffle furnace*. Proses pendinginan secara cepat dilakukan terhadap material tersebut dengan menggunakan dua buah media *quenching* yang berbeda, yaitu oli dan udara paksa (yang ditiupkan dengan menggunakan *fan*). Setelah itu dilakukan proses *tempering* pada tiga temperatur yang berbeda, yaitu 250 °C, 300 °C, dan 350 °C dengan waktu penahanan selama 1 jam, dan dilanjutkan dengan pendinginan secara lambat dalam udara terbuka. Analisis struktur mikro, identifikasi fasa, uji kekerasan, serta volume karbida dilakukan terhadap material hasil *thermal hardening* tersebut. Diagram alir penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 1.

Pengujian kekerasan dilakukan dengan menggunakan alat uji keras *Brinell* (ASTM E-10) sebanyak lima titik indentasi dan diambil harga kekerasan rata-rata, dimana nilai kekerasan tiap sampel diperoleh dari harga kekerasan rata-rata terhadap lima titik indentasi. Metalografi dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik (OM) dan SEM (*secondary electron*

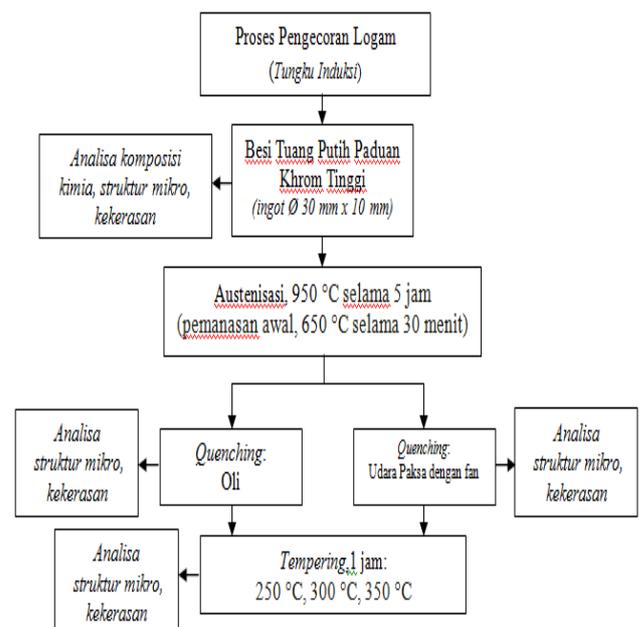
*microscopy*). Identifikasi fasa dalam sampel hasil *thermal hardening* dilakukan dengan alat uji XRD (*x-ray diffraction*).

Volume karbida dihitung dengan menggunakan metode titik<sup>[12]</sup> sesuai dengan persamaan (1), dimana A adalah jumlah karbida yang terkena tepat pada titik uji; B adalah jumlah karbida yang menyinggung titik uji; Po adalah jumlah titik uji. Dalam penghitungan volume karbida digunakan 100 titik/*grid* (10x10 *grid*). Penghitungan volume karbida dilakukan pada hasil metalografi dan dilakukan pada tiga area yang berbeda dalam satu foto struktur. Volume karbida adalah nilai rata-rata dari tiga buah lokasi yang dihitung. Ilustrasi metode perhitungan kuantitatif dengan metode titik dapat dilihat pada Gambar 2 dengan menggunakan 36 titik *grid* (6 x 6 *grid*).

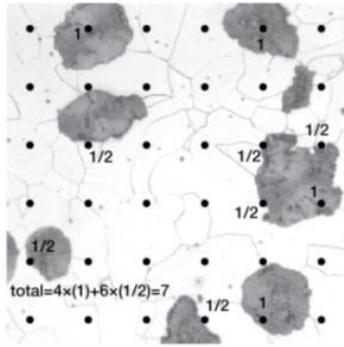
$$\% \text{ Vol. Karbida} = \frac{(A \times 1) + (B \times 0.5)}{P_o} \times 100\%$$

**Tabel 1.** Komposisi kimia *ingot* sampel besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A)

Komposisi	C	Cr	Mn	Si	Ni	P	S	Mo	Cu
Kandungan (%)	2,23	13,3	0,71	0,77	0,46	0,35	0,12	0,06	0,05



**Gambar 1.** Diagram alir penelitian untuk mengetahui karakteristik besi tuang putih paduan krom tinggi



**Gambar 2.** Ilustrasi penghitungan volume fraksi karbida dengan metode titik<sup>[10]</sup>

## HASIL DAN PEMBAHASAN

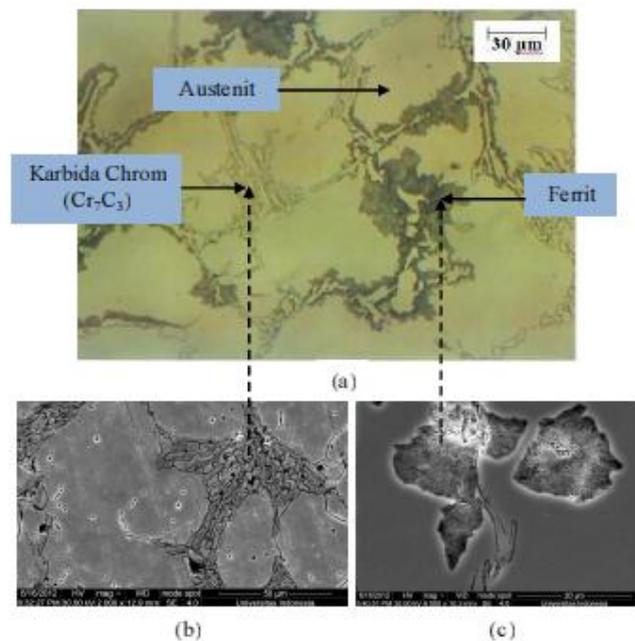
Harga kekerasan material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A) ditunjukkan pada Tabel 2, dimana pada kondisi *as-cast* harga kekerasan adalah 410 BHN. Struktur yang terbentuk pada material *as-cast* berupa matriks austenit, ferit, dan karbida krom sepanjang batas butir austenit, seperti tampak pada Gambar 3(a). Tingginya nilai kekerasan material ASTM A532 Type II-A pada kondisi *as-cast* ini diakibatkan oleh adanya struktur karbida krom. Dalam referensi, harga kekerasan karbida krom adalah berkisar 1365-1620 BHN, dimana nilai kekerasan lebih tinggi dibandingkan dengan karbida sementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ), yaitu 925-1100 BHN pada besi tuang putih tanpa paduan<sup>[13]</sup>.

Dari hasil foto struktur mikro pada besi tuang putih paduan krom tinggi dengan SEM (Gambar 3b) tampak bahwa karbida krom memiliki struktur berlapis-lapis (*lamellar*) dan berukuran sangat halus (*fine*). Struktur *lamellar* halus memiliki ketangguhan yang lebih baik jika dibandingkan dengan karbida yang memiliki struktur *massive* dan kasar (*coarse*), seperti halnya karbida sementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ )<sup>[14]</sup>.

Gambar 4 menunjukkan puncak-puncak hasil pengujian XRD pada material besi tuang putih paduan krom tinggi hasil cor (*as-cast*) dan material hasil proses *thermal hardening*.

**Tabel 2.** Nilai kekerasan besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 type II-A) pada berbagai media *quench* dan variasi temperatur tempering.

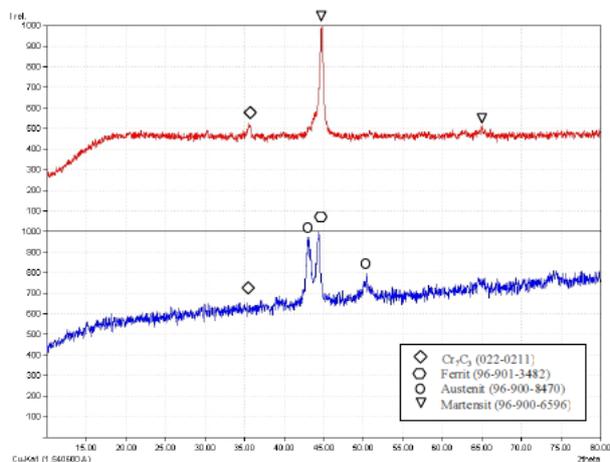
Jenis Perlakuan	Kekerasan Rerata (BHN)	
	Oli	Udara Paksa
As-Cast	410	
Media Quenched	Oli	Udara Paksa
As-Quenched	660	619
Tempering, 250 °C	688	642
Tempering, 300 °C	723	603
Tempering, 350 °C	690	566



**Gambar 3.** Struktur mikro sampel material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A); (a) Foto dengan OM pada kondisi *as-cast*, (b) Foto SEM struktur karbida krom ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ), (c) Foto SEM struktur ferit. Etsa Nital 3%

Dari hasil analisa XRD pada Gambar 4(a), teramati bahwa pada material *as cast*, puncak-puncak tersebut menunjukkan adanya fasa-fasa austenit, ferit, dan karbida krom, yaitu  $\text{Cr}_7\text{C}_3$ . Keberadaan karbida krom ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ), pada material besi tuang putih paduan krom tinggi dalam percobaan ini, juga diperkuat oleh hasil penelitian *Da Li, et al.*<sup>[15]</sup>, yang menyatakan bahwa pembentukan senyawa  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  lebih stabil dibandingkan dengan  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  untuk material besi tuang putih paduan krom tinggi dengan komposisi 2-2,5 %C dan 10-15%Cr. Dari hasil analisa XRD pada Gambar 4(b), setelah proses *thermal*

*hardening*, tampak struktur yang terbentuk adalah martensit dan karbida krom ( $Cr_7C_3$ ). Tampak pula dari hasil analisa XRD di atas terjadi kenaikan intensitas karbida krom setelah dilakukan proses *quenching*. Hal tersebut diakibatkan oleh unsur krom yang terlarut dalam austenit pada kondisi *as-cast* bereaksi dengan karbon pada temperatur austenisasi, menyebabkan terjadinya pembentukan karbida krom baru ( $Cr_7C_3$ ) atau karbida sekunder<sup>[14]</sup>.



**Gambar 4.** Hasil analisa XRD material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type-IIA): (a) Pada kondisi *as-cast*, (b) *As-quenched*, dengan media *quench* udara paksa (fan)

### Pengaruh Variasi Temperatur Tempering dengan Media *Quench* Oli

Pada proses *thermal hardening-temper* dengan berbagai variasi temperatur *tempering*, seperti tampak pada Tabel 2, bahwa material ASTM A532 Type II-A dengan media *quench oli* memiliki nilai kekerasan optimal sebesar 723 BHN, yang diperoleh pada temperatur *tempering* 300 °C.

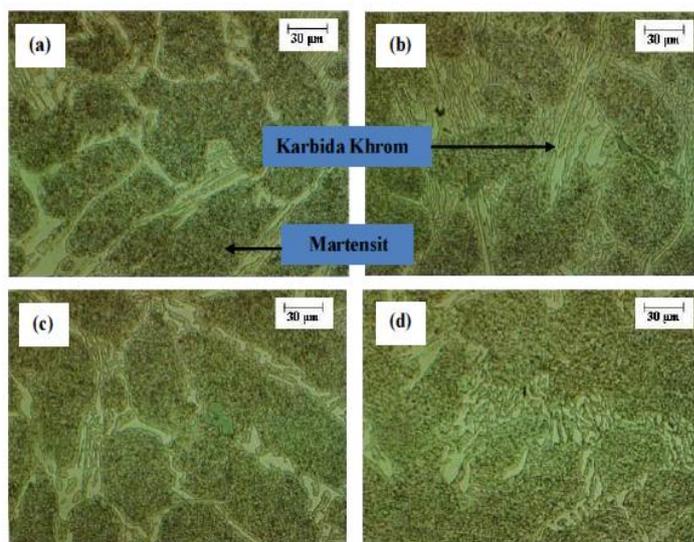
Dari Tabel 3 ditunjukkan bahwa volume karbida khom ( $Cr_7C_3$ ) dari besi tuang putih paduan krom tinggi pada temperatur *tempering* 250 °C memiliki volume karbida krom sedikit lebih besar dibandingkan pada temperatur *tempering* 300 °C, namun memiliki struktur karbida krom yang lebih kasar (*coarse*), seperti tampak pada Gambar 5, dimana struktur karbida krom pada temperatur *tempering*

300 °C memiliki struktur yang lebih halus, jika dibandingkan dengan temperatur *tempering* 250 °C dan 350 °C.

Struktur karbida krom kasar cenderung akan berdampak negatif terhadap sifat mekanik material logam. Pada besi tuang putih paduan krom tinggi, struktur karbida halus dalam matriks akan memberikan kombinasi yang sangat baik antara kekerasan dan ketangguhan jika dibandingkan dengan struktur karbida kasar<sup>[16]</sup>. Sifat kombinasi yang baik antara kekerasan dan ketangguhan menjadi faktor utama dari material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A) untuk aplikasinya sebagai *grinding ball*, dikarenakan tingginya beban impact dan gesek pada saat *grinding ball* bekerja.

**Tabel 3.** Volume karbida material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type II-A) pada berbagai temperatur *tempering* dengan media *quench oli*

Quench Oli	
Tempering	Volume Karbida
As-Quenched	Tidak dianalisa
250 °C	14,88%
300 °C	13,75%
350 °C	9,63%



**Gambar 5.** Foto mikroskop optik material ASTM A532 Type-IIA pada berbagai kondisi *as-tempered* dengan media *quench oli*; (a) *as-quenched*, (b) *as-tempered* 250 °C, (c) *as-tempered* 300 °C, (d) *as-tempered* 350 °C. Etsa Nital 3%

Pada temperatur *tempering* 350 °C, seperti ditunjukkan dalam Tabel 3, rendahnya nilai kekerasan diakibatkan oleh rendahnya volume karbida krom ( $Cr_7C_3$ ). Semakin rendah volume karbida maka akan semakin rendah pula nilai kekerasan dari material tersebut<sup>[8]</sup>. Rendahnya volume karbida krom pada temperatur 350 °C ini disebabkan oleh terdegradasinya karbida tersebut menjadi struktur austenit akibat temperatur *tempering* yang terlalu tinggi<sup>[16]</sup>.

### Pengaruh Variasi Temperatur Tempering dengan Media Quench Udara Paksa (*Fan*)

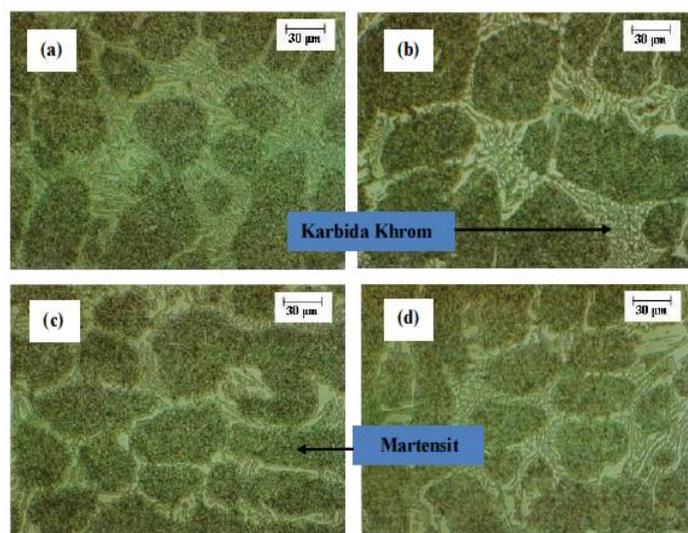
Tabel 4 menunjukkan volume karbida krom ( $Cr_7C_3$ ), pada besi tuang putih paduan krom tinggi hasil *thermal hardening* dengan media *quench* udara paksa pada berbagai variasi temperatur *tempering*. Harga kekerasan rata-rata tertinggi yang diperoleh dari proses *thermal hardening* dengan media *quench* udara paksa, sesuai dengan Tabel 2 adalah sebesar 642 BHN, yang diperoleh pada temperatur *tempering* 250 °C, dengan nilai volume karbida terbesar dibandingkan dengan temperatur *tempering* lainnya. Dari Tabel 2, ditunjukkan bahwa harga kekerasan berbanding lurus dengan volume karbida khom.

Gambar 6 menunjukkan struktur mikro dari material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type-IIA) hasil proses *thermal hardening-temper* dengan media *quench* udara paksa pada berbagai temperatur *tempering*. Dari gambar tersebut, tampak bahwa pada temperatur *tempering* 250 °C (Gambar 6b), karbida krom berukuran kecil/halus membentuk koloni pada daerah batas butir diantara matriks martensit temper. Sedangkan pada temperatur *tempering* 300 °C (Gambar 6c) dan 350 °C (Gambar 6d), karbida krom yang terbentuk pada daerah batas butir berbentuk *single lamellar* berukuran besar/kasar.

Struktur yang terbentuk pada temperatur *tempering* 250 °C dengan media *quench* udara paksa (Gambar 6b) memiliki kesamaan dengan struktur hasil proses *thermal hardening-temper* menggunakan media *quench* oli pada temperatur *tempering* 300 °C (Gambar 5c), yaitu struktur karbida krom ( $Cr_7C_3$ ), diantara matriks martensit temper, yang lebih halus jika dibandingkan dengan pada kondisi *as-tempered* lainnya.

