



Penanggung Jawab:
Kapuslit Metalurgi – LIPI

Dewan Redaksi :
Ketua Merangkap Anggota:
Dr. Ika Kartika, MT

Anggota :
Dr. Djusman Sajuti
Dr. Ir. Rudi Subagja
Dr. Ir. Florentinus Firdiyono
Ir. Ronald Nasoetion, MT
Ir. Adil Jamali, M.Sc
Ir. Budi Priyono
Dr. Nono Darsono, M.Sc

Mitra Bestari :
Dr. Ir. Andi Rustandi (UI)
Dr. Ir. Edi Agus Basuki (ITB)
Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (BATAN)
Dr. Nyoman Jujur (BPPT)

Pelaksana Redaksi:
Pius Sebleku, ST
Agus Budi Prasetyo, M.T
Lia Andriyah, ST
Arif Nurhakim, S.Sos
Heri Nugraha, A.Md

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

Alamat Sekretariat:
Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI
Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Gedung
470
Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553
E-mail : metalurgi_magz@yahoo.com

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

METALURGI

VOLUME 29 NOMOR 1, APRIL 2014 ISSN 0216 – 3188

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

Pengantar Redaksi iii

Abstrak v

**Proses Pembuatan Material
Superkonduktor BSCCO dengan Metode
Padatan
Lusiana..... 1**

**Optimasi Proses Reduksi Bijih Nikel
Laterit Jenis Limonit sebagai Bahan Baku
NPI (*Nickel Pig Iron*)
Agus Budi Prasetyo, dkk 9**

**Pengaruh Penambahan Molibdenum
Terhadap Morfologi Struktur Mikro, Sifat
Mekanik dan Ketahanan Korosi Paduan
Zr-Nb Untuk Material Implan
Sulistioso Giat Sukaroyo, dkk..... 17**

**Analisis Struktur dan Pemodelan Kristal
Calcium Manganese Oxide (CaMnO₃)
Sigit Dwi Yudanto, dkk..... 27**

**Pengaruh Unsur Ni, Cr Dan Mn Terhadap
Sifat Mekanik Baja Kekuatan Tinggi
Berbasis Laterit
Rahardjo Binudi , dkk..... 33**

**Pengaruh Temperatur dan pH Air Sadah
Kalsium Sulfat Terhadap Korosi Pada Baja
Karbon
Sundjono, dkk..... 41**

**Studi Perilaku Pelindian Timbal dari Bijih
Galena Nanggung Kabupaten Bogor dalam
Larutan Asam Asetat dan Oksidator
Hidrogen Peroksida
Zaki Mubarak, dkk..... 51**

**Pembuatan Material Komposit Matriks
Paduan Al-6,2%Mg/Al₂O₃(P) dengan Proses
Stirr-Casting
Bintang Adjiantoro, dkk..... 63**

**Tinjauan Pembuatan Niobium Karbida
Solihin..... 71**

**Monasite Bangka dan Alternatif Proses
Pengolahannya
Rudi Subagja..... 79**

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 29 Nomor 1, April 2014 kali ini menampilkan 10 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Lusiana berjudul "*Proses Pembuatan Material Superonduktor BSCCO dengan Metode Padatan*". Selanjutnya Agus Budi Prasetyo dan Kawan kawan menulis tentang "*Optimasi Proses Reduksi Bijih Nikel Laterit Jenis Limonit sebagai Bahan Baku NPI (Nickel Pig Iron)*". Sulistioso Giat Sukaryo dan Kawan-kawan juga menulis tentang "*Pengaruh Penambahan Molibdenum Terhadap Morfologi Struktur Mikro, Sifat Mekanik dan Ketahanan Korosi Paduan Zr-Nb Untuk Material Implan*". Sigit Dwi Yudanto dan Kawan-kawan menulis tentang "*Analisis Struktur dan Pemodelan Kristal Calcium Manganese Oxide (CaMnO₃)*". Raharjo Binudi dan Kawan-kawan juga menulis tentang "*Pengaruh Unsur Ni, Cr Dan Mn Terhadap Sifat Mekanik Baja Kekuatan Tinggi Berbasis Laterit*". Sundjono dan Kawan-kawan menulis tentang "*Pengaruh Temperatur dan pH Air Sadah Kalsium Sulfat Terhadap Korosi Pada Baja Karbon*". Zaki Mubarak dan Kawan-kawan menulis tentang "*Studi Perilaku Pelindian Timbal dari Bijih Galena Nanggung Kabupaten Bogor dalam Larutan Asam Asetat dan Oksidator Hidrogen Peroksida*". Bintang Adjiantoro dan Kawan kawan menulis tentang "*Pembuatan Material Komposit Matriks Paduan Al-6,2%Mg/Al₂O₃(P) dengan Proses Stirr-Casting*". Solihin juga menulis tentang "*Tinjauan Pembuatan Niobium Karbida*". dan Rudi Subagja menulis tentang "*Monasite Bangka dan Alternatif Proses Pengolahannya*".

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

REDAKSI

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 621.35

Lusiana (Pusat Penelitian Metalurgi- LIPI)

Proses Pembuatan Material Superkonduktor BSCCO Dengan Metoda Padatan

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Material superkonduktor BSCCO (*bismuth strontium calcium copper oxide*) adalah material superkonduktor yang banyak digunakan dalam bentuk kabel bawah tanah, kabel transmisi, kabel penghubung, *maglev train*, dan lain-lain. Pada penelitian ini dipelajari proses pembuatan bulk superkonduktor BSCCO dari campuran berbagai oksida yaitu Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaO , CaCO_3 , dan PbO dengan metoda padatan atau pencampuran kering dan dilanjutkan dengan proses sintering. Tujuan penelitian ini adalah mencari temperatur optimum proses sintering untuk menghasilkan material superkonduktor BSCCO dengan menggunakan metoda padatan. Campuran serbuk sebelumnya ditekan menggunakan mesin kompresi dengan beban 1000 KPa pada temperatur kamar menggunakan cetakan berbentuk silinder dengan diameter 10 mm. Temperatur sintering ($^{\circ}\text{C}$) dilakukan pada $T = 800, 820, 845, \text{ dan } 865$ dengan waktu penahanan 90 jam. Hasil sintering kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*x-ray diffraction*), SEM (*scanning electron microscopy*) dan uji Meissner. Dari hasil analisa XRD diperoleh fasa Bi2212 dan fasa Bi2223. Fraksi volume fasa Bi2212 terbesar diperoleh pada $T = 845^{\circ}\text{C}$ yaitu sebesar 73,6%, sedangkan untuk fasa Bi2223 terbesar diperoleh pada $T = 865^{\circ}\text{C}$ sebesar 42,4%. Efek dari tingginya fraksi volume fasa-fasa pada kondisi tersebut secara berturut-turut memberikan efek levitasi kuat dan sedang.

Kata kunci : Metoda padatan, Superkonduktor, BSCCO, Fasa Bi2212, Fasa Bi2223

Manufacturing BSCCO Superconductor Materials Using Solid Method

BSCCO (bismuth strontium calcium copper oxide) superconductor material is widely used in the form of underground cable, transmission cable, transformers, maglev train, etc. In this present work, a manufacturing of bulk superconductor of BSCC was constructed by mixing various oxides of Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaO , CaCO_3 , and PbO continued by sintering process. The purpose of this work find the optimum sintering temperature to obtain BSCCO superconductor by solid method. Sintering process was carried out at $T = 800^{\circ}\text{C}, 820^{\circ}\text{C}, 845^{\circ}\text{C}, \text{ and } 865^{\circ}\text{C}$ for 90 h. The oxide powders were compressed in $\varnothing 10$ mm of cylindrical dies using compression machine with the load of 1000 Kpa at room temperature. The sintered of compact oxide powders were examined by XRD (X-ray diffraction), SEM (scanning electron microscopy) and Meissner test. The XRD results show the present phases of Bi2212 and Bi2223. The higher volume fraction of Bi2212 and Bi2223 phase obtained approximately around 73.6% at $T = 845^{\circ}\text{C}$ and 42.4% at $T = 865^{\circ}\text{C}$, respectively. Those conditions lead to strong and medium of levitation effect.

Keywords : Solid method, Superconductor, BSCCO, Bi2212 phase, Bi2223 phase

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 620.18

Agus Budi Prasetyo, F. Firdiyono, Eni Febriana (Pusat Penelitian Metalurgi- LIPI)

Optimasi Proses Reduksi Bijih Nikel Laterit Jenis Limonit Sebagai Bahan Baku NPI (*Nickel Pig Iron*)

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Telah dilakukan percobaan reduksi bijih nikel laterit jenis limonit sebagai bahan baku pembuatan NPI (*nickel pig iron*) yang berasal dari Sangaji, Halmahera. Percobaan ini dimaksudkan untuk meningkatkan kadar Ni dan Fe. Tahapan percobaan yaitu penggerusan bijih nikel limonit sampai menjadi ukuran –80 mesh, analisa sampel untuk mengetahui kadar Ni dan Fe di dalam bijih, pembuatan pelet, proses reduksi dan pemisahan dengan magnetik separator. Dari analisis awal bijih nikel laterit jenis limonit diperoleh kadar NiO sebesar 1,42 % dan Fe₂O₃ sebesar 69,55 %. Sebagian bijih kemudian dibuat pelet dengan menambahkan batubara sebagai reduktor dan bentonit sebagai binder. Proses reduksi dilakukan menggunakan *muffle furnace*. Variabel yang digunakan yaitu perbedaan temperatur 900 °C - 1100 °C, waktu reduksi selama 1 sampai 4 jam serta perbedaan % reduktor batubara sebesar 5 %, 7,5 %, 10 %, 12,5 % dan 15 %. Hasil Reduksi kemudian di konsentrasi menggunakan magnetik separator. Hasil konsentrasi berupa konsentrat dan tailing kemudian dianalisis dengan AAS (*atomic absorption spectroscopy*) untuk mengetahui seberapa besar peningkatan kadar Ni dan Fe setelah dilakukan reduksi. Hasil analisis AAS dari konsentrat menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur reduksi akan semakin tinggi kadar Ni dan Fe. Dari hasil percobaan di atas diperoleh data optimum yaitu pada suhu 1100 °C dengan reduktor 7,5 % dan waktu reduksi selama 3 jam.

Kata kunci : Nikel laterit, Limonit, Nickel Pig Iron (NPI), Reduksi, Konsentrat, Tailing

Optimization of Limonitic Nickel Laterite Reduction as Raw Material Of NPI (Nickel Pig Iron)

Experiment in reduction has been done to the limonite type of nickel laterite derived from Sangaji, Halmahera, as raw material to produce Nickel Pig Iron (NPI). This experiment was intended to increase the Ni and Fe content. The stages of experiment consist of : grinding process to reduce limonite ore up to - 80 mesh, analysis of Ni and Fe content in groundes limonite, pelletizing, reduction process, and magnetic separation. From the initial analysis of limonite ore was obtained 1.42 % NiO and Fe₂O₃ at 69.55 %. Most of the ore then was formed to pellets by adding coal as reductant and bentonite as binder. The reduction process was done using muffle furnace. The variable for reduction test were covering : temperature differences from 900 to 1100 °C and reduction time 1 to 4 h and then variable amount of reductant coal difference of 5%, 7.5%, 10%, 12.5%, and 15%. The result of reduction was separated using magnetic separator into the form of concentrates and tailings which were then analyzed by AAS (atomic absorption spectroscopy) to determine how much increasing Ni and Fe content after reduction. The results of AAS analysis showed that the higher the temperature reduction, the higher Ni and Fe content in concentrate. The results showed that the optimum temperature was 1100 °C with 7.5% reductant and reduction time for 3 h.

Keywords : Nickel laterite , Limonite , Nickel Pig Iron (NPI), Reduction, Concentrate, Tailing

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 620.112

Sulistioso Giat Sukaryo¹⁾, B.Bandriyana¹⁾, Pius Sebleku²⁾ (¹⁾Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN dan ²⁾Pusat Penelitian Metalurgi, LIPI)

Pengaruh Penambahan Molibdenum Terhadap Morfologi Struktur Mikro, Sifat Mekanik dan Ketahanan Korosi Paduan Zr-Nb Untuk Material Implan

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Paduan Zr-Nb adalah material paduan yang banyak digunakan untuk bio-implan. Penambahan unsur lain dalam paduan berbasis Zr-Nb seperti molibdenum akan meningkatkan sifat mekanik dan ketahanan korosinya. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk melihat morfologi struktur mikro, karakteristik sifat mekanik dan ketahanan korosi dalam paduan Zr-Nb dengan dan tanpa penambahan molibdenum. Komposisi paduan yang akan dibuat adalah Zr-2,5% Nb dan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo, dimana molibdenum ditambahkan dalam paduan dengan proses peleburan menggunakan tungku busur listrik. Ingot paduan Zr-2,5% Nb dan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo kemudian diuji keras secara mikro dengan Vicker's, metalografi dengan mikroskop optik (OM) dan SEM (*scanning electron microscopy*), uji XRD (*X-ray diffraction*) serta uji korosi dalam lingkungan larutan simulasi tubuh (*simulated body fluid-SBF*). Hasil metalografi dan uji XRD menunjukkan bahwa struktur yang terbentuk adalah fasa α -Zr yang terdistribusi secara homogen dan berukuran sangat halus (*fine grain*). Laju korosi dalam paduan Zr-2,5% Nb adalah sebesar 0,1023 mpy, sedangkan setelah penambahan molibdenum dalam paduan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo laju korosi semakin lambat sebesar 0,089 mpy. Hal ini terjadi akibat terbentuknya lapisan tipis dari zirkonium dan molibdenum oksida sebagai pelindung di permukaan paduan. Kekerasan paduan Zr-2,5% Nb mencapai 183 VHN dan meningkat menjadi 230 VHN setelah penambahan 0,5% berat Mo. Hal ini dimungkinkan karena adanya fenomena penghalusan butir yang berakibat pada naiknya kerapatan dislokasi dalam paduan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo.

Kata kunci : Molibdenum, Paduan Zr-Nb, Penghalusan butir, Laju korosi, Biomaterial

Influence of Molibdenum on Microstructure Characteristic, Mechanical Properties and Corrosion Resistance of Zr-Nb Alloy for Implant Material

Zr-Nb alloy is an alloy that widely used for bio-implants. The addition of other elements in the Zr-Nb-based alloys such as molybdenum will increase the mechanical properties and corrosion resistance. This research was conducted with the aimed to observe the characteristic of morphology of the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of the Zr-Nb alloys with and without molybdenum addition. The composition of the alloy was Zr-2.5 wt.% Nb and Zr-2.5 wt.% Nb-0.5 wt.% Mo, where molybdenum was added to the alloy in the melting process using an electric arc furnace. Ingot of Zr-2.5 wt.% Nb and Zr-2.5 wt.% Nb-0.5 wt.% Mo alloys were then tested in Vickers micro hardness, metallographic with optical microscopy (OM) and SEM (scanning electron microscopy), XRD (X-ray diffraction) and environmental corrosion test in simulated body fluid (SBF). Results showed that the structure of α -Zr phase was formed and distributed homogeneously in fine-grain. The corrosion rate of the Zr-2.5 wt.% Nb alloy was 0.1023 mpy, whereas after the addition of molybdenum the corrosion rate of Zr-2.5 wt.% Nb-0.5 wt.% Mo alloy was decreased to 0.089 mpy. This occurred due to the formation of a thin layer of zirconium and molybdenum oxide as surface protection. The hardness of Zr-2.5 wt.% Nb alloy reached 183 VHN and increased to 230 VHN after the addition of 0.5 wt.% Mo. The phenomenon of grain refinement resulting in high dislocation density in the alloy of Zr-2.5 wt.% Nb-0.5% Mo.

Keywords : Molybdenum, Zr-Nb alloys, Grain refinement, Corrosion rate, Biomaterial

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 546.3

Sigit Dwi Yudanto dan Yuswono (Pusat Penelitian Metalurgi, LIPI)

Analisis Struktur dan Pemodelan Kristal *Calcium Manganese Oxide* (CaMnO₃)

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Material CaMnO₃ mempunyai sifat magnet dan listrik yang baik sehingga dapat diaplikasikan sebagai material magnetoresistan dan termoelektrik. Sintesis Ti *doping calcium manganese oxide* (CaMnO₃) dilakukan dengan menggunakan metode *mechanical milling* yang dilanjutkan dengan reaksi sintering. Sintesis dilakukan untuk mengetahui pengaruh *doping* Ti sebesar 0,2 %berat terhadap struktur kristal CaMnO₃. Analisis struktur Ti *doping calcium manganese oxide* (CaMnO₃) dari hasil XRD (*X-ray diffraction*) menggunakan GSAS (*general structure analysis system*) dan bertujuan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dari hasil pendopingan. Analisis menggunakan model struktur kristal ortorombik (Pnma) berdasarkan hasil klarifikasi pola difraksi dengan ICDD (*International Centre for Diffraction Data*). Dari penghalusan pola difraksi sinar-X diperoleh parameter kisi a= 5,3010 Å, b= 7,4823 Å dan c= 5,2837Å. Nilai $\chi^2 = 1,029$ dan $W_{Rp} = 4,96\%$. Massa jenis hasil perhitungan adalah 4,488 gr/cm³.

Kata kunci : Sintesis, Analisis Struktur, Calcium Manganese Oxide, Penghalusan, Parameter kisi

Structure Analysis and Modeling of Crystal Calcium Manganese Oxide (CaMnO₃).

CaMnO₃ material has good magnetic and electric properties that can be applied as magnetoresistance and thermoelectric materials. Synthesis of Ti-doped Calcium Manganese Oxide (CaMnO₃) performed using mechanical milling method was followed by sintering reaction. Synthesis is done to determine the effect of Ti 0.2 wt.% doped CaMnO₃ crystal structure. GSAS (general structure analysis system) was used to analyse and determine the crystal structure of Ti-doped CaMnO₃ form XRD (X-ray diffraction) result. Analysis of the crystal structure using orthorhombic (Pnma) model based on the results of the diffraction pattern with ICDD clarification. By refine the pattern of XRD, we obtained the lattice parameters of a = 5.3010 Å, b = 7.4823 Å and c = 5.2837 Å. Value $\chi^2 = 1.029$ and $W_{Rp} = 4.96\%$. The density by the calculation is 4.488 gr/cm³.

Keywords : Synthesis, Structure Analysis, Calcium Manganese Oxide, Refinement, Lattice parameter

UDC (OXDCF) 669.1

Rahardjo Binudi dan Bintang Adjiantoro (Pusat Penelitian Metalurgi - LIPI)

Pengaruh Unsur Ni, Cr dan Mn Terhadap Sifat Mekanik Baja Kekuatan Tinggi Berbasis Laterit

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Bijih nikel laterit kadar rendah yang mengandung 0,8-1,5% Ni dan 30-45% Fe dapat diproses untuk menjadi baja dengan kandungan nikel antara 1,5 hingga 4%. Baja dengan kandungan nikel sejumlah ini mempunyai potensi untuk menunjukkan kinerja tinggi ditinjau dari sisi kekuatan mekanik, ketahanan temperatur rendah (kriogenik), ketahanan korosi, kemampuan las yang baik. Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk membuat baja sintesis paduan dengan melebur skrap baja karbon rendah dan menambahkan unsur nikel (Ni), krom (Cr) dan mangan (Mn) pada kisaran yang dimiliki oleh baja unggul yang diperkirakan diperoleh dari peleburan bijih nikel laterit kadar rendah. Hasil percobaan menunjukkan bahwa baja sintesis paduan D dengan penambahan 0,83% berat Mn, 0,97% berat Cr dan 3,68% berat Ni menghasilkan sifat mekanik yang lebih baik dibandingkan paduan baja sintesis lainnya. Kekuatan luluh dan kekuatan tarik maksimum yang diperoleh pada baja sintesis paduan D adalah sebesar 556,2 N/mm² dan 834 N/mm² dengan elongasi sebesar 10%, sedangkan kekerasan mencapai 358,38 BHN. Peningkatan sifat mekanik pada baja sintesis D dimungkinkan karena terbentuknya karbida (Fe,Mn)₃C dan (Fe,Cr)₃C.

Kata kunci : Baja kekuatan tinggi, Laterit, Nikel, Krom, Mangan, Sifat mekanik

Effect of Elements Ni, Cr Mn and Mechanical Properties of High Strength Steel Based Laterite

Low grade laterite nickel ore containing of 0.8 to 1.5% wt Ni and 30-45% wt Fe can be processed to steels with nickel content between 1.5 to 4%. Steel with those nickel content have the potential to demonstrate high performance in terms of the mechanical side, low temperature resistance (cryogenic), as well as corrosion resistance. Therefore, this study aims to create synthetic alloy steel by melting scrap low carbon steel and adds the element nickel (Ni), chromium (Cr) and manganese (Mn) in the range owned by the expected superior steel obtained from the smelting of nickel laterite ore grade lower. The experimental results show that the synthetic alloy steel D with the addition of 0.83 wt% Mn, 0.97 wt% Cr and 3.68 wt% Ni providing better mechanical properties than other synthetic steel alloys. Yield strength and maximum tensile strength obtained in the synthetic alloy steel D approximately around 556.2 N/mm² and 834 N/mm² with elongation of 10%, while achieving of hardness around 358.38 BHN. Improving mechanical properties of the steel is made possible due to the formation of synthetic steel D carbide (Fe, Mn)₃C and (Fe, Cr)₃C.

Keywords : High strength steel, Laterite, Nickel, Chromium, Manganese, Mechanical properties

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 620.112

Sundjono dan Saefudin (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Pengaruh Temperatur dan pH Air Sadah Kalsium Sulfat Terhadap Korosi pada Baja Karbon

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Baja karbon masih banyak digunakan untuk konstruksi pada unit proses penukar panas. Akan tetapi baja jenis tersebut mudah terkorosi dalam media air. Tingkat korosivitasnya tergantung pada jenis baja, kondisi operasi seperti temperatur, pH dan kesadahan air yang digunakan sebagai media pendingin. Laju korosi baja dalam air sadah Ca^{2+} 3000 ppm dan SO_4^{2-} 7000 ppm dapat diprediksi melalui metoda polarisasi berdasarkan standar ASTM G-5. Parameter uji dalam penelitian ini meliputi variasi temperatur 30, 40, 50, 60, 70 dan 80 °C, pH larutan 6, 7, 8, 9, 10 dan 11. Material uji adalah baja karbon C1045, C1035 dan A192. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa laju korosi baja C1045 dalam air sadah Ca^{2+} 3000 ppm dan SO_4^{2-} 7000 ppm relatif lebih rendah dibandingkan dengan baja A192 dan C1035 pada semua variasi temperatur dan pH.

Kata kunci : Baja karbon, Korosivitas, Laju korosi, Kesadahan air, Kalsium sulfat, Polarisasi

Effects Temperature and pH of The Hard Water Calcium Sulphate to Corrosion on Carbon Steel

The carbon steels still most used for construction on heat exchanger unit. But these metals are easy corroded in water medium. Its corrosive degrees depend on kinds of the steel, operation conditions as such pH, temperature and hard water which used as cooling medium. Corrosion rate of the carbon steel in hard water of Ca^{2+} 3000 ppm and SO_4^{2-} 7000 ppm can be predicted by polarization method on based of ASTM G-5 standard. Parameters test in this research include variation of temperature 30, 40, 50, 60, 70 and 80 °C, pH solutions 6, 7, 8, 9, 10 and 11. Specimens test are carbon steels C1045, C1035 and A192. From results of the research shows that corrosion rate of the carbon steel C1045 in hard water of Ca^{2+} 3000 ppm and SO_4^{2-} 7000 ppm relative lower than carbon steel C1035 and A192 on all variation of pH and temperature.

Keywords : Carbon steel, Corrosivity, Corrosion rate, Hard water, Calcium sulphate, Polarization

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 622.7

Zaki Mubarak dan Yahya (Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi, FTSM-ITB)

Studi Perilaku Pelindian Timbal dari Bijih Galena Nanggung Kabupaten Bogor dalam Larutan Asam Asetat dan Oksidator Hidrogen Peroksida

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Dalam paper ini, dipresentasikan hasil-hasil percobaan pelindian timbal dari bijih galena Nanggung Kabupaten Bogor dalam larutan asam asetat dengan menggunakan oksidator hidrogen peroksida. Serangkaian percobaan pelindian agitasi pada tekanan atmosfer telah dilakukan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi asam asetat, konsentrasi hidrogen peroksida, temperatur dan kecepatan pengadukan terhadap persen ekstraksi Pb. Kinetika pelindian Pb dipelajari pada temperatur 30, 40 dan 50 °C dengan pendekatan model *shrinking core* untuk menentukan konstanta laju proses, pengendali laju dan energi aktivasi proses pelindian Pb. Hasil-hasil percobaan menunjukkan bahwa ekstraksi Pb dari bijih galena dapat dilakukan dengan baik melalui pelindian bijih secara langsung dalam larutan asam asetat menggunakan oksidator H₂O₂ pada tekanan atmosfer. Persen ekstraksi Pb tertinggi yaitu 92,3% diperoleh dari percobaan dengan konsentrasi asam asetat 3 molar, H₂O₂ 0,5 molar, temperatur 50 °C dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada ukuran bijih -200 mesh. Konsentrasi asam peroksida harus dijaga pada level tertentu untuk mencegah terjadinya presipitasi timbal sulfat yang mengakibatkan penurunan persen ekstraksi timbal. Hasil studi kinetika menunjukkan bahwa laju pelindian Pb dari bijih galena dalam larutan asam asetat dan oksidator H₂O₂ terkendali oleh reaksi antarmuka dengan energi aktivasi 54,52 kJ/mol.

Kata kunci : Galena, Timbal, Pelindian, Asam asetat, Hidrogen peroksida

Study on The Leaching Behaviour of Lead From Galena Ore of Nanggung Bogor District Area in Acetic Acid Solution Using Hydrogen Peroxide as Oxidizing Agent

In the present paper, the results of lead leaching from galena ore received from Nanggung Bogor Regency in acetic acid solution with the presence of hydrogen peroxide as oxidizing agent are presented. Series of bath agitation leaching tests at atmospheric pressure have been carried out to investigate the influences of acetic acid and hydrogen peroxide concentrations, leaching temperature and stirring speed on the extraction percentage of lead. Leaching kinetics was studied at temperatures of 30, 40 and 50 °C by using shrinking core model to determine rate constant, rate determining step and activation energy for lead leaching. The investigation results have demonstrated that lead extraction from galena ore can be well performed by direct leaching of the ore in acetic acid solution in the presence of hydrogen peroxide as oxidizing agent at atmospheric pressure. The highest lead extraction level of 92.3% was obtained from the leaching test with acetic acid and hydrogen peroxide concentrations of 3 and 0.5 molar, respectively, leaching temperature of 50 °C, stirring speed 200 rpm, ore particle size distribution -200 mesh after 90 minute. The hydrogen peroxide concentration must be maintained at certain level in order to avoid the precipitation of lead sulfate that resulted in the decrease of lead extraction percentage. The result of kinetics study revealed that the leaching rate of lead from West Java galena ore in acetic acid and H₂O₂ solution is controlled by interface reaction with activation energy of 54.52 kJ/mole.

Keywords : Galena, Lead, Leaching, Acetic acid, Hydrogen peroxide

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 620.16

Bintang Adjiantoro dan Bambang Sriyono (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Pembuatan Material Komposit Matriks Paduan Al–6,2%Mg/Al₂O_{3(p)} dengan Proses *Stirr-Casting*

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Penelitian pembuatan material komposit matriks logam telah dilakukan dengan menggunakan metoda *stirr-casting* pada matriks paduan Al–6,2%Mg dengan penguat partikel Al₂O₃. Percobaan dilakukan dengan memvariasikan persen fraksi volume partikel (2,5 ; 5,0 dan 7,5%) dan ukuran partikel (100; 200 dan 270 mesh). Dari hasil percobaan menunjukkan bahwa persen fraksi volume partikel sangat berpengaruh terhadap sifat mekanik dan struktur mikro dari material komposit matriks paduan Al–6,2%Mg/Al₂O_{3(p)}. Semakin besar fraksi volume dan semakin halus ukuran partikel Al₂O₃, ukuran besar butir relatif semakin halus pula dan distribusi partikel Al₂O₃ semakin merata.

Kata kunci : Komposit matriks logam, Paduan Al–6,2%Mg/Al₂O_{3(p)}, Fraksi volume penguat, Ukuran partikel penguat

Manufacturing of Metal Matrix Composite Material Al–6.2%Mg/Al₂O_{3(p)} using Stirr-Casting Method

Manufacturing of metal matrix composite materials have been performed using stirr-casting method on Al-6.2% Mg as a matrix alloy using reinforce Al₂O₃ particles. The experiments were conducted by various of volume fraction of particles (2.5; 5.0 and 7.5%) and particle size (100; 200 and 270 mesh). From the experimental results showed that the percent volume fraction of the particles affects the mechanical properties and microstructure of Al alloy matrix composite materials-6.2% Mg/Al₂O₃ (p). The larger the volume fraction and the finer the particle size of Al₂O₃, large grain size is also relatively more smooth and more uniform distribution of Al₂O₃ particles.

Keywords : Metal matrix composite , Al–6.2%Mg/Al₂O_{3(p)} alloy, Volume fraction reinforce, Particle size reinforce

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 546.5

Solihin (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Tinjauan Pembuatan Niobium Karbida

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Niobium karbida adalah salah satu karbida logam transisi yang memiliki sifat-sifat unik seperti kekerasan yang tinggi, titik leleh yang tinggi, dan konduktivitas listrik yang relatif tinggi. Niobium karbida dapat dibuat melalui metode *thermo-reactive deposition*, *atomic layer deposition*, *solid-gas reaction*, dan mekanokimia. Metode *thermo-reactive deposition* dan *atomic layer deposition* memiliki kelebihan dalam hal tingginya kemurnian produk, tetapi memiliki kelemahan dalam hal rendahnya produktivitas dan tingginya konsumsi energi. Sementara itu, metode *solid-gas reaction* memiliki kelebihan dalam hal tingginya produktivitas tetapi memiliki kelemahan dalam hal tingginya konsumsi energi. Metode mekanokimia adalah metode terbaru dalam pembuatan niobium karbida. Metode ini memiliki kelebihan dalam hal rendahnya konsumsi energi dan tingginya produktivitas.

Kata kunci : Niobium, Karbida, Mekanokimia, Thermo-reactive, Atomic layer, Deposisi, Solid-gas reaction

Review of Niobium Carbide Synthesis

Niobium carbide is one of the transition metal carbides that exhibit unique property such as high hardness, high melting point and high electrical conductivity. This carbide can be synthesized through various method and starting materials. Some of the methods are thermo-reactive deposition, atomic layer deposition, solid-gas reaction, and mechanochemical method. Thermo-reactive and atomic layer deposition method can produce high purity niobium carbide, but both process consumes huge amount of energy and have low productivity. On the other hand, solid-gas reaction method can produce large amount of niobium carbide but it consumes high amount of energy. Mechanochemical method is a newly method to synthesize niobium carbide that has high productivity and consume much less energy.

Keywords : Niobium, Carbide, Mechanochemistry, Thermo-reactive, Atomic layer, Deposition, Solid-gas reaction

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 29 No. 1 April 2014

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

UDC (OXDCF) 665.4

Rudi Subagja (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Monasite Bangka dan Alternatif Proses Pengolahannya

Metalurgi, Vol 29 No. 1 April 2014

Pada penelitian ini telah dilakukan pengamatan terhadap monasite dari daerah Bangka dengan menggunakan alat Electron Probe micro Analyser (EPMA) untuk melihat struktur mikronya, Difraksi sinar X (XRD) untuk melihat senyawanya dan X-Ray Fluorosensi (XRF) untuk melihat komposisi kimianya. Dari hasil pengamatan diketahui bahwa monasite Bangka mengandung unsur tanah jarang Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, dan Y, dimana unsur-unsur Lantanum (La), Cerium (Ce), ytterium (Y), Neodium (Nd), Fosfor (P) dan Oxygen (O) merupakan unsur-unsur dominan. Kandungannya unsur thorium oksida 3,99 % dan oksida tanah jarang lainnya 59,35 %. Hasil pengamatan dengan EPMA memperlihatkan bahwa dalam monasite, unsur-unsur tanah jarang membentuk ikatan kimia yang kompleks satu dengan lainnya, sehingga alternatif proses pemisahan unsur tanah jarang dari monasite Bangka adalah melalui proses digesti dengan asam atau dekomposisi basa yang dilanjutkan dengan proses pelarutan dan solven ekstraksi.

Kata kunci : Tanah jarang, Digesti asam, Dekomposisi basa, Solven ekstraksi

Bangka Monazite and Its Alternative Treatment Processes

At present work, the Bangka monazite has been observed by using Electron Probe Micro Analyzer (EPMA) to investigate its microstructure, X-Ray diffraction to identify its chemical compound and X-ray Fluorescence to analyze the chemical composition of monazite. The result of observation shows that Bangka monazite contains rare earth elements Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, and Y, whereas Lantanum (La), Cerium (Ce), ytterium (Y), Neodium (Nd), Fospor (P) dan Oxygen (O) are exist as dominant elements. The thorium oxide and other rare earth oxides content in that Bangka Monazite are repectively 3.99 % and 59.35 %. The result of observation by using EPMA shows that in Bangka monazite, the rare earth elements are in complex formation, and therefore, an alternative process to separate rare earth elements from Bangka Monazite are through acid digestion or basic decomposition processes that is followed with dissolution and solvent extraction processes.

Keywords : Rare earth, Acid digestion, Basic decomposition, Solvent extraction

PROSES PEMBUATAN MATERIAL SUPERKONDUKTOR BSCCO DENGAN METODA PADATAN

Lusiana

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspipstek Serpong, Tangerang Selatan
E-mail : lusianand@yahoo.com

Masuk tanggal : 08-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

PROSES PEMBUATAN MATERIAL SUPERKONDUKTOR BSCCO DENGAN METODA PADATAN.

Material superkonduktor BSCCO (*bismuth strontium calcium copper oxide*) adalah material superkonduktor yang banyak digunakan dalam bentuk kabel bawah tanah, kabel transmisi, kabel penghubung, *maglev train*, dan lain-lain. Pada penelitian ini dipelajari proses pembuatan bulk superkonduktor BSCCO dari campuran berbagai oksida yaitu Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaO , CaCO_3 , dan PbO dengan metoda padatan atau pencampuran kering dan dilanjutkan dengan proses sintering. Tujuan penelitian ini adalah mencari temperatur optimum proses sintering untuk menghasilkan material superkonduktor BSCCO dengan menggunakan metoda padatan. Campuran serbuk sebelumnya ditekan menggunakan mesin kompresi dengan beban 1000 KPa pada temperatur kamar menggunakan cetakan berbentuk silinder dengan diameter 10 mm. Temperatur sintering ($^{\circ}\text{C}$) dilakukan pada $T = 800, 820, 845, \text{ dan } 865$ dengan waktu penahanan 90 jam. Hasil sintering kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*x-ray diffraction*), SEM (*scanning electron microscopy*) dan uji Meissner. Dari hasil analisa XRD diperoleh fasa Bi2212 dan fasa Bi2223. Fraksi volume fasa Bi2212 terbesar diperoleh pada $T = 845^{\circ}\text{C}$ yaitu sebesar 73,6%, sedangkan untuk fasa Bi2223 terbesar diperoleh pada $T = 865^{\circ}\text{C}$ sebesar 42,4%. Efek dari tingginya fraksi volume fasa-fasa pada kondisi tersebut secara berturut-turut memberikan efek levitasi kuat dan sedang.

Kata kunci: Metoda padatan, Superkonduktor, BSCCO, Fasa Bi2212, Fasa Bi2223

Abstract

MANUFACTURING BSCCO SUPERCONDUCTOR MATERIALS USING SOLID METHOD. BSCCO (*bismuth strontium calcium copper oxide*) superconductor material is widely used in the form of underground cable, transmission cable, transformers, maglev train, etc. In this present work, a manufacturing of bulk superconductor of BSCC was constructed by mixing various oxides of Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaO , CaCO_3 , and PbO continued by sintering process. The purpose of this work find the optimum sintering temperature to obtain BSCCO superconductor by solid method. Sintering process was carried out at $T = 800^{\circ}\text{C}$, 820°C , 845°C , and 865°C for 90 h. The oxide powders were compressed in $\phi 10$ mm of cylindrical dies using compression machine with the load of 1000 Kpa at room temperature. The sintered of compact oxide powders were examined by XRD (*X-ray diffraction*), SEM (*scanning electron microscopy*) and Meissner test. The XRD results show the present phases of Bi2212 and Bi2223. The higher volume fraction of Bi2212 and Bi2223 phase obtained approximately around 73.6% at $T = 845^{\circ}\text{C}$ and 42.4% at $T = 865^{\circ}\text{C}$, respectively. Those conditions lead to strong and medium of levitation effect.

Keywords : Solid method, Superconductor, BSCCO, Bi2212 phase, Bi2223 phase

PENDAHULUAN

Superkonduktor merupakan bahan material yang memiliki hambatan listrik bernilai nol pada temperatur di bawah temperatur kritisnya, yang artinya dapat menghantarkan arus walaupun tanpa

adanya sumber tegangan. Superkonduktor pun akan kehilangan tahanan terhadap arus listrik jika material tersebut didinginkan di bawah temperatur kritisnya (T_c)^[1].

Pada tahun 1986 Fisikawan dari Switzerland yaitu Alex Müller dan Georg Bednorz, melakukan penelitian di

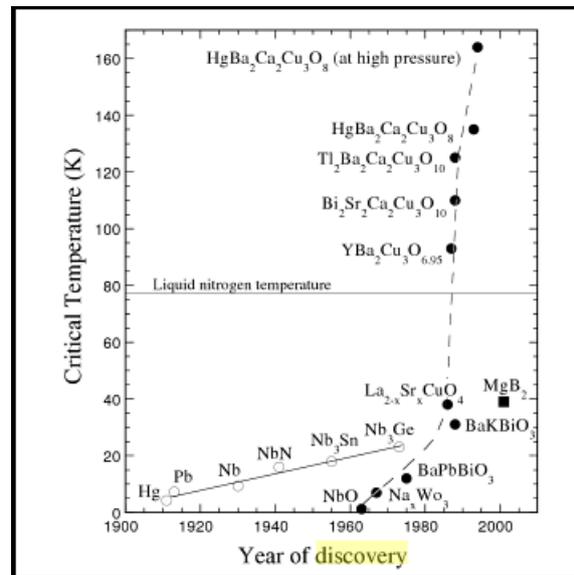
Laboratorium Riset IBM di Rüsclikon. Mereka berhasil membuat suatu keramik yang terdiri dari unsur lanthanum, barium, tembaga, dan oksigen yang bersifat superkonduktor pada temperatur tertinggi 30 K. Penemuan ini menjadi populer karena selama ini keramik dikenal sebagai isolator, dan pada temperatur ruang tidak dapat menghantarkan listrik sama sekali. Setahun kemudian keduanya diberi penghargaan hadiah Nobel^[2].

Pada bulan Februari 1987, ditemukan suatu keramik yang bersifat superkonduktor pada temperatur 90 K, dimana dengan karakteristik tersebut maka nitrogen cair dapat digunakan sebagai media pendinginnya. Karena sifat superkonduktor muncul pada temperatur cukup tinggi dibandingkan dengan material superkonduktor yang lain, maka material-material tersebut diberi nama superkonduktor temperatur tinggi. Temperatur tertinggi suatu material menjadi superkonduktor saat ini adalah 138 K, yaitu untuk material yang memiliki rumus molekul $\text{Hg}_{0,8}\text{Tl}_{10}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8,33}$ ^[3].

Setelah ditemukannya sifat superkonduktor dari Hg, temperatur kritis (T_c) dari material superkonduktor naik secara perlahan sampai tahun 1980. Baru pada tahun 1986, sejak ditemukannya superkonduktor jenis *cuprate oxide*, temperatur kritis meningkat drastis mencapai 164 K pada tekanan 30 GPa. Hal ini berarti T_c telah mencapai setengah dari target sifat superkonduktor material pada temperatur ruang (~300 K). Material inilah yang sekarang dikenal dengan *high- T_c superconductor* atau HTS^[4]. Perkembangan temperatur kritis (T_c) dari material superkonduktor ditunjukkan pada Gambar 1^[5].

Salah satu bukti adanya peningkatan temperatur kritis dari material superkonduktor ditemukan oleh H. Maeda^[5] pada tahun 1988. Dari penemuan H. Maeda teridentifikasi bahwa material superkonduktor *BSCCO* (*bismuth strontium calcium copper oxide*) memiliki

3 fasa yaitu fasa 2201, fasa 2212, dan fasa 2223, dimana temperatur kritis dari fasa-fasa tersebut berturut-turut adalah 10 K, 80 K, dan 110 K.



Gambar 1. Perkembangan temperatur kritis (T_c) dari material superkonduktor^[5]

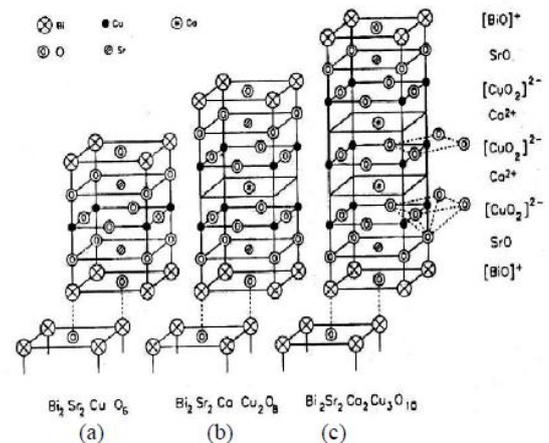
Struktur kristal dari fasa yang terbentuk dalam material superkonduktor akan sangat berpengaruh terhadap temperatur kritisnya (T_c). Derajat ketidakteraturan struktur fasa yang tinggi sangat dipengaruhi oleh banyak faktor diantaranya adalah temperatur sintering dan lamanya waktu sintering saat dilakukan proses manufaktur dari material superkonduktor tersebut. Gambar 2(a) menunjukkan fasa BSCCO-2201 yang disusun oleh bidang (BiO)/SrO/CuO/SrO/(BiO) dimana piramida Cu berada diantara dua bidang SrO. BSCCO-2201 memiliki parameter kisi $a = b = 5,39\text{\AA}$ dan $c = 24,6\text{\AA}$. Bidang BiO berada pada bagian ujung struktur dan atom Cu dihubungkan dengan 6 atom oksigen dalam struktur oktahedral. Sedangkan pada Gambar 2(b), fasa BSCCO-2212 disusun oleh bidang senyawa (BiO)/SrO/CuO/CaO/CuO/SrO/(BiO) dimana piramida atom Cu dipisahkan oleh adanya bidang Ca. Struktur kristal berbentuk tetragonal ini memiliki parameter

kisi $a = b = 5,4\text{\AA}$ dan $c = 30,7\text{\AA}$ ^[6]. Struktur kristal dari fasa Bi-2223 membentuk struktur orthorombik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2(c). Rantai Sr–Sr memiliki ikatan yang paling lemah, sedangkan atom Cu(1) sebagai kation yang paling tidak stabil memiliki tiga rantai ikatan yaitu Cu(1)-Ca, Cu(1)-O(1) dan Cu(1)-Cu(2). Rantai ikatan Cu(1)-O(1) merupakan ikatan yang paling kuat ($r = 1,916\text{ \AA}$). Atom oksigen O(3) hanya memiliki satu rantai ikatan dengan atom Bi yang memiliki panjang ikatan sebesar $2,231\text{\AA}$ ^[6]. Hal ini terjadi karena struktur kristalnya tidak stabil, akibat adanya derajat ketidakteraturan yang tinggi antara lapisan bidang-bidang CuO, SrO, BiO, dan CaO. Ketidakteraturan itu terjadi karena reaksi padat pembentukan fasa berlangsung pada temperatur mendekati titik leleh senyawa ($\approx 870\text{ }^\circ\text{C}$), disaat mana mobilitas ion penyusun sangat tinggi^[7].

Penggunaan doping Pb dalam sintesis superkonduktor sistem bismut, selain memudahkan pembentukan senyawa bersangkutan dengan tingkat kemurnian fasa yang tinggi, juga berperan menentukan sifat senyawa yang dihasilkan. Karena kemiripan ukuran ion dan valensi dari atom Pb, maka penambahan Pb sebagai doping menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda BiO^[1].

Untuk metode sintesis fasa tunggal superkonduktor sistem bismut, khususnya fasa temperatur tinggi (fasa 2223) yang mempunyai temperatur kritis sekitar 110 K, sulit untuk mendapatkan kualitas tinggi karena mempunyai struktur modulasi dengan periode 26 \AA sepanjang arah sumbu b pada sistem kristalnya. Dalam hal ini jangkauan temperatur pembentukan superkonduktor fasa 2223 menjadi sangat pendek, terlihat pada diagram fasa yang ditunjukkan dalam Gambar 4. Untuk dapat mensintesis senyawa Bi2223 yang stabil, maka distorsi modulasi harus dihilangkan atau setidaknya dikurangi. Pengurangan modulasi dapat dilakukan dengan mensubstitusi sebagian atom Bi

dengan atom Pb, sehingga dapat memperpanjang jarak modulasi menjadi 46\AA ^[8].



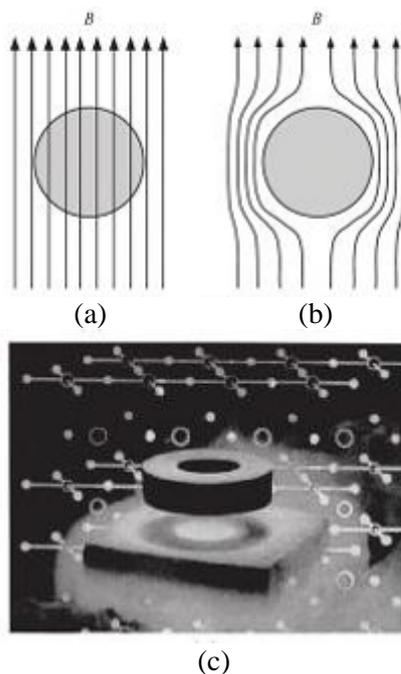
Gambar 2. Struktur kristal sistem BSCCO untuk fasa : (a) 2201, (b) 2212 dan (c) 2223^[6]

Akan tetapi lain halnya dengan material BSCCO yang memiliki fasa 2223 dengan sifat mekanik mudah dibentuk, tidak mudah patah, tidak beracun dan dapat dikembangkan untuk pembuatan lapisan tipis. Fasa 2223 adalah fasa yang paling potensial untuk aplikasi dibandingkan dengan fasa-fasa lainnya karena T_c yang tinggi. Kendala yang dihadapi dalam mendapatkan fasa 2223 murni adalah saat proses sintesa, karena ketika mensintesa fasa 2223 pada umumnya masih tercampuri dengan fasa lain yang tidak menguntungkan maupun pengotor seperti Ca_3CuO_2 , CuO , Ca_2PbO_4 ^[9].

Efek Meissner

Pada tahun 1933, *Meissner* dan *Ochsenfeld* mengamati sifat kemagnetan superkonduktor. Ternyata superkonduktor berkelakuan seperti bahan diamagnetik sempurna. Material superkonduktor menolak medan magnet sehingga apabila sebuah magnet tetap diletakkan di atas material superkonduktor maka magnet tersebut akan melayang. Jadi kerentanan magnetnya (*susceptibility*) $\chi = -1$, dibandingkan dengan konduktor biasa yang

$\chi = -10$. Fenomena ini dikenal dengan nama efek *Meissner*. Jika material non superkonduktor diletakkan di atas suatu medan magnet, maka fluks magnet akan menerobos ke dalam material, sehingga terjadi induksi magnet di dalam material. Sebaliknya, jika material superkonduktor yang berada di bawah suhu kritisnya dikenai medan magnet, maka superkonduktor akan menolak fluks magnet yang mengenainya. Perbedaan dan persamaan antara konduktor yang baik dengan superkonduktor adalah dalam hal resistivitas (ρ) dan efek *Meissner*. Persamaannya adalah bahwa kedua kelompok material ini memiliki resistivitas nol ($\rho = 0$), sehingga nilai hambatan (R) listriknya pun nol. Perbedaannya adalah bahwa konduktor yang unggul tidak memiliki efek *Meissner* (Gambar 3(a)), sedangkan superkonduktor memiliki efek *Meissner* (Gambar 3(b) dan 3(c))^[10].



Gambar 3. (a) *Normal state* ($B=0$), (b) *Superconducting state* ($B \neq 0$), (c) Ilustrasi yang menggambarkan efek Meissner yaitu material superkonduktor dapat melayangkan magnet (dalam foto berbentuk silinder) di atasnya^[10]

Pada tulisan ini akan dipelajari pengaruh temperatur pemanasan terhadap pembentukan fasa Bi2212 dengan metoda

yang digunakan adalah metode reaksi padatan^[2]. Metode ini digunakan karena memiliki keuntungan antara lain mudah dibuat dan sederhana serta tidak mahal dalam mensintesa bahan superkonduktor. Dalam mensintesa superkonduktor BSCCO dengan menggunakan metode padatan ini diharapkan mendapatkan homogenitas yang tinggi. Karena dalam produksi besar, kehomogenan campuran lebih baik sehingga didapatkan mutu superkonduktor yang baik. Adapun analisa yang digunakan adalah *x-ray diffractometer* (XRD), *scanning electron microscopy* (SEM) dan uji efek Meissner dengan melayangnya magnet yang diletakkan di atas sampel.

PROSEDUR PERCOBAAN

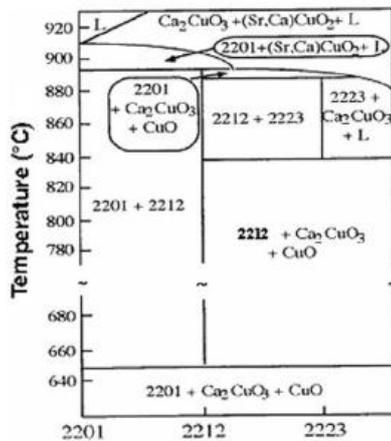
Bahan dasar pembuatan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ adalah bahan-bahan yang masih berbentuk senyawa Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO , PbO . Sebelum dilakukan proses penimbangan, terlebih dahulu dilakukan pemanasan awal untuk menghilangkan kadar air yang masih terkandung dalam bahan-bahan dasar tersebut. Setelah dilakukan pemanasan awal massa Bi, Sr, Ca, Cu, Pb dihitung sesuai dengan perbandingan stoikiometri untuk membuat $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$.

Sintesis $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dilakukan dengan metoda padatan, yaitu dengan mencampurkan semua bahan-bahan dasar kemudian diaduk secara manual dilanjutkan dengan pyrolisis, penggerusan, kalsinasi, proses kompaksi dan sintering. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan teknik difraksi sinar-x (XRD). Data yang diperoleh berupa jarak antar bidang, intensitas dan sudut (2θ) yang kemudian dianalisis.

Pemilihan temperatur sintering diperoleh dari diagram fasa Bi2212, Bi2223 dan Bi 2201 yang ditunjukkan dalam Gambar 4. Dari diagram fasa tersebut fasa yang terbentuk pada temperatur 650 – 840 °C adalah fasa Bi 2212, Ca_2CuO_3 dan CuO , sedangkan pada

temperatur 840 – 890 °C diperoleh fasa 2212 dan 2223.

Untuk penelitian ini temperatur sintering yang digunakan adalah 800 °C, 820 °C, 845 °C, dan 860 °C sedangkan waktu penahanan digunakan 90 jam.



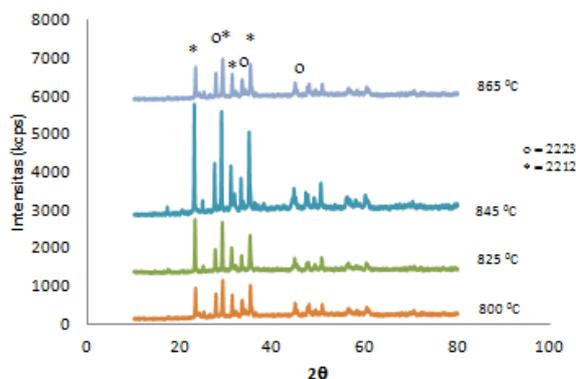
Gambar 4. Diagram fasa Bi2201, Bi2212, dan Bi2223^[11]

Untuk mengetahui telah terbentuk atau tidaknya kristal fasa Bi2223 atau fasa Bi2212 dilakukan pengukuran XRD. Berdasarkan hasil pengukuran XRD dilakukan perhitungan fraksi volume (FV) fasa Bi yang terbentuk, dengan persamaan^[12] :

$$FV = \frac{\text{Intensitas Fasa Bi}}{\text{Intensitas total}} \times 100\% \quad \dots(1)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisa XRD



Gambar 5. Hasil XRD dari campuran oksida Bi₂O₃, SrCO₃, CaCO₃, CuO, PbO yang disintering pada T (°C) = 800, 825, 845, dan 865

Gambar 5 menunjukkan hasil XRD dari campuran Bi₂O₃, SrCO₃, CaCO₃, CuO, PbO pada temperatur sintering 800, 825, 845, dan 865 °C. Analisa menggunakan XRD dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dari berbagai campuran senyawa oksida. Dari Gambar 5 terlihat puncak-puncak fasa Bi2212 pada 2θ = 35,13°, fasa Bi2223 pada 2θ = 29,12°. Puncak-puncak yang tidak ditandai pada Gambar 5 adalah fasa pengotor berupa Ca₂CuO₃, CuO, Ca₂PbO₄. Intensitas puncak-puncak fasa Bi2212 dan Bi2213 meningkat secara signifikan pada T = 845 °C (Gambar 5).

Dari hasil spektrum XRD dan menggunakan persamaan 1 dapat ditentukan besar fraksi volume fasa Bi2212, Bi2223, dan pengotor. Tabel 1 menunjukkan fraksi volume fasa-fasa yang terbentuk dari hasil pencampuran Bi₂O₃, SrCO₃, CaCO₃, CuO, PbO pada temperatur sintering 800, 825, 845, dan 865 °C.