**Tabel 4.** Volume karbida material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type-IIA) pada berbagai kondisi perlakuan panas dengan media *quench* udara paksa (*fan*)

Quench Udara Paksa ( <i>Fan</i> )	
Tempering	Volume Karbida
250 °C	14,50%
300 °C	14,00%
350 °C	12,75%



**Gambar 6.** Foto mikroskop optik material besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type-IIA) pada berbagai kondisi *as-tempered* dengan media *quench* udara paksa; (a) *as-quenched*, (b) *as-tempered* 250 °C, (c) *as-tempered* 300 °C, (d) *as-tempered* 350 °C. Etsa Nital 3%

### KESIMPULAN

Proses *thermal hardening-temper* pada besi tuang putih paduan krom tinggi (ASTM A532 Type-IIA) mampu meningkatkan nilai kekerasan melalui

pembentukan struktur martensit temper dan peningkatan intensitas/volume karbida krom melalui pembentukan karbida sekunder.

Nilai kekerasan optimal dari proses *thermal hardening-temper* terhadap material ASTM A532 Type II-A dengan media *quench* oli adalah 723 BHN pada temperatur *tempering* 300 °C, sedangkan untuk media *quench* udara paksa adalah 642 BHN pada temperatur *tempering* 250 °C. Kedua nilai kekerasan optimal tersebut diperoleh akibat tingginya volume karbida krom ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ) serta struktur karbida krom yang halus (*fine carbide*) diantara matriks martensit temper.

Temperatur *tempering* lebih dari 300 °C akan menghasilkan volume karbida yang rendah, diakibatkan oleh terdegradasinya karbida krom ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ), dimana hal tersebut akan berdampak negatif terhadap nilai kekerasan, dan ketahanan aus dari material ASTM A532 Type II-A.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Kartikasari, R., Soekrisno, R., Noer. Iman, M., Suharno, dan Hestiawan, H. 2007.,Karakterisasi Ball Mill Import pada Industri Semen di Indonesia". *Jurnal Teknik Mesin.*: 9 (1), hal. 18-24.
- [2] Zhang, M. X., Kelly, P. M. and Gates, J. D. 2001.,The Effect of Heat Treatment on The Toughness, Hardness and Microstructure of Low Carbon White Cast Irons". *Journal of Materials Science.*: 36(16), pp. 3865-3875.
- [3] Agunsoye, J. V. Aigbodion and O. Sanni. 2011.,Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of NF6357A Cast Alloy for Wear Resistance Application". *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering.*: 10(11), pp. 1077-1086.
- [4] Standar Industri Indonesia. 1983.,Bola Pelumat Logam Ferro". *SII-0789-83 (SNI-1069)*.
- [5] Wahyudin dan Surasno. 1997.,Bola Gerus (Grinding Ball) dan Permasalahannya". *Jurnal Berita Teknologi Bahan dan Barang Teknik.*: 10, hal. 35-37.
- [6] Matsubara, Y. 2001.,Solidification and abrasion wear of white cast iron alloyed with 20% carbide forming elements". *Wear.*: 250, pp. 502-510.
- [7] Zhao, S.Y. et al. 1994.,The Optimal Mating of Balls and Lining Plates in Ball Mills". *Wear.*: 178, pp. 79-84.
- [8] Albertin, E., and Sinatora, A. 2001.,Effect of Carbide Fraction and Matrix Microstructure on The Wear of Cast Iron Balls Tested in a Laboratory Ball mill". *Wear.*: 250, pp. 492-501.
- [9] Karl-Heinz Zum Gahr. 1980.,Abrasive Wear of White Cast Iron". *Wear.*: 64, pp. 175-194.
- [10] Havva Kaydal Zeytin, Hakan Yildirim, Banu Berme, Salim Duduoglu, Gurkan Kazdal, and Adem Deniz. 2011.,Effect of Boron and Heat Treatment on Mechanical Properties of White Cast Iron for Mining Application". *Journal of Iron and Steel Research.*: 18(11), pp. 31-39.
- [11] Scandian, C., Boher, C., de Mello, J. D. B., Rezai-Aria, F. 2009.,Effect of molybdenum and chromium Contents in Sliding Wear of High-Chromium White Cast Iron: The Relationship between Microstructure and Wear". *Wear.*: 267, pp. 401-408.
- [12] Huard, C., Hartley, M., Lechkun, S., Menking, M. 2009. Lab. Report: Quantitative Metallography.
- [13] Hinckley, B., Dolman, K. F., Wuhner, R., Yeung, W., and Ray, A. 2008.,SEM Investigation of Heat Treated High Chromium Cast Iron". *Materials Forum.*: 32.
- [14] Bedolla-Jacuinde, A., Arias, L., and Hernandez, B. 2003.,Kinetics of Secondary Carbides Precipitation in a High-Chromium White Irons".

*Journal of Materials Engineering and Performance*.: 12, pp. 371-382.

- [15] Da Li, et al. 2009.,,Phase Diagram Calculation of High Chromium Cast Irons and Influence of It's Chemical Composition". *Materials and Design*.: (30), pp. 340-345.
- [16] Zhou Jiyang. 2011.,,Serial Report: Colour Metallography of Cast Iron".: pp. 337-349.

# **ANALISIS KERUSAKAN PIPA *BAFFLE* PADA SISTEM *HEAT EXCHANGER* SUATU PROSES TRANSFER PANAS**

**Eka Febriyanti**

Balai Besar Teknologi Kekuatan Struktur (B2TKS) – BPPT

Kawasan Puspitek Serpong Tangerang 15314

E-mail : eka.ndut@yahoo.com

Masuk tanggal : 25-09-2013, revisi tanggal : 01-11-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 18-11-2013

## **Intisari**

**ANALISIS KERUSAKAN PIPA *BAFFLE* PADA SISTEM *HEAT EXCHANGER* SUATU PROSES TRANSFER PANAS.** Tulisan ini membahas tentang kombinasi antara serangan erosi (pengikisan) dan proses korosi yang terjadi pada permukaan luar sebagai faktor penyebab kebocoran pipa *baffle* dari *heat exchanger* dan memberi solusi pencegahan pada kasus yang sama di masa yang akan datang. *Heat exchanger* merupakan alat yang berfungsi untuk memindahkan panas dari cairan bertemperatur tinggi ke cairan yang bertemperatur lebih rendah melalui mekanisme kombinasi antara konduksi dan gaya konveksi. Ketika *heat exchanger* rusak maka dapat mempengaruhi seluruh sistem dari transfer panas. Pada penelitian ini pipa *baffle* dari *heat exchanger* yang rusak diperiksa dengan metode analisa kerusakan untuk menemukan penyebab kerusakan. Beberapa pemeriksaan dan pengujian dilakukan pada permukaan pipa untuk memperoleh data lengkap untuk analisa. Pemeriksaan pada pipa *baffle* dari *heat exchanger* menggunakan metode pengamatan visual, fraktografi, struktur mikro, uji kekerasan, analisa komposisi kimia, pemeriksaan SEM (*scanning electron microscopy*), serta uji komposisi produk korosi dengan EDS (*energy dispersive analyze X-ray*). Hasil pengamatan secara visual memperlihatkan adanya penipisan dinding akibat serangan erosi dan kehadiran produk korosi pada permukaan luar pipa *baffle*. Sebagai tambahan, dari analisa produk korosi juga mengkonfirmasi bahwa produk korosi mengandung ion agresif/ion korosif seperti ion Sulfur ( $S^{2-}$ ). Erosi muncul diindikasikan adanya semburan uap dari pipa lainnya yang mengalami bocor di *steam drum*. Dengan kehadiran partikel keras (*hard particle*) seperti partikel keras pada debu bahan bakar di aliran turbulensi semburan maka dapat mempercepat proses mekanisme erosi. Setelah proses erosi, permukaan dinding luar pipa *baffle* terbuka lalu bereaksi dengan lingkungan korosif yaitu ion Sulfur ( $S^{2-}$ ) dari debu bahan bakar sehingga terjadilah fenomena korosi. Jadi, dapat disimpulkan bahwa penyebab kerusakan adalah kombinasi antara serangan erosi dan proses korosi yang muncul di permukaan luar pipa *baffle* pada *heat exchanger*.

*Kata Kunci : Heat Exchanger, Pipa baffle, Erosi, Korosi*

## **Abstract**

***FAILURE ANALYSIS OF BAFFLE TUBE ON HEAT EXCHANGER SYSTEM IN HEAT TRANSFER PROCESS.*** This paper discussed about combination between erosion attack and corrosion process as a factor cause of baffle tube leaking in heat exchanger system and given some solution to prevent similar case in future. Heat exchangers transfer heat from a hot fluid to a colder fluid through the combined mechanisms of conduction and forced convection. When the heat exchanger fail, all of the processing system could be affected. In this research the failed baffle tubes of heat exchanger were investigated by failure analysis methods to find the caused of the failure. Several examinations were carried out to the baffle tubes to obtain detailed data for analysis. Examinations are carried out such as visual and fractography, microstructure, hardness testing, chemical composition analysis of baffle tube material, SEM and EDS. Visual examination shows wall thinning which caused by erosion attack and corrosion product at outside surfaces of baffle tube. Additional data obtained from EDS analysis confirm aggressive / corrosive ion such as Sulphur ion (ion  $S^{2-}$ ) which spreaded around pipe surface investigated. Erosion attack is caused by steam burst from another pipe which have experienced leaking at steam drum. So, it can be concluded that the cause of failure are combination between erosion attack and corrosion process on the outside surfaces of baffle tube.

*Keywords : Heat exchanger, Tube baffle, Erosion, Corrosion*

## PENDAHULUAN

Pipa *baffle* adalah nama sebutan pipa dari *heat exchanger* yang letaknya dekat dengan *baffle*. Sedangkan *baffle* adalah pengatur arah aliran fluida dapat juga berarti sebagai kisi atau panel penghalang yang digunakan pada beberapa tangki proses industri, seperti antara *shell* dan *tube* pada *heat exchanger*, reaktor kimia, dan *static mixer*<sup>[1]</sup>. *Baffle* merupakan bagian yang terintegrasi antara *shell* dengan *tube* dari disain *heat exchanger*<sup>[2]</sup>. Peranan utama *baffle* pada *heat exchanger* antara lain sebagai pemegang sejumlah pipa agar tetap pada posisinya (atau untuk mencegah kelonggaran) baik pipa dalam proses operasi maupun proses produksi. Selain itu, *baffle* berfungsi untuk mencegah terjadinya efek dari getaran yang diakibatkan kecepatan aliran dan dimensi dari *heat exchanger*. Dengan adanya *baffle* pada pipa menyebabkan fluida mengalir secara langsung di sepanjang sisi pipa. Hal ini bersifat menguntungkan karena dapat meningkatkan kecepatan aliran dan keefektifan dari koefisien transfer panas suatu *heat exchanger*<sup>[2]</sup>.

Umumnya pipa untuk *heat exchanger* menggunakan material ASTM A 192 dan selama pipa *baffle* beroperasi biasanya terkena beban mekanis berupa getaran dan fluktuasi temperatur secara berulang<sup>[3-4]</sup>.

Pada suatu sistem transfer panas telah ditemukan adanya kerusakan pada salah satu pipa dari *heat exchanger*. Setelah diperiksa ternyata pipa tersebut mengalami kerusakan dan berlubang pada posisi *baffle*. Pipa tersebut kemudian diteliti dan dianalisa di laboratorium analisa kerusakan untuk dicari penyebab kerusakan yang telah terjadi pada pipa *baffle* tersebut.

Tujuan penelitian dan analisis kerusakan yang dilakukan adalah untuk mengidentifikasi penyebab kerusakan pipa *baffle* sehingga dapat dilakukan langkah langkah penanggulangan, dan untuk mencegah terjadinya pengulangan kerusakan yang sejenis yang mungkin

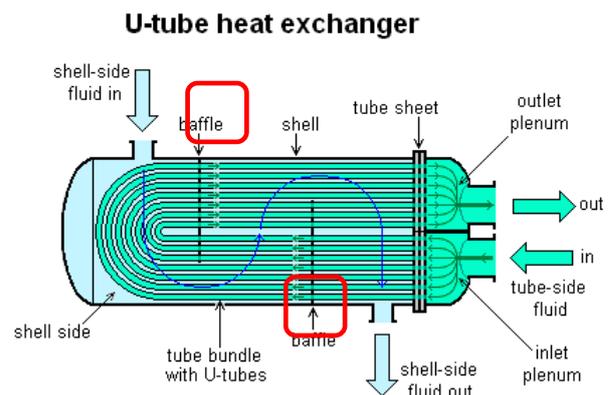
terjadi.

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan 1 sampel uji di 2 lokasi berbeda yaitu pipa di posisi *baffle* yang mengalami kerusakan dan berlubang di permukaan diameter luarnya. Pipa *baffle* tersebut berada pada sistem *heat exchanger* suatu proses transfer panas.

Posisi pipa *baffle* pada *heat exchanger* ditunjukkan pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Gambaran posisi pipa *baffle* yang rusak dan bocor pada *heat exchanger*<sup>[2]</sup>

Kondisi kerusakan pipa *baffle* yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Gambar pipa *baffle* yang rusak pada *heat exchanger* memperlihatkan adanya lubang akibat serangan korosi-erosi

### Spesifikasi Material dan Kondisi Operasi Pipa *Baffle*

Dari informasi yang diperoleh, spesifikasi material pipa *baffle*, data operasional, serta kondisi operasi dari *heat exchanger* tempat

pipa *baffle* yang diteliti secara rinci ditampilkan pada Tabel 1.

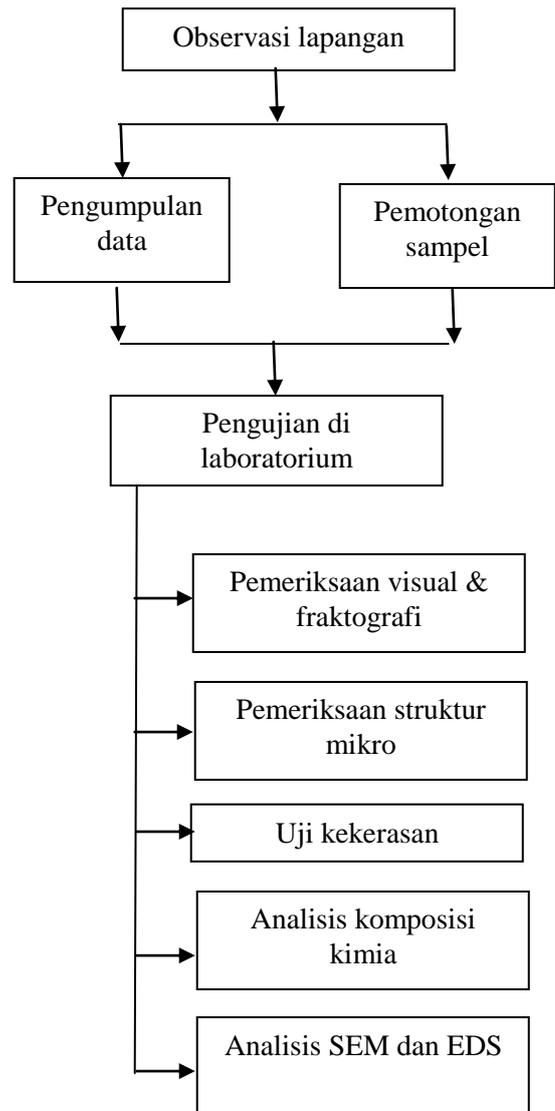
**Tabel 1.** Data spesifikasi material dan kondisi operasi pipa *baffle*

Jenis Pipa	<i>Pipa baffle</i>
Lokasi Pipa	Heat exchanger
Material Pipa <i>Baffle</i>	ASTM A 192
Tebal Pipa (Mm)	4
Diameter Pipa (Mm)	76,2
Tekanan Steam (Kg/Cm <sup>2</sup> )	64,5
Tekanan Disain, (Kg/Cm <sup>2</sup> )	74
Temp. Steam Di Outlet Superheater (°C)	470
Temp. Feed Water (°C)	138
Flow Feed Water, (Ton/Jam)	125
Flow Steam (Ton/Jam)	125

### Pengujian

Sesuai dengan yang telah ditentukan, setelah dilakukan proses pemotongan pada pipa *baffle* yang mengalami kerusakan kemudian dilanjutkan ke tahapan pengujian. Serangkaian metode pengujian dan pemeriksaan terhadap pipa di posisi *baffle* secara jelas dapat dilihat dengan diagram alir pada Gambar 3.

Pengujian yang dilakukan meliputi: pengamatan permukaan, pemeriksaan visual bersamaan dengan pemeriksaan fraktografi pada daerah yang berlubang, pengamatan struktur mikro menggunakan mikroskop optik. Kemudian dilakukan pengujian kekerasan menggunakan metode *macro hardness vickers*.



**Gambar 3.** Diagram alir pemeriksaan dan pengujian terhadap pipa *baffle* yang mengalami kerusakan dan kebocoran

Analisa komposisi kimia material dasar pipa *baffle* diuji menggunakan alat *optical emission spectrometer*, sedangkan permukaan daerah yang mengalami kerusakan diamati menggunakan alat *scanning electron microscopy* (SEM) dan analisis komposisi produk korosi pada permukaan luar pipa *baffle* dengan metode *energy dispersive spectroscopy* (EDS).

Pemeriksaan visual dilakukan untuk mengidentifikasi lokasi kerusakan, bentuk kerusakan, dan untuk menentukan daerah awal penyebab kerusakan dan kebocoran material pipa *baffle*. Metode ini dilakukan dengan memeriksa kondisi dan kontur

daerah yang berlubang secara akurat lalu didokumentasikan dengan kamera digital. Bersamaan dengan pemeriksaan visual, juga dilakukan pemeriksaan fraktografi menggunakan mikroskop stereo. Tujuan pemeriksaan yaitu untuk mengidentifikasi awal kerusakan di permukaan daerah yang berlubang dan rusak lalu diekspos pada perbesaran yang lebih tinggi dibandingkan dengan pemeriksaan visual.

Pemeriksaan metalografi dilakukan untuk memeriksa kemungkinan adanya *void* mikro, retak mikro, ataupun cacat mikro lainnya yang mungkin ada dan berpengaruh sebagai penyebab kerusakan dan kebocoran pipa saat proses dilakukan.

Pengujian kekerasan terhadap pipa *baffle* dilakukan di sekeliling daerah rusak untuk mengetahui kemungkinan terjadinya perubahan nilai kekerasan yang menyebabkan terjadinya rusak ataupun bocor pada pipa. Metode yang digunakan yaitu metode indentasi *macro hardness vickers* dengan beban 5 kgf yang mengacu pada ASTM E 92.

Pemeriksaan komposisi kimia dengan OES dilakukan untuk konfirmasi kesesuaian komposisi kimia material dasar pipa *baffle* terhadap standard material pipa pada ASTM A 192. Selain itu, pengujian juga dilakukan untuk evaluasi kemungkinan terjadinya degradasi material. Pemeriksaan komposisi kimia mengacu pada standard ASTM E 415-99a tahun 2008.

Analisis SEM dilakukan pada permukaan diameter luar pipa yang rusak dan berlubang untuk memeriksa bentuk lubang yang mengakibatkan bocor lebih detail lagi dan menemukan bukti lain yang mungkin ada yang berperan sebagai awal kerusakan.

Analisa produk korosi menggunakan metode EDS (*energy dispersive spectroscopy*) untuk memeriksa adanya ion agresif/ion korosif yang mungkin berperan pada kerusakan selanjutnya.

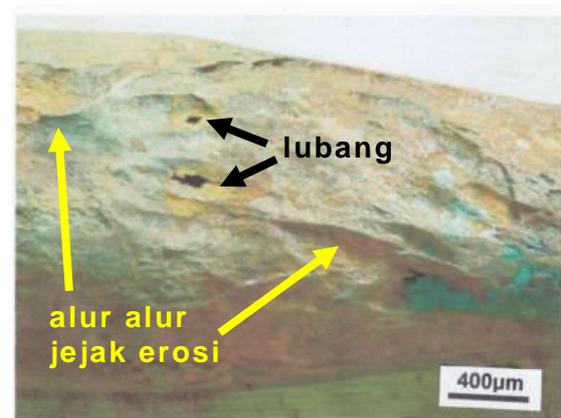
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pemeriksaan Visual dan Fraktografi

Pemeriksaan secara visual dan fraktografi pada permukaan pipa *heat exchanger* di posisi *baffle* menunjukkan kerusakan berupa lubang yang mengakibatkan pipa bocor, seperti ditunjukkan pada Gambar 4 dengan tanda bidang segi empat.



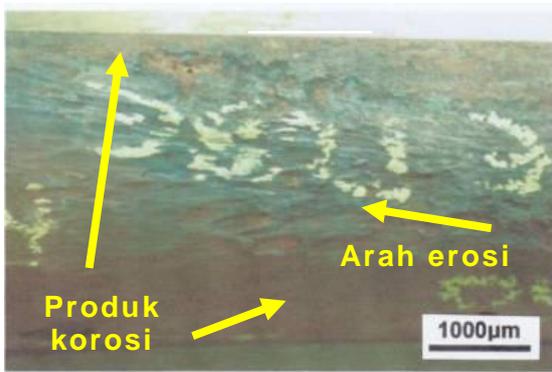
**Gambar 4.** Permukaan pipa *baffle* menunjukkan adanya lubang



**Gambar 5.** Lubang dan jejak erosi pada pipa *baffle* di lokasi 1



**Gambar 6.** Jejak erosi pada permukaan pipa *baffle* pada lokasi 1



**Gambar 7.** Produk korosi dan arah alur erosi pada permukaan pipa *baffle* pada lokasi 2



**Gambar 8.** Foto permukaan pipa *baffle* pada lokasi 2

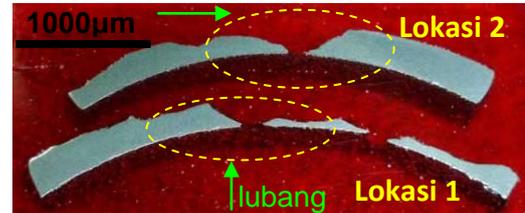
Selain itu, pada permukaan luar pipa *baffle* di lokasi pemeriksaan 1 terdapat jejak proses erosi yang pernah berlangsung di daerah tersebut, ditunjukkan dengan adanya alur alur dengan sudut tajam dan permukaan yang terkikis ke arah memanjang sesuai dengan aliran fluida (Gambar 5, 6 dan 7).

Selain jejak erosi, pada permukaan pipa juga ditemukan bukti serangan korosi berupa produk korosi berwarna coklat yang merata hampir diseluruh permukaan pipa di sekitar lubang (Gambar 7 dan 8).

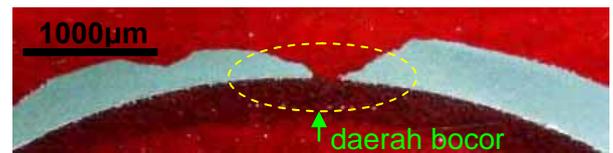
Dari pengamatan pada penampang melintang permukaan di bagian yang terkikis paling dalam menunjukkan adanya penipisan yang cukup signifikan pada bagian disekitar lubang dari diameter luar (OD) menuju diameter dalam (ID). Penipisan tersebut nampak jelas terjadi

akibat erosi dari permukaan diameter luar seperti ditunjukkan pada Gambar 9.

Tebal pipa *baffle* menipis hingga mencapai ketebalan akhir sekitar 2 ~ 2,5 mm seperti ditunjukkan pada Gambar 10.



**Gambar 9.** Penampang melintang pipa *baffle* yang bocor (lokasi 1 dan lokasi 2)



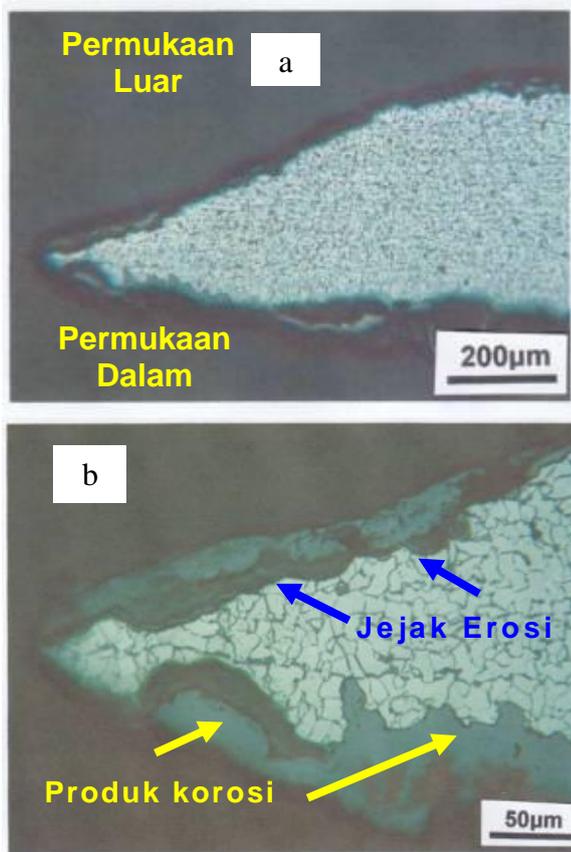
**Gambar 10.** Penampang melintang pipa *baffle* pada lokasi 2 terlihat adanya penipisan dari bagian luar

### Pemeriksaan Struktur Mikro

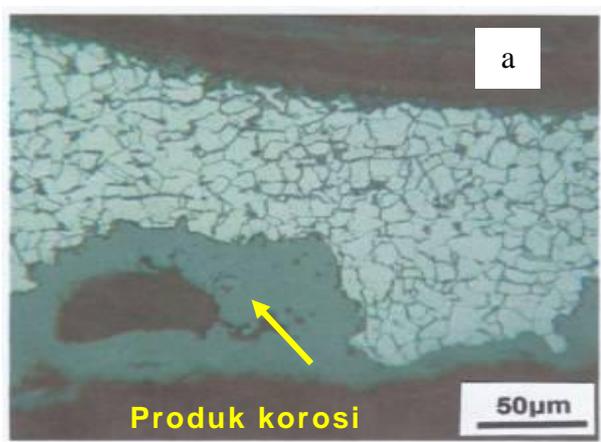
Pemeriksaan struktur mikro dilakukan terhadap penampang melintang *pipa baffle* pada daerah sekitar lubang (lokasi 1 dan 2). Secara umum struktur mikro dari pipa *baffle* terdiri dari campuran fasa ferit (terang) dan perlit (gelap) seperti ditunjukkan pada Gambar 11 dan 12. Dari kedua gambar tersebut tidak ditemukan adanya bukti terjadinya pertumbuhan butir, spheroidisasi perlit, ataupun cacat mikro lainnya. Pada pemeriksaan struktur mikro di bagian sekitar lubang pada lokasi 1 terlihat jelas adanya jejak erosi ditandai dengan terpotongnya butir akibat pengikisan dari permukaan diameter luar pipa (Gambar 11(b) dan 12(b)), selain itu juga terlihat adanya produk korosi yang menutupi permukaan pipa (Gambar 11(a) dan 12 (a)). Hal ini menunjukkan bahwa pada permukaan luar pipa pernah terjadi mekanisme penipisan erosi dan korosi.

Gejala penipisan dan korosi juga ditemukan di lokasi 2 permukaan luar pipa *baffle* terbukti dengan adanya jejak erosi

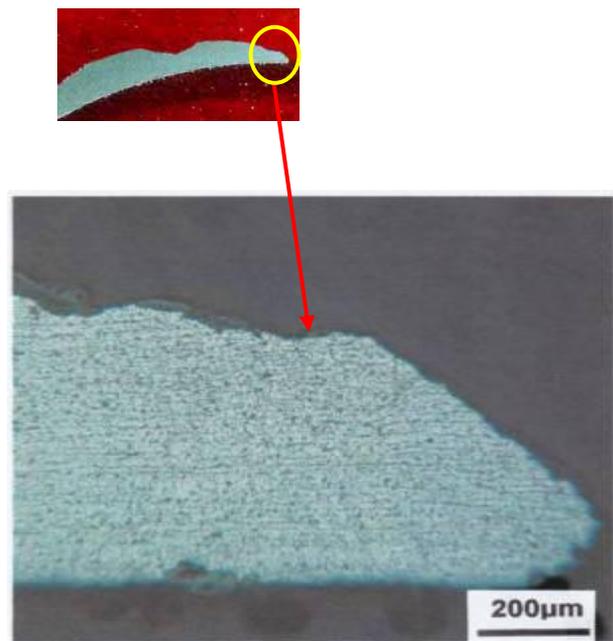
dan produk korosi yang terdapat pada permukaan luar dari gambar struktur mikro yang di tampilkan pada Gambar 13(a) dan (b).



**Gambar 11.** Mikrostruktur pipa *baffle* di daerah dekat lubang di lokasi 1. Terlihat adanya produk korosi dan butir yang terpotong. Etsa Nital 2%



**Gambar 12.** Perbesaran penampang melintang pipa *baffle* (di lokasi 2). Etsa Nital 2%



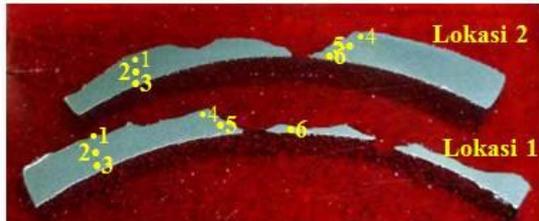
**Gambar 13.a.** Struktur mikro penampang melintang pipa *baffle* pada lokasi 2. Etsa Nital 2%



**Gambar 13.** (a) Struktur mikro penampang melintang pipa *baffle* pada lokasi 2. (b) Perbesaran dari (a), terlihat adanya butir yang terpotong akibat erosi. Etsa Nital 2%

## Pengujian Kekerasan

Pengujian kekerasan dari pipa *baffle* dilakukan untuk mengetahui perubahan sifat kekerasannya. Pengujian kekerasan menggunakan *macro hardness vickers* dengan beban 5 kgf.



**Gambar 14.** Lokasi titik uji kekerasan pipa *baffle*

**Tabel 2.** Hasil pengujian kekerasan pipa *baffle* di lokasi 1 dan lokasi 2

No.	Kekerasan (VHN) (Lokasi 1)	Kekerasan (VHN) (Lokasi 2)
1	148	169
2	159	167
3	154	160
4	155	161
5	152	153
6	150	161
<b>Rata-rata (VHN)</b>	<b>153</b>	<b>161</b>

Dari hasil pengujian kekerasan pada kedua lokasi menunjukkan bahwa rata-rata nilai kekerasan potongan melintang material pipa *baffle* di lokasi 1 dan lokasi 2 masing-masing sebesar 153 VHN dan 161 VHN yang dapat dilihat pada Tabel 2. Kekerasan kedua pipa tersebut mendekati nilai kekerasan standard ASTM A 192 yaitu maksimal 144 VHN<sup>[3-4]</sup>.

## Analisis Komposisi Kimia

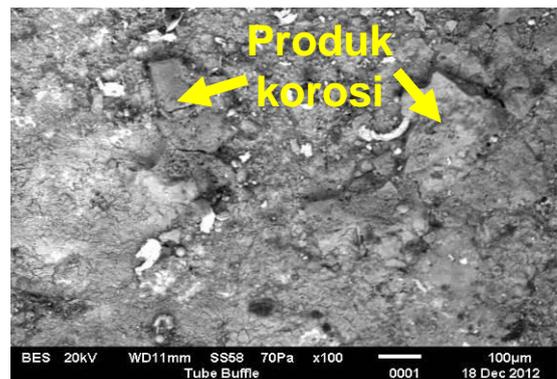
Dari analisis komposisi kimia material pipa *baffle* dapat dilihat di Tabel 3. Hasil pengujian menunjukkan bahwa material pipa *baffle* sesuai dengan material standard ASTM A 192<sup>[3-4]</sup>.

**Tabel 3.** Komposisi kimia material uji pipa *baffle*

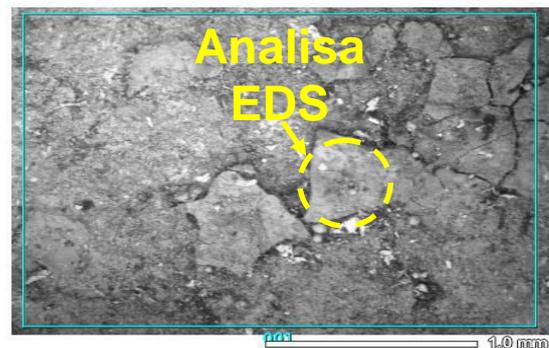
Pipa <i>Baffle</i>		Standard ASTM A 192 <sup>[4]</sup>	
Unsur	%berat	Unsur	% berat
C	0,14	C	0,06-0,18
Si	0,20	Si	0,25 maks.
Mn	0,48	Mn	0,27-0,63
S	0,025	S	0,035 maks.
P	0,023	P	0,035 maks.

## Analisis SEM dan EDS

Hasil pemeriksaan dengan SEM dan EDS pada permukaan luar pipa di posisi *baffle* yang bocor dapat dilihat pada Gambar 15 dan Tabel 4. Dari hasil analisis SEM menunjukkan bahwa di permukaan luar pipa *baffle* terdapat produk korosi. Pemeriksaan pada pipa *baffle* disekitar lubang terdeteksi unsur-unsur seperti karbon (C), silikon (Si), unsur korosif/agresif seperti sulfur (S), serta kalsium (Ca) yang diindikasikan dari fluida yang mengalir di luar pipa.



**Gambar 15.** Foto hasil SEM permukaan luar pipa *baffle* menunjukkan bukti adanya produk korosi



**Gambar 16.** Lokasi titik pemeriksaan dengan EDS

**Tabel 4.** Komposisi produk korosi dipermukaan luar pipa *baffle* mengacu pada Gambar 16

Unsur	% berat	Unsur	% berat
C	42,10	Ca	0,38
O	35,87	Cr	0,16
Al	1,04	Fe	19,33
Si	0,76		
S	0,37		

Dari data pemeriksaan pada material pipa membuktikan bahwa material yang digunakan pada pipa *baffle* adalah baja karbon rendah yang mempunyai mikrostruktur ferit dan perlit, dan mempunyai komposisi kimia yang sesuai dengan spesifikasi standar yang di gunakan yaitu ASTM A192<sup>[1-3]</sup> jadi kerusakan bukan disebabkan oleh kesalahan material. Selain itu, dari seluruh hasil pemeriksaan pada pipa *baffle* tidak ditemukan adanya kerusakan karena indikasi *overheating* seperti pertumbuhan butir, dekarburisasi, atau spheroidisasi perlit.