Tabel 1. Fraksi volume (%) fasa hasil XRD dari pencampuran Bi₂O₃, SrCO₃, CaCO₃, CuO, PbO pada T_{sintering} (°C) = 800, 825, 845, dan 865

Temp. (°C)	Fraksi Volume (%)			
	Bi 2212	Bi 2223	Ca ₂ PbO ₄	lainnya
800	65,8	30,7	1,38	2,08
820	64,4	34,2	1,34	0,04
845	73,6	25,0	0,73	0,59
865	55,6	42,4	0,86	1,15

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa fraksi volume fasa Bi 2212 meningkat secara signifikan pada T= 845 °C sebesar 73,6%, akan tetapi fasa Bi2223 mengalami penurunan pada temperatur tersebut sebesar 25%. Hal ini terjadi karena dengan semakin naiknya temperatur (di atas 840 °C) efek doping Pb menyebabkan peningkatan fraksi volume Bi2223. Dapat dibuktikan dengan letak atom Pb (Z=82, Gol. IVA, Periode 6) dalam susunan unsur berkala periodik berada di sebelah kiri atom Bi (Z=83, Gol.VA, Periode 6). Hal ini memberikan *doping hole* pada fasa Bi2223, sehingga meningkatkan fraksi

volume Bi2223. Pb yang bermuatan ion Pb^{4+} mensubstitusi atom Bi (muatan ionnya Bi^{3+}) dengan fraksi molar Pb ($x=0,4$) pada $Bi_{2x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ ^[9]. Persentasi fraksi volume dari fasa Bi2212 pada $T = 800, 820, \text{ dan } 865 \text{ } ^\circ\text{C}$ pada umumnya adalah meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur sintering, akan tetapi sebaliknya untuk fasa Bi2223.

Hasil Efek Meissner

Untuk mengetahui keberhasilan proses sintesa superkonduktor $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ dari campuran $Bi_2O_3, SrCO_3, CaCO_3, CuO, PbO$, maka cara yang paling mudah adalah dengan uji efek Meissner^[13]. Tabel 2 menunjukkan hasil efek Meissner berupa ada tidaknya efek levitasi yaitu adanya pengangkatan atau penolakan magnet dari hasil sintering campuran $Bi_2O_3, SrCO_3, CaCO_3, CuO, PbO$ pada berbagai temperatur sintering.

Tabel 2. Hasil efek Meissner pada material BSCCO hasil sintering dari campuran serbuk oksida $Bi_2O_3, SrCO_3, CaCO_3, CuO, PbO$

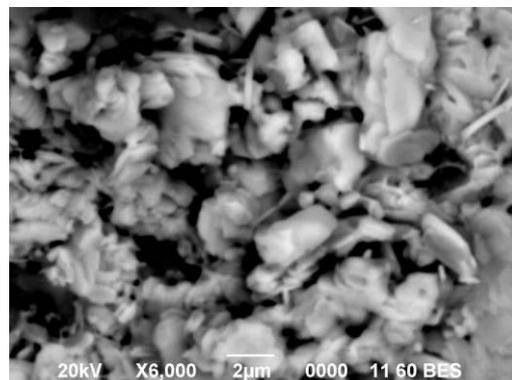
Temperatur ($^\circ\text{C}$)	Efek Meissner (Levitasi)
800	sedang
825	sedang
845	kuat
865	sedang

Dari Tabel 2 terlihat efek levitasi pada temperatur $845 \text{ } ^\circ\text{C}$ lebih besar dibandingkan dengan temperatur 800, 820 dan $865 \text{ } ^\circ\text{C}$. Hal ini menunjukkan bahwa fasa Bi2212 memberikan efek levitasi yang lebih kuat dibandingkan fasa Bi2223.

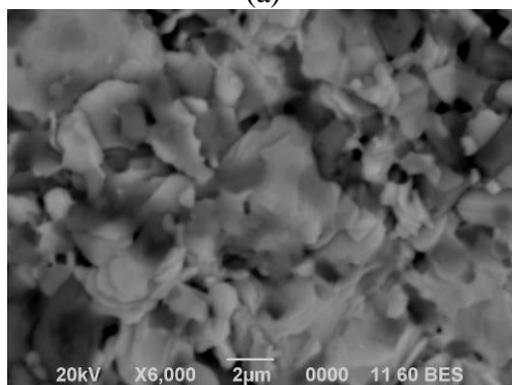
Hasil Uji SEM

Dari uji SEM pada Gambar 6(a) dengan temperatur sintering $800 \text{ } ^\circ\text{C}$, struktur yang terbentuk masih berbentuk gumpalan. Pada Gambar 6 (b) dengan pemanasan $820 \text{ } ^\circ\text{C}$ struktur berubah menjadi bentuk pipih dan

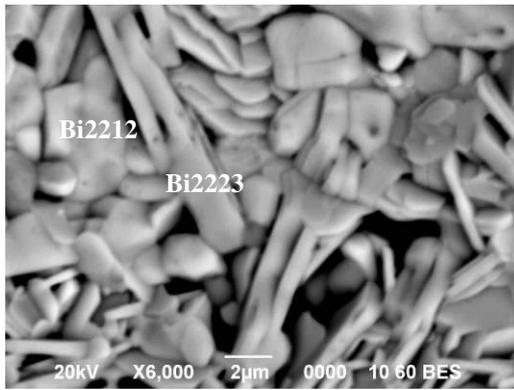
sebagian masih ada yang berbentuk gumpalan. Pada Gambar 6 (c) dan 6 (d) dengan naiknya temperatur sintering menjadi $845 \text{ } ^\circ\text{C}$ dan $865 \text{ } ^\circ\text{C}$ struktur yang terbentuk berupa serpihan. Untuk bentuk serpih pada $T = 845 \text{ } ^\circ\text{C}$ dan $865 \text{ } ^\circ\text{C}$ teridentifikasi adalah fasa Bi2223 sedangkan bentuk bulat adalah fasa Bi2212. Pada saat proses sinter berlangsung terjadi difusi kristal melewati batas butir (*grain boundaries*) dan perluasan area singgungan antar kristal sehingga akan memperbesar ukuran butir dan terjadi proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir. Proses difusi atom-atom terjadi dan menghasilkan penyusutan material yang diiringi dengan pengurangan porositas^[9].



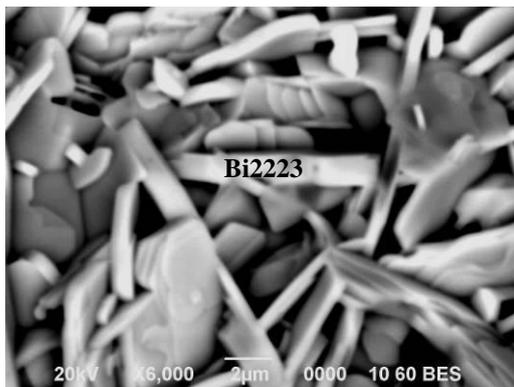
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 6. Hasil uji SEM dari campuran serbuk oksida Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO , PbO pada waktu penahanan 90 jam dan $T_{\text{sintering}}$ ($^{\circ}\text{C}$); (a) 800, (b) 825, (c) 845, dan (d) 865

KESIMPULAN

Proses pembuatan material superkonduktor BSCCO (*bismuth strontium calcium copper oxide*) dengan metoda padatan dari campuran serbuk Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO , PbO dan disintering pada $T = 800, 825, 845,$ dan 865°C dengan waktu penahanan 90 jam dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Dari hasil analisa XRD diperoleh fasa Bi2212 pada $2\theta = 35,13^{\circ}$, fasa Bi2223 pada $2\theta = 29,12^{\circ}$ dan pengotor berupa Ca_2CuO_3 , CuO , dan Ca_2PbO_4 .
2. Fraksi volume fasa Bi2212 terbesar dihasilkan pada temperatur sintering 845°C sebesar 73,6%, sedangkan fraksi volume fasa Bi2223 terbesar dihasilkan pada temperatur sintering 865°C dengan nilai 42,4%.

3. Temperatur sintering optimum adalah 845°C dengan fraksi volume fasa Bi2212 dan fasa Bi2223 dihasilkan sebesar 73,6% dan 25% dan memberikan efek Meissner kuat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Nurmalita. 2011.,,The Effect of Pb Dopant On The Volume Fraction Of BSCCO-2212 Superconducting Crystal". *Jurnal Natural.*: vol. 11, no. 2.
- [2] Tatik Yuliaty. 2010.,,Sintesis Superkonduktor BPSCCO/Ag Menggunakan Metoda Padatan". Skripsi Universitas Sebelas Maret.
- [3] Beate R. Lehndorff. 2001.,,High - Tc Superconductors for Magnet and Energy Technology". *Physics and Astronomy.*: volume 171.
- [4] Andrei Mourachkine. 2004.,,Room-Temperature Superconductivity". *Cambridge International Science Publishing.*: p.7
- [5] Hiroshi Maeda, Kazumasa Togano. 1996.,,Discovery and Progress in Bi-Based Oxide High-Tc Superconductors". *Applied Physics.*: volume 6.
- [6] Lehndorff, B. R. 2001.,,High-Tc Superconductors for Magnet and Energy Technology". *Springer-Verlag.*
- [7] Engkir. S, Prasud, Puji. S, dan D Wuryanto. 1996.,,Mekanisme Peranan Dopan Pb pada superkonduktivitas Fasa Tc Tinggi Bi-Sr-Ca Cu-O". *Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi.*
- [8] W. Prasud, E. Sukirman. 1994. ,,Identifikasi Struktur Fasa 2223 Superkonduktor (Bi,Pb)SrCaCuO Menggunakan Pendekatan Group Ruang Fmmm (No-69) Dengan Menggunakan Teknik Diffraksi Neutron". *Pusat Penelitian Sains Materials Batan.*
- [9] Widodo, Henry. 2009. ,,Nanokristalisasi Superkonduktor

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dan $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah”. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH.*: Vol. 28. ITS. Surabaya. Hal 6-9.

- [10] Yinsun Wang. 2013., „Fundamental Elements of Applied Superconductivity in Electrical Engineering”. *Wiley Science Press.*: p-11
- [11] Andreas Nilson. 2009., „BSCCO superconductors processed by the glass-ceramic route”. *Disertation. Fakultas Teknik Mesin dari Technical University of Dresden Jerman.*
- [12] D.Coutsouradis, J.H.Davidson, J.Ewald, P.Grenfiled, T.Khan, M.Malik, D.B. Meadowcroft, V.Regis, R.B. Scarlin, F.Schubert, D.V.Thornton. 1994., „Materials for Advanced power Engineering”. *Kluwer Academic Publishers.*: p.877.
- [13] Indras Marhaendrajaya, 2001. „Eksperimen Pembentukan Kristal BPSCCO-2223 dengan metoda lelehan”. *Berkala Fisika.*: Vol 4, No 2.

OPTIMASI PROSES REDUKSI BIJIH NIKEL LATERIT JENIS LIMONIT SEBAGAI BAHAN BAKU NPI (*NICKEL PIG IRON*)

Agus Budi Prasetyo*, F. Firdiyono, Ani Febriana

Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

E-mail : *chencen_abp@yahoo.com

Masuk tanggal : 04-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

OPTIMASI PROSES REDUKSI BIJIH NIKEL LATERIT JENIS LIMONIT SEBAGAI BAHAN BAKU NPI (*NICKEL PIG IRON*). Telah dilakukan percobaan reduksi bijih nikel laterit jenis limonit sebagai bahan baku pembuatan NPI (*nickel pig iron*) yang berasal dari Sangaji, Halmahera. Percobaan ini dimaksudkan untuk meningkatkan kadar Ni dan Fe. Tahapan percobaan yaitu penggerusan bijih nikel limonit sampai menjadi ukuran -80 mesh, analisa sampel untuk mengetahui kadar Ni dan Fe di dalam bijih, pembuatan pelet, proses reduksi dan pemisahan dengan magnetik separator. Dari analisis awal bijih nikel laterit jenis limonit diperoleh kadar NiO sebesar 1,42 % dan Fe₂O₃ sebesar 69,55 %. Sebagian bijih kemudian dibuat pelet dengan menambahkan batubara sebagai reduktor dan bentonit sebagai binder. Proses reduksi dilakukan menggunakan *muffle furnace*. Variabel yang digunakan yaitu perbedaan temperatur 900 °C - 1100 °C, waktu reduksi selama 1 sampai 4 jam serta perbedaan % reduktor batubara sebesar 5 %, 7,5 %, 10 %, 12,5 % dan 15 %. Hasil Reduksi kemudian di konsentrasi menggunakan magnetik separator. Hasil konsentrasi berupa konsentrat dan tailing kemudian dianalisis dengan AAS (*atomic absorption spectroscopy*) untuk mengetahui seberapa besar peningkatan kadar Ni dan Fe setelah dilakukan reduksi. Hasil analisis AAS dari konsentrat menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur reduksi akan semakin tinggi kadar Ni dan Fe. Dari hasil percobaan di atas diperoleh data optimum yaitu pada suhu 1100 °C dengan reduktor 7,5 % dan waktu reduksi selama 3 jam.

Kata kunci : Nikel laterit, Limonit, Nickel Pig Iron (NPI), Reduksi, Konsentrat, Tailing

Abstract

OPTIMIZATION OF LIMONITIC NICKEL LATERITE REDUCTION AS RAW MATERIAL OF NPI (*NICKEL PIG IRON*). Experiment in reduction has been done to the limonite type of nickel laterite derived from Sangaji, Halmahera, as raw material to produce Nickel Pig Iron (NPI). This experiment was intended to increase the Ni and Fe content. The stages of experiment consist of : grinding process to reduce limonite ore up to - 80 mesh, analysis of Ni and Fe content in groundes limonite, pelletizing, reduction process, and magnetic separation. From the initial analysis of limonite ore was obtained 1.42 % NiO and Fe₂O₃ at 69.55 %. Most of the ore then was formed to pellets by adding coal as reductant and bentonite as binder. The reduction process was done using *muffle furnace*. The variable for reduction test were covering : temperature differences from 900 to 1100 °C and reduction time 1 to 4 h and then variable amount of reductant coal difference of 5%, 7.5%, 10%, 12.5%, and 15%. The result of reduction was separated using magnetic separator into the form of concentrates and tailings which were then analyzed by AAS (*atomic absorption spectroscopy*) to determine how much increasing Ni and Fe content after reduction. The results of AAS analysis showed that the higher the temperature reduction, the higher Ni and Fe content in concentrate. The results showed that the optimum temperature was 1100 °C with 7.5% reductant and reduction time for 3 h.

Keywords : Nickel laterite , Limonite , Nickel Pig Iron (NPI), Reduction, Concentrate, Tailing

PENDAHULUAN

Indonesia mempunyai cadangan nikel laterit yang cukup besar, di mana lebih dari 2 milyar ton cadangan berupa laterit nikel

kadar rendah^[1]. Salah satu daerah yang mempunyai cadangan besar berada di Halmahera dengan kadar nikel 0,8-1,5% dan besi 40-50%^[2]. Pemanfaatan bijih nikel laterit yang mengandung unsur nikel

dan besi untuk industri baja telah dilakukan sejak Indonesia mencanangkan regulasi tentang penggunaan bahan baku lokal sebagai sumber daya alam sebesar-besarnya untuk memberikan nilai tambah bahan baku lokal tersebut. Selain itu dengan diberlakukannya UU Minerba No. 4 tahun 2009 yang mengharuskan perusahaan pertambangan mengolah bahan mineral sebelum dipasarkan, serta dengan mempertimbangkan potensi yang ada, pengembangan *pig iron* yang mengandung nikel dan besi sebagai bahan baku material baja tahan karat akan sangat menarik. Hal ini akan menjadi tumpuan industri logam tahan karat di Indonesia^[1]. Lebih dari 90% nikel dipergunakan dalam bentuk paduan, karena penambahan nikel dalam paduan dapat memberikan beberapa sifat unggul pada paduan tersebut^[3]. Sifat unggul tersebut antara lain sifat ketahanan terhadap korosi, peningkatan kekuatan, dan sifat-sifat fisik khusus lainnya.

Nickel pig iron (NPI) adalah feronikel *grade* rendah yang mengandung 3-5% Ni^[4]. Kandungan nikel tersebut jauh lebih rendah jika dibanding dengan feronikel konvensional yaitu 25-40% Ni. Salah satu negara yang memproduksi NPI adalah Cina yang membuat NPI dari bahan baku bijih laterit kadar rendah yang diimpor dari Filipina dan Indonesia. NPI pertama kali diproduksi di China dari bijih nikel laterit kadar rendah menggunakan tanur tiup atau bisa juga menggunakan tungku busur listrik^[5]. Dari tanur tiup dihasilkan NPI dengan kandungan 1,5-8% Ni, sedangkan dari tungku busur listrik dihasilkan NPI dengan kandungan 10-25% Ni. Bijih nikel laterit yang mengandung 0,8-2% Ni yang diolah dengan tanur tiup mini dapat menghasilkan NPI yang selanjutnya dapat digunakan untuk memproduksi baja tahan karat seri 300 menggunakan NPI 4-5% Ni sedangkan untuk seri 400 dapat menggunakan NPI >5% Ni^[6].

Proses pembuatan NPI secara umum meliputi tahapan pengeringan bahan baku, preparasi, peletasi, kalsinasi/reduksi, diikuti dengan peleburan. Pembuatan NPI

di Indonesia oleh industri sudah dilakukan oleh PT. Indoferro yang merupakan satu-satunya produsen NPI di Indonesia. Pada penelitian ini akan dilakukan percobaan peningkatan kadar Ni dan Fe dari bijih nikel laterit kadar rendah jenis limonit dengan variasi percobaan berupa waktu reduksi, temperatur reduksi, dan jumlah reduktor.

PROSEDUR PERCOBAAN

Prosedur percobaan yang dilakukan diilustrasikan pada Gambar 1. Sampel bijih nikel kadar rendah jenis limonit diperoleh dari Sangaji, Halmahera. Sampel dipreparasi dengan menggunakan *jaw crusher* dan dihaluskan dengan *disk mill* untuk menghasilkan ukuran butiran -80 mesh. Sebagian sampel dianalisis menggunakan XRF (*X-ray fluorescence*). Hasil analisis awal terhadap bijih limonit dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis XRF bijih laterit kadar rendah jenis limonit

Oksida	Konsentrasi (%)
Fe ₂ O ₃	69,55
SiO ₂	14,84
Al ₂ O ₃	4,63
Cr ₂ O ₃	1,56
MnO	1,4
NiO	1,42
CoO	0,2
MgO	3,04
CaO	0,12

Hasil dari preparasi selanjutnya dibuat menjadi pelet dengan ditambah batubara dan bentonit sebagai reduktor dan *binder*-nya. Reduktor menggunakan batubara yang berasal dari Dongdang, Kalimantan Timur. Hasil analisis proksimat dan ultimat terhadap batubara tersebut dapat dilihat pada Tabel 2. Pelet dikeringkan dalam oven kemudian direduksi dengan menggunakan *spread furnace*, tipe

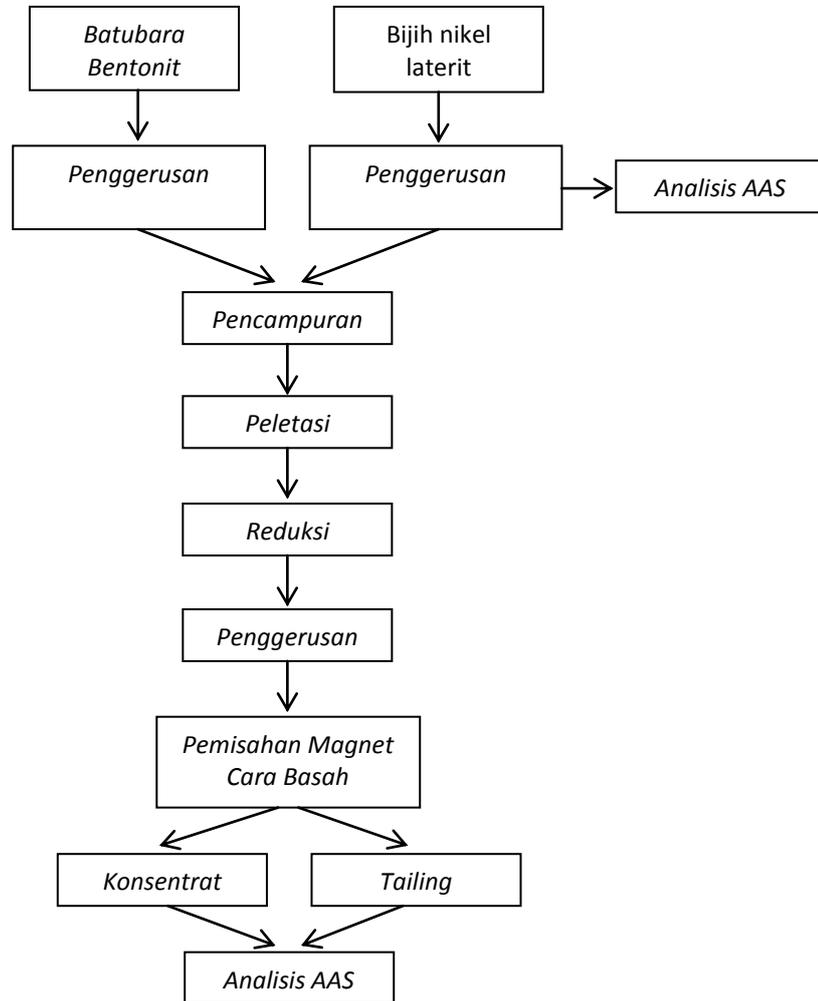
carbolite yang dapat digunakan untuk memanaskan sampel hingga 1200 °C.

Variabel temperatur yang digunakan dalam percobaan reduksi, yaitu 900, 950, 1000, dan 1100 °C dengan waktu reduksi

bervariasi antara 1 sampai 4 jam, dan jumlah batubara yang digunakan dalam proses reduksi ini adalah: 5, 7,5 , 10, 12,5 dan 15%.

Tabel 2. Hasil analisa proximat dan ultimat batubara dari daerah Dongdang, Kalimantan Timur

Fixed carbon	Volatile Matter	Ash Content	Moisture	Nilai Kalor
33,4%	43,3%	13,5%	9,85%	5555,1kal



Gambar 1. Diagram alir percobaan reduksi bijih nikel laterit jenis Limonit

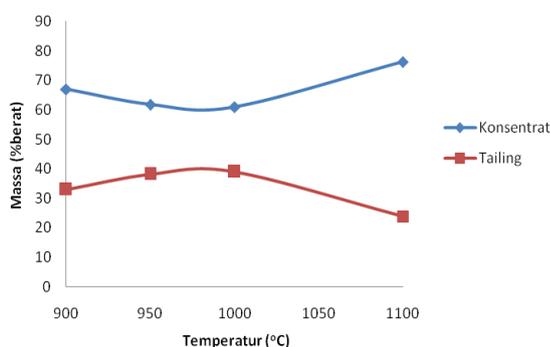
Pelet hasil reduksi digerus terlebih dahulu dengan menggunakan *disk mill*, selanjutnya dikonsentrasikan menggunakan magnetik separator basah merek Schimadzu. Magnetik separator ini dioperasikan pada 4 Ampere dan 59-60 Volt untuk mendapatkan konsentrat dengan kadar Fe dan Ni yang

tinggi, serta *tailing* dengan kadar Fe dan Ni yang rendah^[7]. Konsentrat dan *tailing* dari hasil pemisahan tersebut masing-masing dianalisis dengan menggunakan AAS (*atomic absorption spectroscopy*) untuk mengetahui kenaikan kadar Fe dan Ni pada sampel hasil reduksi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

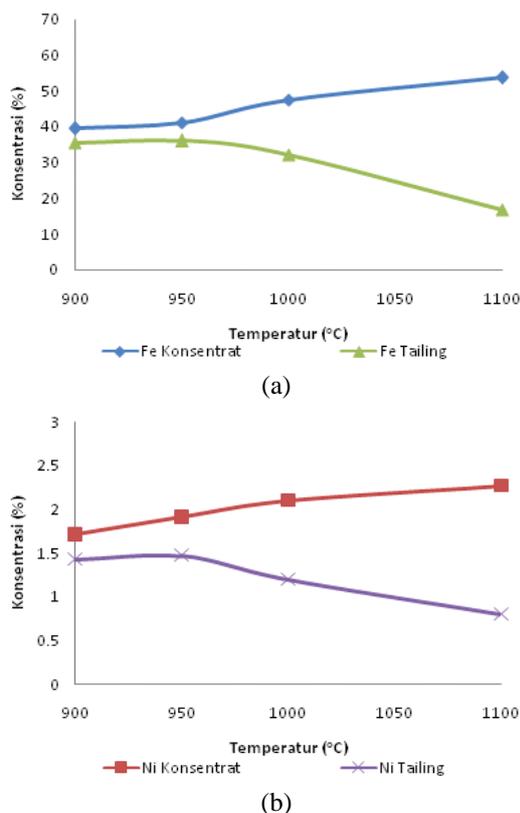
Pengaruh Temperatur Reduksi

Untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap proses reduksi maka dilakukan pemanggangan pelet pada temperatur yang bervariasi mulai dari 900 °C hingga 1100 °C. Kondisi operasi yang lain dibuat konstan, yaitu waktu pemanggangan selama 1 jam, jumlah reduktor batubara dan *binder* yang ditambahkan masing-masing sebanyak 15% dan 2%. Pelet hasil konsentrasi digerus terlebih dahulu kemudian dikonsentrasi menggunakan magnetik separator basah. Hasil konsentrasi pada percobaan dengan variasi temperatur reduksi ini digambarkan dalam bentuk grafik seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik perbandingan % berat konzentrat dan *tailing* dengan variabel temperatur pada proses reduksi bijih nikel limonit

Hasil analisis AAS yang digambarkan dalam bentuk grafik pada Gambar 3 terlihat bahwa semakin tinggi temperatur proses maka besi yang tereduksi semakin tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa dengan naiknya temperatur maka besi yang terkonsentrasi akan semakin besar. Percobaan ini menggunakan bijih laterit jenis limonit dengan kandungan besi lebih dominan dari pada kandungan yang lainnya. Grafik yang ditunjukkan pada Gambar 3(a) dan 3(b) memperlihatkan kadar unsur Fe dan Ni yang terkandung dalam konzentrat dan *tailing* hasil analisis dengan AAS.



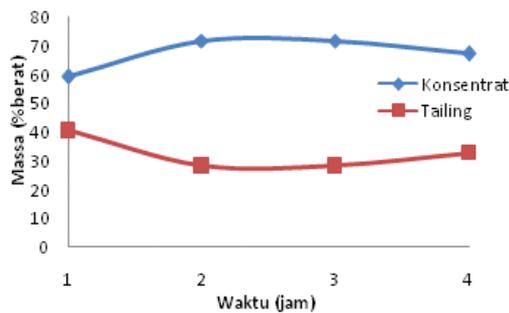
Gambar 3. Grafik perbandingan variabel temperatur terhadap % kadar (a) Fe dan (b) Ni pada proses reduksi bijih nikel limonit

Pada Gambar 3 terlihat bahwa dengan meningkatnya temperatur proses maka konsentrasi Fe dan Ni juga meningkat. Sebaliknya, kandungan besi dan nikel dalam *tailing* akan terus menurun seiring dengan naiknya temperatur proses. Hal ini disebabkan semakin tinggi temperatur proses akan semakin banyak gas reduktor yang dapat bereaksi dengan oksida-oksida logam yang ada dalam bijih. Dari hasil analisis tersebut diperoleh % kadar Fe dan Ni paling tinggi pada konzentrat hasil proses reduksi pada temperatur 1100 °C, yaitu kadar Fe 53,6% dan Ni 2,27%. Begitu juga sebaliknya untuk *tailing* diperoleh % kadar paling rendah, yaitu Fe 16,7% dan Ni 0,8%.

Pengaruh Waktu Reduksi

Percobaan pengaruh waktu reduksi terhadap peningkatan kadar Fe dan Ni di dalam konzentrat dilakukan dengan

variabel waktu reduksi mulai dari 1 jam hingga 4 jam. Seperti pada percobaan sebelumnya, terhadap pelet hasil reduksi digerus terlebih dahulu dengan menggunakan *disk mill*, selanjutnya dilakukan proses konsentrasi dengan menggunakan magnetik separator. Hasil perolehan konsentrat dan *tailing* pada percobaan variabel waktu reduksi bijih nikel laterit kadar rendah jenis limonit pada temperatur 1100 °C dengan jumlah reduktor batubara sebesar 10%, dan jumlah *binder* sebanyak 2% ditunjukkan pada Gambar 4.

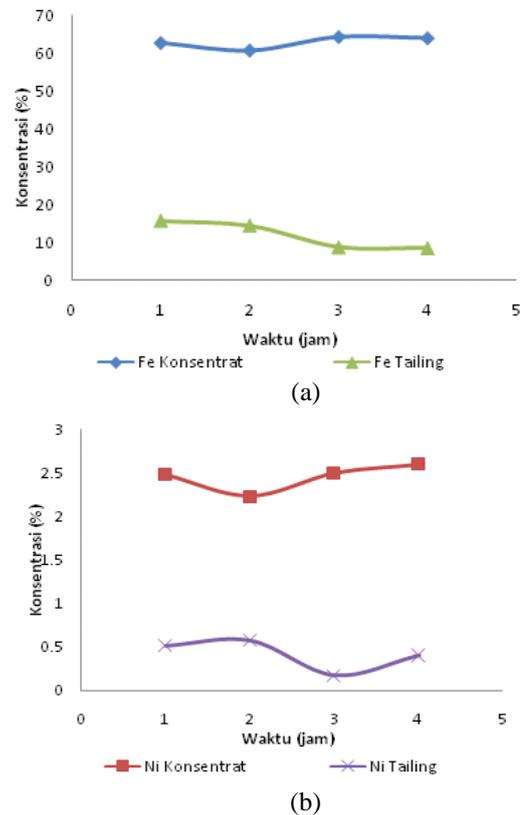


Gambar 4. Grafik perbandingan % berat konsentrat dan *tailing* dengan variabel waktu pada proses reduksi bijih nikel limonit

Dari pengamatan pada Gambar 4 terlihat bahwa semakin lama waktu proses reduksi akan memberikan kecenderungan terhadap peningkatan persen perolehan konsentratnya. Hal ini karena gas CO yang dihasilkan akan semakin banyak, dan waktu kontak semakin lama, sehingga semakin lama waktu reduksi akan semakin banyak Fe dan Ni oksida yang akan tereduksi^[8]. Dari data dan grafik dapat dilihat konsentrat hasil reduksi yang paling tinggi dengan *tailing* yang paling rendah telah dapat dicapai pada waktu proses reduksi selama 3 jam, yaitu sebesar 71,7% untuk konsentrat dan 28,3% untuk *tailing*, sehingga kelebihan waktu proses tidak akan memberikan pengaruh hasil percobaan yang lebih baik.

Konsentrat dan *tailing* hasil proses konsentrasi dari bijih yang telah mengalami perlakuan reduksi dengan

variabel waktu kemudian dianalisis dengan menggunakan AAS untuk mengetahui kadar Ni dan Fe. Hasil analisis tersebut ditunjukkan pada Gambar 5.



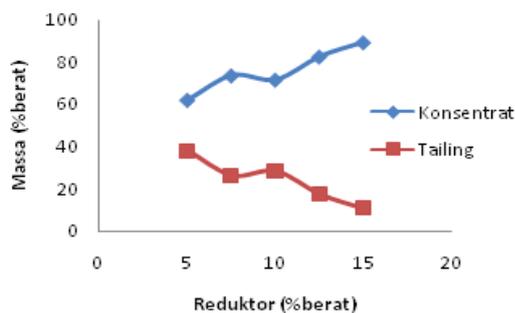
Gambar 5. Grafik perbandingan variabel waktu reduksi terhadap % kadar; (a) Fe dan (b) Ni pada proses reduksi bijih nikel limonit

Hasil analisis terhadap konsentrat dan *tailing*-nya ditunjukkan pada Gambar 5 (a) dan 5 (b). Dari Gambar 5 terlihat bahwa perpanjangan waktu reduksi tidak memberikan perbedaan yang signifikan terhadap peningkatan kadar Fe dan Ni dalam konsentrat. Pada percobaan dengan variabel waktu proses ini diperoleh data optimum untuk kadar Fe terjadi pada waktu proses selama 3 jam, yaitu sebesar 64,2%, dengan kadar Ni untuk waktu proses tersebut sebesar 2,5%.

Pengaruh Jumlah Reduktor

Percobaan pengaruh jumlah reduktor terhadap peningkatan kadar Fe dan Ni di dalam konsentrat dilakukan dengan

variabel jumlah reduktor batubara yang digunakan dalam proses mulai dari 5% hingga 15% berat. Seperti pada percobaan sebelumnya, terhadap pelet hasil reduksi terlebih dahulu digerus dengan menggunakan *disk mill*, selanjutnya dilakukan proses konsentrasi dengan menggunakan magnetik separator. Hasil perolehan konsentrat dan *tailing* pada percobaan pemanggangan reduksi bijih nikel laterit jenis limonit dengan variabel jumlah reduktor pada temperatur 1100 °C, dengan waktu reduksi selama 3 jam, dan jumlah *binder* tetap sebanyak 2% ditunjukkan dalam bentuk grafik seperti tertera pada Gambar 6.

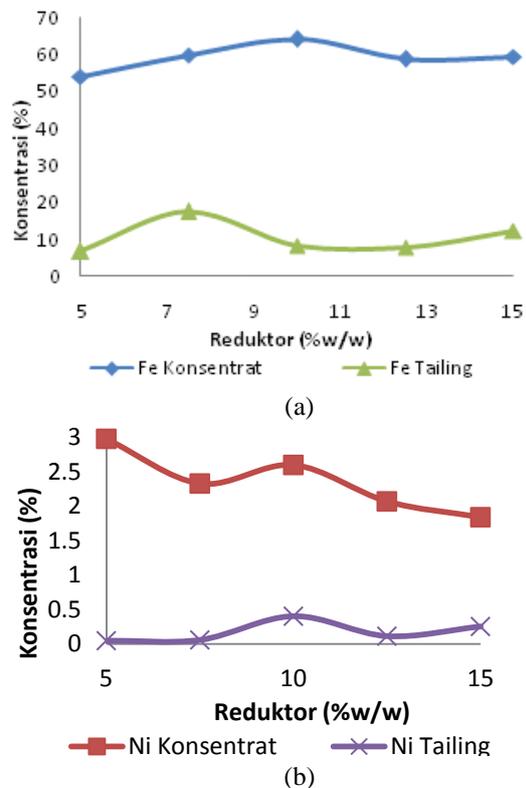


Gambar 6. Grafik perbandingan % berat konsentrat dan *tailing* dengan variabel reduktor pada proses reduksi bijih nikel limonit

Konsentrat dan *tailing* hasil proses konsentrasi terhadap bijih yang telah mengalami proses perlakuan reduksi dengan variabel jumlah reduktor kemudian dianalisis dengan menggunakan AAS untuk mengetahui kadar Fe dan Ni. Hasil analisis tersebut ditunjukkan pada Gambar 7.

Dari hasil percobaan reduksi dengan variabel jumlah reduktor batubara, terlihat semakin besar jumlah % reduktor yang digunakan akan semakin tinggi konsentrat yang dihasilkan seperti yang terlihat pada Gambar 6. Hal ini terjadi karena dengan semakin banyak jumlah reduktor batubara yang digunakan maka akan menghasilkan gas reduktor yang semakin besar, sehingga jumlah Fe dan Ni oksida yang akan tereduksi juga akan semakin besar.

Konsentrat yang paling tinggi diperoleh pada proses reduksi dengan reduktor 15%, yaitu sebesar 89,3% dan *tailing* sebesar 10,7%. Keadaan tersebut menunjukkan kondisi yang menguntungkan karena dengan adanya peningkatan jumlah reduktor yang digunakan akan memperbesar jumlah perolehan konsentratnya.



Gambar 7. Grafik perbandingan variabel temperatur reduksi dengan % kadar; (a) Fe dan (b) Ni pada proses reduksi bijih nikel limonit

Selanjutnya akan terlihat bila dikaitkan dengan hasil analisis terhadap konsentrat dan *tailing*-nya seperti pada Gambar 7(a) dan 7(b), yaitu dengan semakin meningkatnya jumlah reduktor yang digunakan tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap peningkatan kadar Fe dan Ni di dalam konsentrat. Bila dilakukan perhitungan terhadap kebutuhan jumlah batubara yang diperlukan dalam proses reduksi diperoleh angka 5% batubara untuk 1 stoikiometrinya. Karena batubara yang digunakan dalam percobaan

ini mempunyai nilai karbon yang sudah pasti sekitar 33,4% dan *volatile matter* sekitar 43,3%, maka jumlah batubara sebesar 7,5% diperkirakan sudah hampir sama dengan 1 stoikiometrinya. Sehingga dalam percobaan terlihat penggunaan jumlah batubara lebih besar dari 10% tidak akan memberikan hasil yang lebih efektif. Pada percobaan dengan menggunakan batubara sebanyak 7,5% akan diperoleh kadar Fe dalam konsentrat sebesar 59,8% dan kadar Ni sebesar 2,33%, sedangkan kadar Fe dalam *tailing* sebesar 17,5% dengan Ni sebesar 0,055%.

KESIMPULAN

Dari percobaan yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa umumnya peningkatan kadar Fe dan Ni di dalam konsentrat dapat meningkat dengan semakin meningkatnya jumlah reduktor, waktu reduksi dan temperatur reduksi. Dari ketiga variabel tersebut terlihat bahwa temperatur proses reduksi memegang peranan yang sangat penting dibandingkan dengan dua variabel yang lainnya. Temperatur proses di bawah 1100 °C kurang memberikan persen peningkatan perolehan konsentrat dan kadarnya. Pemakaian jumlah batubara dan waktu reduksi yang berlebihan tidak memberikan peningkatan terhadap konsentrat dan kadarnya secara signifikan. Diperoleh data optimum dari proses reduksi bijih nikel laterit kadar rendah jenis limonit untuk peningkatan kadar Fe dan Ni-nya, yaitu reduksi dengan temperatur 1100 °C selama 3 jam dan % reduktor batubara sebesar 7,5%. Percobaan ini cukup menarik karena dapat meningkatkan kadar Fe dan Ni dengan sangat baik, sehingga diharapkan dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam pembuatan NPI.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Prasetyo. A.B, dan Prasetyo. P. 2011.,, Peningkatan kadar nikel dan besi dari bijih nikel laterit kadar rendah jenis saprolit untuk bahan baku NCPI". *Majalah Metalurgi.*: Vol 26, Nomor 3.
- [2] Binudi. R, dan Edi. H. 2008.,, Penelitian Pendahuluan Pembuatan Nickel Containing Pig Iron (NCPI)". *Prosiding Seminar Material Metalurgi.*
- [3] Diaz et al. 1993.,,Low Temperature Thermal Upgrading Of Lateritic Ores". *U.S. Patent Document.* Patent number.: 5.178.666.
- [4] R.A. Bergman. 2003.,,Nickel production from low-iron laterite ores : Process descriptions". *CIM Bulletin.* : Vol 96, No 1072.
- [5] Lennon, Jim. May 11, 2007.,,The Chinese Nickel Outlook and The Role of Nickel Pig Iron". *Presentation to International Nickel Study Group, Macquarie Research Commodities.*
- [6] Edi H . 2008.,,Peleburan Bijih Nikel Laterit Menggunakan Blast Furnace : Pelajaran dari China". *Jurnal Metalurgi 2008* : hal. 107-111.
- [7] Kim, J. et al. 2010.,,Calcination of Low-grade Laterite for Concentration of Ni by Magnetic Separation". *Minerals engineering* : Vol 23, 282–288.
- [8] Zulhan Z. 2010.,,Hand Out Engineering Process Metallurgy I". *Teknik Metalurgi.* ITB.

PENGARUH PENAMBAHAN MOLIBDENUM TERHADAP MORFOLOGI STRUKTUR MIKRO, SIFAT MEKANIK DAN KETAHANAN KOROSI PADUAN Zr-Nb UNTUK MATERIAL IMPLAN

Sulistioso Giat Sukaryo¹⁾, B.Bandriyana¹⁾, Pius Sebleku²⁾

1) Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN

2) Pusat Penelitian Metalurgi, LIPI

E-mail: ¹⁾giat_s@batan.go.id

Masuk tanggal : 03-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

PENGARUH PENAMBAHAN MOLIBDENUM TERHADAP MORFOLOGI STRUKTUR MIKRO, SIFAT MEKANIK DAN KETAHANAN KOROSI PADUAN Zr-Nb UNTUK MATERIAL IMPLAN. Paduan Zr-Nb adalah material paduan yang banyak digunakan untuk bio-implan. Penambahan unsur lain dalam paduan berbasis Zr-Nb seperti molibdenum akan meningkatkan sifat mekanik dan ketahanan korosinya. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk melihat morfologi struktur mikro, karakteristik sifat mekanik dan ketahanan korosi dalam paduan Zr-Nb dengan dan tanpa penambahan molibdenum. Komposisi paduan yang akan dibuat adalah Zr-2,5% Nb dan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo, dimana molibdenum ditambahkan dalam paduan dengan proses peleburan menggunakan tungku busur listrik. Ingot paduan Zr-2,5% Nb dan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo kemudian diuji keras secara mikro dengan Vicker's, metalografi dengan mikroskop optik (OM) dan SEM (*scanning electron microscopy*), uji XRD (*X-ray diffraction*) serta uji korosi dalam lingkungan larutan simulasi tubuh (*simulated body fluid-SBF*). Hasil metalografi dan uji XRD menunjukkan bahwa struktur yang terbentuk adalah fasa α -Zr yang terdistribusi secara homogen dan berukuran sangat halus (*fine grain*). Laju korosi dalam paduan Zr-2,5Nb adalah sebesar 0,1023 mpy, sedangkan setelah penambahan molibdenum dalam paduan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo laju korosi semakin lambat sebesar 0,089 mpy. Hal ini terjadi akibat terbentuknya lapisan tipis dari zirkonium dan molibdenum oksida sebagai pelindung di permukaan paduan. Kekerasan paduan Zr-2,5% Nb mencapai 183 VHN dan meningkat menjadi 230 VHN setelah penambahan 0,5% berat Mo. Hal ini dimungkinkan karena adanya fenomena penghalusan butir yang berakibat pada naiknya kerapatan dislokasi dalam paduan Zr-2,5% Nb-0,5% Mo.

Kata kunci : Molibdenum, Paduan Zr-Nb, Penghalusan butir, Laju korosi, Biomaterial

Abstract

INFLUENCE OF MOLIBDENUM ON MICROSTRUCTURE CHARACTERISTIC, MECHANICAL PROPERTIES AND CORROSION RESISTANCE OF Zr-Nb ALLOY FOR IMPLANT MATERIAL. Zr-Nb alloy is an alloy that widely used for bio-implants. The addition of other elements in the Zr-Nb-based alloys such as molybdenum will increase the mechanical properties and corrosion resistance. This research was conducted with the aimed to observe the characteristic of morphology of the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of the Zr-Nb alloys with and without molybdenum addition. The composition of the alloy was Zr-2.5 wt.% Nb and Zr-2.5 wt.% Nb-0.5 wt.% Mo, where molybdenum was added to the alloy in the melting process using an electric arc furnace. Ingot of Zr-2.5 wt.% Nb and Zr-2.5 wt.% Nb-0.5 wt.% Mo alloys were then tested in Vickers micro hardness, metallographic with optical microscopy (OM) and SEM (*scanning electron microscopy*), XRD (*X-ray diffraction*) and environmental corrosion test in simulated body fluid (SBF). Results showed that the structure of α -Zr phase was formed and distributed homogeneously in fine-grain. The corrosion rate of the Zr-2.5 wt.% Nb alloy was 0.1023 mpy, whereas after the addition of molybdenum the corrosion rate of Zr-2.5 wt.% Nb-0.5 wt.% Mo alloy was decreased to 0.089 mpy. This occurred due to the formation of a thin layer of zirconium and molybdenum oxide as surface protection. The hardness of Zr-2.5 wt.% Nb alloy reached 183 VHN and increased to 230 VHN after the addition of 0.5 wt.% Mo. The phenomenon of grain refinement resulting in high dislocation density in the alloy of Zr-2.5 wt.% Nb-0.5 wt.% Mo.

Keywords: Molybdenum, Zr-Nb alloys, Grain refinement, Corrosion rate, Biomaterial

PENDAHULUAN

Kebutuhan bahan material bio-implan untuk produksi pembuatan komponen sangat diperlukan untuk mendukung program peningkatan kesehatan masyarakat di bidang orthopedik. Material bio-implan mempunyai persyaratan khusus yang dikenal dengan biokompatibilitas, yaitu kemampuan material beradaptasi dengan tubuh sehingga tidak terjadi respon yang bersifat toksik^[1]. Persyaratan lain yang perlu diperhatikan adalah kekuatan dan ketahanan korosi yang tinggi sehingga tidak terjadi degradasi material. Material implan yang banyak digunakan saat ini adalah baja tahan karat karbon rendah, paduan kobalt dan paduan titanium. Baja tahan karat dapat menimbulkan iritasi jaringan akibat kandungan unsur Ni. Paduan kobalt yang banyak dipakai adalah CoCrMo, paduan ini mempunyai kompatibilitas dan ketahanan korosi yang baik tetapi memiliki koefisien gesek yang rendah dan tingkat keausannya perlu ditingkatkan^[2]. Paduan titanium dengan aluminium dan vanadium mempunyai kompatibilitas yang bagus tetapi harganya mahal^[3]. Penelitian dan pengembangan material untuk bio-implan terus dilakukan untuk memperoleh material dengan kekuatan dan ketahanan korosi tinggi.

Salah satu material yang potensial dikembangkan untuk bio-implan adalah paduan zirkonium yang bahan utamanya dapat diambil dari pengolahan pasir zirkon yang banyak ditemukan di Indonesia. Pengembangan paduan zirkonium untuk material bio-implan didasarkan pada sifat kekuatan yang tinggi dan ketahanan korosi yang baik dalam cairan jaringan tubuh^[3]. Keunggulan lain dari paduan zirkonium adalah sifatnya yang tidak dipengaruhi medan magnet sehingga tidak mengganggu dalam proses pengobatan medik yang membutuhkan MRI (*magnetic resonance imaging*)^[4]. Berdasarkan sifat-sifat tersebut paduan zirkonium dapat dikembangkan untuk alternatif material bio-implan melalui proses sintesis,

pengolahan panas dan proses pengolahan permukaan. Material paduan zirkonium untuk bio-implan yang sudah dikembangkan saat ini adalah paduan Zr-2,5Nb^[5]. Paduan ini mempunyai kekuatan dan ketahanan korosi yang baik akibat pengaruh unsur Nb, tetapi kekerasan perlu ditingkatkan untuk meningkatkan ketahanan aus di permukaan bahan dan mencegah kandungan unsur terdegradasi dalam tubuh. Untuk keperluan ini paduan Zr-2,5Nb telah dikembangkan dengan proses oksidasi dengan difusi termal untuk membentuk permukaan zirkonia yang keras dan tahan aus^[6]. Proses oksidasi memerlukan ketelitian dan penelitian yang panjang untuk menjamin kemampuan daya lekat oksida pada bahan paduan. Salah satu langkah untuk meningkatkan kekuatan dan ketahanan korosi paduan dilakukan dengan memperbaiki struktur mikro dengan menambah unsur molibdenum ke dalam paduan. Berdasarkan sifat paduan dan diagram fasa biner Zr-Mo, proses penambahan molibdenum sampai dengan 1,5 %berat mampu meningkatkan sifat mekanik dengan pembentukan senyawa intermetalik antara Zr dan Mo^[7]. Disamping itu penambahan molibdenum juga akan membentuk butir paduan semakin kecil sehingga diperoleh penguatan sifat mekanik. Penambahan unsur molibdenum juga dapat meningkatkan ketahanan korosi^[8], distribusi fasa dan homogenitas^[9]. Berdasarkan sifat dan pengaruh yang ditimbulkan atom molibdenum dalam paduan zirkonium, penambahan molibdenum dalam jumlah tertentu akan mampu memperbaiki sifat paduan Zr-Nb untuk material bio-implan. Unsur molibdenum mempunyai sifat toksis yang kecil dibanding logam lain dan tidak menimbulkan efek psikologis serta hazard yang berbahaya dalam tubuh^[10]. Unsur molibdenum telah dipakai secara luas untuk material implan dan sudah diproduksi secara komersial, misalnya material untuk prostetik Arcam-ASTM 75

merupakan paduan CoCrMo dengan kandungan molibdenum sekitar 6% berat.

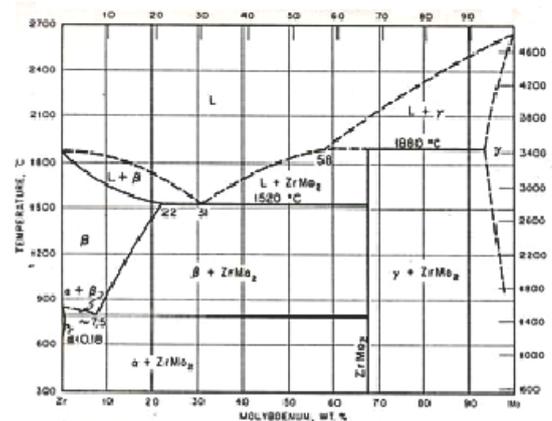
Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui morfologi struktur mikro, sifat mekanik dan ketahanan korosi paduan zirkonium Zr-Nb melalui penambahan unsur molibdenum ke dalam paduan Zr-2,5Nb yang diaplikasikan untuk material implan. Dalam makalah ini akan dibahas penelitian awal sintesis paduan zirkonium Zr-2,5Nb yang telah digunakan sebagai bahan dasar material bio-implan dan dibuat dengan proses peleburan. Penambahan molibdenum sebesar 0,5 % berat diharapkan terjadi penghalusan butir dan peningkatan kekerasan sehingga paduan berbasis Zr-2,5Nb menjadi tahan aus dan terjadi peningkatan ketahanan korosi akibat terbentuknya senyawa intermetalik Zr-Mo.

PROSEDUR PERCOBAAN

Langkah awal dari penelitian adalah penentuan komposisi unsur paduan untuk menghasilkan struktur, sifat mekanik dan ketahanan korosi sebagai material implan. Komposisi paduan ditentukan dengan mengacu paduan komersial Zr-2,5 w% Nb yang mampu menghasilkan ketahanan korosi tinggi dan telah dikembangkan untuk material bio-implan^[5]. Berdasarkan diagram fasa biner Zr-Mo seperti ditunjukkan pada Gambar 1, sistem ini mempunyai satu fasa intermediet yaitu $ZrMo_2$ yang terbentuk dari transformasi reaksi peritektik antara lelehan dan larutan padat molybdenum^[11]. Dari diagram terlihat bahwa reaksi peritektik dan dekomposisi eutektik tetap menghasilkan fasa- β , dan proses ini juga dapat timbul dalam proses sintesis peleburan dengan pendinginan ingot secara perlahan dalam tungku.

Bahan yang digunakan untuk sampel paduan ini adalah zirkonium dengan kemurnian 99,96 % berbentuk *sponge*, bahan niobium bentuk kawat dengan kemurnian 99,96 % dan unsur molibdenum dari *sponge* dengan kemurnian 99,6 %.

Disain komposisi paduan yang dibuat (% berat) yaitu; 97,5Zr - 2,5Nb dan 97Zr - 2,5Nb- 0,5Mo dengan berat total tiap sampel 20 gram.



Gambar 1. Diagram fasa biner Zr-Mo^[3]

Proses sintesis dilakukan dengan peleburan unsur paduan dalam tungku peleburan busur listrik. Peralatan yang digunakan untuk peleburan berupa dapur busur listrik di PSTNT-BATAN Bandung yang dapat beroperasi sampai suhu 2000 °C. Peleburan dilakukan dengan memasukkan unsur pemuat dalam cawan kemudian dipanaskan sampai temperatur 1850 °C. Untuk memperoleh paduan dengan fasa dan mikrostruktur yang homogen dilakukan proses peleburan ulang sampai 4 kali disertai pengaliran gas argon untuk pelindung oksidasi.

Hasil peleburan berupa ingot paduan kemudian dikarakterisasi dengan uji keras dan uji struktur mikro serta uji korosi. Pengujian kekerasan dilakukan dengan metode Vickers skala mikro untuk sampel paduan pada posisi permukaan. Indentasi dari uji keras dilakukan pada area matrik dan batas butir.

Pengamatan metalografi dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik (OM) dan SEM (*scanning electron microscopy*). Pengamatan metalografi dilakukan pada posisi permukaan. Larutan etsa yang digunakan adalah campuran larutan HNO_3 pekat yang diencerkan dengan perbandingan $HNO_3 : H_2O$ (7:3)

dan larutan HF pekat yang diencerkan dengan aqua DM (H₂O) dalam perbandingan HF:H₂O (4:6). Uji XRD (*X-ray diffraction*) dilakukan dengan pengukuran pola difraksi untuk menganalisis fasa yang terbentuk setelah proses peleburan paduan.