Dari hasil pengujian kekerasan terhadap material pipa *baffle* di lokasi 1 dan lokasi 2 masing-masing berkisar antara 148 VHN s/d 159 VHN dan 153 VHN s/d 169 VHN. Hasil uji kekerasan pada kedua lokasi tersebut menunjukkan bahwa nilai kekerasan material pada pipa *baffle* yang diteliti masih mendekati spesifikasi standar ASTM A 192 yaitu maksimal 144 VHN<sup>[4]</sup>. Jadi tidak mengalami banyak perubahan akibat pengaruh panas ketika beroperasi. Fakta yang diperoleh dari hasil uji kekerasan ini menunjukkan bahwa kerusakan bukan diakibatkan oleh perubahan nilai kekerasan material pipa.

Hasil pemeriksaan visual dan makrografi menunjukkan adanya jejak erosi dengan arah yang sama pada permukaan serta terjadi penipisan dinding di permukaan luar pipa *baffle* (Gambar 5-7). Bukti ini diperkuat dengan hasil pemeriksaan pada penampang melintang di daerah sekitar lubang yang menunjukkan penipisan dari luar tersebut (Gambar 9 dan 10). Selain itu bukti adanya erosi juga

diperoleh dari pemeriksaan struktur mikro dengan adanya butir-butir yang terpotong akibat pengikisan secara mekanis<sup>[5]</sup> seperti yang ditunjukkan pada Gambar 11(b), 12(b) dan 13(b). Hal ini dapat disimpulkan bahwa telah terjadi erosi selama pipa tersebut beroperasi.

Dari hasil seluruh pemeriksaan juga ditemukan bukti-bukti telah terjadi mekanisme korosi pada daerah sekitar lubang. Bukti-bukti tersebut dapat dilihat pada hasil pemeriksaan visual dan makrografi dengan ditemukannya lapisan berwarna coklat (Gambar 7 dan 8). Bukti produk korosi juga dapat dilihat dari hasil pemeriksaan metalografi (Gambar 11(b), 12(a), 12(b), dan 13(b)), pemeriksaan SEM (Gambar 15) serta hasil pemeriksaan EDS (Tabel 4) dengan bukti adanya unsur korosif/agresif seperti unsur sulfur (ion S<sup>2-</sup>) sebesar 0,37 wt %.

Hasil pemeriksaan EDS juga menunjukkan adanya kandungan elemen karbon (C) sebesar 42,10 % pada produk korosi. Unsur karbon yang cukup tinggi tersebut diindikasikan berasal dari fluida yang mengalir di luar pipa. Dengan bukti tersebut dapat disimpulkan bahwa fluida yang mengalir di luar pipa *baffle* berpotensi membawa partikel keras yang dapat mengikis permukaan pipa. Karena pipa *baffle* letaknya dekat dengan *baffle* dimana terjadi perubahan aliran fluida, dan kemungkinan terjadi juga turbulensi, maka proses pengikisan atau erosi lebih besar dibanding di lokasi lain.

Setelah proses erosi, permukaan dinding luar pipa *baffle* terbuka lalu bereaksi dengan lingkungan korosif (ion sulfur (S<sup>2-</sup>)) dari fluida yang mengalir di luar pipa sehingga terjadilah fenomena korosi<sup>[6]</sup>. Dari bukti-bukti tersebut dapat disimpulkan bahwa kerusakan yang terjadi pada pipa *baffle* dalam penelitian ini disebabkan karena adanya perpaduan antara serangan erosi dengan proses korosi dimana proses erosi lebih dominan dibuktikan dengan ditemukannya jejak erosi yang cukup dalam sedangkan jenis korosi yang terjadi adalah *general*

*corrosion* yang proses menyerangnya secara merata<sup>[7-8]</sup>. Proses erosi-korosi tersebut terjadi karena kombinasi antara abrasi mekanis akibat pergerakan fluida yang mengandung partikel keras dan reaksi korosi. Kecepatan fluida dan kecepatan korosi memiliki hubungan yang berbanding lurus. Apabila kecepatan fluida meningkat maka kecepatan dari proses korosi akan semakin bertambah pula<sup>[9-10]</sup>. Sehingga penipisan pipa berlangsung lebih cepat dan akhirnya berlubang dan bocor.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian, analisis, dan pembahasan terhadap pipa *baffle* yang diteliti maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Karakteristik material dari pipa *baffle* sesuai dengan standard material ASTM A 192, sehingga kerusakan bukan disebabkan oleh kesalahan material.
2. Kerusakan pipa *baffle* diakibatkan oleh kombinasi serangan erosi dari abrasi mekanis akibat pergerakan fluida di luar pipa yang mengandung partikel keras dengan proses korosi dari unsur korosif seperti sulfur (S) yang berasal dari fluida yang mengalir di luar pipa selama sistem *heat exchanger* beroperasi.

## SARAN

Untuk menghindari terjadinya serangan erosi dan korosi pada pipa *baffle* selanjutnya, maka perlu dilakukan tindakan pencegahan antara lain :

1. Memeriksa secara periodik kondisi permukaan luar pipa secara visual saat *shut down*.
2. Melakukan *mechanical cleaning* pada permukaan luar pipa *baffle* agar terbebas dari produk korosi dan kerak (*scale*).
3. Memeriksa kandungan fluida sesuai dengan spesifikasi serta mengontrol aliran fluida jangan sampai terjadi turbulensi.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] “Heat Exchanger”. (<http://rotunds.com/Heat%20Exchanger.html>, diakses 3 Juni 2013)
- [2] “*Baffle* (Heat Transfer)”. ([http://en.wikipedia.org/wiki/Baffle\\_\(heat\\_transfer\)](http://en.wikipedia.org/wiki/Baffle_(heat_transfer)), diakses tanggal 3 Juni 2013)
- [3] ASM Handbook Committee. 2002. *Properties and selection*, vol 1, Ninth Edition, Metal Handbook of ASM, Ohio : American Society for Metals.
- [4] ASTM standards, ASTM A 192 : *Seamless Carbon Steel Boiler Tubes for High Pressure Service*, vol.01.01, Steel-piping, tubing, fittings, ASTM.
- [5] Callister, William D Jr. *Material Science and Engineering An Introduction*. New York : John Wiley and Sons Inc. p. 179.
- [6] Mc Namara, J.F., O.Sullivan, and Richard A. 1991., “Durability and Failure in Engineering Materials”. *Proceeding of the 5<sup>th</sup> Irish Fracture Conference*.
- [7] Thielsch and Helmut. *Defect and Failures in Pressure Vessels and Piping*, Florida : Robert Krieger Publishing Company, p.398-406.
- [8] French, David N. *Metallurgical Failures in Fossil Fired Boilers*, John Wiley & Sons, p.197-203
- [9] Fontana, Mars G. 1986. *Corrosion Engineering*, McGraw Hill Book Company : 3<sup>rd</sup> Edition
- [10] ASM Handbook Committee. 2002. *Failure Analysis and Prevention*, vol 11, Ninth Edition, Metal Handbook of ASM, Ohio : American Society for Metals.



# MODIFIKASI STRUKTUR PERMUKAAN ALUMINIUM DENGAN BUBUK BESI MENGGUNAKAN METODA *MECHANICAL ALLOYING*

Agus Sukarto Wismogroho<sup>1)</sup>, Pius Sebleku<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Pusat Penelitian Fisika - LIPI  
Gdg. 440 Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang Selatan  
E-mail : agus046@lipi.go.id

<sup>2)</sup>Pusat Penelitian Metalurgi LIPI  
Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan Banten

Masuk tanggal : 20-09-2013, revisi tanggal : 01-11-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 18-11-2013

## Intisari

**MODIFIKASI STRUKTUR PERMUKAAN ALUMINIUM DENGAN BUBUK BESI MENGGUNAKAN METODA *MECHANICAL ALLOYING*.** Pada penelitian ini telah dilakukan studi mengenai modifikasi struktur permukaan pelat aluminium dengan bubuk besi menggunakan metoda *mechanical alloying* (MA) yang bertujuan untuk dapat memperoleh lapisan paduan antara aluminium dari pelat dengan bubuk besi yang digunakan. Pelat aluminium, bubuk besi dan bola-bola *milling* dimasukkan ke dalam bejana *milling* untuk dilakukan proses MA. Jumlah bubuk besi yang digunakan divariasikan sebanyak 2 dan 10 gram. Lama MA dilakukan sampai 10 jam. Hasil proses MA menunjukkan bahwa lapisan partikel dari bubuk besi dapat diperoleh di permukaan pelat aluminium. Struktur pelapisan yang terbentuk berupa struktur *lamellar* yang merupakan gabungan antara partikel besi dengan aluminium yang mengalami deformasi memipih karena proses penumbukan yang berulang. Sejalan dengan MA, partikel besi semakin masuk ke dalam permukaan aluminium, sedangkan bagian dari aluminium terdorong keluar sehingga membentuk pemaduan antara keduanya. Pada proses MA dengan bubuk besi 2 gram, diperoleh fasa FeAl selama lebih dari 2 jam. Sedangkan pada proses MA dengan bubuk besi 10 gram, belum diperoleh fasa baru meskipun telah dilakukan MA selama 10 jam. Pembentukan lapisan Fe-Al, pembentukan paduan dan lama pembentukannya sangat dipengaruhi oleh banyaknya bubuk besi yang digunakan dalam proses MA. Ketebalan lapisan optimal berkisar 100  $\mu\text{m}$ , dengan lapisan yang terlihat memiliki kepadatan tinggi dan ikatan yang baik.

*Kata kunci : Mechanical alloying, FeAl, Aluminium pelat, Pelapisan, Modifikasi permukaan*

## Abstract

***SURFACE MODIFICATION OF ALUMINUM PLATE WITH IRON POWDER USING MECHANICAL ALLOYING METHOD.*** In this research, a study on the modification of the surface structure of the aluminum plate with iron powder using the mechanical alloying (MA) method was conducted. This process aims to obtain a coating layer of alloy between aluminum plates with iron powder used. Aluminum plates, iron powder and milling balls inserted into the milling vessel for the MA process. The amount of iron powder used was 2 and 10 grams. MA was done up to 10 hours. MA results showed that the coating layer of iron particles can be obtained on the surface of the aluminum plate. The microstructure of the coating layers formed a lamellar structure between Al and Fe. With increasing MA time, the iron particles entered the surface of the aluminum plate, while aluminum was pushed out that made the compound or mixing between Fe and Al. In the MA process with 2 grams iron powder, the FeAl phase was obtained after MA for more than 2 hours. While in the process of MA with 10 grams iron powder, a new phase wasn't observed even though after MA for 10 hours. The coating layers formation of the mixing Fe-Al, the Fe-Al alloy and the formation time were strongly influenced by the amount of iron powder used in the MA process. The optimal coating thickness was about 100 $\mu\text{m}$ , with apparently had a high density and a good bond.

*Keywords : Mechanical alloying, FeAl, Aluminum plate, Coating, Surface modification*

## PENDAHULUAN

Material aluminium dan paduannya banyak digunakan untuk berbagai kebutuhan sebagai material struktur dari peralatan, permesinan, transportasi, industri maupun konstruksi. Akhir-akhir ini peningkatan kekerasan permukaan, ketahanan terhadap korosi, ketahanan terhadap sulfidasi dan untuk meningkatkan durabilitas penggunaannya menjadi tuntutan terhadap material tersebut agar lebih fungsional dan ekonomis. Oleh karena itu, berbagai metoda rekayasa teknologi terutama untuk modifikasi permukaan material telah dikembangkan, seperti *electro deposition*<sup>[1]</sup>, *thermal spray coating*<sup>[2-3]</sup>, *polymer coating*<sup>[4]</sup> dan *sol-gel*<sup>[5]</sup>.

Pada sistem material aluminium, paduan antara aluminium dan besi membentuk paduan *iron aluminide*, seperti FeAl, Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, Fe<sub>3</sub>Al dan FeAl<sub>2</sub><sup>[6]</sup>. Paduan FeAl dan Fe<sub>3</sub>Al menunjukkan kombinasi sifat liat pada suhu ruang dan memiliki ketahanan terhadap *creep* pada suhu tinggi dibandingkan paduan yang lainnya<sup>[7]</sup>. Paduan tersebut memiliki karakteristik ketahanan korosi dan sulfidasi yang tinggi dengan karakteristik mekanik yang baik, menjadikan salah satu alternatif material untuk digunakan pada industri kimia dan energi fosil. Namun demikian, pada pelapisan metoda konvensional seperti *hot-dip coating* dan *pack cementation* menghasilkan struktur paduan Fe-Al yang beragam<sup>[8]</sup>.

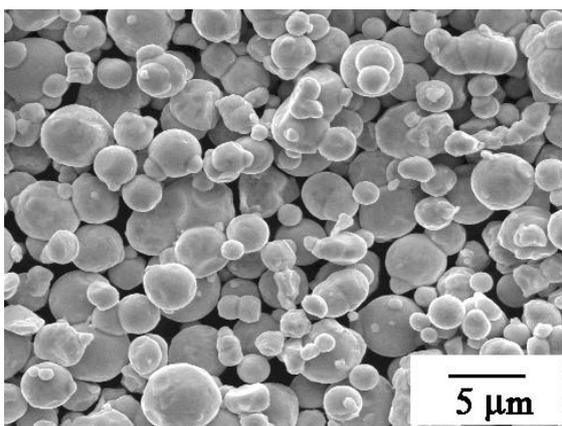
Di lain sisi, *mechanical alloying* (MA) atau pepaduan mekanik merupakan metoda pembentukan paduan melalui metoda metastabil. Pada metoda ini, paduan material sulit terbentuk, struktur *amorphous*, struktur nano material, paduan super jenuh dapat diperoleh. Akhir –akhir ini, MA juga dipelajari untuk dapat diaplikasikan dalam proses pelapisan. Pada proses MA, deformasi, deformasi plastis, penghancuran dan pengelasan dingin dari bubuk yang digunakan menghasilkan suatu lapisan. Beberapa pelapisan, seperti

pelapisan paduan Ti-Al pada keramik zirconia<sup>[9]</sup>, pelapisan PbO, CuO dan WO pada aluminium<sup>[10]</sup>, dan pelapisan Fe-Al pada pelat baja<sup>[11]</sup> telah dipelajari dan menunjukkan adanya potensi yang baik. Namun demikian, informasi lebih detil dan mekanisme mengenai pelapisan sebagai modifikasi permukaan material terutama pada aluminium belum banyak dipelajari. Pada penelitian ini dipelajari modifikasi permukaan aluminium ketika dilakukan MA bersama dengan bubuk besi. Selain itu, dijelaskan juga perubahan struktur fasa dan evolusi morfologinya untuk mempelajari mekanisme pembentukannya.

## PROSEDUR PERCOBAAN

Sebagai material awal, digunakan bubuk besi (Fe) dengan kemurnian 99,5 wt.%, partikel berbentuk bulat, berukuran  $\pm 5\mu\text{m}$  dan dengan mikrostruktur yang ditunjukkan pada Gambar 1. Sebagai material yang dimodifikasi, digunakan pelat aluminium dengan kemurnian 99,7%, berbentuk silinder dengan diameter 15 mm dan tebal 10 mm. Permukaan dari aluminium pelat dihaluskan dengan kertas pasir ukuran #800 yang dilanjutkan dengan pencucian menggunakan etanol dan pembersih ultrasonik. MA dilakukan dengan menggunakan *planetary ball milling*. Bola *milling* yang digunakan adalah bola besi baja dengan ukuran diameter 5 mm dan 10 mm dengan perbandingan 10:1. Total bola yang digunakan adalah 230 gram. Plat aluminium, serbuk besi dan bola *milling* dimasukkan ke dalam vial dengan volume 500 ml dan diputar dengan kecepatan putaran 250 rpm dalam kondisi gas argon. Sebuk besi divariasikan sebanyak 2 dan 10 gram. MA dilakukan selama 0,75; 2; 5 dan 10 jam. Sampel pelat alumina hasil MA yang diperoleh dipotong dan dihaluskan bagian penampangnya dengan kertas pasir #1500 dilanjutkan dengan alumina bubuk #2000 yang dilanjutkan dengan pencucian menggunakan etanol dan pembersih ultrasonik.

Setelah proses MA, sampel diambil dan dianalisa X-ray difraksi (XRD) untuk mengetahui perubahan struktur fasa permukaan pelat aluminium. Gambar *scanning electron microscopy* (SEM) dari penampang sampel diambil untuk mengetahui evolusi morfologi mikrostrukturnya. Untuk mengetahui komposisi dari lapisan digunakan *energy dispersive X-ray* (EDX). Pengukuran ketebalan lapisan di area penampang lapisan dilakukan pada beberapa gambar hasil analisa SEM yang diperoleh dan diambil rata-ratanya.



**Gambar 1.** SEM dari serbuk besi yang digunakan

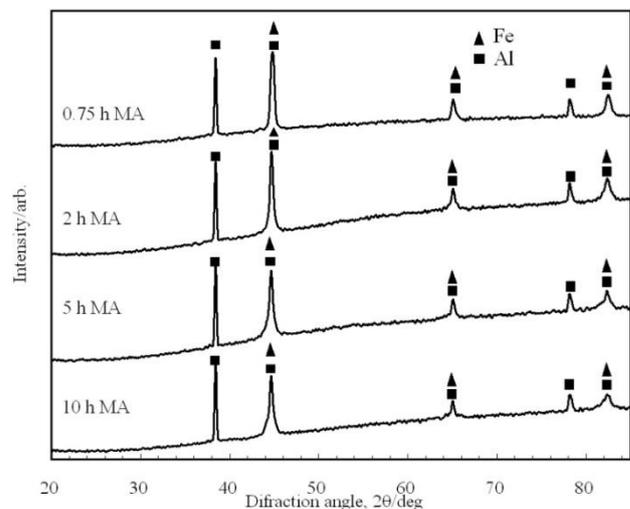
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Perubahan Struktur Fasa Selama MA

Permukaan sampel aluminium hasil MA bersama dengan bubuk besi sebesar 10 gram dianalisa menggunakan XRD. Hasil analisa ditunjukkan pada Gambar 2. Pada hasil XRD diperoleh 2 fasa yaitu fasa Al dan Fe. Fasa Al diperoleh dari material aluminium pelat material dasar dan fasa Fe diperoleh dari bubuk besi yang digunakan untuk pelapisan. Hal ini menunjukkan bahwa pada permukaan sampel aluminium telah terbentuk lapisan besi yang menempel karena proses MA sejak awal.