Untuk pengujian korosi basah dilakukan di Laboratorium Korosi PSTBM- BATAN dengan teknik *polarization resistance* dengan tegangan -40 mV sampai 40 mV. Sampel paduan dipreparasi dengan bentuk lempeng tipis berbentuk lingkaran dengan luas sekitar 1 cm², selanjutnya diletakkan pada pemegang sampel dan dirakit ke dalam tabung uji. Media untuk uji korosi adalah larutan simulasi tubuh dengan komposisi seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi larutan SBF untuk uji korosi paduan Zr-2,5Nb dan Zr -2,5Nb-0,5Mo

No	Cairan	Berat (g)
1	NaCl	6,547
2	NaHCO ₃	2,268
3	KCl	0,372
4	Na ₂ HPO ₄	0,124
5	MgCl ₂ .6H ₂ O	0,305
6	1M HCl	~ 40 mL
7	CaCl ₂ .2H ₂ O	0,368
8	Na ₂ SO ₄	0,071
9	trishydroxymethyl	6,057

Informasi yang dapat diperoleh dari hasil uji korosi adalah kerapatan arus korosi (*I_{corr}*, mA/cm²), yang kemudian dipergunakan untuk menghitung laju korosi dalam mpy (*mils per year*). Dari perbedaan kerapatan arus korosi tersebut dapat diketahui perbedaan perubahan sifat ketahanan korosinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil peleburan dengan tungku busur listrik untuk paduan dengan komposisi % berat 97,5 Zr - 2,5 Nb dan 97Zr-2,5Nb-0,5Mo adalah ingot berbentuk lempeng diameter sekitar 20 mm, tebal 8 mm. Secara visual ingot tampak membentuk

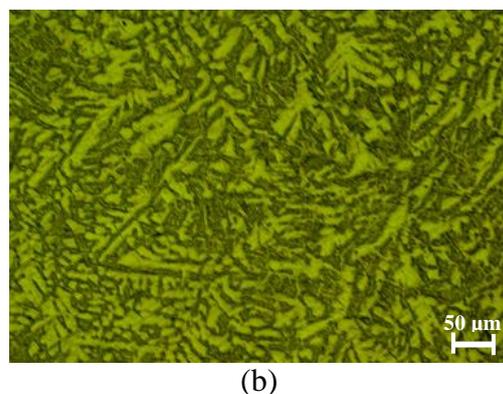
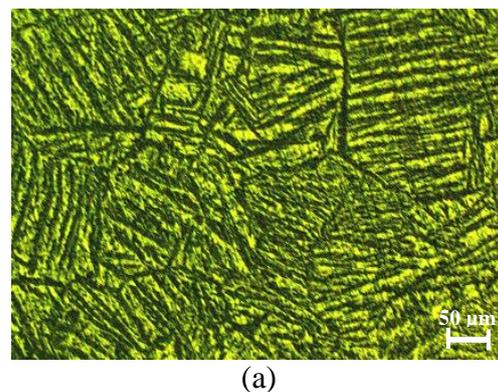
paduan padat homogen dengan oksidasi hanya terjadi pada permukaan dalam jumlah kecil seperti ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Visual ingot hasil peleburan untuk ;(a) paduan Zr-2,5Nb dan (b) paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo

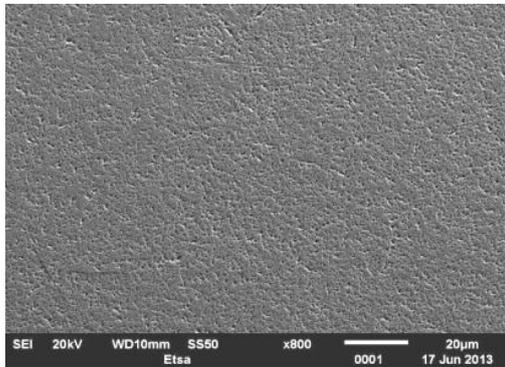
Struktur Mikro

Hasil uji metalografi pada ingot paduan Zr-2,5Nb dan Zr-2,5Nb-0,5Mo ditunjukkan pada Gambar 3. Struktur mikro ingot yang terbentuk adalah dendrit equiaxed dengan fasa α -Zr sebagai matriks.

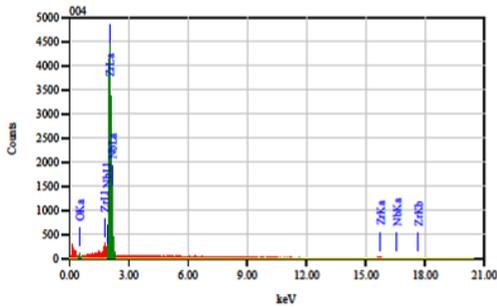


Gambar 3. Foto struktur mikro dengan mikroskop optik hasil cor untuk paduan: (a) Zr-2,5Nb, dan (b) Zr-2,5Nb-0,5Mo. Etsa 60% HCl-40% HF

Struktur mikro hasil uji metalografi pada Gambar 3(a) dan 3(b) tersebut teramati memiliki ukuran butir yang halus dan homogen. Akan tetapi butir dari paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo tampak lebih halus, dan cacat rongga tidak terdeteksi (Gambar 3(b)). Hal ini menunjukkan hasil peleburan dalam pembuatan ingot paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo cukup homogen.



(a)



(b)

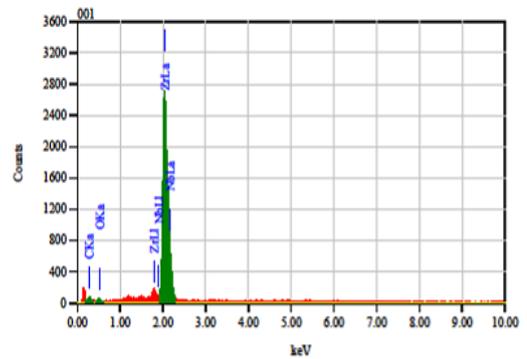
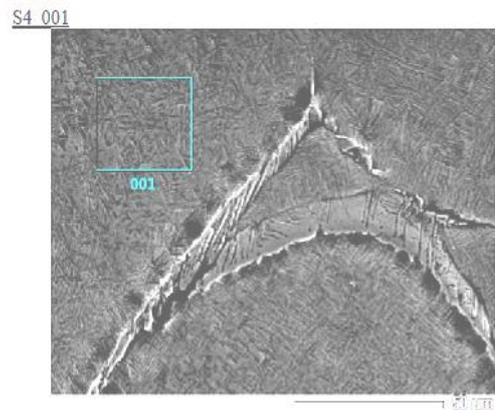
Element	(keV)	Mass (%)	Error (%)	Atom (%)	K
O K	0,525	0,55	23,64	2,0652	
Zr L	2,042	66,01	0,36	70,80	90,7184
Nb L*	2,166	6,75	0,35	5,36	7,2163

Gambar 4. (a) Morfologi paduan Zr-Nb hasil pengamatan SEM, dan (b) Spektrum dan komposisi kualitatif unsur pepadu. Etsa larutan HNO₃ dan HF

Gambar 4(a) memperlihatkan morfologi permukaan dari paduan Zr-Nb dengan SEM. Morfologi nampak seragam dengan butiran halus berbentuk jarum-jarum kecil yang menyebar ke seluruh permukaan sampel. Gambar 4b menunjukkan hasil analisis komposisi unsur pada permukaan ingot paduan Zr-Nb secara kualitatif dengan SEM-EDS. Hasil penembakan menunjukkan adanya unsur Zr dan Nb

dengan persentase massa untuk Zr 66,01 w% dan Nb 6,75 w% yang menunjukkan terdeteksinya atom Nb yang terlarut dalam Zr dan menyebabkan paduan Zr-Nb lebih keras dan lebih tahan korosi dari logam Zr.

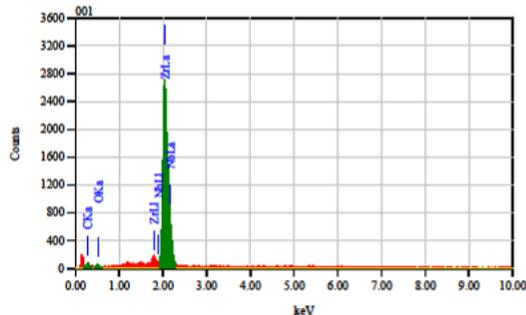
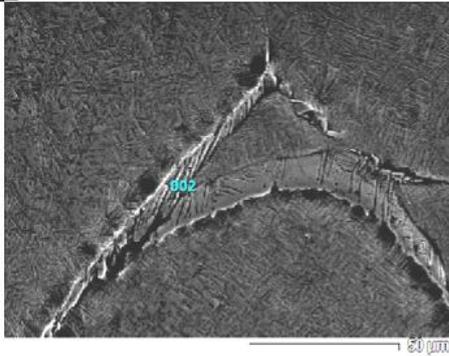
Gambar 5 menunjukkan adanya neobium yang terdeteksi pada matrik paduan Zr-2,5Nb dan Zr-2,5Nb-0,5Mo, sedangkan molibdenum terdeteksi di batas butir pada paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo dengan prosentase kandungan yang kecil sebesar 0,18 % berat. Hasil observasi dengan SEM mengindikasikan bahwa atom Nb larut dalam matrik Zr sedangkan atom Mo membentuk larutan padat dalam batas butir^[12].



Element	(keV)	Mass (%)	Error (%)	Atom (%)	K
Zr L	2,042	94,04	0,36	94,14	93,78683
Nb L*	2,166	5,96	0,35	5,86	6,1317
Total		100,00		100,00	

(a)

S4 002



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3060

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	K
C K	0.277	8.95	0.27	37.08	1.0521
O K	0.525	3.79	0.36	11.78	1.8591
Al K	1.486	0.86	0.11	1.58	0.6921
Ge K	9.874	17.27	1.29	11.84	22.1993
Zr L	2.042	68.96	0.26	37.63	74.0666
Mo L*	2.293	0.18	0.37	0.09	0.1309
Total		100.00		100.00	

(b)

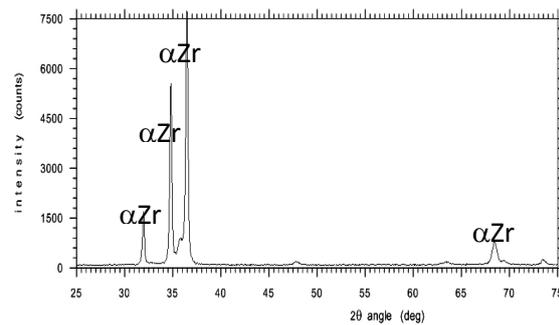
Gambar 5. Morfologi dan spektrum hasil uji SEM-EDS dalam paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo untuk ; (a) bagian matrik dari fasa α -Zr, (b) pada batas butir. Etsa 60% HCl-40% HF

Hasil Uji XRD

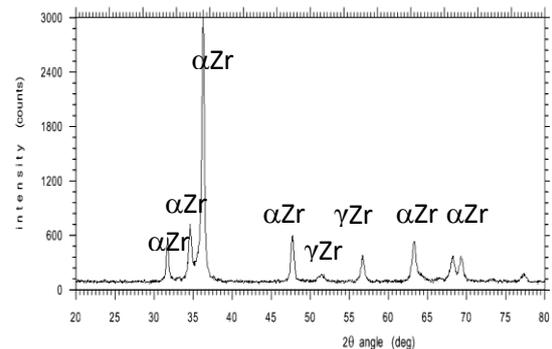
Untuk meneliti fasa yang terbentuk dalam paduan dilakukan pengujian XRD. Hasil uji XRD untuk kedua paduan ditunjukkan pada Gambar 6 dan Gambar 7.

Pada pola difraksi paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo dalam Gambar 7 terdeteksi adanya fasa sekunder (γ -Zr). Fasa ini dimungkinkan terbentuk akibat penambahan Mo yaitu pada sudut $2\theta = 51^\circ$ dan 56° . Terbentuknya fasa kedua ini teramati dalam foto SEM pada Gambar 5(b), fasa γ -Zr berbeda dengan fasa α -Zr, karena fasa γ -Zr ini mengandung molibdenum, dan hanya terdeteksi dengan

EDS dan terdistribusi pada batas butir. Keberadaan fasa sekunder γ -Zr yang muncul akibat penambahan molibdenum, berkontribusi pada peningkatan kekerasan material, hal ini disebabkan karena terdistribusinya partikel fasa γ -Zr pada batas butir menyebabkan gerakan dislokasi terkunci, sehingga meningkatkan kerapatan dislokasi pada material paduan Zr-2,5Nb-0,6Mo. Selain itu keberadaan molibdenum menjadi pemicu untuk penghalusan butir dalam paduan Zr-2,5Nb-0,6Mo, yang berakibat pada peningkatan kekerasan paduan.



Gambar 6. Hasil uji XRD untuk ingot paduan Zr-2,5Nb, struktur hanya menunjukkan fasa α -Zr



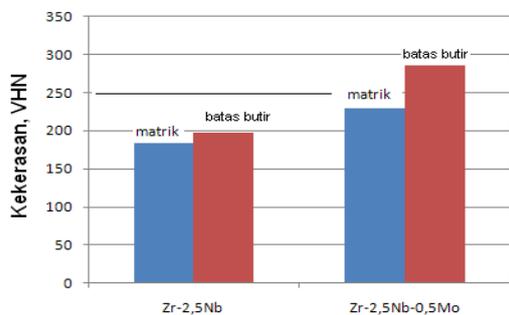
Gambar 7. Hasil XRD dari paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo menunjukkan adanya fasa α -Zr dan γ -Zr

Hasil Uji Keras dan Uji Korosi

Uji keras dengan metoda Vickers skala mikro dilakukan pada ingot Zr-2,5%Nb hasil peleburan. Harga kekerasan untuk paduan Zr-2,5Nb pada area matriks adalah sebesar 183 VHN, sedangkan pada batas butir sebesar 197 VHN. Untuk paduan Zr-

2,5Nb-0,5Mo kekerasan meningkat pada area matrik menjadi 230 VHN, dan 286 VHN pada batas butir seperti ditunjukkan pada Gambar 8.

Peningkatan kekerasan bila dihubungkan dengan struktur mikro yang terbentuk terjadi akibat ukuran butir yang sangat halus berbentuk jarum-jarum kecil yang homogen (Gambar 5). Dibandingkan dengan bahan implan komersial CoCrMo dengan kondisi pengujian yang sama dengan kekerasan 300 VHN^[13], dan material baja tahan karat SS 316L sebesar 190 VHN, nilai kekerasan paduan Zr-2,5Nb setelah penambahan Mo sebesar 230 VHN di daerah matrik dan 286 VHN di batas butir. Hal ini menunjukkan kekerasan yang baik untuk paduan zirkonium sebagai material implan.



Gambar 8. Harga kekerasan ingot paduan Zr-2,5Nb dan Zr-2,5Nb-0,5Mo

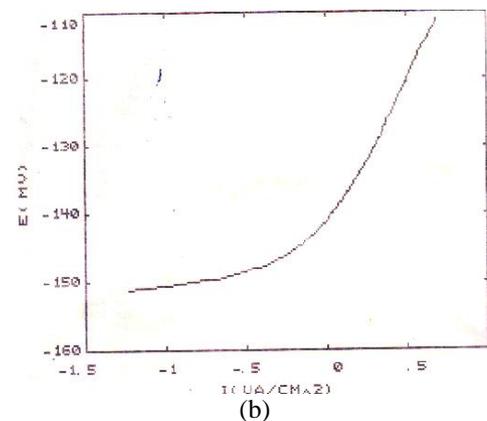
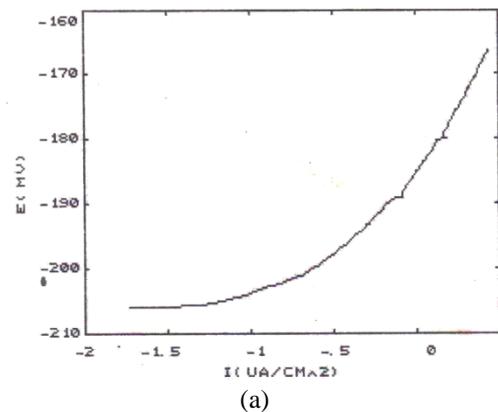
Hasil Uji Korosi

Gambar 9 menunjukkan grafik E (tegangan) vs I (arus) hasil uji korosi paduan Zr-2,5Nb dan paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo dalam lingkungan cairan SBF (*simulated body fluid*). Komposisi dari larutan tiruan cairan tubuh (SBF) ditunjukkan dalam Tabel 1.

Berdasarkan grafik dalam Gambar 9, nilai arus korosi untuk paduan Zr-2,5Nb sebesar $0,23 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ dan menghasilkan nilai laju korosi sebesar $0,1023 \text{ Mpy}$. Untuk paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo nilai arus korosi adalah sebesar $0,2 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ dengan laju korosi sebesar $0,089 \text{ Mpy}$.

Data untuk korosi dari paduan

komersial untuk material bio-implan yang diuji dengan kondisi larutan yang sama menunjukkan untuk Ti-6Al-4V sebesar $0,1 \text{ A}/\text{cm}^2$, SS316 L sebesar $0,226 \text{ mpy}$ ^[13]. Nilai laju korosi paduan Zr-2,5Nb yang kecil ini menunjukkan bahwa material berbasis zirkonium memiliki ketahanan korosi yang tinggi. Dari data hasil uji diperoleh kekerasan dan ketahanan korosi paduan zirkonium cukup baik untuk dijadikan material bio-implan. Dibandingkan dengan bahan komersial untuk bio-implan dari baja tahan karat 316L, ketahanan korosi paduan lebih baik, demikian pula kekerasan lebih tinggi sehingga ketahanan aus juga akan lebih tinggi. Dibandingkan dengan paduan komersial CoCrMo yang diuji dalam larutan simulasi bodi dengan laju korosi $0,0360 \text{ mpy}$ ^[14], laju korosi paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo masih di bawah paduan komersial tersebut.



Gambar 9. Hasil uji korosi untuk ; (a) ingot paduan Zr-2,5Nb, dan (b) ingot paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo dalam larutan tiruan cairan tubuh (SBF)

Berdasarkan grafik dalam Gambar 9, nilai arus korosi untuk paduan Zr-2,5Nb sebesar $0,23 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ dan menghasilkan nilai laju korosi sebesar 0,1023 Mpy. Untuk paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo nilai arus korosi adalah sebesar $0,2 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ dengan laju korosi sebesar 0,089 Mpy.

Data untuk korosi dari paduan komersial untuk material bio-implan yang diuji dengan kondisi larutan yang sama menunjukkan untuk Ti-6Al-4V sebesar $0,1 \text{ A}/\text{cm}^2$, SS316 L sebesar $0,226 \text{ mpy}$ ^[13]. Nilai laju korosi paduan Zr-2,5Nb yang kecil ini menunjukkan bahwa material berbasis zirkonium memiliki ketahanan korosi yang tinggi. Dari data hasil uji diperoleh kekerasan dan ketahanan korosi paduan zirkonium cukup baik untuk dijadikan material bio-implan. Dibandingkan dengan bahan komersial untuk bio-implan dari baja tahan karat 316L, ketahanan korosi paduan lebih baik, demikian pula kekerasan lebih tinggi sehingga ketahanan aus juga akan lebih tinggi. Dibandingkan dengan paduan komersial CoCrMo yang diuji dalam larutan simulasi bodi dengan laju korosi $0,0360 \text{ mpy}$ ^[14], laju korosi paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo masih di bawah paduan komersial tersebut.

KESIMPULAN

Dari studi pembuatan paduan Zr-2,5Nb dan Zr-2,5Nb-0,5Mo dengan proses peleburan dalam tungku busur listrik dapat ditarik kesimpulan bahwa dengan penambahan 0,5 %berat molibdenum dalam paduan berbasis Zr-Nb menghasilkan fasa α -Zr sebagai matriks dan fasa sekunder γ -Zr yang terbentuk di batas butir. Selain itu terjadi fenomena penghalusan butir dalam paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo. Fenomena ini menghasilkan peningkatan harga kekerasan paduan Zr-2,5Nb-0,6Mo sebesar 47 VHN, karena dislokasi semakin terhalang pergerakannya oleh terbentuknya fasa γ -Zr yang mengandung molibdenum pada batas butir. Penambahan molibdenum juga

meningkatkan ketahanan korosi dalam paduan Zr-2,5Nb-0,5Mo. Laju korosi yang dihasilkan adalah sebesar 0,089 mpy, relatif lambat bila dibandingkan dengan paduan Zr-2,5Nb dengan laju korosi sebesar 0,103 mpy. Paduan Zr-2,5Nb dapat dikembangkan lebih lanjut sebagai kandidat bahan biomaterial dengan pengujian tribologi dan tes in-vivo.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Neilgibson, Hermann Stamm. 2002. „The Use of Alloys in Prosthetic Devices.” *Business Briefing Medical Device Manufacturing & Technology*
- [2] Kamachi Mudali U., Sridhar T.M., Baldevraj. 2003., „Corrosion of bio-implants.” *Sadhana.* : Vol. 28, Parts 3 & 4, June/August, page 604.
- [3] Lustman. B and Kerze Jr. F. 1955. „*The Metallurgy of Zirconium*”, 1st edition, Mc. Graw-Hill Book Co., New York.
- [4] Lee. KY, Slavinsky. JP, Ries. MD, Blumenkrantz. G, Majumdar. S. 2005. „Magnetic resonance imaging of in vivo kinematics after total knee arthroplasty”. *Journal Magnetic Resonance Imaging.* Feb, 21(2):172-8.
- [5] Lyle. D, Zardiackas, Matthew. J, Kraay; Howard L. Freese., Titanium, Niobium, Zirconium, and Tantalum for Medical and Surgical Applications”. *ASTM.* STP 1471
- [6] Gordon Hunter, Jim Dickinson, Brett Herb, Ron Graham. July-August 2005. „Creation of Oxidized Zirconium Orthopaedic Implants”. *Journal of ASTM International.*: Vol 2, No 7.
- [7] Sugondo. 2005. „Peranan Pemadu Sn, Fe, Cr, Nb, dan Mo dalam Zirkaloi”. *URANIA.*: No 41/Thn.XI/Januari 2005. PTBN-BATAN.
- [8] Lee. J.H, Hwang. S.K. 2003. „Effect of Mo Addition on the Corrosion Resistance of Zr-Based Alloy in Water Containing LiOH”. *Journal of Nuclear Materials.*: Vol 321, page 238-248.

- [9] Sabol. G.P, Comstuck. R.J, Nayak. U.P. 2000. „Effect of Dilute Alloy Additions of Molibdenum, Niobium and Vanadium on Zirconium Corrosion, Zirconium in the Nuclear Industry”. *12th International Symposium.*: page 525-543.
- [10] Philip. C. Mitchell. H. „Database of Molybdenum in Human Health and the Environment”. *International Molybdenum Association.* London, United Kingdom.
- [11] Yuant Tiandho, Posman Manurung, Futichah. Januari 2013. „Pengaruh Unsur Padu Mo dan Proses Fabrikasi Terhadap Kekerasan Plat Zirlo-Mo”. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika.* : Vol. 01, No. 01.
- [12] Basuki Agung Sujanto. 2005. „Pembuatan Paduan Zr-Nb-Si: Pemodelan Termodinamik”. *Prosiding Hasil Hasil Penelitian PEBN-BATAN.* ISSN 0854 – 5561.
- [13] M.N. Indro, H.Wiranata, S.G. Sukaryo. 10 Nopember 2012. „Hardness and Corrosion Rate of CoCrMo”. *Prosiding Seminar Nasional V.* Bogor.
- [14] Zainab yaquob atiya, Murtdha Adhab .Siyah. 2012. „Inhibitive Action of Ellagic Acid on Corrosion Behavior of (316 L SS) in Simulated Body Fluid.” *The Iraqi Journal For Mechanical And Material Engineering.*: Vol.12, No.2.

ANALISIS STRUKTUR DAN PEMODELAN KRISTAL CALCIUM MANGANESE OXIDE (CaMnO₃)

Sigit Dwi Yudanto* dan Yuswono
Pusat Penelitian Metalurgi - LIPI
Kawasan Puspiptek Gedung 470, Tangerang Selatan
E-mail : *sigi008@lipi.go.id

Masuk tanggal : 21-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

ANALISIS STRUKTUR DAN PEMODELAN KRISTAL CALCIUM MANGANESE OXIDE (CaMnO₃). Material CaMnO₃ mempunyai sifat magnet dan listrik yang baik sehingga dapat diaplikasikan sebagai material magnetoresistan dan termoelektrik. Sintesis Ti doping calcium manganese oxide (CaMnO₃) dilakukan dengan menggunakan metode *mechanical milling* yang dilanjutkan dengan reaksi sintering. Sintesis dilakukan untuk mengetahui pengaruh doping Ti sebesar 0,2 %berat terhadap struktur kristal CaMnO₃. Analisis struktur Ti doping calcium manganese oxide (CaMnO₃) dari hasil XRD (X-ray diffraction) menggunakan GSAS (*general structure analysis system*) dan bertujuan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dari hasil pendopingan. Analisis menggunakan model struktur kristal ortorombik (Pnma) berdasarkan hasil klarifikasi pola difraksi dengan ICDD (*International Centre for Diffraction Data*). Dari penghalusan pola difraksi sinar-X diperoleh parameter kisi a= 5,3010 Å, b= 7,4823 Å dan c= 5,2837Å. Nilai $\chi^2 = 1,029$ dan $W_{Rp} = 4,96\%$. Massa jenis hasil perhitungan adalah 4,488 gr/cm³.

Kata kunci : Sintesis, Analisis Struktur, Calcium Manganese Oxide, Penghalusan, Parameter kisi

Abstract

STRUCTURE ANALYSIS AND MODELING OF CRYSTAL CALCIUM MANGANESE OXIDE (CaMnO₃). CaMnO₃ material has good magnetic and electric properties that can be applied as magnetoresistance and thermoelectric materials. Synthesis of Ti-doped Calcium Manganese Oxide (CaMnO₃) performed using mechanical milling method was followed by sintering reaction. Synthesis is done to determine the effect of Ti 0.2 wt.% doped CaMnO₃ crystal structure. GSAS (*general structure analysis system*) was used to analyse and determine the crystal structure of Ti-doped CaMnO₃ from XRD (X-ray diffraction) result. Analysis of the crystal structure using orthorhombic (Pnma) model based on the results of the diffraction pattern with ICDD clarification. By refine the pattern of XRD, we obtained the lattice parameters of a = 5.3010 Å, b = 7.4823 Å and c = 5.2837 Å. Value $\chi^2 = 1.029$ and $W_{Rp} = 4.96\%$. The density by the calculation is 4.488 gr/cm³.

Keywords : Synthesis, Structure Analysis, Calcium Manganese Oxide, Refinement, Lattice parameter

PENDAHULUAN

Material CaMnO₃ mempunyai sifat magnet dan listrik yang baik. Material tersebut dapat diaplikasikan sebagai material magnetoresistan dan termoelektrik. Pada pemanfaatannya sebagai material termoelektrik, material tersebut harus mempunyai nilai *figure of merit* (FoM) yang tinggi. Beberapa material telah diinvestigasi nilai FoM nya antara lain PbTe, Bi₂Te₃, SiGe dan lain-lain. Nilai FoM erat kaitannya dengan

koefisien Seebeck, dimana koefisien Seebeck ini menjadi parameter bahwa material tersebut mempunyai sifat *thermoelectricity*^[1].

Nilai FoM suatu material dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$Z = \frac{S^2\sigma}{\kappa} \dots\dots (1)$$

dimana Z adalah FoM, S adalah koefisien Seebeck, σ adalah konduktivitas listrik dan κ adalah konduktivitas panas^[2]. Untuk mendapatkan nilai FoM yang tinggi maka

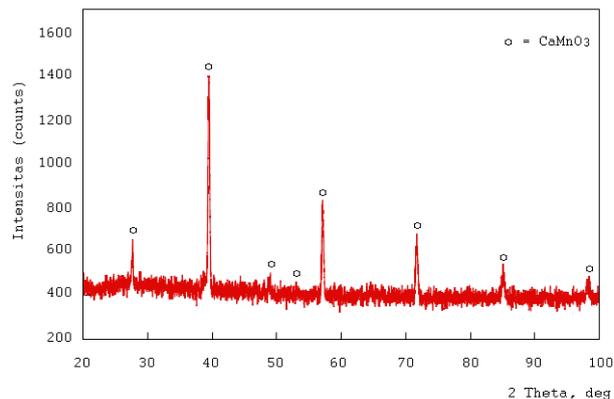
konduktivitas listrik bahan harus ditingkatkan dan konduktivitas termalnya harus diturunkan. Dengan meningkatnya nilai *FoM* maka akan mendapatkan efisiensi yang besar.

Beberapa upaya dilakukan untuk meningkatkan kinerja material CaMnO_3 sebagai material termoelektrik. Salah satu upaya yang dilakukan adalah pendopongan unsur tertentu, misalnya Bi, Y, La, Ce Nd, Tb, Ho, Yb, Lu, dan lain-lain baik pada situs Ca maupun situs Mn. Jeffrey W. Fergus^[3] melakukan pendopongan Iterbium di situs Ca dan Niobium di situs Mn. Sedangkan J.W. Parka, dkk^[4] melakukan pendopongan Bi dan Nb masing-masing berurutan pada situs Ca dan Mn.

Dekomposisi MnCO_3 terjadi pada suhu diatas $327\text{ }^\circ\text{C}$ dan semakin cepat terjadi pada suhu $418\text{ }^\circ\text{C}$ ^[5]. MnCO_3 terdekomposisi secara sempurna pada suhu $430\text{ }^\circ\text{C}$ dan selanjutnya terjadi reduksi MnO menjadi Mn_2O_3 ^[5]. Sesuai dengan diagram fasa sistem Ca-Mn-O, pembentukan CaMnO_3 terjadi pada rentang suhu $1200 - 1500\text{ }^\circ\text{C}$ ^[6].

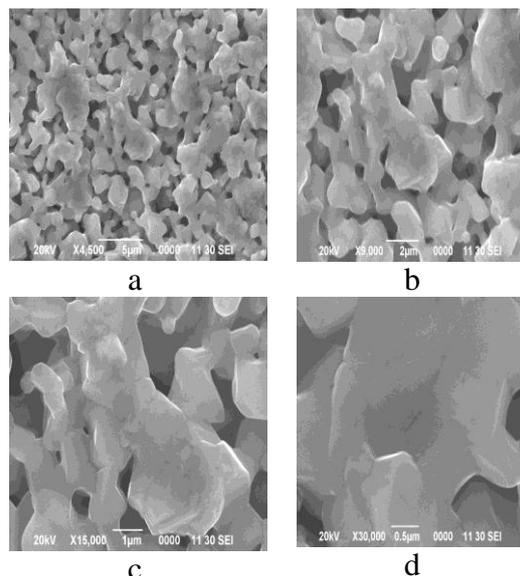
PROSEDUR PERCOBAAN

Percobaan dilakukan untuk membuat material *calcium manganese oxide* (CaMnO_3) yang didoping dengan Ti. Sintesis menggunakan serbuk CaCO_3 (Merck), MnCO_3 (Sigma Aldrich) dan TiO_2 . Bahan-bahan tersebut dicampur sesuai dengan stoikiometri dan digerus selama 20 jam dengan menggunakan *planetary ball milling*. Hasil penggerusan dikalsinasi pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam. Setelah kalsinasi, campuran hasil kalsinasi digerus lagi selama 12 jam. Kemudian hasil penggerusan dibentuk menjadi *pellet* berdiameter 2,5 cm dan ketebalan 2 mm dengan tekanan 7 ton. *Pellet* disinter pada suhu $1250\text{ }^\circ\text{C}$ yang ditahan selama 6 jam pada lingkungan atmosfer udara.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X Ti *doping* CaMnO_3 pada suhu kamar

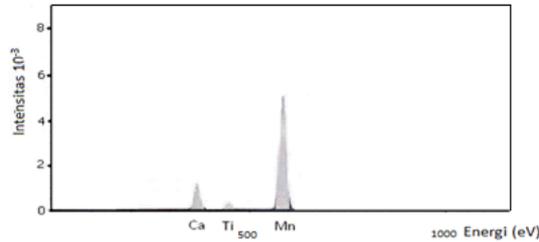
Hasil sintering diklarifikasi dengan menggunakan ICDD (*international centre for diffraction data*). Pola pantulan difraksi sinar-X sampel hasil sintering pada Gambar 1 memperlihatkan bahwa semua puncak difraksi adalah fasa CaMnO_3 . Puncak pantulan difraksi ini sesuai dengan ICDD PDF-2 No. # 050-1746 yaitu fasa CaMnO_3 dengan sistem kristal ortorombik. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa sampel Ti *doping* CaMnO_3 hasil sintering merupakan fasa tunggal.



Gambar 2. Citra Mikroskop Elektron (JEOL JSM 6390A) Ti *doping* CaMnO_3 dengan perbesaran; (a) 4,5k; (b) 9k; (c) 15 k; (d) 30k

Struktur permukaan sampel hasil sintering dilihat dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*). Hasil SEM menunjukkan bahwa struktur sampel

Ti *doping* CaMnO₃ mempunyai bentuk yang halus^[4]. Tidak ada pengotor yang terlihat pada struktur meskipun masih terdapat banyak pori. Banyaknya pori ini mungkin disebabkan kurang besarnya tekanan pada saat pembuatan *pellet*, kurang tingginya suhu sintering dan lama waktu penahanan selama sintering.

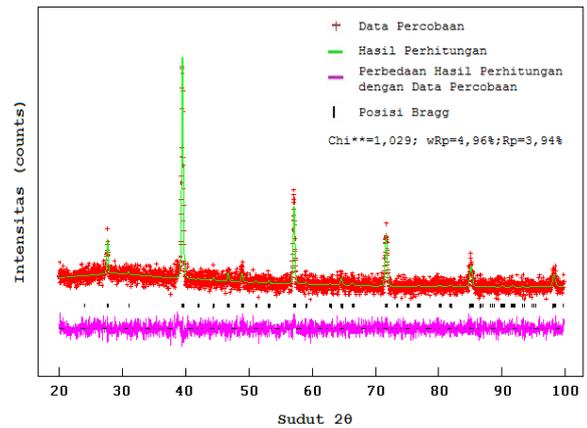


Gambar 3. Hasil *X-ray fluorescence* sampel Ti *doping* CaMnO₃

Sampel hasil sintering dikarakterisasi dengan menggunakan XRF (*X-ray fluorescence*) untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam sampel tersebut. Dari hasil karakterisasi didapatkan bahwa unsur yang terkandung dalam sampel hasil sintering terdiri dari Ca, Mn dan Ti seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3. Dari hasil XRF ini menunjukkan bahwa sampel hasil sintesis tidak mengandung pengotor atau tidak terdapat unsur lain selain unsur dari bahan penyusun material tersebut.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Material hasil sintering telah dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, XRF, dan SEM. Dari hasil karakterisasi atau analisis kualitatif pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa pendopongan 0,2 wt.% Ti tidak mengubah struktur kristal CaMnO₃. Untuk mengetahui kristalografi hasil pendopongan 0,2 wt.% Ti terhadap kristal CaMnO₃ menggunakan perangkat lunak GSAS (*general structure analysis system*). Perangkat lunak ini digunakan untuk memperoleh data kristalografi dan parameter kisi kristal material hasil sintesis dengan cara penghalusan pola difraksi sinar-X material tersebut.



Gambar 4. Hasil penghalusan pola difraksi sinar-X Ti *doping* CaMnO₃^[7]

Analisis kuantitatif pola difraksi sinar-X sampel dilakukan dengan penghalusan pola difraksi sinar-X material hasil sintering. Perbandingan pola difraksi sinar-X dengan hasil penghalusan ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil penghalusan tersebut hampir mendekati pola difraksi sinar-X material Ti *doping Calcium Manganese Oxide* (CaMnO₃). Hal ini ditunjukkan dengan nilai χ^2 yang hampir mendekati 1, yaitu sebesar 1,029 dan nilai $wR_p = 4,96\%$ serta nilai $R_p = 3,94\%$ ^[7]. Dari hasil penghalusan diperoleh data kristalografi dan parameter kisi dari hasil sintesis yang ditunjukkan pada Tabel 1. Posisi atom Ti *doping* CaMnO₃ ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 1. Data kristalografi dan parameter kisi hasil penghalusan Ti *doping* CaMnO₃

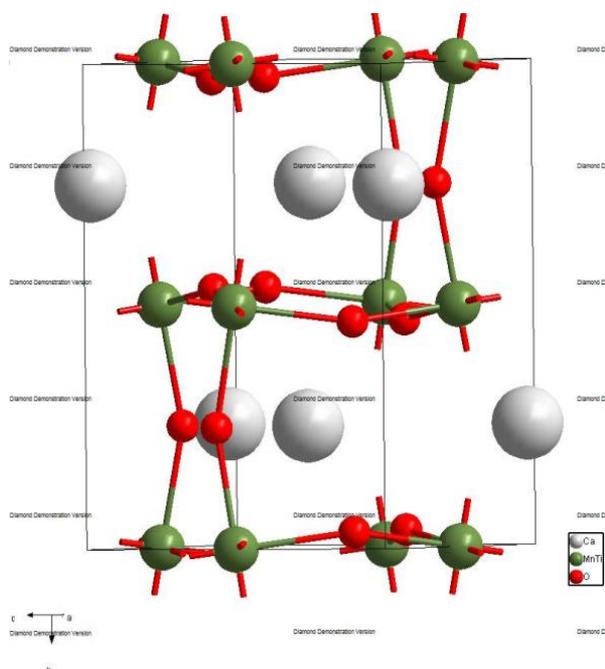
Ti <i>doping</i> CaMnO ₃			
Sistem kristal	Orthorhombic		
Space Group	Pnma (62)		
Parameter kisi	a (Å)	b (Å)	c (Å)
	5,3010	7,4823	5,2837
	α	β	γ
	90	90	90
Volume	209,571		
Chi ²	1,029		
W _{Rp}	4,96%		
R _p	3,94%		
Formula berat satuan	566,430		
Massa jenis sel (gr/cm ³)	4,488		
Fraksi berat	100%		

Tabel 2. Posisi atom struktur kristal hasil penghalusan Ti *doping* CaMnO₃^[8]

Posisi atom	x	y	z	Occupation
Ca	0,0288	0,2500	-0,0008	1
Mn	0,0000	0,0000	0,5000	0,8
Ti	0,0000	0,0000	0,5000	0,2
O	0,4890	0,2500	0,0670	1
O	0,2850	0,0330	0,7110	1

Pergeseran parameter kisi terjadi pada struktur kristal Ti *doping* CaMnO₃, dimana parameter kisi awal CaMnO₃ sebelum penghalusan adalah $a = 5,3193 \text{ \AA}$, $b = 7,4148 \text{ \AA}$ dan $c = 5,2093 \text{ \AA}$ ^[8]. Ini menunjukkan bahwa dengan pendopongan Ti pada kristal CaMnO₃ terjadi pergeseran parameter kisi dari kristal tersebut.

Dari hasil penghalusan pola difraksi sinar-X didapatkan koordinat masing-masing atom pada kristal material Ti *doping* CaMnO₃. Dengan adanya koordinat masing-masing atom ini, maka dapat digunakan untuk menggambarkan struktur kristal dari CaMnO₃. Hasil visualisasi 3D struktur kristal Ti *doping* CaMnO₃ dengan menggunakan perangkat lunak *Diamond Demonstration Version 3.2i* ditunjukkan pada gambar 5.



Gambar 5. Visualisasi model 3D struktur kristal CaMnO₃^[8]

Pemodelan struktur kristal menggunakan parameter kisi dan posisi atom hasil penghalusan pola difraksi sinar-X material Ti *doping* CaMnO₃. Karena percobaan ini adalah pendopongan Ti terhadap kristal CaMnO₃, maka diharapkan atom Ti menempati situs atom Mn.

KESIMPULAN

Sintesis Ti *doping* CaMnO₃ telah berhasil dilakukan. Sintesis dilakukan dengan menggunakan metode *mechanical milling* yang dilanjutkan dengan proses reaksi sintering. Hasil sintering dikarakterisasi dengan XRD, SEM dan XRF. Pola difraksi sinar-X hasil sintering diklarifikasi dengan ICDD dan sesuai dengan ICDD PDF-2 No. # 050-1746 Tahun 2003 yaitu fasa CaMnO₃ dengan sistem kristal ortorombik. Hasil pendopongan Ti 0,2 wt.% pada CaMnO₃ tidak mengubah struktur kristalnya. Parameter kisi hasil *penghalusan* pola difraksi sinar-X Ti *doping* CaMnO₃ adalah $a = 5,3010 \text{ \AA}$, $b = 7,4823 \text{ \AA}$ dan $c = 5,2837 \text{ \AA}$. Massa jenis perhitungan Ti *doping* CaMnO₃ adalah $4,488 \text{ gr/cm}^3$.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Terry M. Tritt and M. A. Subramanian. 2006., "Thermoelectric Materials, Phenomena, and Applications: A Bird's Eye View". *Material Research Society Bulletin.*: Vol. 31, p.188-198.
- [2] Terry M. Tritt. 2001., "Recent Trends in Thermoelectric Materials Research III Volume 71 : Semiconductors and Semimetals". *London : Academic Press.*
- [3] Jeffrey W. Fergus. 2012., "Review : Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion". *Journal of the European Ceramic Society.*: Vol. 32, p. 525-540.
- [4] J. W. Parka, D. H. Kwak, S. H. Yoon, S. C. Choi. 2009.

- „Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted CaMnO_3 at high temperature”. *Journal of Alloys and Compounds*.: Vol. 487, p.550–555.
- [5] L. Biernacki and S. Pokrzywnicki. 1999.,„The Thermal Decomposition of Manganese Carbonate: Thermogravimetry and exoemission of electrons”. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*.: Vol. 55, p.227-232.
- [6] H. S. Horowitz and J. M. Longo. 1978.,„Phase Relations in the Ca-Mn-O System. United States”. *Material Research Bulletin*.: Vol. 13, p. 1359-1359.
- [7] A. C. Larson, R. B. Von Dreele. 2004.,„General Structure Analysis System (GSAS)”. *University of California, Los Alamos National Laboratory Report LAUR*.: 86-748
- [8] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, J. X. Zhang. 2011.,„First principle investigation of electronic structure of CaMnO_3 thermoelectric compound oxide”. *Journal of Alloys and Compounds*.: Vol. 509, p.542–545.

PENGARUH UNSUR Ni, Cr DAN Mn TERHADAP SIFAT MEKANIK BAJA KEKUATAN TINGGI BERBASIS LATERIT

Rahardjo Binudi* dan Bintang Adjiantoro

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

E-mail : *rbinudi@yahoo.com

Masuk tanggal : 17-09-2013, revisi tanggal : 15-02-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

PENGARUH UNSUR Ni, Cr DAN Mn TERHADAP SIFAT MEKANIK BAJA KEKUATAN TINGGI BERBASIS LATERIT. Bijih nikel laterit kadar rendah yang mengandung 0,8-1,5% Ni dan 30-45% Fe dapat diproses untuk menjadi baja dengan kandungan nikel antara 1,5 hingga 4%. Baja dengan kandungan nikel sejumlah ini mempunyai potensi untuk menunjukkan kinerja tinggi ditinjau dari sisi kekuatan mekanik, ketahanan temperatur rendah (kriogenik), ketahanan korosi, kemampuan las yang baik. Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk membuat baja sintetis paduan dengan melebur skrap baja karbon rendah dan menambahkan unsur nikel (Ni), krom (Cr) dan mangan (Mn) pada kisaran yang dimiliki oleh baja unggul yang diperkirakan diperoleh dari peleburan bijih nikel laterit kadar rendah. Hasil percobaan menunjukkan bahwa baja sintetis paduan D dengan penambahan 0,83% berat Mn, 0,97% berat Cr dan 3,68% berat Ni menghasilkan sifat mekanik yang lebih baik dibandingkan paduan baja sintetis lainnya. Kekuatan luluh dan kekuatan tarik maksimum yang diperoleh pada baja sintetis paduan D adalah sebesar 556,2 N/mm² dan 834 N/mm² dengan elongasi sebesar 10%, sedangkan kekerasan mencapai 358,38 BHN. Peningkatan sifat mekanik pada baja sintetis D dimungkinkan karena terbentuknya karbida (Fe,Mn)₃C dan (Fe,Cr)₃C.

Kata kunci : Baja kekuatan tinggi, Laterit, Nikel, Krom, Mangan, Sifat mekanik

Abstract

EFFECT OF ELEMENTS Ni, Cr Mn AND MECHANICAL PROPERTIES OF HIGH STRENGTH STEEL BASED LATERITE. Low grade laterite nickel ore containing of 0.8 to 1.5% wt Ni and 30-45% wt Fe can be processed to steels with nickel content between 1.5 to 4%. Steel with those nickel content have the potential to demonstrate high performance in terms of the mechanical side, low temperature resistance (cryogenic), as well as corrosion resistance. Therefore, this study aims to create synthetic alloy steel by melting scrap low carbon steel and adds the element nickel (Ni), chromium (Cr) and manganese (Mn) in the range owned by the expected superior steel obtained from the smelting of nickel laterite ore grade lower. The experimental results show that the synthetic alloy steel D with the addition of 0.83 wt% Mn, 0.97 wt% Cr and 3.68 wt% Ni providing better mechanical properties than other synthetic steel alloys. Yield strength and maximum tensile strength obtained in the synthetic alloy steel D approximately around 556.2 N/mm² and 834 N/mm² with elongation of 10%, while achieving of hardness around 358.38 BHN. Improving mechanical properties of the steel is made possible due to the formation of synthetic steel D carbide (Fe, Mn)₃C and (Fe, Cr)₃C.

Keywords : High strength steel, Laterite, Nickel, Chromium, Manganese, Mechanical properties

PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumber daya alam yang cukup melimpah untuk menghasilkan baja kualitas tinggi yang kita sebut sebagai baja laterit. Sumber daya ini berasal dari bijih nikel kadar rendah jenis limonitik yang mengandung nikel antara 0,8 hingga 1,5% dan besi antara 35 hingga 45%^[1]. Kandungan nikel ini berpotensi untuk

memberikan sifat unggul, kekuatan tinggi, tahan korosi, sifat mampu las dan sifat kriogenik^[1]. Baja yang dihasilkan dari bijih jenis ini akan memiliki kandungan nikel antara 1,52% hingga 4%.

Baja yang kita namakan baja laterit memiliki potensi aplikasi untuk berbagai kebutuhan khusus, antara lain untuk aplikasi kelautan^[1]. Indonesia sebagai

negara kepulauan, tentu sangat membutuhkan baja unggul semacam ini.

Bijih nikel laterit kadar rendah memiliki kandungan nikel, krom dan mangan yang apabila dilebur menjadi baja akan memperbaiki sifat mekanisnya. Untuk mengkonfirmasi hal di atas maka pada penelitian ini akan dibuat baja sintetis paduan dengan melebur skrap baja dan menambahkan unsur nikel (Ni), krom (Cr) dan mangan (Mn) pada kisaran yang dimiliki oleh baja unggul yang diperkirakan diperoleh dari peleburan bijih nikel laterit kadar rendah. Baja unggul ini diusulkan untuk diberi nama baja unggul laterit^[1]. Dari masing-masing baja sintetis paduan yang dibuat kemudian dilakukan analisa komposisi kimia dan pengujian mekanis yang memberikan gambaran pengaruh penambahan ketiga unsur tersebut.

Baja Unggul Laterit

Baja unggul laterit adalah baja yang dihasilkan dari peleburan bijih nikel laterit kadar rendah dengan mengutamakan pemanfaatan kandungan nikelnya. Biasanya penggunaan nikel ini dihindari karena harganya yang mahal dibanding unsur pepadu lain seperti krom dan mangan^[1].

Bijih nikel laterit kadar rendah jenis limonit dan bahkan lapisan penutup yang dikenal sebagai tudung besi (*iron caps*) memiliki kandungan nikel yang cukup memadai untuk menghasilkan baja bersifat unggul. Bijih limonit memiliki kandungan nikel 1,2-1,5% dan besi antara 30-40% bisa dilebur menjadi baja dengan kandungan nikel sekitar 3,0-4,5%. Sementara tudung besi dengan kandungan nikel antara 0,8-1,2% dan besi antara 40-45% bisa menghasilkan baja dengan kandungan nikel antara 1,8-3,0%^[2]. Perkiraan kandungan nikel dalam baja ini dihitung berdasarkan perkiraan bahwa seluruh kandungan besi dan nikel masuk ke dalam leburan baja. Perkiraan ini tidak sangat akurat tetapi dapat menjadi pemandu bagi kemungkinan kandungan

nikel di dalam baja. Dalam kenyataannya, kandungan nikel berkisar 3% sudah menjadi standar maksimal untuk berbagai jenis baja kekuatan tinggi, antara lain Weldom seri 900 sampai 1300 dari ASSAB^[3]. Kandungan krom dan mangan dapat diperoleh dari bijih maupun dengan penambahan unsur pepadu ferokrom dan feromangan.

Pengaruh Penambahan Unsur pada Baja

Unsur-unsur paduan ditambahkan untuk merubah sifat atau efektivitas baja.

Karbon (C)

Kehadiran karbon dalam besi diperlukan untuk membuat baja. Karbon penting untuk pembentukan sementit serta karbida lainnya dan pembentukan perlit, sferoidit, bainit, martensit dan besi – karbon. Kekerasan baja akan meningkat dengan penambahan lebih banyak karbon, sampai sekitar 0,65 %. Ketahanan aus dapat ditingkatkan sampai sekitar 1,5 %. Di luar jumlah ini, kenaikan karbon mengurangi ketangguhan dan meningkatkan kerapuhan^[4].

Mangan (Mn)

Baja karbon dapat mengandung unsur Mn sampai dengan 0,8%, yang sengaja ditambahkan ke dalam cairan untuk tujuan deoksidasi dan khususnya sebagai pengikat unsur belerang (S). Pada temperatur kamar, besi α mampu melarutkan unsur Mn sampai dengan 10%, dengan demikian kandungan Mn yang kecil tidak akan memunculkan fasa-fasa yang khusus pada struktur mikro baja karbon, kecuali mangan sulfida (MnS)^[5]. Sebagian dari Mn akan bersenyawa dengan sementit (Fe₃C) dan membentuk karbida besi mangan (Fe, Mn)₃C yang pada proses pemanasan akan sangat cepat terurai ke dalam austenit (γ) sehingga kristal campuran γ akan memuai tanpa dapat dicegah^[5]. Baja dengan kandungan Mn lebih tinggi akan sangat sensitif terhadap perlakuan pemanasan serta cenderung

memiliki butiran-butiran yang kasar. Suatu karakter khas dari baja paduan Mn tinggi adalah strukturnya yang berserat. Serat-serat ini terjadi karena Mn memiliki kemampuan reaksi yang tinggi dengan berbagai unsur nonmetalik menjadi MnO, MnS, MnO.SiO₂ dan (MnO)₂.SiO₂ yang terbentuk sebagai serat-serat memanjang^[4]. Juga akibat dari persenyawaannya dengan unsur belerang (S) menjadi mangan sulfida (MnS) yang memiliki temperatur lebur yang tinggi.

Mn juga terdapat dalam setiap baja tapi kandungannya kecil, namun baru dapat dikatakan unsur paduan jika kadarnya lebih dari 0,6 %. Semakin tinggi kadar Mn, semakin turun temperatur γ - α , sehingga baja dengan kadar Mn 1,2 % pada temperatur kamar masih berstruktur austenit. Kadar Mn yang kecil dapat meningkatkan kekuatan ferit, meningkatkan kekerasan dan menurunkan kecepatan pendinginan kritis. Oleh sebab itu baja dengan kadar Mn 1,0 sampai 1,2 % sudah dapat dikeraskan dengan pendinginan kejut oli^[4].

Khrom (Cr)

Kromium memiliki pengaruh yang hampir sama dengan mangan yaitu meningkatkan ketangguhan, kemampuan untuk dikeraskan dan tahan terhadap temperatur tinggi. Salah satu pengaruh yang sangat signifikan dengan penambahan krom pada baja adalah meningkatkan ketahanan korosi^[4]. Kromium berperan dalam pembentukan karbida. Senyawa karbida ini sangat keras dan dengan sendirinya kekerasan baja akan meningkat. Adanya senyawa karbida ini menyebabkan besi juga tahan aus. Kromium juga menyebabkan baja memiliki struktur butiran yang lebih halus, dan kromium juga menyebabkan turunnya kecepatan pendinginan kritis yang sangat besar.

Kadar kromium di dalam besi mulai dari 1,5% dan dikeraskan dalam oli^[5].

Nikel (Ni)

Nikel meningkatkan kekuatan ferit, sehingga meningkatkan kekuatan baja. Digunakan pada baja paduan rendah untuk meningkatkan ketangguhan dan kekerasannya. Ni menurunkan temperatur γ - α dengan cepat. Ni juga cenderung membantu mengurangi distorsi dan retak selama pendinginan pada proses perlakuan panas^[5].

Silikon (Si)

Silikon digunakan sebagai deoksidiser dalam pembuatan baja. Penambahan Si sedikit meningkatkan kekuatan ferit dan ketika digunakan bersama dengan paduan lainnya dapat membantu meningkatkan ketangguhan dan penetrasi kekerasan^[4].

PROSEDUR PERCOBAAN

Karakterisasi bahan baku dan hasil proses dilakukan dengan menggunakan peralatan uji sebagai berikut :

- Komposisi kimia menggunakan Spectrometer ARL- 3460
- Pengujian tarik menggunakan alat uji tarik UPM-1000
- Pengujian kekerasan dengan metoda Brinell (HB-30)



Gambar 1. Cetakan pasir CO₂ proses yang digunakan dalam pengecoran dan coran baja paduan sintetis

Bahan baku yang disiapkan, antara lain :

- Skrap baja karbon rendah(*mild steel*)

Sebelum dimulai proses peleburan, komposisi bahan baku skrap baja dianalisa untuk memudahkan perhitungan *material balance* komposisi target yang diinginkan.

Tabel 1 menunjukkan komposisi kimia skrap baja yang digunakan pada percobaan ini.