Fasa Al dan Fe berhimpitan di beberapa sudutnya. Pada fasa Al, lebar puncak untuk semua waktu MA tidak menunjukkan adanya perubahan yang signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa Al yang mengalami

MA tidak menunjukkan adanya banyak perubahan strukturnya, yang mungkin disebabkan karena posisinya yang ada di bawah lapisan bubuk besi atau analisa XRD yang dilakukan lebih banyak memberikan informasi pada lapisan aluminium sebagai material dasar yang belum mengalami perubahan karena MA.



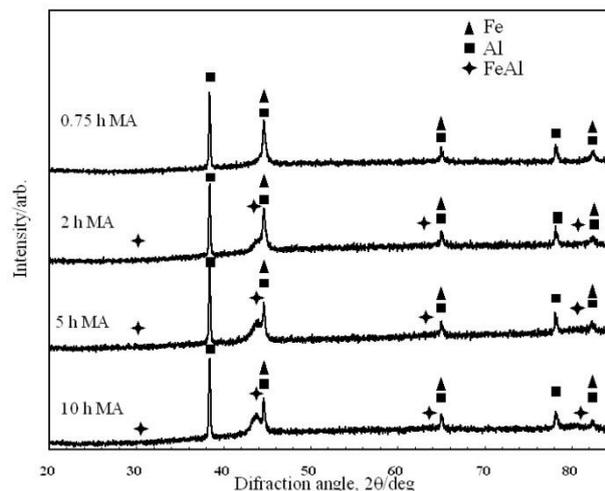
**Gambar 2.** Hasil XRD permukaan sampel aluminium yang di MA dengan bubuk besi 10 gram selama 0,75; 2; 5 dan 10 jam

Hasil analisa XRD dari fasa Fe untuk semua puncak terlihat berhimpitan dengan fasa Al (Gambar 2). Namun demikian, apabila dibandingkan dengan fasa Al yang tidak berhimpitan dengan fasa Fe dimana lebar puncaknya tidak mengalami perubahan, maka perubahan lebar puncak pada fasa yang berhimpitan antara Al dan Fe adalah kontribusi dari fasa Fe. Pelebaran puncak yang disertai penurunan intensitas ini menunjukkan terjadinya perubahan struktur dari fasa Fe berupa pengecilan butir kristal bubuk besi yang mengecil karena terjadinya penumbukan bola-bola *milling* pada proses MA.

Sudut puncak utama fasa Al ( $38,46^\circ$ ) tidak mengalami pergeseran titik puncaknya, sedangkan fasa Fe mengalami sedikit pergeseran sudut  $2\theta$  ke arah kiri dari  $44,89^\circ$  pada MA selama 0,75 jam menjadi  $44,69^\circ$  pada MA selama 10 jam. Demikian juga pelebaran puncak yang terjadi pada fasa Fe berupa pelebaran

simetris pada MA sampai selama 2 jam, dan menjadi pelebaran tidak simetris pada MA selama 5 jam ke atas. Hal ini menunjukkan bahwa struktur kristal Fe mulai mengalami deformasi plastis setelah MA selama 2 jam dimana kisi-kisi kristal Fe mengalami pelebaran. Hal ini dimungkinkan mulai masuknya atom Al ke dalam kristal Fe.

Hasil analisa XRD dari permukaan sampel aluminium hasil MA bersama dengan bubuk besi sebesar 2 gram ditunjukkan pada Gambar 3. Pada hasil XRD diperoleh 3 fasa yaitu fasa Al, Fe dan FeAl. Fasa Al tidak menunjukkan perubahan puncaknya. Fasa Fe menunjukkan adanya perubahan pelebaran puncak dan ketinggian intensitasnya. Pada MA selama 2 jam, terlihat adanya puncak baru pada sudut  $2\theta$  sebesar  $\pm 44^\circ$ . Puncak ini semakin jelas pada waktu MA lebih lanjut. Hal ini menunjukkan munculnya fasa baru sebagai hasil dari proses MA. Posisi puncak tersebut menunjukkan kecocokan fasa FeAl dibandingkan dengan fasa  $Fe_3Al$  dan  $Fe_2Al_5$  yang memiliki posisi mendekati fasa FeAl. Hal ini menunjukkan bahwa dengan proses MA dari pelat aluminium dengan jumlah bubuk besi yang lebih sedikit dapat menghasilkan fasa baru FeAl pada permukaan pelat aluminium. Namun demikian, tidak semua puncak dari fasa FeAl muncul secara jelas. Hal ini menunjukkan bahwa pepaduan antara besi dengan aluminium belum menghasilkan struktur kristal yang sempurna atau masih dalam kondisi metastabil. Munculnya fasa baru pada MA dengan pengurangan jumlah bubuk besi menunjukkan adanya efek peningkatan intensitas penumbukan bola-bola *milling* yang pada akhirnya mendapatkan pepaduan antara besi dengan aluminium pada permukaan pelat aluminium pada waktu MA yang lebih singkat.



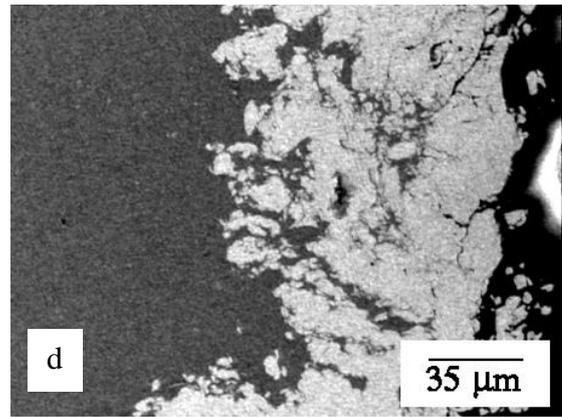
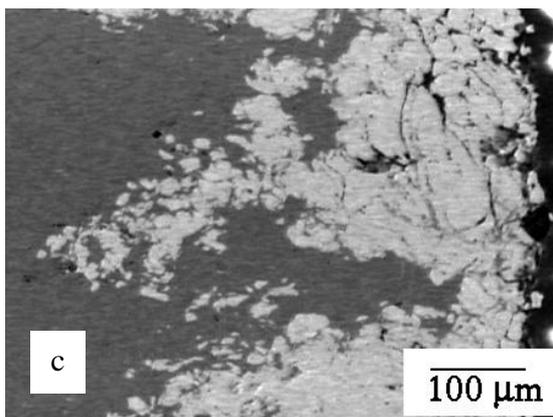
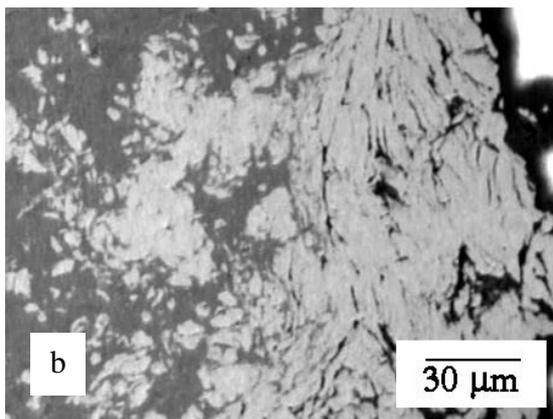
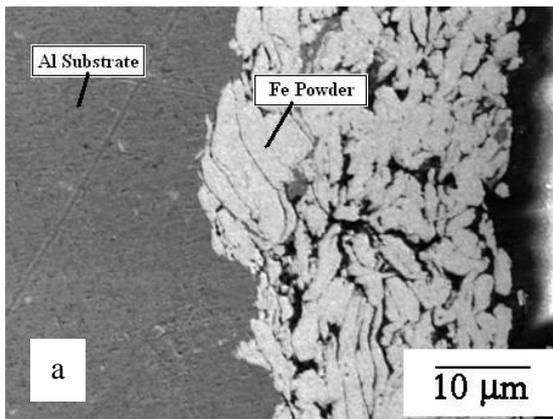
**Gambar 3.** Hasil XRD permukaan sampel aluminium yang di MA dengan bubuk besi 2 gram selama 0,75; 2; 5 dan 10 jam

### Evolusi Mikrostruktur Penampang Lapisan

Mikrostruktur dari penampang lapisan permukaan pelat aluminium dengan MA menggunakan bubuk besi 10 gram ditunjukkan pada Gambar 4. Bagian kiri di dalam gambar dengan warna gelap adalah pelat aluminium, bagian tengah dengan berwarna cerah adalah wilayah kaya kadar besi dan bagian kanan adalah wilayah kosong. Pada gambar tersebut diketahui bahwa sejak MA pada waktu 0,75 jam telah diperoleh lapisan bubuk besi pada permukaan pelat aluminium. Bubuk besi yang menempel masih menunjukkan bentuk partikel dari bubuk besi dengan ukuran berkisar  $5 \mu m$ . Diantara partikel terdapat celah gelap yang menunjukkan bahwa bubuk besi hanya menempel dengan lemah di permukaan pelat aluminium. Pada MA selama 2 jam, butir-butir bubuk besi di permukaan semakin memipih membentuk struktur *lamellar*. Sedangkan pada bagian dalamnya, partikel besi sudah semakin masuk ke dalam pelat aluminium. Hal ini menunjukkan bahwa dengan adanya penumbukan bola-bola *milling* di permukaan pelat aluminium, bubuk besi mengalami deformasi dan sedikit demi sedikit masuk ke dalam

permukaan aluminium. Lapisan terlihat padat dan memiliki ikatan yang lebih baik.

Pada MA dengan waktu yang lebih lama, partikel besi semakin masuk ke dalam pelat aluminium. Bersamaan dengan masuknya partikel besi ke dalam permukaan, pelat aluminium juga menunjukkan adanya bagian dari aluminium yang bergerak keluar. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi pencampuran secara mikro di dalam permukaan pelat aluminium antara bubuk besi dan pelat aluminium.

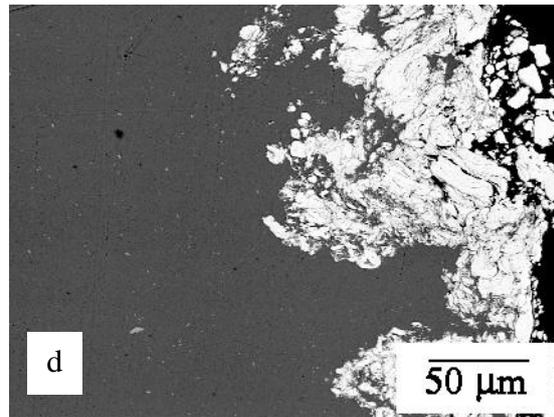
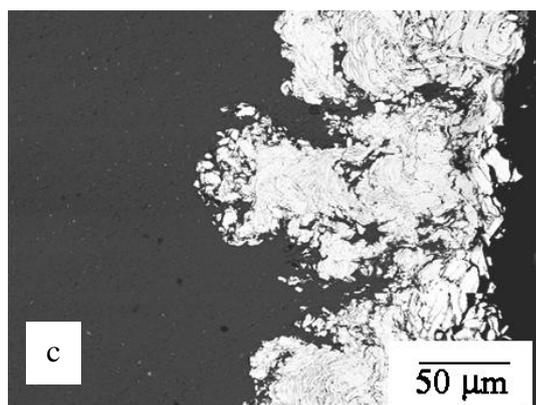
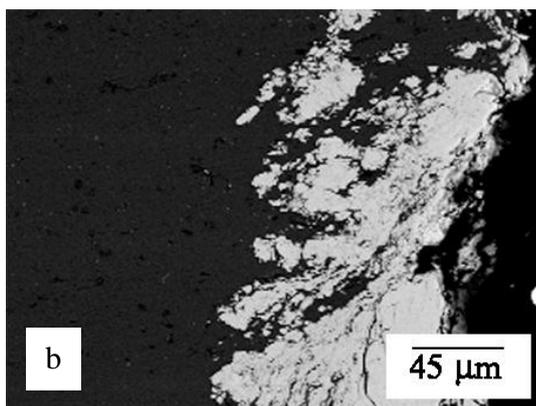
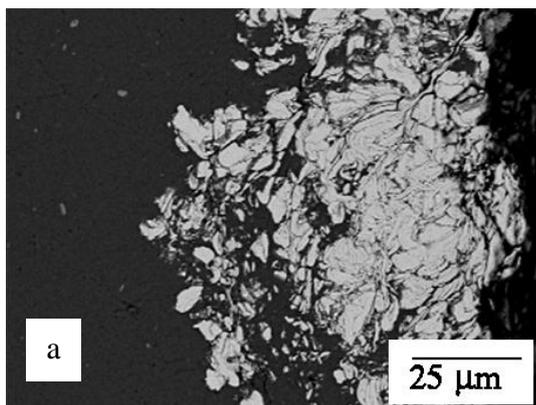


**Gambar 4.** Mikrostruktur penampang dari lapisan permukaan sampel aluminium yang di MA dengan bubuk besi 10 gram selama; (a). 0,75 jam, (b). 2 jam, (c). 5 jam, dan (d). 10 jam

Partikel dari serbuk besi yang menempel di permukaan pelat aluminium pada awalnya berbentuk bulat, yang kemudian mengalami deformasi menjadi pipih membentuk struktur *lamellar*. Pada waktu MA yang lebih lama, ukuran partikel semakin mengecil dan halus. Apabila dibandingkan dengan hasil XRD (Gambar 2), dapat diketahui bahwa puncak utama fasa Fe pada sudut berkisar  $44,5^\circ$  menunjukkan bahwa sejalan dengan penambahan waktu MA, diamati adanya penurunan puncak intensitas dan pelebaran puncak. Hal ini menunjukkan bahwa partikel Fe yang menempel pada permukaan pelat aluminium mengalami pengecilan butir kristal, namun belum mengalami perubahan fasa.

Mikrostruktur dari penampang lapisan permukaan pelat aluminium dengan MA menggunakan bubuk besi 2 gram ditunjukkan pada Gambar 5. Pada gambar tersebut diketahui bahwa sejak MA pada waktu 0,75 jam telah diperoleh lapisan bubuk besi pada permukaan pelat aluminium. Bubuk besi yang menempel telah masuk ke dalam permukaan pelat aluminium dan telah bercampur pada secara merata. Beberapa partikel masih terlihat dalam gumpalan besar. Pada MA selama 2 jam dan selanjutnya, pencampuran antara bubuk besi dan aluminium terlihat lebih intensif. Partikel besi terlihat lebih halus bercampur dengan

aluminium. Hasil analisa XRD (Gambar 3) menunjukkan bahwa pada tahap ini, paduan Al dan Fe telah membentuk fasa baru. Hal ini menunjukkan bahwa pencampuran kedua material tersebut mencapai tingkat atom, sehingga dapat membentuk fasa baru dalam kondisi padatan. Lapisan pepaduan antara pelat aluminium dan bubuk besi terlihat merata dan melekat kuat. Perbedaan pemberian jumlah bubuk besi di atas menunjukkan bahwa pembentukan lapisan Fe-Al, pembentukan paduan dan lama pembentukannya sangat dipengaruhi oleh banyaknya bubuk besi yang digunakan.



**Gambar 5.** Mikrostruktur penampang dari lapisan permukaan sampel aluminium yang di MA dengan bubuk besi 2 gram selama; (a). 0,75 jam, (b).2 jam, (c). 5 jam, dan (d). 10 jam

Tabel 1 menunjukkan hasil analisa EDX di permukaan lapisan hasil MA menggunakan bubuk besi 2 gram selama 2 dan 10 jam. Pada hasil analisa menunjukkan bahwa pada waktu MA selama 2 jam, sudah mulai terjadi adanya pencampuran antara Al dan Fe dengan kadar Al kurang dari 10 at.%. Sedangkan pada waktu MA selama 10 jam, kadar Al meningkat di atas 24 at.% dan mencapai 56 at.%. Pada perbandingan komposisi tersebut, fasa yang paling mungkin muncul setelah MA selama 10 jam adalah FeAl<sup>[6]</sup>. Hal ini sesuai dengan hasil analisa XRD yang menunjukkan bahwa fasa yang mungkin terbentuk adalah fasa FeAl.

**Tabel 1.** Hasil analisa EDX dari permukaan lapisan

Sampel	Al (at.%)	Fe (at.%)
Fe (2 gr, MA 2 jam)	9,32	90,68
	3,54	96,46
	6,41	93,59
Fe (2 gr, MA 10 jam)	56,33	43,67
	24,47	75,53
	51,17	48,83

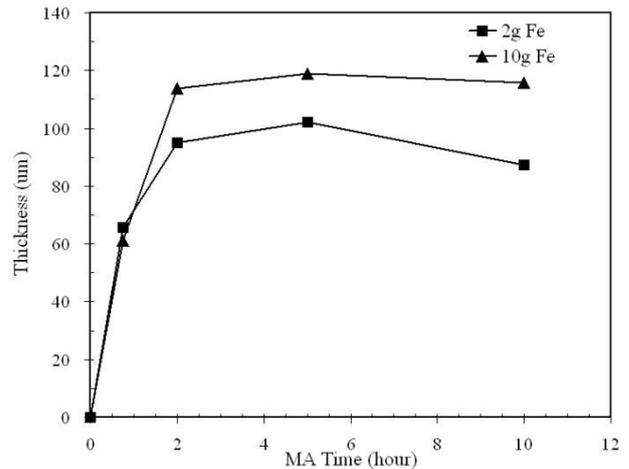
### Tebal Lapisan

Tebal lapisan rata-rata dari hasil MA untuk bubuk besi sebanyak 2 gram dan 10 gram ditunjukkan pada Gambar 6. Perubahan tebal lapisan untuk kedua variasi menunjukkan kecenderungan yang

serupa. MA pada tahap awal menghasilkan ketebalan pelapisan yang cepat, namun setelah dalam waktu tertentu, ketebalan optimum akan tercapai. Keduanya memiliki ketebalan berkisar pada 100  $\mu\text{m}$ , meskipun menggunakan jumlah bubuk yang berbeda. Hal ini menunjukkan bahwa apabila bubuk besi digunakan secara berlebih, maka akan berefek pada proses pelapisan yang kurang intensif dan sisa bubuk yang tertinggal setelah MA. Penentuan jumlah bubuk yang optimal merupakan salah satu faktor yang penting.

Pada MA dengan bubuk besi 2 gram, setelah MA selama 5 jam, terlihat kecenderungan penurunan ketebalan lapisan yang diperoleh. Apabila dibandingkan dengan hasil SEM dari mikrostrukturnya pada Gambar 4(d), terlihat bahwa pada bagian luar terdapat pecahan partikel yang terlepas dari permukaan lapisan. Hal ini menunjukkan bahwa pecahan partikel tersebut dimungkinkan adalah pemecahan dari paduan antara besi dengan aluminium yang telah membentuk paduan FeAl. Akan tetapi karena mengalami benturan bola-bola *milling* secara berkelanjutan mengakibatkan terjadinya perontokan. Hal ini menunjukkan bahwa lama proses MA yang optimal untuk pembentukan lapisan sebagai modifikasi permukaan pelat aluminium ditentukan dari lama pembentukan fasa FeAl.

Pada MA dengan bubuk besi 10 gram, meskipun paduan baru belum terbentuk, terlihat adanya kejenuhan pembentukan lapisan, sehingga setelah ketebalan lapisan mencapai nilai optimum, penempelan lebih lanjut sulit terjadi. Hal ini dimungkinkan karena dengan dilakukannya penumbukan secara berulang-ulang menghasilkan pengecilan butir kristal dan penambahan cacat kristal yang akhirnya meningkatkan kegetasan material, sehingga bubuk besi yang telah menempel mengalami perontokan kembali.



**Gambar 6.** Perubahan ketebalan lapisan pada permukaan pelat aluminium hasil MA

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dilakukan studi mengenai modifikasi struktur permukaan pelat aluminium dengan bubuk besi menggunakan metoda *mechanical alloying* yang bertujuan untuk memperoleh lapisan paduan antara aluminium dari pelat dengan bubuk besi yang digunakan.

Hasil proses MA menunjukkan bahwa lapisan partikel dari bubuk besi dapat diperoleh di permukaan pelat aluminium. Struktur pelapisan yang terbentuk berupa struktur *lamellar* yang merupakan gabungan antara partikel besi dengan aluminium. Sejalan dengan MA, partikel besi semakin masuk ke dalam permukaan aluminium, sedangkan bagian dari aluminium terdorong keluar sehingga membentuk pemaduan antara keduanya. Pada proses MA dengan bubuk 2 gram, diperoleh fasa FeAl setelah MA selama lebih dari 2 jam. Sedangkan pada proses MA dengan bubuk 10 gram, belum diperoleh fasa baru meskipun telah dilakukan MA selama 10 jam. Pembentukan lapisan Fe-Al, pembentukan paduan dan lama pembentukannya sangat dipengaruhi oleh banyaknya bubuk besi yang digunakan dalam proses MA. Lapisan terlihat padat dan memiliki ikatan yang baik. Ketebalan lapisan optimal berkisar 100  $\mu\text{m}$ , dengan kecenderungan terjadi

penurunan apabila dilakukan MA lebih lanjut setelah fasa Fe-Al terbentuk.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih kepada kegiatan DIPA Pusat Penelitian Fisika – LIPI dan Kompetitif Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI yang mendukung sebagian pembiayaan kegiatan ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Mei Li, Ya-Qin Yang, Liang Liu, Ji-Ming Hu, and Jian-Qing Zhang. 2010., „Electro-assisted preparation of dodecyltrimethoxysilane/TiO<sub>2</sub> composite films for corrosion protection of AA2024-T3 (aluminum alloy)”. *Electrochimica Acta.*: Vol. 55, pp. 3008-3014.
- [2] Gang Ji, Omar Elkedim, and Thierry Grosdidier. 2005., „Deposition and corrosion resistance of HVOF sprayed nanocrystalline iron aluminide coatings”. *Surface and Coatings Technology.*: Vol. 190, pp.406-416.
- [3] N. Cinca, and J.M. Guilemany. 2012., „Thermal spraying of transition metal aluminides: An overview”. *Intermetallics.*: Vol. 24, pp. 60-72.
- [4] M. Niknahad, S. Moradian, and S.M. Mirabedini. 2010., „The adhesion properties and corrosion performance of differently pretreated epoxy coatings on an aluminium alloy”. *Corrosion Science.*: Vol. 52, pp. 1948-1957.
- [5] Z. Feng, Y. Liu, G.E. Thompson, and P. Skeldon. 2010., „Sol-gel coatings for corrosion protection of 1050 aluminium alloy”. *Electrochimica Acta.*: Vol. 55, pp. 3518-3527.
- [6] ASM International. 1992. *ASM Handbook, Alloy Phase Diagram 3*. ASM International : pp 2.448.
- [7] N.S. Stoloff. 1998., „Iron aluminides: present status and future prospects”. *Materials Science and Engineering: A.*: Vol. 258, pp.1-14.
- [8] Shigeaki Kobayashi, and Takao Yakou. 2002., „Control of intermetallic compound layers at interface between steel and aluminum by diffusion-treatment”. *Materials Science and Engineering: A.*: Vol. 338, pp. 44-53.
- [9] Keizo Kobayashi. 1995., „The Formation of Coating Film on Milling Balls for Mechanical Alloying”. *Materials Transactions JIM.*: Vol.36, pp.134-137.
- [10] Laszlo Takacs, and Aghasi R. Torosyan. 2007., „Surface mechanical alloying of an aluminum plate”. *Journal of Alloys and Compounds.*: 434-435, pp. 686-688.
- [11] Agus S. W., Heru I., Wahyu B. W., Alfian N., Nurul T. R., and Hidekazu S. 2009., „Iron aluminide Coating of Structural Steel by Mechanical Alloying Followed by Annealing”. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy.*: Vol. 56, pp. 427-432.

# KINETIKA REAKSI PELARUTAN TEMBAGA DARI *MALACHITE* KE DALAM LARUTAN ASAM SULFAT

**Rudi Subagja dan Lia Andriyah**  
Pusat Penelitian Metalurgi LIPI  
Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan Banten  
E-mail : rudibagja@yahoo.com

*Masuk tanggal : 11-09-2013, revisi tanggal : 01-11-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 18-11-2013*

## Intisari

**KINETIKA REAKSI PELARUTAN TEMBAGA DARI *MALACHITE* KE DALAM LARUTAN ASAM SULFAT.** Penelitian untuk mempelajari kinetika reaksi pelarutan tembaga dari *malachite* ke dalam larutan asam sulfat telah dilakukan melalui percobaan dalam skala laboratorium di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI, dengan menggunakan reaktor gelas kapasitas 1 liter, dilengkapi dengan pemanas listrik dan alat pengaduk yang digerakan oleh motor listrik. Dari hasil percobaan diketahui bahwa 95,63 % tembaga dapat dilarutkan ke dalam larutan asam sulfat konsentrasi 7,5 % dari bijih *malachite* ukuran -100 mesh, pada temperatur 60 °C selama waktu reaksi 2 jam, dan kinetika reaksi pelarutan mengikuti model reaksi yang dikontrol oleh proses difusi dengan energi aktivasi 41 Kkal/mol.

*Kata kunci : Asam sulfat, Kinetika reaksi, Malachite, Tembaga, Pelindian*

## Abstract

**REACTION KINETICS OF COPPER DISSOLUTION FOR MALACHITE INTO SULFURIC ACID SOLUTION.** A research to study the reaction kinetics of copper dissolution from malachite into sulfuric acid solution has been done through experiments in laboratory scale at Pusat Penelitian Metalurgi LIPI, using 1 liter capacity glass, equipped by heater and stirrer which is driven by electric motor. The result of this experiment is 95,63% copper can be dissolved into sulfuric acid solution 7,5% from ore malachite -100 mesh, the temperature is 60 °C during 2 hours, and reaction kinetics of dissolution follow the models of reaction that control by diffusion process with the activation energy 41 Kkal/mol.

*Keywords : Sulfuric acid, Reaction kinetics, Malachit, Copper, Leaching*

## PENDAHULUAN

Industri tembaga di dunia akhir-akhir ini menghadapi masalah ketidakseimbangan antara pasokan dan konsumsi tembaga, dimana jumlah konsumsi melebihi pasokan sehingga terjadi defisit. Kondisi ini terjadi sebagai akibat dari adanya ketimpangan antara kemampuan untuk menemukan cadangan baru dan kebutuhan bijih untuk mendukung Industri tembaga di dunia<sup>[1]</sup>. Pada saat yang sama di beberapa produsen tembaga terkemuka di dunia telah terjadi penurunan kualitas bahan baku bijih yang mereka gunakan, dimana kadar tembaga yang digunakan cenderung makin menurun

sebagaimana dialami oleh Tambang Escondida di Chile, produsen tembaga terbesar dunia. Pada tahun 2008 kadar tembaga yang diproses oleh industri ini adalah 1,65 % dan pada tahun 2012 turun menjadi 1,14 %<sup>[2]</sup>. Sebagai akibat dari ketimpangan tersebut, beberapa negara telah mengembangkan strategi untuk mulai memanfaatkan bijih tembaga yang lebih kompleks, mendaur ulang logam tembaga dari limbah elektronik atau limbah lain yang mengandung logam tembaga, pengembangan proses ekstraksi tembaga dari bijih yang lebih kotor atau dari bijih kadar rendah.

Di Indonesia, bijih tembaga ditemukan di beberapa daerah yaitu di Provinsi Aceh,

Sumatera Utara, Sumatera Barat, Bengkulu, Jawa, Sulawesi, Irian dan Nusa Tenggara dan beberapa daerah lainnya<sup>[3-4]</sup>. Secara garis besar bijih tersebut dapat digolongkan ke dalam bijih sulfida dan oksida. *Malachite* yang mempunyai rumus kimia ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ ), merupakan salah satu bijih oksida yang dapat dijadikan sebagai bahan baku alternatif untuk membuat logam tembaga, dan terdapat di beberapa daerah di Indonesia seperti di Kabupaten Buol dan beberapa daerah di Sulawesi Selatan, dengan cadangan diperkirakan mencapai 750.000.000 ton<sup>[5]</sup>.

Walaupun Indonesia memiliki bahan baku bijih untuk dapat dibuat logam tembaga dan telah mempunyai pabrik peleburan tembaga, namun Indonesia masih harus mengimpor tembaga dari beberapa negara. Dilihat dari pola pemakaiannya, menurut data dari pusat statistik, impor tembaga terbanyak adalah dalam bentuk tembaga katoda sedangkan sisanya dalam bentuk pelat, pipa, serbuk dan lain-lain. Impor tembaga lainnya berupa pelat, pipa, serbuk dan lain-lain digunakan untuk membuat komponen kendaraan bermotor seperti alat pendingin (radiator), alat-alat rumah tangga dan alat perbengkelan. Dengan makin tingginya kebutuhan tembaga Indonesia maka potensi pemanfaatan *malachite* sebagai bahan baku industri tembaga menjadi menarik. Masalahnya adalah bagaimana mendapatkan proses yang cocok untuk pemanfaatan *malachite* Indonesia.

Di beberapa negara, penelitian untuk pemanfaatan *malachite* telah dilakukan, diantaranya adalah penelitian tentang kinetika reaksi pelarutan *malachite* dari Turki menggunakan media larutan asam sulfat yang dilakukan oleh Bingol dan kawan-kawan, dimana dari hasil penelitiannya diketahui bahwa proses pelarutan *malachite* dikendalikan oleh proses difusi<sup>[6]</sup>, kemudian penelitian pengaruh ion besi valensi tiga terhadap pelarutan tembaga dari bijih oksida (diantaranya *malachite*) yang dilakukan oleh Canterford dan kawan-kawan dimana

dari hasil penelitiannya diketahui bahwa ion besi dapat mempercepat pelarutan tembaga dari bijih oksida akan tetapi karena ion *ferric* juga berpotensi untuk membentuk endapan jarosite maka proses pelarutan tembaga dari bijih oksida terkendali oleh adanya endapan *jarosite*<sup>[7]</sup>. Penelitian lainnya adalah tentang kelarutan *malachite* dalam media ammonia - ammonium klorida<sup>[8]</sup> dan kinetika pelarutan *malachite* dalam larutan ammonia-ammonium klorida<sup>[9]</sup>. Dari hasil-hasil penelitian tersebut dapat diketahui bahwa proses pelarutan tembaga dari bijih *malachite* umumnya dikendalikan oleh proses difusi, namun penyebab terjadinya proses difusi berbeda antara satu penelitian dengan penelitian lainnya, pada penelitian yang dilakukan oleh Canterford penyebab terjadinya difusi adalah endapan *jarosit* yang terbentuk dari proses pelarutan *malachite* dalam media asam sulfat<sup>[7]</sup>, sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Bingola, terjadinya difusi adalah karena adanya endapan tembaga oksida<sup>[9]</sup>, dengan kata lain bahwa proses difusi akan tergantung pada komposisi kimia bijih yang digunakan dan jenis pelarut yang digunakan. Oleh karena itu untuk mempelajari karakteristik reaksi pelarutan *malachite* dari daerah Banten, pada penelitian ini dilakukan studi kinetika proses pelarutannya, dan studi kinetika proses pelarutan *malachite* dari daerah Banten ini belum banyak dipelajari oleh para peneliti lainnya.

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Bahan Baku untuk Percobaan

Bahan baku yang digunakan untuk percobaan terdiri dari bijih *malachite* dari daerah Banten, sedangkan untuk proses pelarutan digunakan bahan kimia asam sulfat p.a dan air *aquademineral*.

Gambar 1 memperlihatkan peralatan yang digunakan untuk percobaan. Peralatan ini terdiri dari reaktor yang terbuat dari bahan gelas dan mempunyai kapasitas 1 liter, dilengkapi dengan

pemanas listrik dan pengaduk yang digerakkan oleh motor listrik. Untuk menjaga temperatur reaksi tetap konstan, alat pemanas listrik dilengkapi dengan pengendali temperatur. Pada setiap percobaan, 700 ml larutan asam sulfat dengan konsentrasi tertentu dimasukkan ke dalam reaktor gelas kemudian dipanaskan dengan menggunakan pemanas listrik sampai temperatur tertentu. Setelah temperatur yang diinginkan tercapai ke dalam larutan asam sulfat dimasukkan sejumlah tertentu *malachite*. Campuran *malachite* dan asam sulfat yang terdapat dalam reaktor gelas kemudian diaduk pada kecepatan tertentu. Setelah percobaan selesai, larutan hasil proses pelarutan dipisah dari residu padat dengan cara penyaringan. Residu padat hasil proses pelarutan kemudian dianalisis dengan menggunakan alat difraksi sinar X (XRD) dan *scanning electron microscopy* (SEM), sedangkan kandungan tembaga dan besi yang terdapat dalam larutan dianalisis dengan menggunakan alat spektrofotometri serapan atom (*atomic absorption spectrophotometry* - AAS).



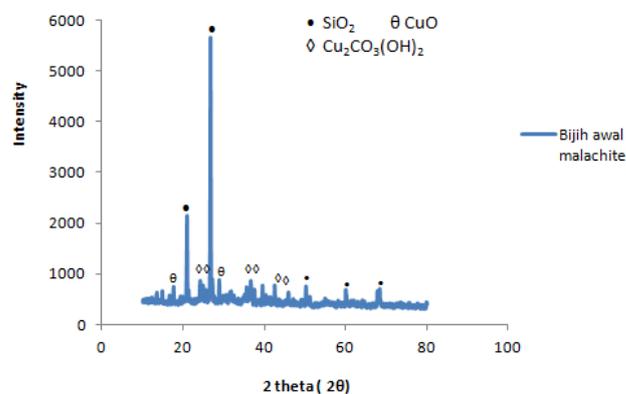
**Gambar 1.** Peralatan yang digunakan untuk percobaan

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakteristik *Malachite* Banten sebagai Bahan Baku untuk Percobaan

Untuk mengetahui mineral penyusun, komposisi kimia dan struktur mikro dari bijih *malachite* Banten yang digunakan

pada percobaan, terhadap bijih *malachite* dilakukan analisis dengan menggunakan AAS, XRD dan SEM. Hasil analisis dengan menggunakan XRD pada Gambar 2 memperlihatkan bahwa senyawa yang terkandung dalam bijih *malachite* adalah silikat, CuO dan  $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$ .