Tabel 1. Komposisi kimia skrap baja

Unsur	C	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
% berat	0,025	0,017	0,025	0,033	0,2	0,15	0,03	Bal

- *Master alloy* : Fe-Ni, Fe-Cr dan Fe-Mn

Tabel 2. Komposisi kimia feronikel^[6]

Unsur	Ni	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Co	Sn	Fe
% berat	16 >	3 <	5 <	0,3 <	0,05 <	0,03 <	2,5 <	0,10 <	Ni x 0,05	0,01 <	Bal

Tabel 3. Komposisi kimia ferokrom^[7]

Unsur	C	Cr	P	S	Si	Fe
Karbon Tinggi	6 – 9%	60-72%	0,045% maks	0,05% maks	-	Bal
Karbon Medium	2%	60%	0,04% maks	0,01% maks	-	Bal
Karbon Rendah	0,2% maks	60% min.	0,04% maks	0,01% maks	1,5% maks	Bal

Tabel 4. Komposisi kimia feromangan^[7]

Unsur	C	Mn	P	S	Si	Fe
Karbon Tinggi	8%	70-80%	0,45% maks	0,1% maks	2% maks	Bal
Karbon Medium	1,5% maks	75-80%	0,25% maks	0,03% maks	2% maks	Bal
Karbon Rendah	0,5% maks	80% min	0,05% maks	0,04% maks	1,0% maks	Bal

- *Slag removal*

Tabel 5. Komposisi kimia *slag remover*^[8]

Unsur	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
% berat	72-74	11-14	0,5-0,8	0,15-0,8	0,05-0,22	4,6-5,6	2,9-4,5

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 6 menunjukkan komposisi kimia dari baja sintetis paduan A sampai dengan paduan D hasil cor, sedangkan sifat mekanik dari baja sintetis paduan tersebut ditunjukkan dalam Tabel 7

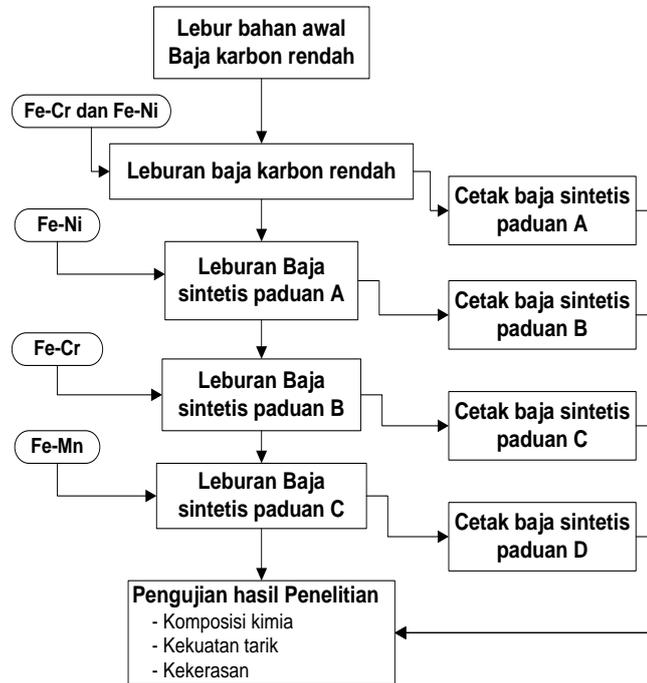
Pengaruh Unsur (Ni, Cr dan Mn) terhadap Kekuatan Tarik

Berdasarkan data analisa kimia dan data hasil pengujian mekanis (Tabel 6 dan 7) kemudian diplot ke dalam grafik seperti ditunjukkan pada Gambar 3, terlihat bahwa

kandungan unsur Ni dan Cr pada baja sintesis paduan B (masing-masing 0,424% berat Cr dan 3,345% berat Ni) lebih besar dibanding pada baja sintesis paduan A (masing-masing 0,156% berat Cr dan 0,1% berat Ni), hal ini mengakibatkan naiknya

kekuatan luluh mencapai $338,6\text{N/mm}^2$. Naiknya kekuatan luluh menunjukkan batas elastisitas pada baja sintesis paduan B lebih tinggi (sifat ketangguhannya meningkat).

Proses Peleburan dan Pemuatan



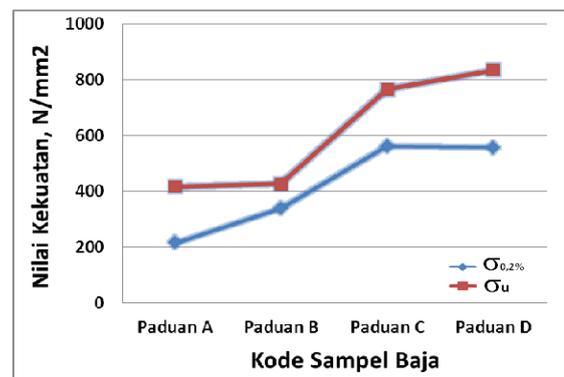
Gambar 2. Diagram alir penelitian pembuatan baja sintesis berbasis laterit

Tabel 6. Komposisi kimia baja sintesis paduan

Baja sintesis	Komposisi kimia baja sintesis (% berat)					
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Fe
Paduan A	0,112	0,228	0,448	0,156	0,1	Bal
Paduan B	0,107	0,199	0,421	0,424	3,345	Bal
Paduan C	0,102	0,188	0,424	0,96	3,48	Bal
Paduan D	0,106	0,164	0,83	0,97	3,605	Bal

Tabel 7. Data uji tarik dan kekerasan baja sintesis

Baja Sintesis	σ_y N/mm ²	σ_u N/mm ²	e %	HB-30
Paduan A	216,6	417	16	117,5
Paduan B	338,6	427	8	190,06
Paduan C	561,6	765	12	309,14
Paduan D	556,2	834	10	358,38



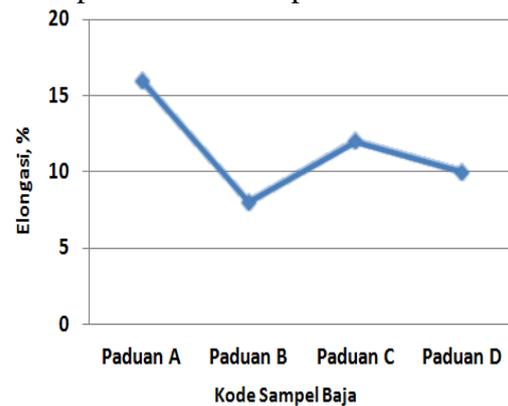
Gambar 3. Perubahan kekuatan tarik dan kekuatan luluh baja sintesis paduan berbasis laterit

Seiring dengan penambahan kandungan unsur Cr menjadi 0,96 % berat pada baja paduan (Tabel 6), terlihat bahwa terjadi peningkatan sifat ketangguhan dan kekerasan. Hal tersebut ditunjukkan pada perubahan sifat mekanik baja sintesis paduan C, dimana kekuatan tarik maksimum dan kekuatan luluh meningkat menjadi 765 N/mm² dan 561,6 N/mm² (Tabel 7). Peningkatan kandungan unsur Mn sejumlah 0,83% pada baja paduan ternyata berpengaruh terhadap peningkatan kekuatan tarik maksimum (834 N/mm²) dan kekuatan luluh (556,2 N/mm²) untuk baja paduan sintesis D seperti yang ditunjukkan pada Tabel 7. Baja jenis ini mempunyai sifat tangguh dan keras. Kekerasan yang tinggi ini disebabkan karena sebagian dari Mn akan bersenyawa dengan sementit (Fe₃C) dan membentuk karbida besi mangan (Fe, Mn)₃C. Karbida-karbida inilah yang dimungkinkan menjadi penghalang bagi pergerakan dislokasi sehingga baja sintesis paduan D memiliki area pengerasan regangan (*strain hardening*) yang lebih besar atau kekuatan luluh yang lebih tinggi dibandingkan ketiga baja sintesis paduan lainnya.

Pengaruh Unsur (Ni, Cr dan Mn) Terhadap Persen Elongasi

Gambar 4 menunjukkan grafik perubahan elongasi pada baja sintesis paduan seperti yang telah ditunjukkan pada Tabel 7. Baja sintesis paduan A memiliki sifat mekanik paling rendah dibandingkan dengan baja sintesis paduan lainnya kecuali elongasinya yang paling tinggi mencapai 16%. Hal ini menunjukkan bahwa baja sintesis paduan A memiliki keuletan paling tinggi. Dengan naiknya kandungan unsur Ni dan Cr (masing-masing 0,424 % berat Ni dan 3,345 % berat Cr), keuletan pada baja sintesis paduan menurun cukup besar mencapai 8%. Penurunan elongasi yang sangat signifikan ini terjadi pada baja sintesis paduan B (Tabel 7). Kemudian dengan meningkatnya penambahan Cr dan Ni sebesar 0,96 % berat dan 3,48 % berat,

terjadi peningkatan elongasi pada baja sintesis paduan C mencapai 12%.



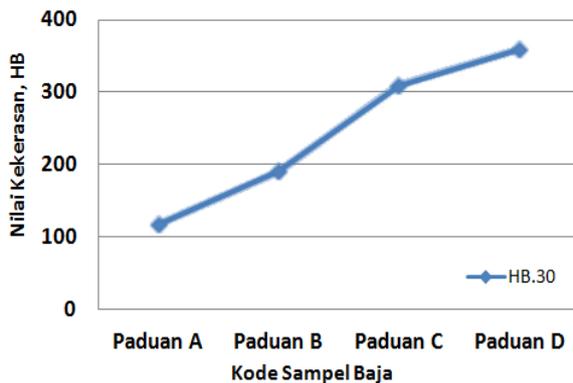
Gambar 4. Perubahan elongasi baja sintesis paduan berbasis laterit

Akan tetapi pada penambahan kandungan unsur Mn sebesar 0,83 % berat pada komposisi 0,97 % berat Cr dan 3,605 % berat Ni, keuletan baja paduan sintesis tersebut sedikit menurun dengan elongasi hanya mencapai 10% (Tabel 7).

Pengaruh unsur (Ni, Cr dan Mn) terhadap Kekerasan

Gambar 5 menunjukkan grafik harga kekerasan dari baja paduan sintesis berbasis laterit setelah penambahan Cr, Ni dan Mn (Tabel 6). Pada grafik tersebut terlihat bahwa kekerasan baja sintesis paduan cenderung meningkat secara linier dengan penambahan unsur Ni, Cr dan Mn. Nilai kekerasan paling rendah dihasilkan oleh baja sintesis paduan A sebesar 117,5 BHN. Dengan meningkatnya penambahan unsur Cr menjadi 0,424% berat dan 3,345% berat Ni, terjadi peningkatan harga kekerasan mencapai 190,06 BHN seperti yang ditunjukkan pada baja sintesis paduan B (Gambar 5). Kenaikan nilai kekerasan pada baja sintesis paduan C lebih tinggi lagi mencapai 309,14 BHN dengan penambahan 0,96% berat Cr. Peningkatan harga kekerasan yang sangat signifikan dihasilkan oleh paduan baja sintesis D sebesar 358,38 BHN setelah penambahan Mn sebesar 0,83% berat. Meningkatnya nilai kekerasan baik yang ditambahkan

unsur Cr maupun Mn, karena kedua unsur tersebut dimungkinkan membentuk karbida besi, seperti $(Fe, Cr)_3C$ dan $(Fe, Mn)_3C$.



Gambar 5. Perubahan kekerasan baja sintetis paduan berbasis laterit

KESIMPULAN

Hasil studi penelitian dalam pembuatan baja sintetis paduan berbasis laterit (0,1% berat C dan 0,1-0,2% berat Si) dengan menambahkan unsur Cr, Ni dan Mn secara bervariasi dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

- Pada komposisi Mn 0,4% berat; Cr 0,1-0,9% berat dan Ni 0,1 & 3% berat, terjadi peningkatan yang sangat signifikan pada sifat mekanik baja paduan sintetis, akan tetapi diiringi dengan penurunan keuletan (*ductility*). Sifat mekanik tertinggi diperoleh pada baja sintetis paduan C yaitu $\sigma_y = 561,6 \text{ N/mm}^2$; $\sigma_u = 765 \text{ N/mm}^2$; $e = 12\%$ dan harga kekerasan sebesar 309,14 BHN.
- Penambahan Mn 0,83% berat; dengan komposisi Cr 0,97% berat dan Ni 3,6% berat menghasilkan $\sigma_y = 556,2 \text{ N/mm}^2$; $\sigma_u = 834 \text{ N/mm}^2$; $e = 10\%$ dan harga kekerasan sebesar 358,38 BHN pada baja sintetis paduan D.
- Peningkatan sifat mekanik dihasilkan dengan terbentuknya karbida $(Fe, Mn)_3C$ dan $(Fe, Cr)_3C$ dalam baja paduan sintetis berbasis laterit.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Yusuf. 2008., „Pembuatan Besi Nugget dari Pasir Besi dan Bijih Besi Laterit”. *Majalah Metalurgi*.: Vol. 23 No. 2.
- [2] Prasetyo, P. Arif, A. 201., „Potensi Limonit Indonesia untuk Bahan Baku Besi/Baja pada masa mendatang”. *Seminar SEASI*. Krakatau Steel, Cilegon.
- [3] ASSAB. 2012., „Weldox High Strength Steel”. Data Sheet, Version 15 Nov 2012., UK.
- [4] Higgins, R.A, Edward Arnold. 1993. „Engineering Metallurgy” : Part 1 Applied Physical Metallurgy. <http://www.globalmetals.com.au>
- [5] G.E. Dieter. 2000., „Mechanical Metallurgy”. *McGrawHill, 3rd Ed.* Courtney, T. H. Mechanical Behavior of Materials. Boston, McGraw-Hill.
- [6] Sumitomo Metal Mining C., Ltd., Ferronickel. <http://www.smm.co.jp/business/refining/product/fnickel>. Diakses tanggal 16 September 2013.
- [7] Asmet Source of Strength, Ferro Alloys. <http://www.asmet.com/products/ferr-o-alloys>. Diakses tanggal 7 Oktober 2013
- [8] Slag Removal Agent, Qingdao FSK Foundry Materials Co., Ltd. http://www.fusaikecasting.com/product/_yibanzhuzaocailiao/index.htm. Diakses tanggal 21 Oktober 2013.

PENGARUH TEMPERATUR DAN pH AIR SADAH KALSIMUM SULFAT TERHADAP KOROSI PADA BAJA KARBON

Sundjono* dan Saefudin

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

E-mail : *sund002@lipi.go.id

Masuk tanggal : 22-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

PENGARUH TEMPERATUR DAN pH AIR SADAH KALSIMUM SULFAT TERHADAP KOROSI PADA BAJA KARBON. Baja karbon masih banyak digunakan untuk konstruksi pada unit proses penukar panas. Akan tetapi baja jenis tersebut mudah terkorosi dalam media air. Tingkat korosivitasnya tergantung pada jenis baja, kondisi operasi seperti temperatur, pH dan kesadahan air yang digunakan sebagai media pendingin. Laju korosi baja dalam air sadah Ca^{2+} 3000 ppm dan SO_4^{2-} 7000 ppm dapat diprediksi melalui metoda polarisasi berdasarkan standar ASTM G-5. Parameter uji dalam penelitian ini meliputi variasi temperatur 30, 40, 50, 60, 70 dan 80 °C, pH larutan 6, 7, 8, 9, 10 dan 11. Material uji adalah baja karbon C1045, C1035 dan A192. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa laju korosi baja C1045 dalam air sadah Ca^{2+} 3000 ppm dan SO_4^{2-} 7000 ppm relatif lebih rendah dibandingkan dengan baja A192 dan C1035 pada semua variasi temperatur dan pH.

Kata kunci: Baja karbon, Korosivitas, Laju korosi, Kesadahan air, Kalsium sulfat, Polarisisasi

Abstract

EFFECTS TEMPERATURE AND pH OF THE HARD WATER CALCIUM SULPHATE TO CORROSION ON CARBON STEEL. The carbon steels still most used for construction on heat exchanger unit. But these metals are easy corroded in water medium. Its corrosive degrees depend on kinds of the steel, operation conditions as such pH, temperature and hard water which used as cooling medium. Corrosion rate of the carbon steel in hard water of Ca^{2+} 3000 ppm and SO_4^{2-} 7000 ppm can be predicted by polarization method on based of ASTM G-5 standard. Parameters test in this research include variation of temperature 30, 40, 50, 60, 70 and 80 °C, pH solutions 6, 7, 8, 9, 10 and 11. Specimens test are carbon steels C1045, C1035 and A192. From results of the research shows that corrosion rate of the carbon steel C1045 in hard water of Ca^{2+} 3000 ppm and SO_4^{2-} 7000 ppm relative lower than carbon steel C1035 and A192 on all variation of pH and temperature.

Keywords: Carbon steel, Corrosivity, Corrosion rate, Hard water, Calsium sulphate, Polarization

PENDAHULUAN

Unit proses penukar panas merupakan salah satu urat nadi proses di industri, digunakan sebagai sarana perpindahan panas. Oleh karena itu, unit tersebut perlu dipelihara dengan sebaik-baiknya. Material-material logam yang masih banyak digunakan untuk konstruksi unit proses penukar panas sirkulasi terbuka adalah baja karbon, karena baja tersebut memiliki sifat mekanik dan perpindahan panas relatif baik. Akan tetapi baja mudah mengalami korosi yang diakibatkan oleh

pengaruh kualitas air pendingin, kondisi operasi seperti laju alir fluida, temperatur, pH, dan desain sistem aliran fluida (*flow side shell* atau *flow tube side*). Sampai saat ini, masalah korosi pada pipa penukar panas masih sering dijumpai di sektor industri seperti industri pupuk, petrokimia, pembangkit listrik, minyak dan gas serta sarana transportasi kapal laut.

Kerugian yang disebabkan masalah tersebut meliputi penurunan efisiensi perpindahan panas, yang diakibatkan oleh penyumbatan pipa penukar panas, peningkatan tekanan pompa dan jumlah

pemakaian energi, penurunan laju alir, dan pemborosan zat kimia yang digunakan; mempercepat korosi, kebocoran pipa penukar panas dan penurunan kekuatan material.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui efek temperatur dan pH dari kesadahan kalsium sulfat (Ca 3000 ppm dan SO_4^{2-} 7000 ppm) terhadap korosi logam baja karbon C1045, C1035 dan A192. Penelitian korosi baja karbon diukur dengan metoda teknik polarisasi.

LATAR BELAKANG TEORI

Air untuk keperluan unit proses penukar panas berasal dari air permukaan (sungai, danau dan laut) dan air tanah (sumur, mata air dan artesis). Pada umumnya, air dari semua sumber tidak ditemukan dalam keadaan murni. Air merupakan pelarut kuat sehingga dapat melarutkan konstituen- konstituen yang ada dalam air tersebut. Sebagai akibatnya komposisi kimia air baku sangat bervariasi. Derajat kesadahan, pH, alkalinitas, konduktivitas, ion-ion agresif dan bahan organik merupakan parameter- parameter yang berhubungan dengan masalah korosi dan deposit.

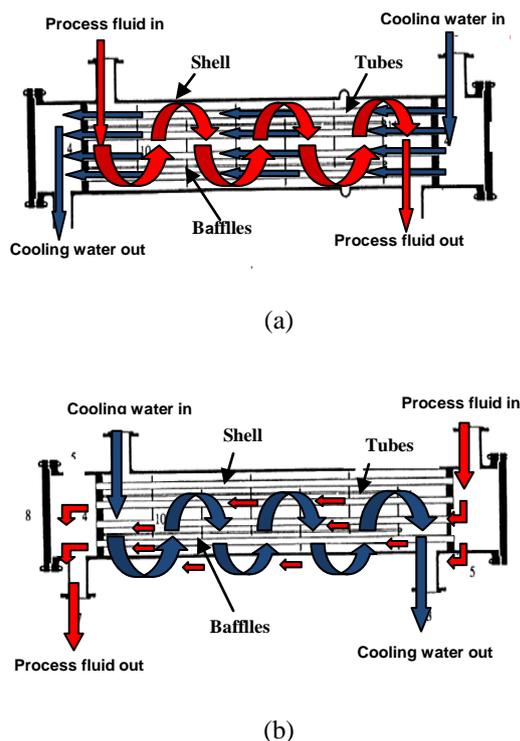
Ditinjau dari sisi aliran fluida, unit penukar panas dibedakan dalam dua kategori seperti ditunjukkan dalam Gambar 1(a) dan 1(b) yaitu ^[1]: (a) *Flow side tube*, fluida air pendingin mengalir didalam pipa, dan fluida produk panas mengalir melalui sisi sel.

(b) *Flow side shell*, fluida air pendingin mengalir melalui sisi sel, dan fluida produk panas mengalir di sisi dalam pipa.

Proses alih panas pada sistem *flow shell side* berlangsung bilamana air pendingin mengalir melalui sisi sel yang kontak secara tidak langsung dengan aliran fluida produk panas dari sisi dalam pipa, dimana air pendingin akan mengabsorpsi panas dari fluida produk panas. Pada sistem resirkulasi terbuka, fluida pendingin dialirkan lagi secara kontinyu melalui unit penukar panas

setelah fluida tersebut didinginkan di menara pendingin^[2].

Selama proses ini berlangsung, terjadi pemekatan dari konstituen-konstituen kimia diantaranya kalsium sulfat (CaSO_4) sampai air pendingin menjadi sangat sadah (*very hard water*), yang mana ini dapat menimbulkan masalah pada pipa-pipa unit penukar panas.



Gambar 1. Sistem aliran fluida penukar panas; (a) *flow side tube*; (b) *flow side shell*^[1]

Penghentian proses di sektor industri sering terjadi karena korosi / kebocoran pada pipa-pipa unit proses penukar panas sistem *flow side shell* akibat pengaruh kualitas air kurang baik. Masalah ini sering kali disebabkan dari pengolahan air baku baik secara eksternal maupun internal kurang memadai. Disamping itu, laju alir air pendingin pada unit penukar panas dengan sistem *flow shell side* relatif rendah ($< 0,6$ m/detik) dan kompleks sehingga deposit atau *biofouling* cenderung mudah terbentuk pada permukaan pipa penukar panas. Deposit atau *biofouling* dapat menyebabkan korosi sumuran dikarenakan pembentukan sel perbedaan aerasi

oksigen atau *microorganism induction corrosion*^[3].

Korosivitas air sangat dipengaruhi oleh kualitas air konsentrasi ion-ion agresif yang terlarut meliputi gas oksigen, karbon dioksida, garam-garam/padatan terlarut (TDS), padatan tersuspensi (TSS), pH dan temperatur. Kesadahan bikarbonat / non-bikarbonat, konsentrasi ion Cl^- , SO_4^{2-} yang terkandung dalam air sangat bervariasi tergantung lokasi, sumber air baku, dan iklim^[4].

Kualitas air yang diperlukan untuk unit proses penukar panas sirkulasi terbuka yaitu harus tidak bersifat korosif dan tidak mempunyai kecenderungan pembentukan kerak^[5].

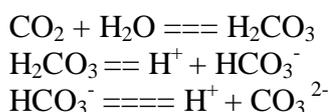
Korosi pada pipa-pipa penukar panas sangat dipengaruhi oleh konsentrasi oksigen terlarut dalam air pendingin. Oksigen merupakan faktor utama yang berkontribusi terhadap korosi baja karbon melalui reaksi elektrokimia yang terjadi pada *interface* fasa cairan dan permukaan baja. Kelarutan oksigen dalam air pendingin bervariasi dengan temperatur, tekanan dan konsentrasi elektrolit. Kenaikan temperatur dan konsentrasi elektrolit menurunkan kelarutan oksigen, tetapi kenaikan tekanan parsial meningkatkan kelarutannya. Untuk sistem air pendingin resirkulasi terbuka, konsentrasi kelarutan oksigen sekitar 6 mg/l^[6].

Pengaruh temperatur terhadap korosi baja dalam air yang mengandung oksigen terlarut tergantung pada sistem unit pendingin. Pada sistem pendingin sirkulasi terbuka, kenaikan temperatur akan menurunkan kelarutan oksigen karena oksigen dapat dibebaskan dari sistem, dan korosi akan meningkat sampai harga maksimum pada temperatur 80 °C, bilamana kelarutan oksigen 3 mg/l. Di atas temperatur 80 °C, kelarutan oksigen semakin turun sehingga menghambat reaksi reduksi oksigen sebagai akibatnya laju korosi baja karbon menurun. Pada sistem pendingin sirkulasi tertutup, oksigen tidak dapat dibebaskan sehingga

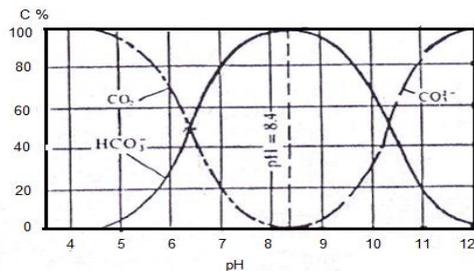
korosi secara kontinyu meningkat linier dengan temperatur. Laju korosi meningkat dengan kenaikan temperatur, karena jumlah oksigen yang terlarut lebih banyak digunakan untuk proses reduksi katodik^[7].

Pengaruh lainnya dari temperatur yang harus diperhatikan adalah kecenderungan pembentukan kerak. Kenaikan temperatur menurunkan kelarutan dari sebagian besar garam anorganik. Kelarutan CaCO_3 dan CaSO_4 menurun dengan kenaikan temperatur. Pada temperatur tinggi, garam-garam CaCO_3 dan CaSO_4 cenderung mengendap membentuk deposit tebal pada unit penukar panas.

Karbon dioksida dari lingkungan atmosfer sekitarnya lebih mudah larut dalam air dibandingkan dengan oksigen dan bereaksi dengan H_2O menjadi asam karbonat (H_2CO_3) yang mempunyai pH lebih rendah dari 6. Asam karbonat dapat terdisosiasi membentuk ion bikarbonat (HCO_3^-), dan selanjutnya menjadi ion karbonat (CO_3^{2-}):



Harga perbandingan dari bermacam-macam komponen karbonat (CO_2 , HCO_3^- dan CO_3^{2-}) tergantung pH air. Dalam sistem air pendingin resirkulasi terbuka, pH umumnya dikontrol dalam kisaran 6,5 – 8,5. Dalam kisaran pH ini, hanya komponen CO_2 - HCO_3^- yang ada dalam larutan sedangkan komponen lainnya CO_3^{2-} tidak terbentuk. Peningkatan harga pH air dari 6,5 sampai 8,5 akan menurunkan konsentrasi CO_2 dan menaikkan konsentrasi HCO_3^- . Pada harga pH > 8,5, air tidak lagi mengandung CO_2 bebas, sedangkan konsentrasi CO_3^{2-} meningkat dan konsentrasi HCO_3^- menurun seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.



Gambar 2. Perbandingan kadar CO_2 , HCO_3^- dan CO_3^{2-} sebagai fungsi pH air^[7]

Ion Ca^{2+} dalam air dapat bereaksi dengan ion HCO_3^- dan SO_4^{2-} menghasilkan CaCO_3 dan CaSO_4 . Garam CaCO_3 mempunyai kelarutan lebih rendah dibandingkan dengan garam CaSO_4 . Oleh karena itu garam CaCO_3 lebih mudah mengendap pada permukaan unit penukar panas^[8].

Kisaran pH normal untuk sistem air pendingin sirkulasi terbuka adalah 6,5 – 8,5 dan untuk sirkulasi tertutup adalah 8,5 – 9,5. Harga pH ini merupakan pH dari air *bulk*, tetapi harga pH sebenarnya pada permukaan logam berbeda tergantung pada reaksi yang terjadi pada permukaannya. Reaksi reduksi oksigen pada permukaan logam menghasilkan ion OH^- yang dapat meningkatkan harga pH, tetapi di bawah produk korosi (Fe_2O_3) atau kerak harga pH menurun. Semakin meningkat harga pH, besi oksida akan mengendap membentuk deposit, sehingga menyebabkan korosi merata secara bertahap menurun. Tetapi, di bawah deposit, serangan korosi setempat (sumuran) pada pipa penukar panas dapat terjadi karena adanya perbedaan konsentrasi oksigen antara bagian bawah deposit dan di sekeliling deposit yang disebut dengan istilah sel perbedaan aerasi oksigen. Di sekeliling endapan berlebihan akan O_2 dan bertindak sebagai katoda dimana proses reduksi O_2 ($2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 + 4e^- \rightarrow 4\text{OH}^-$) terjadi. Sedangkan di bawah deposit kekurangan akan O_2 dan bertindak sebagai anoda sehingga proses oksidasi ($\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2e^-$) terjadi yang mengakibatkan pelarutan logam baja (korosi).