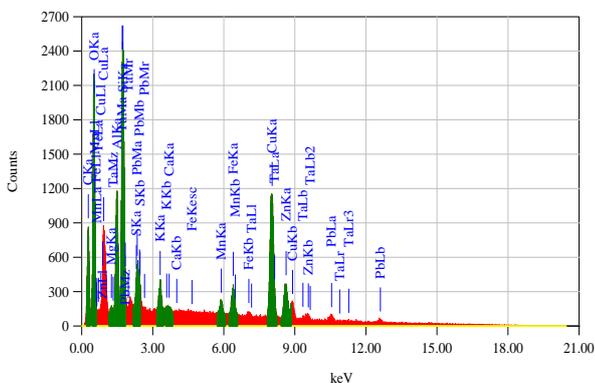
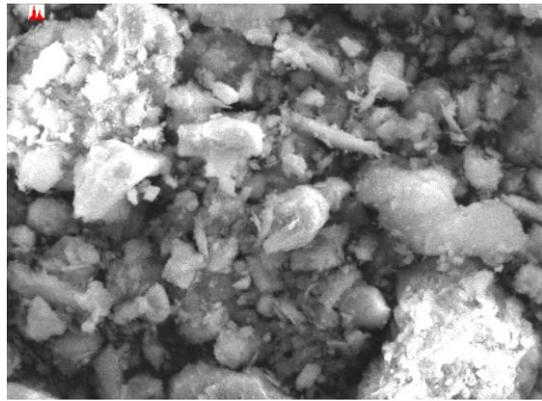


**Gambar 2.** Pola difraksi sinar-X *malachite* Banten

Analisis lebih lanjut dengan menggunakan SEM pada Gambar 3 memperlihatkan bahwa unsur penyusun *malachite* terdiri dari oksigen, Mg, Al, Si, S, K, Ca, Mn, Fe, Cu, Zn, Ta, Pb dimana, unsur oksigen, Cu, Si, Pb, Zn dan Ta jumlahnya relatif lebih tinggi dari unsur lainnya. Untuk mengetahui kandungan tembaga dan besi dalam *malachite* kemudian dilakukan analisis lebih lanjut dengan menggunakan AAS. Hasilnya diperlihatkan pada Tabel 1 yang memperlihatkan bahwa kandungan tembaga dalam *malachite* adalah 5,83 wt% kemudian besi 2,65 wt%, sedangkan unsur lainnya yang terdapat dalam *malachite* adalah 79,33 wt % dengan unsur dominan silika, seng dan timbal.

Tabel 1. Komposisi kimia *malachite* dari Banten

Unsur	Persen berat (wt %)
Tembaga	5,83
Besi	2,65
Lainnya (Pb, Zn, Al, Si, Mg, Mn,S,Cr)	79,33
LOI	12,19



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3223

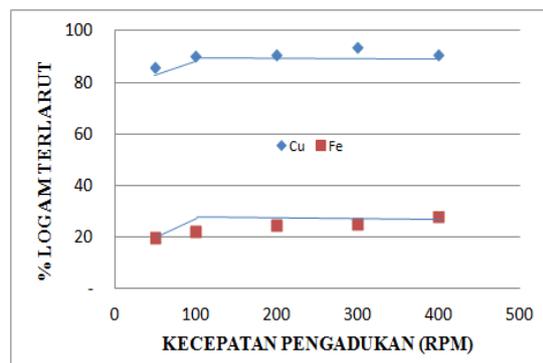
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	19.96	0.11	43.03				5.3990
O K	0.525	19.56	0.13	31.65				20.1421
Mg K*	1.253	0.64	0.10	0.69				0.3857
Al K	1.486	3.29	0.09	3.16				2.5493
Si K	1.739	4.27	0.11	3.94				4.0692
S K*	2.307	0.21	0.06	0.17				0.2624
K K	3.312	0.93	0.08	0.61				1.3657
Ca K*	3.690	0.12	0.09	0.08				0.1862
Mn K	5.894	1.16	0.18	0.55				1.7165
Fe K	6.398	2.64	0.18	1.22				4.0933
Cu K	8.040	24.00	0.37	9.78				34.5004
Zn K	8.630	7.44	0.48	2.95				10.7198
Ta M	1.709	11.63	0.36	1.66				10.0999
Pb M	2.342	4.16	0.29	0.52				4.5106
Total		100.00		100.00				

Gambar 3. Hasil analisis malachite dari Banten dengan menggunakan SEM

### Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Kelarutan Cu dan Fe dari Malachite

Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap proses pelarutan tembaga dan besi dari malachite dipelajari dengan menggunakan malachite ukuran – 100 mesh, pulp density 20 %, pada temperatur

60 °C selama selang waktu proses pelarutan 2 jam dan kecepatan pengadukan divariasikan dari 50 putaran per menit (RPM) sampai dengan 300 RPM. Hasilnya diperlihatkan pada Gambar 4, yang memperlihatkan kenaikan kecepatan pengadukan dari 50 RPM menjadi 100 RPM menyebabkan kenaikan jumlah tembaga dan besi terlarut ke dalam larutan asam sulfat. Akan tetapi apabila kecepatan pengadukan dinaikkan lebih lanjut, jumlah tembaga dan besi yang larut ke dalam asam sulfat tidak terlalu banyak berubah. Oleh karena itu pada percobaan selanjutnya kecepatan pengadukan ditetapkan 300 RPM.

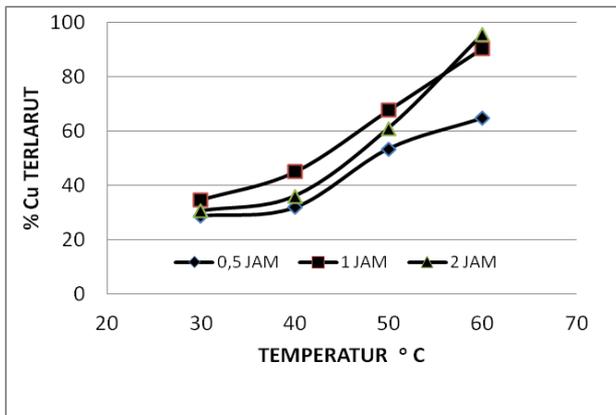
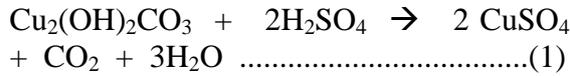


Gambar 4. Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap kelarutan Cu dan Fe dari malachite Banten

### Pengaruh Temperatur terhadap Kelarutan Cu dan Fe dari Malachite

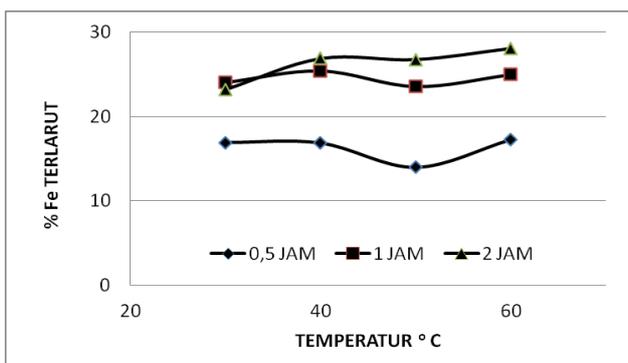
Pengaruh temperatur reaksi terhadap kelarutan tembaga dan besi dari bijih malachite dipelajari pada daerah temperatur 30 °C sampai dengan 60 °C pada selang waktu reaksi 0,5 jam sampai dengan 2 jam. Pada percobaan ini ukuran bijih malachite yang digunakan adalah - 100 mesh, konsentrasi asam sulfat 7,5 % dan pulp density 20 %. Hasil percobaan pada Gambar 5 memperlihatkan bahwa kenaikan temperatur reaksi dari 30 °C menjadi 60 °C menyebabkan jumlah tembaga yang dapat dilarutkan dari malachite ke dalam larutan asam sulfat makin meningkat. Pada temperatur 60 °C dan selang waktu reaksi 2 jam, 95,63 %

tembaga dapat dilarutkan dari *malachite* ke dalam larutan asam sulfat, dan reaksi pelarutan tembaga dari *malachite* menurut beberapa peneliti, berlangsung menurut reaksi berikut:<sup>[6,10]</sup>



**Gambar 5.** Pengaruh temperatur terhadap kelarutan tembaga dari *malachite* Banten

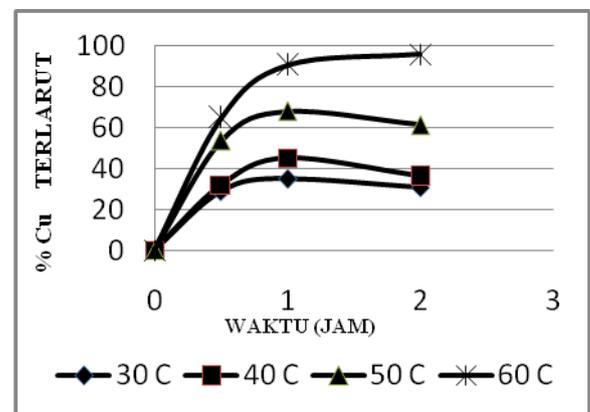
Untuk mengetahui jumlah besi yang ikut larut ke dalam larutan asam sulfat, terhadap larutan hasil proses pelarutan dilakukan analisis unsur besi dengan menggunakan alat AAS. Hasilnya diperlihatkan pada Gambar 6. Dari gambar ini dapat dilihat bahwa kenaikan temperatur reaksi dari 30 °C menjadi 60 °C tidak memberikan perubahan yang berarti terhadap proses pelarutan besi dari *malachite*. Pada temperatur 60 °C dan selang waktu reaksi 2 jam, 28 % besi ikut terlarutkan ke dalam larutan asam sulfat.



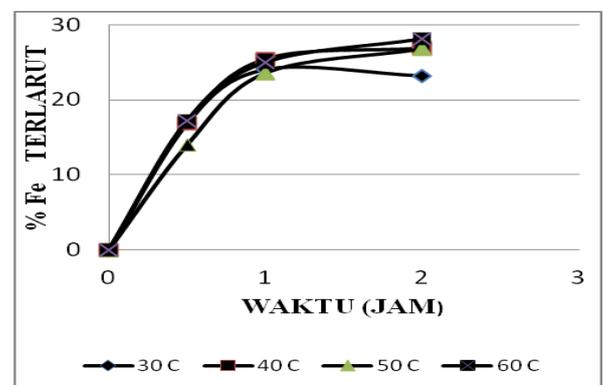
**Gambar 6.** Pengaruh temperatur terhadap kelarutan besi dari *malachite* Banten

### Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kelarutan Tembaga dan Besi dari *Malachite* Banten

Pengaruh waktu reaksi terhadap kelarutan tembaga dan besi dari *malachite* dipelajari pada selang waktu reaksi pelarutan 0,5 jam sampai dengan 2 jam. Pada percobaan ini ukuran bijih *malachite* yang digunakan adalah -100 mesh, pulp density 20 % dan konsentrasi asam sulfat yang digunakan adalah 7,5 %. Hasilnya masing masing diperlihatkan pada Gambar 7 untuk pengaruh waktu reaksi terhadap kelarutan tembaga dan Gambar 8 untuk pengaruh waktu reaksi terhadap kelarutan besi dari *malachite*.



**Gambar 7.** Pengaruh waktu reaksi terhadap kelarutan tembaga dari *malachite* Banten



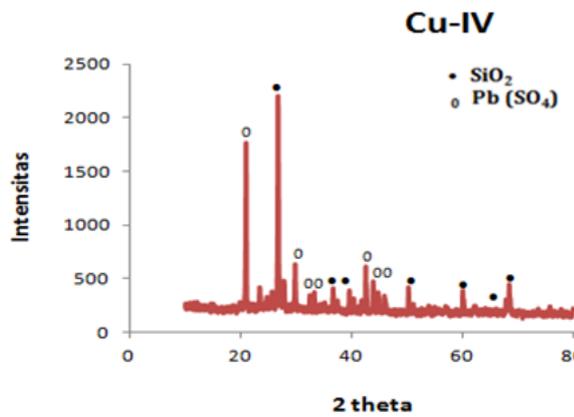
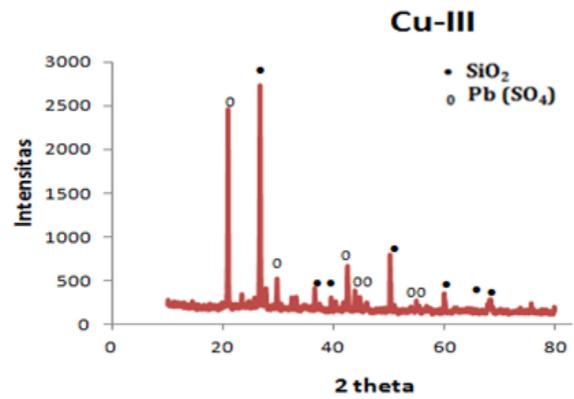
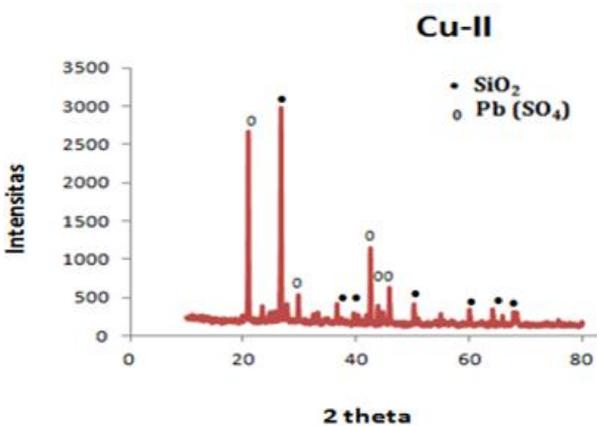
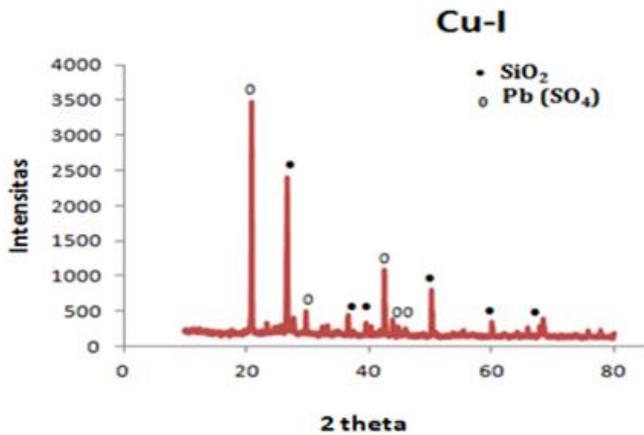
**Gambar 8.** Pengaruh waktu reaksi terhadap kelarutan besi dari *malachite* Banten

Dari hasil percobaan pada Gambar 7 dan 8 dapat dilihat bahwa kenaikan waktu reaksi dari 0,5 jam menjadi 1 jam

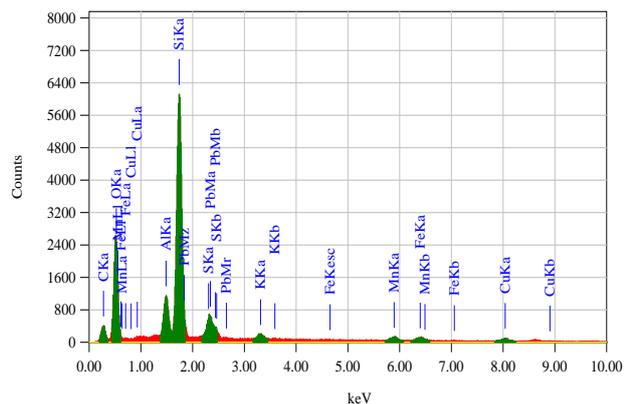
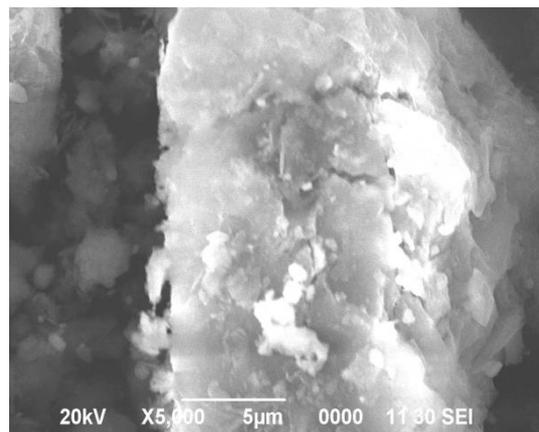
menyebabkan kenaikan jumlah besi dan tembaga terlarut, sedangkan untuk kenaikan waktu reaksi lebih lanjut dari 1 jam menjadi 2 jam menyebabkan penurunan jumlah tembaga terlarut, sedangkan untuk besi meningkat.

### Analisa Residu Hasil Proses Pelarutan

Untuk mengetahui unsur – unsur yang tersisa dalam residu padat dari hasil proses pelarutan *malachite*, terhadap residu yang dihasilkan dari proses pelarutan *malachite*, dilakukan analisis dengan menggunakan XRD dan SEM.



**Gambar 9.** Pola difraksi sinar X dari residu padat hasil proses pelarutan *malachite* ( Cu I pada 60 °C; Cu II pada 50 °C; Cu III pada 40 °C; Cu IV pada 30 °C)



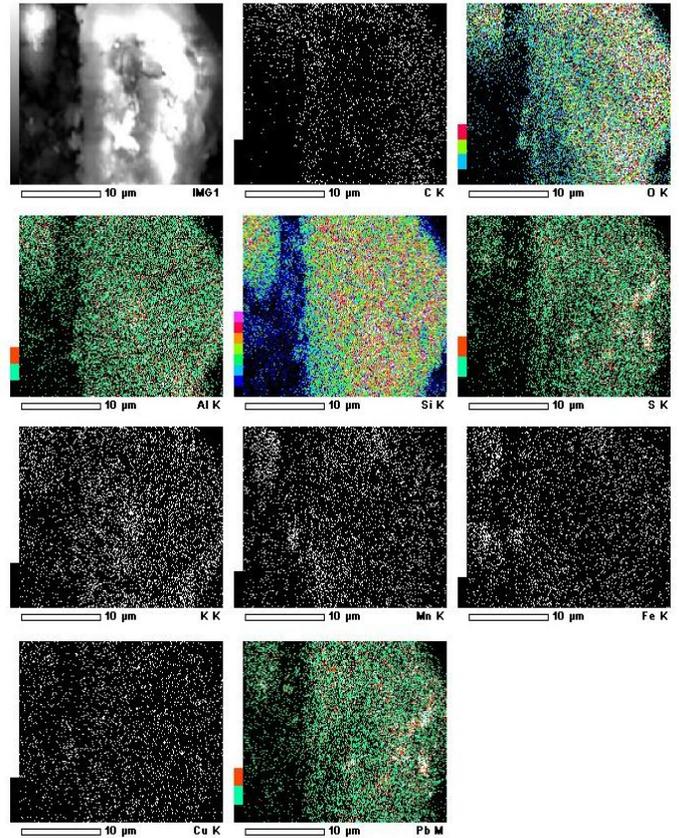
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2901

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	20.98	0.33	32.74				4.5465
O K	0.525	38.94	0.27	45.61				42.8908
Al K	1.486	4.28	0.13	2.98				4.9380
Si K	1.739	22.73	0.13	15.16				29.6623
S K	2.307	1.63	0.13	0.96				2.3943
K K	3.312	0.72	0.17	0.34				1.1312
Mn K	5.894	1.56	0.41	0.53				2.2722
Fe K	6.398	1.53	0.42	0.51				2.2937
Cu K	8.040	2.34	0.86	0.69				3.3511
Pb M	2.342	5.28	0.59	0.48				6.5198
Total		100.00		100.00				

**Gambar 10.** Hasil analisis dengan SEM terhadap residu padat hasil proses pelarutan

Hasil analisis dengan XRD pada Gambar 9, masing-masing untuk residu padat hasil proses pelarutan *malachite* pada temperatur 30 °C (Cu – IV), temperatur 40 °C (Cu-III), temperatur 50 °C (Cu-II) dan temperatur 60 °C (Cu-I) memperlihatkan bahwa senyawa dominan yang tersisa dalam residu padat hasil proses pelarutan *malachite* dalam larutan asam sulfat adalah silikat dan timbal sulfat, dimana kenaikan temperatur pelarutan dari 30 °C menjadi 60 °C menyebabkan intensitas fasa silikat dan fasa timbal sulfat yang terdapat dalam residu makin meningkat, sementara senyawa *malachite* tidak nampak pada residu hasil proses pelarutan. Analisis lebih lanjut terhadap residu padat dengan SEM pada Gambar 10 memperlihatkan bahwa unsur dominan yang terdapat dalam residu padat hasil proses pelarutan *malachite* adalah oksigen, silikon, timbal dan sedikit tembaga.



**Gambar 11.** Distribusi unsur pada residu padat hasil proses pelarutan *malachite* Banten

Sedangkan Gambar 11 memperlihatkan distribusi unsur yang terdapat dalam residu padat hasil proses pelarutan *malachite*. Hasil pengamatan dengan SEM ini selaras dengan hasil analisis dengan XRD pada Gambar 9 yang memperlihatkan bahwa senyawa dominan yang terdapat dalam residu padat adalah silikat dan timbal sulfat. Keberadaan senyawa silikat dan timbal sulfat nampaknya memberikan pengaruh terhadap proses pelarutan tembaga dari *malachite*. Hasil percobaan pada Gambar 7 memperlihatkan bahwa untuk waktu pelarutan lebih lama dari 1 jam maka proses pelarutan tembaga nampak menjadi lambat. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh terbentuknya senyawa timbal sulfat yang menyebabkan unsur tembaga harus berdifusi melewati timbal sulfat sebelum larut ke dalam larutan asam sulfat.

**Kinetika Proses Pelarutan Tembaga**

Hasil pengamatan pada Gambar 7 dan Gambar 8 memperlihatkan laju kelarutan tembaga dan besi dari *malachite* makin lambat dengan berkembangnya waktu reaksi. Hasil XRD pada Gambar 9 memperlihatkan bahwa dalam residu padat sisa proses pelarutan *malachite* ditemukan adanya senyawa PbSO<sub>4</sub> dan silikat yang tidak larut, sehingga proses pelarutan tembaga dari bijih *malachite* kemungkinan besar akan mengikuti mekanisme proses yang dikendalikan oleh difusi. Dugaan ini sejalan dengan hasil penelitian para peneliti terdahulu, dimana dari hasil penelitiannya dikemukakan bahwa kinetika proses pelarutan *malachite* dikendalikan oleh proses difusi<sup>[6-8]</sup>. Perbedaan dari hasil penelitian ini dengan penelitian mereka adalah pada senyawa penyusunnya. Pada penelitian ini yang menyebabkan terjadinya proses difusi adalah senyawa silikat dan timbal sulfat, sedangkan pada penelitian Canterford penyebab terjadinya difusi adalah senyawa jarosit yang terbentuk dari hasil proses pelarutan<sup>[7]</sup> dan pada penelitian Bingola penyebab terjadinya difusi adalah endapan tembaga oksida pada *malachite* yang dilarutkan dalam media *ammonia* – *ammonium khlorida*<sup>[9]</sup>.

Dengan anggapan bahwa kinetika proses pelarutan *malachite* mengikuti model difusi, maka hubungan antara fraksi tembaga yang larut ke dalam larutan asam sulfat dengan waktu reaksi menurut Levenspiel<sup>[11]</sup> dinyatakan sebagai berikut:

$$1 + 2(1-X_{Cu}) - 3(1-X_{Cu})^{2/3} = k t \dots\dots\dots(2)$$

dimana :

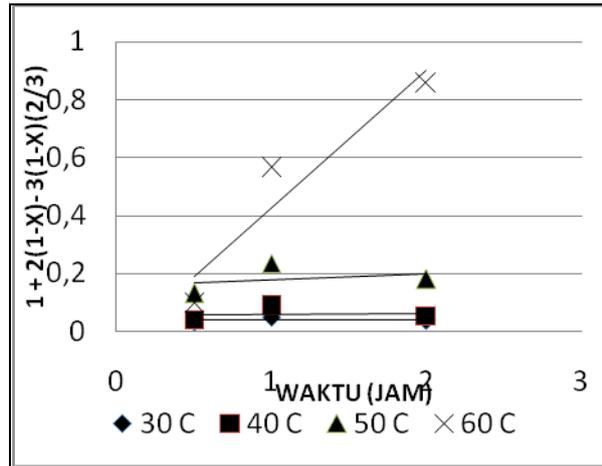
X<sub>Cu</sub> = Fraksi tembaga yang larut ke dalam larutan asam sulfat

k = konstanta laju reaksi

t = waktu reaksi

Jika fraksi tembaga yang larut ke dalam larutan asam sulfat yang dihitung dengan menggunakan persamaan 2 dan digambarkan sebagai fungsi temperatur maka hasilnya diperlihatkan pada Gambar

12, sedangkan nilai konstanta laju reaksi k yang dihasilkan ditampilkan pada Tabel 2.



**Gambar 12.** Penggambaran  $1 + 2 ( 1 - X_{Cu} ) - 3 ( 1 - X_{Cu} )^{2/3}$  yaitu hubungan antara fraksi tembaga yang larut ke dalam larutan asam sulfat dengan waktu reaksi

**Tabel 2.** Konstanta laju reaksi pelarutan tembaga dari *malachite*

Temperatur reaksi (° C )	k x 10 <sup>-4</sup> mol/detik
30	8
40	49
50	208
60	4117

Hubungan antara konstanta laju reaksi k dengan temperatur, menurut Arrhenius mengikuti persamaan 3 sebagai berikut:

$$k = A \exp (-E_A/RT) \dots\dots\dots(3)$$

dimana :

k = konstanta laju reaksi,

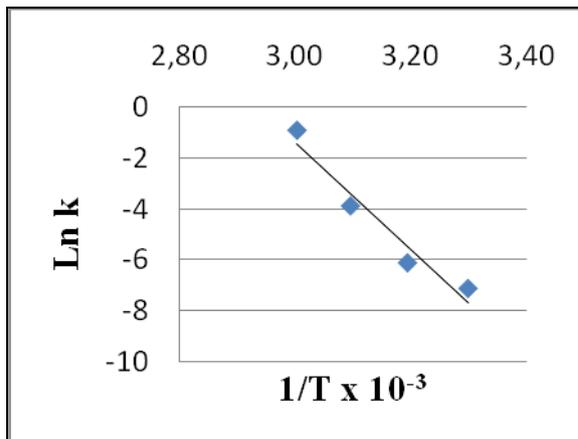
A = tetapan Arrhenius,

E<sub>a</sub> = energi aktivasi

R = tetapan gas ideal

T = temperatur

Sehingga apabila nilai logaritmik dari konstanta laju reaksi k yang diperoleh dari Tabel 2 digambarkan sebagai fungsi (1/T) sebagaimana diperlihatkan oleh Gambar 13, maka dari kemiringan kurva pada Gambar 13, diperoleh energi aktivasi 41 kkal/mol.



**Gambar 13.** Kurva Arrhenius untuk proses pelarutan Cu dari *Malachite*

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dilakukan percobaan untuk mempelajari kinetika reaksi pelarutan tembaga dari bijih *malachite* dengan menggunakan larutan asam sulfat sebagai bahan pelarut. Dari hasil percobaan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. *Malachite* yang diperoleh dari daerah Banten mempunyai kandungan tembaga 5,83 %, besi 2,65 %.
2. Pada saat proses pelarutan dengan menggunakan larutan asam sulfat 7,5 %, unsur tembaga dan besi yang terdapat pada bijih *malachite* dapat dilarutkan ke dalam larutan asam sulfat, sedangkan senyawa silikat dan timbal yang ada dalam *malachite* tidak larut ke dalam asam sulfat, dimana pada temperatur 60 °C dan waktu reaksi 2 jam, sebanyak 95,63 % tembaga dan 28 % besi larut dari *malachite* ke dalam asam sulfat.
3. Adanya senyawa silikat dan timbal sulfat menyebabkan reaksi pelarutan tembaga dari *malachite* dikendalikan oleh proses difusi, dengan energi aktivasi 41 kkal/mol.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] International Copper Study Group. 2012. World Copper Factbook 2012. (<http://www.icsg.org>, diakses 3 September 2013).
- [2] Basto, E. 2012. Escondida site tour, (<http://www.bhpbilliton.com/home/investors/reports/Documents/2012>, diakses 3 September 2013).
- [3] Departemen Pertambangan dan Energi. 1998. *Potensi dan Prospek Investasi di Sektor Pertambangan dan Energi 1998-1999*.
- [4] *Peta Ekonomi Mineral Dit. Sumber Daya Mineral*.1997.
- [5] (<http://regional/investment.go.id>, diakses 3 September 2013).
- [6] Bingol, M. Canbazoglu. 2004., "Dissolution kinetics of malachite in sulphuric acid". *Hydrometallurgy*.: 72, hal 159-162.
- [7] J.H. Canterford, and P.T. Davey, G. Tsambourakis. 1985., "The influence of ferric iron on the dissolution of copper from lump oxide ore: Implications in solution mining". *Hydrometallurgy*.: vol 15, Issue 1, hal 93–112.
- [8] Xi Wanga et.al. 2009., "Solubility prediction of malachite in aqueous ammoniacal ammonium chloride solutions at 25 °C". *Hydrometallurgy*.: vol 99, Issues 3–4, hal. 231–237.
- [9] D. Bingöla, M. Canbazoglu, and S. Aydoğan. 2005., "Dissolution kinetics of malachite in ammonia/ammonium carbonate leaching". *Hydrometallurgy*.: vol 76, Issues 1–2, hal. 55–62.
- [10] Barlett, R.W. 1992. *Solution Mining, Leaching and Fluid Recovery of Materials*. Philadelphia : Gordon & Breach Publisher, vol 5 , hal. 76–107.
- [11] Octave Levenspiel. 1972. *Chemical reaction Engineering, 2nd edition*. New York Wiley International.



# Indeks Penulis

## A

Achmad Shofi 177  
Agus Sukarto Wismogroho 195

## E

Eka Febriyanti 185

## F

Fajar Nurjaman 177

## L

Lia Andriyah 203

## P

Pius Sebleku 195

## R

Rudi Subagja 203

## S

Solihin 161

## W

Widi Astuti 177

## T

Toni Bambang Romijarso 167



# Indeks

## A

Abrasion resistant 167  
Aluminium pelat 195, 196, 197  
Aluminum plate 195  
Asam sulfat 203, 204, 205, 206, 207,  
208, 209, 210, 211

## B

Besi cor kelabu 167, 168, 169, 170, 173,  
174, 175  
Besi tuang putih paduan krom tinggi 177,  
178, 179, 180, 181, 182  
Boronisasi 167, 168, 169, 171, , 173,  
174, 175  
Boronizing 167, 168

## C

Ceramic 161, 165  
Chromizing 167, 168  
Coating 167, 168, 169, 170, 173, 174,  
175, 195, 196, 202  
Copper 203, 211  
Corrosion 165, 185, 193, 202

## E

Erosi 185, 186, 188, 189, 190, 191, 192,  
193  
Erosion 185

## F

FeAl 195, 196, 198, 200, 201

## G

Gray cast iron 167  
Grinding ball 177, 178, 181

## H

Hardness 162, 167, 177, 183, 188  
Heat Exchanger 185, 186, 187, 188, 193  
High chromium white cast iron 177, 183

## K

Karakteristik struktur mikro 177  
Kekerasan 161, 167, 168, 169, 170,  
174, 175, 177, 178, 179,  
180, 181, 182, 183, 185,  
187, 188, 191, 192  
Keramik 161, 162, 196  
Ketahanan abrasi 167, 168, 170, 175  
Kinetika reaksi 203, 204, 211  
Korosi 165, 185, 186, 188, 189, 190,  
191, 192, 193  
Kromisasi 167, 168, 169, 172, 173, 174,  
175

## L

Leaching 203, 205, 206, 207, 208, 211

## M

Malachite 203, 204, 209, 210, 211  
Mechanical alloying 195, 196, 201, 202  
Mechanical properties 166, 176, 177,  
183  
Microstructure 175, 176, 177, 183, 185  
Modifikasi permukaan 195, 196

## P

Pelapisan 167, 168, 195, 196, 201  
Pelindian 203  
Pipa Baffle 185, 186, 188, 187, 189,  
190, 191, 192, 193  
Plasma 161, 162, 163, 165

## R

Reaction kinetics 203  
Reaksi solid-state 161, 163

## S

Sifat mekanik 168, 177, 178, 181  
Sintering 161, 162, 163, 165  
Solid-state reaction 161  
Sulfuric acid 203  
Surface modification 195

## T

Tembaga 203, 204, 205, 206, 207, 208,  
209, 210, 211  
Thermal hardening 177, 178, 179, 180,  
181, 182, 183  
 $Ti_3SiC_2$  161, 162, 164, 165, 166  
Tube Baffle 185

## V

Vanadisasi 167, 168, 169, 170, 171,  
172, 173, 174, 175,  
Vanadizing 167, 168

## KETERANGAN PENARIKAN MAKALAH ILMIAH

Menindaklanjuti keputusan Komisi Etika Peneliti terhadap Bapak Agung Imaduddin dalam Majalah METALURGI Volume 27 Nomor 2, Agustus 2012, dengan Judul “Pengaruh Konsentrasi  $x = 0,35$  terhadap Sifat Listrik dan Magnetik pada Kristal Tunggal  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$ ”, dan Majalah METALURGI Volume 27 Nomor 3, Desember 2012 dengan Judul “Sifat Elektron Atom Mn di Struktur Perovskite pada Kristal Tunggal  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}$  ( $x=0,40$ )”, maka Kami selaku Redaksi Majalah METALURGI melakukan **PENARIKAN PENERBITAN** terhadap makalah Bapak Agung Imaduddin yang diterbitkan dalam Majalah METALURGI Volume 27 Nomor 3, Desember 2012 dengan judul “Sifat Elektron Atom Mn di Struktur Perovskite pada Kristal Tunggal  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}$  ( $x=0,40$ )”.

Kami selaku Redaksi Majalah METALURGI, Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI memohon maaf sebesar-besarnya atas kelalaian ini.

Semoga pemberitahuan ini sampai dan diterima oleh semua pihak yang terkait dengan sebaik-baiknya. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Tangerang Selatan, Desember 2013



**Ir. Ronald Nasoetion, MT**  
Pemimpin Redaksi





**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<sup>[2]</sup>.

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. Lopian 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



KAN  
Komite Akreditasi Nasional  
Lembaga Sertifikasi Sistem Manaj.  
1.8500 - 016 - 100

# 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