Semakin pH meningkat, sifat deposit Fe_2O_3 berubah dari lunak dengan daya rekat lemah pada pH 6, menjadi keras

dengan daya rekat kuat pada pH 8. Laju korosi baja karbon dalam air teraerasi menurun pada kisaran pH normal 6,5-8,5. Pengaruh pH dapat meningkatkan atau menurunkan laju korosi merata pada pipa penukar panas tergantung pada konstituen-konstituen yang terlarut dalam air tersebut. Disamping itu dapat berpengaruh terhadap pembentukan kerak CaCO_3 dan CaSO_4 .

Kecenderungan pembentukan kerak CaCO_3 tergantung pada temperatur, pH, kesadahan kalsium, alkalinitas dari fluida pendingin dan dapat diprediksi dengan metoda LSI (*Langelier saturation index*)^[7].

$$\text{LSI} = \text{pH} - \text{pHs}$$

dimana :

LSI : *Langelier saturation index*

pH : pH terukur dari air pendingin

pHs : pH air dalam keadaan jenuh

Harga pHs dapat dihitung dengan formula sebagai berikut :

$$\text{pHs} = (\text{pK}_2 - \text{pK}_{\text{sp}}) + \text{pCa} + \text{palk}$$

Dimana :

pK_2 : konstanta disosiasi H_2CO_3 tahap ke 2

pK_{sp} : konstanta kelarutan CaCO_3

pCa : $-\log \text{Ca}^{2+}$

palk : $-\log$ (alkalinitas total)

Harga LSI memberi rumusan sebagai berikut:

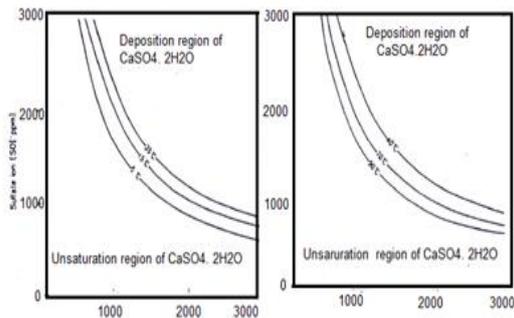
pH - pHs : kecenderungan air

positif : membentuk kerak

nol : tidak membentuk kerak dan
: tidak korosif

negatif : bersifat korosif

Sedangkan kecenderungan pembentukan kerak CaSO_4 tergantung pada temperatur, konsentrasi ion Ca^{2+} dan SO_4^{2-} yang terlarut dalam fluida pendingin (lihat Gambar 3).



Gambar 3. Hubungan kesadahan kalsium dan konsentrasi ion sulfat terhadap pengendapan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [7]

Endapan CaCO_3 atau CaSO_4 yang terbentuk pada permukaan pipa-pipa penukar panas dapat menghambat difusi oksigen sehingga menurunkan laju korosi [7-8].

Garam-garam terlarut dalam air dapat menyebabkan bermacam-macam pengaruh seperti peningkatan laju korosi dan pembentukan kerak. Peningkatan kadar dari garam-garam terlarut dalam air meningkatkan konduktivitas. Kesadahan (Ca dan Mg dari garam-garam CO_3^{2-} dan SO_4^{2-}), bersifat inhibisi dan akan menurunkan korosi, tetapi ion Cl^- dan SO_4^{2-} bersifat antagonis dan akan meningkatkan laju korosi. Agresivitas air berhubungan dengan kesadahan dan alkalinitasnya. Agresivitas air menurun dengan kenaikan konsentrasi kesadahan dan alkalinitas.

Air lunak adalah air yang mengandung kadar kalsium rendah, lebih korosif dibandingkan dengan air sadah yang mengandung kadar kalsium tinggi. Air baku dengan kisaran konsentrasi Ca 3000 ppm dan SO_4^{2-} 7000 ppm termasuk ke dalam katagori air sangat sadah (*very hard water*) [9].

PROSEDUR PERCOBAAN

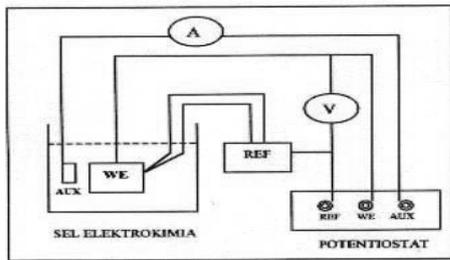
Pengujian laju korosi baja karbon tipe: C1045, C1035 dan A192, dilakukan dengan metoda polarisasi Tafel menggunakan alat potensiostatik CMS100.

Persiapan benda uji

- Potong spesimen uji baja karbon C1045, C1035 dan A192, dengan ukuran 1 X 1 cm.
- Sambung spesimen uji dengan kabel menggunakan solder.
- Periksa sambungan spesimen uji dan kabel dengan menggunakan multitester.
- Mounting spesimen uji yang sudah disolder dengan resin.
- Poles spesimen uji dengan kertas ampelas mulai dari ukuran 120 sampai 600.
- Bersihkan spesimen uji dengan aseton menggunakan alat *ultrasonic cleaner*.

Percobaan pengukuran laju korosi

- Spesimen uji (WE), elektroda pembanding Ag/AgCl (REF) dan elektroda pembantu platina (AUX) dimasukan ke dalam sel elektrokimia yang mengandung larutan uji (Ca 3000 ppm - SO_4^{2-} 7000 ppm).
- Menghubungkan spesimen uji ke *working electrode* (WE) dan *working sense*, elektroda Ag/AgCl (REF.) ke *reference electrode sense* dan elektroda platina (AUX.) ke *counter electrode sense* yang tersedia pada alat potensiostatik CMS 100 seperti ditunjukkan dalam Gambar 4.
- Memanaskan larutan uji dalam kondisi terbuka di atas *hotplate* pada variasi temperatur 30, 40, 50, 60, 70 dan 80 °C.
- Temperatur uji dipertahankan konstan selama percobaan dengan alat *thermostate*.
- pH larutan divariasikan dengan harga pH 6, 7, 8, 9, 10 dan 11.
- Mengaktifkan program Tafel yang ada dalam alat CMS 100.
- Mengamati dan mencatat perubahan rapat arus dan potensial korosi.
- Menganalisa laju korosi melalui ekstrapolarisasi Tafel.

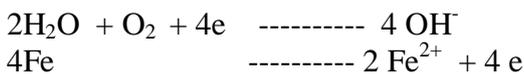


Gambar 4. Rangkain pengujian laju korosi secara polarisasi^[10]

HASIL DAN PEMBAHASAN

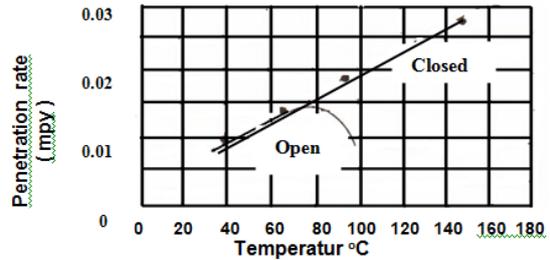
Pengaruh Temperatur Terhadap Korosi Pada Baja Karbon

Korosi merupakan suatu fenomena elektrokimia, yang sangat erat berhubungan dengan temperatur. Sifat kimia-fisik seperti, viskositas, konduktivitas larutan dan difusi oksigen (O₂) ke permukaan baja sangat dipengaruhi oleh temperatur. Oksigen terlarut dalam media air mempunyai peranan penting terhadap korosi pada baja karbon karena oksigen merupakan bagian dari seluruh reaksi elektrokimia yang terjadi pada antar muka fasa (*interface*) larutan dan permukaan logam melalui reaksi reduksi dan oksidasi [11]:



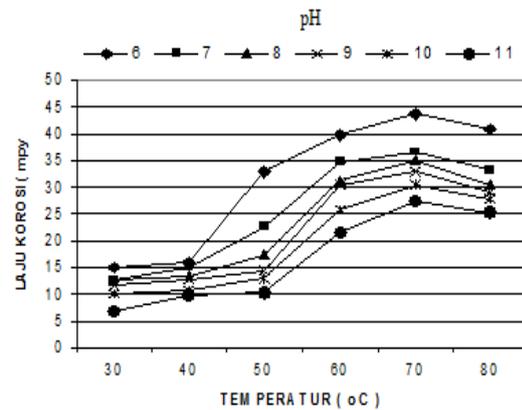
Oleh karena itu, korosi Pada baja karbon sebanding dengan kadar oksigen terlarut dalam air.

Dalam media aqueous, korosi baja karbon yang diakibatkan oleh oksigen sangat dipengaruhi temperatur dan sistem (terbuka dan tertutup). Dalam sistem terbuka, semakin naik temperatur, kelarutan oksigen dalam media aqueous semakin menurun karena oksigen dapat dibebaskan, sebaliknya dalam sistem tertutup oksigen tidak dibebaskan, sehingga semakin naik temperatur, laju korosi semakin meningkat seperti ditunjukkan dalam Gambar 5.

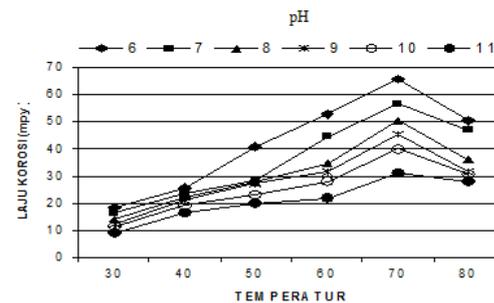


Gambar 5. Efek temperatur pada korosi besi dalam air yang mengandung oksigen terlarut^[12]

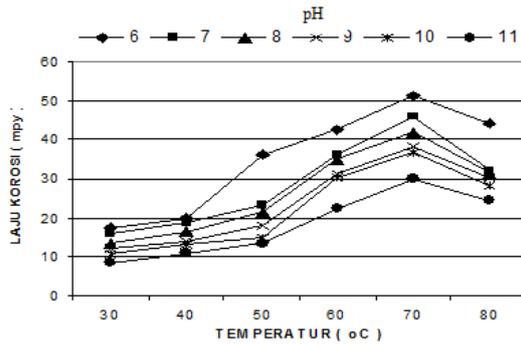
Semakin naik temperatur, viskositas dari media aqueous semakin turun sehingga memudahkan oksigen terdifusi ke permukaan logam. Hal ini akan meningkatkan laju korosi baja karena jumlah oksigen yang terlarut sebagian besar dikonsumsi dalam proses reduksi pada daerah katoda.



Gambar 6. Pengaruh temperatur terhadap laju korosi baja karbon C 1045 dalam media 3000 ppm Ca²⁺ dan 7000 ppm SO₄²⁻.



Gambar 7. Pengaruh temperatur terhadap laju korosi baja C1035 dalam media 3000 ppm Ca²⁺ dan 7000 ppm SO₄²⁻.



Gambar 8. Pengaruh temperatur terhadap laju korosi baja A192 dalam media 3000 ppm Ca^{2+} dan 7000 ppm SO_4^{2-}

Dari Gambar 6, 7 dan 8 menunjukkan bahwa laju korosi baja C1045, C1035 dan A192 dalam larutan 3000 ppm Ca^{2+} dan 7000 ppm SO_4^{2-} pada sistem terbuka meningkat hanya sampai pada temperatur 70 °C, ini dikarenakan konsentrasi oksigen terlarut dalam larutan uji masih mencukupi untuk proses reaksi reduksi pada daerah katoda. Sedangkan pada temperatur di atas 70 °C yaitu pada temperatur 80 °C, kadar oksigen dalam larutan uji menurun drastis karena sebagian besar oksigen dibebaskan ke udara terbuka sehingga reaksi reduksi pada daerah katoda sangat berkurang, sebagai akibatnya proses pelarutan logam diturunkan, sehingga laju korosi baja C1045, C1035 dan A192 menurun.

Ion SO_4^{2-} dalam larutan uji bukan konstituen utama penyebab korosi karena tidak dapat mengalami proses reaksi reduksi-oksidasi (proses elektrokimia) tanpa adanya oksigen terlarut, akan tetapi ion tersebut hanya berkontribusi terhadap konduktivitas larutan uji. Semakin tinggi temperatur, konduktivitas larutan uji semakin meningkat. Disamping itu, temperatur berpengaruh terhadap sifat kimia-fisik lainnya seperti viskositas

Konduktivitas merupakan salah satu persyaratan yang harus dipenuhi dalam proses korosi secara elektrokimia. Dari Gambar 6,7 dan 8 menunjukkan bahwa laju reaksi korosi meningkat dengan kenaikan temperatur sampai 70 °C, hal ini disebabkan konduktivitas larutan uji meningkat dengan kenaikan temperatur. Sebaliknya viskositas

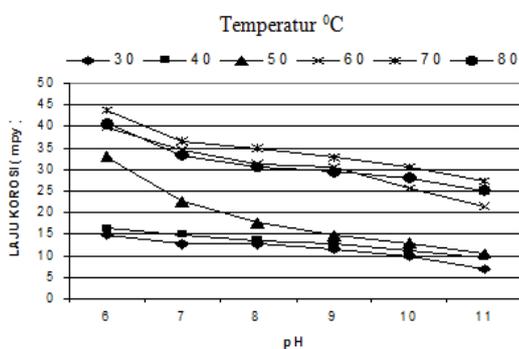
dari larutan uji menurun dengan kenaikan temperatur, yang mana ini akan menaikkan laju difusi oksigen ke permukaan baja, sehingga meningkatkan laju korosi karena jumlah oksigen terlarut yang tersedia relatif banyak dikonsumsi untuk proses reduksi pada daerah katoda. Akan tetapi pada temperatur 80 °C, sebagian besar oksigen terlarut dibebaskan ke udara terbuka. Disamping itu ion SO_4^{2-} diendapkan bersamaan dengan adanya ion Ca^{2+} dalam larutan membentuk $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang bertindak sebagai lapisan penghalang terhadap difusi O_2 ke permukaan baja, sehingga konduktivitas larutan menurun. Dengan terbentuknya endapan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, penurunan konduktivitas dan pembebasan oksigen menyebabkan laju korosi baja menurun pada temperatur 80 °C.

Pengaruh pH Larutan Terhadap Korosi Baja

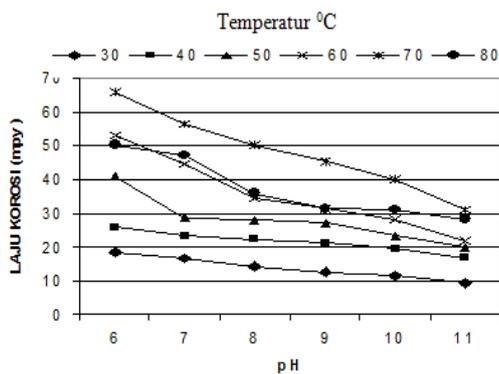
pH larutan dalam air sadah juga mempengaruhi laju korosi terhadap baja karbon. Ion-ion Ca^{2+} dan SO_4^{2-} merupakan komponen – komponen dari kesadahan, yang bisa membentuk kerak CaSO_4 tergantung pada tingkat kesadahan, temperatur dan pH. Tingkat kesadahan tergantung pada konsentrasi ion-ion Ca^{2+} dan SO_4^{2-} .

Komponen-komponen kerak dalam konsentrasi 3000 ppm Ca^{2+} dan 7000 ppm SO_4^{2-} , termasuk ke dalam katagori air sangat sadah (*very hard water*). Oleh karena itu, garam CaSO_4 dalam larutan uji cenderung membentuk deposit tergantung pada pH dan temperatur larutan. Semakin tinggi pH dan temperatur, derajat kejenuhan semakin meningkat dan periode induksi semakin cepat sehingga pertumbuhan kristal semakin cepat dan kristal CaSO_4 lebih mudah diendapkan sebagai deposit. Dengan perkataan lain kelarutan dari garam CaSO_4 menurun, semakin tinggi pH dan temperatur. Disamping itu, jumlah deposit CaSO_4 semakin banyak dengan kenaikan pH dan temperatur larutan.

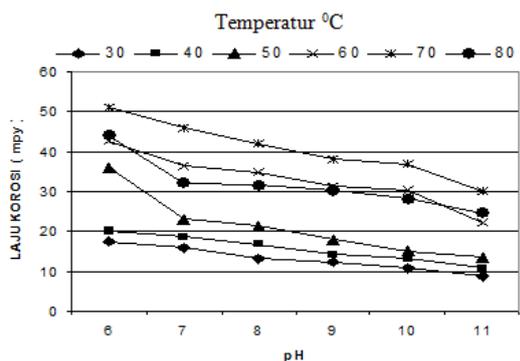
Dari Gambar 9, 10 dan 11 menunjukkan bahwa semakin tinggi harga pH, laju korosi baja C1045, C1035 dan A192 semakin menurun. Hal ini disebabkan kerak CaSO_4 lebih mudah diendapkan pada pH tinggi. Semakin tinggi derajat kejenuhan (3000 ppm Ca^{2+} dan $7000 \text{ ppm SO}_4^{2-}$), jumlah endapan CaSO_4 yang terbentuk semakin besar. Deposit CaSO_4 yang mengendap pada permukaan baja C1045, C1035 dan A192 bertindak sebagai lapisan penghalang (*barrier*) sehingga menghambat difusi oksigen terlarut ke permukaan logam tersebut sebagai akibatnya menurunkan laju korosi.



Gambar 9. Pengaruh pH terhadap laju korosi baja C1045 dalam media 3000 ppm Ca^{2+} dan $7000 \text{ ppm SO}_4^{2-}$



Gambar 10. Pengaruh pH terhadap laju korosi baja C1035 dalam media 3000 ppm Ca^{2+} dan $7000 \text{ ppm SO}_4^{2-}$



Gambar 11. Pengaruh pH terhadap laju korosi baja A192 dalam media 3000 ppm Ca^{2+} dan $7000 \text{ ppm SO}_4^{2-}$

Pengaruh Komposisi Kimia dan Strukturmikro Pada Baja Terhadap Laju Korosi

Komposisi kimia dan strukturmikro baja karbon, keduanya dapat mempengaruhi tingkat korosi terhadap baja dalam lingkungan air dan kondisi tertentu.

Hasil analisa komposisi kimia material baja karbon dari tipe: C1045, C1035 dan A192 ditunjukkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Analisa komposisi kimia baja karbon

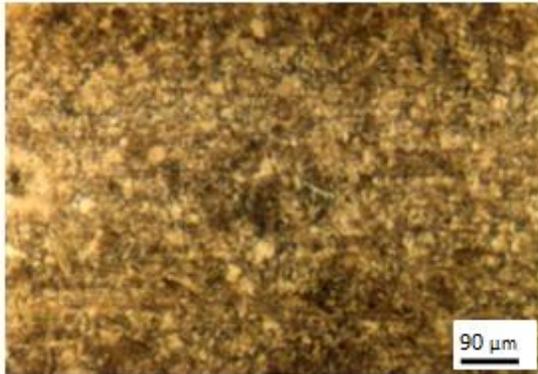
Baja Karbon	Komposisi Kimia (% berat)				
	C	Si	Mn	P	S
C1045	0,538	0,209	0,678	0,009	0,003
C1035	0,336	0,553	0,677	0,019	0,013
A192	0,179	0,236	0,515	0,009	0,020

Dari Tabel 1 menunjukkan bahwa kadar karbon dalam baja karbon C1045, C1035 dan A192 masing-masing adalah 0,538; 0,336 dan 0,179 C %.

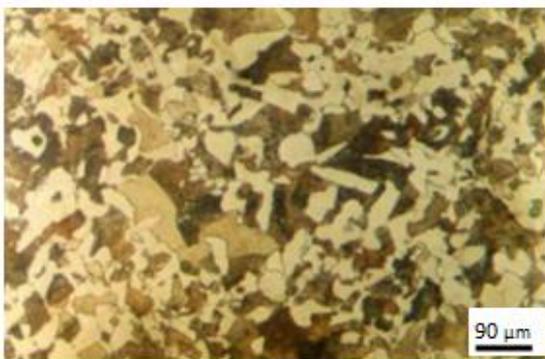
Pada umumnya laju korosi baja karbon dipengaruhi oleh kadar karbon, karena unsur ini bersenyawa dengan unsur Fe membentuk fasa perlit (campuran fasa ferit dan sementit Fe_3C). Unsur lainnya seperti Si, Mn, P, S, dan fasa dalam baja karbon juga dapat mempengaruhi ketahanan korosi baja tersebut.

Dari hasil pengamatan strukturmikro seperti yang terlihat dalam Gambar 12 dan Gambar 13 menunjukkan bahwa baja karbon C1035 dan A192 mempunyai fasa perlit yang bersifat katodik dan fasa ferit

yang bersifat anodik. Sedangkan baja karbon C1045 seperti yang terlihat dalam Gambar 11 hanya mempunyai satu fasa yaitu fasa martensit. Perbedaan fasa, bentuk dan ukuran butiran serta persentase perlit dalam baja karbon dipengaruhi oleh kadar karbon dan pengerjaan akhir seperti perlakuan panas atau dingin. Semakin besar kadar karbon (C %), semakin banyak jumlah fasa perlit yang terbentuk.



Gambar 12. Foto strukturmikro baja karbon C1045 (Etsa Nital)

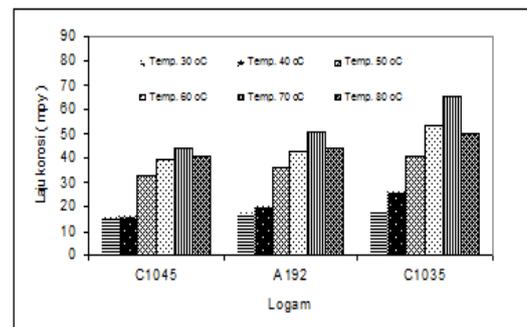


Gambar 13. Foto strukturmikro baja karbon C1035 (Etsa Nital)



Gambar 14. Foto strukturmikro baja karbon A192 (Etsa Nital)

Adanya fasa perlit dan ferit dalam baja karbon dapat mengakibatkan efek galvanik (*self corrosion*). Intensitas galvanik dalam baja karbon tergantung perbandingan antara area katodik (fasa perlit) - area anodik (fasa ferit) dan ukuran butiran. Semakin besar perbandingannya, semakin tinggi intensitas galvaniknya sehingga dapat mengakibatkan ketahanan korosi baja tersebut menjadi rendah. Persentase perlit dalam baja karbon A192 relatif rendah dibandingkan dengan baja karbon C1035. Strukturmikro yang ditunjukkan dalam baja karbon C1045 adalah fasa martensit, yang merupakan hasil dari proses perlakuan panas dan pendinginan cepat. Pembentukan fasa martensit pada baja ini mengakibatkan pengaruh galvanik (*self corrosion*) rendah.



Gambar 15. Laju korosi baja dalam media 3000 ppm Ca^{2+} dan 7000 ppm SO_4^{2-} pada variasi temperatur

Dari Gambar 15 menunjukkan bahwa laju korosi pada baja karbon disamping dipengaruhi oleh temperatur, komposisi kimia dan strukturmikro dari baja tersebut juga mempunyai pengaruh terhadap laju korosinya. Meskipun kadar karbon dalam baja karbon C 1045 lebih tinggi (lihat Tabel 1 analisa komposisi kimia), dari pada baja karbon C1035 dan A192, akan tetapi laju korosinya relatif lebih rendah dalam semua variasi temperatur dan pH larutan dibandingkan dengan baja C1035 dan A192, karena strukturmikronya berbentuk fasa tunggal yaitu martensit, sehingga efek korosi (*self corrosion*) akibat galvanik relatif kecil. Sedangkan

pada baja karbon C1035 dan A192 komposisi strukturmikronya terdiri dari dua fasa yaitu fasa ferit bertindak sebagai anoda dan fasa perlit bertindak sebagai katoda (Gambar 13 dan 14), sehingga proporsi dari kedua fasa tersebut akan mempengaruhi laju korosinya. Semakin tinggi kadar karbon, semakin besar fasa perlit yang terbentuk sehingga laju korosi logam baja karbon C1035 relatif lebih besar dibandingkan dengan baja karbon A192 dalam semua variasi temperatur dan pH larutan. Hal ini diakibatkan oleh peningkatan efek galvanik (*self corrosion*).

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Laju korosi baja karbon C 1045, A192, dan C1035 dalam media air yang mengandung kesadahan kalsium sulfat (Ca 3000 ppm dan SO_4^{2-} 7000 ppm) meningkat sampai tempertur 70 °C, sedangkan pada temperatur 80 °C laju korosinya cenderung menurun.
2. Semakin naik harga pH larutan, laju korosi logam baja C 1045, A192, dan C1035 semakin turun.
3. Laju korosi logam baja karbon C 1045 relatif lebih rendah dari pada logam baja A192 dan C1035 pada semua variasi pH dan temperatur.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Daniel R. Lewin.,„Plant Design Heat Exchanger Design”. *Department of Chemical Engineering Technion, Haifa, Israel*
- [2] The Nalco Water Handbook. Cppyright 2013.
- [3] Masoud Asadi and Dr. Ramin Haghghi Khoshkhoo. 2013. „Investigation into fouling factor in compact heat exchanger”. *International Journal of Innovation*

and Applied Studies.: ISSN 2028-9324 Vol. 2 No. 3 Mar. 2013, pp. 238-249

- [4] S. Sastri, E. Ghali, and M. Elboujdaini. 2007.,„Corrosion Prevention and Protection”. *Practical Solutions, Wiley, Chichester, England.*
- [5] Bennett P. Boffardi, Calgon Corporation. 2006.,„Control of Environmental Variables in Water Recirculating System”. *Metal Handbook Ninth Edition.*: Volume 13 Corrosion, p 487-497.
- [6] Taud. 2004.,„Water Treatment Handbook”. *Copyright ©2004. All rights reserved.*
- [7] General electric. 2013.,„Hand Book Water Treatment”. *Water Industries Ltd.*
- [8] Russel W. Lane. 1993.,„Control of Scale and Corosion in Building Water System”. *Mc. Graw-Hill, Inc.*
- [9] Sundjono. 2008.,„Pengaruh Kualitas Air Terhadap Pembentukan Kerak $CaSO_4$ Pada Unit Proses”. *Majalah Korosi.*: Volume 17, No. 2 Oktober 2008, Hal. 57-64. ISSN 0126-33579.
- [10] ASTM G5-94 e1. 2011.,„Standard Reference TestMethod for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anode Polarization Measurements”.
- [11] Zaki, Ahmad. 2012.,„Principles of Corrosion Engineering and Corrosion Control”. Second Edition (Dec).
- [12] R. Winston Revie and Herbert H. 2008.,„Uhlig Corrosion and Corrosion Control”. Copyright John Wiley & Sons, Inc.

STUDI PERILAKU PELINDIAN TIMBAL DARI BIJIH GALENA NANGGUNG KABUPATEN BOGOR DALAM LARUTAN ASAM ASETAT DAN OKSIDATOR HIDROGEN PEROKSIDA

Zaki Mubarok* dan Yahya

Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi, FTTM-ITB, Jl. Ganesa 10 Bandung, 40312

E-mail : *zaki@mining.itb.ac.id

Masuk tanggal : 02-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

STUDI PERILAKU PELINDIAN TIMBAL DARI BIJIH GALENA NANGGUNG KABUPATEN BOGOR DALAM LARUTAN ASAM ASETAT DAN OKSIDATOR HIDROGEN PEROKSIDA. Dalam paper ini, dipresentasikan hasil-hasil percobaan pelindian timbal dari bijih galena Nanggung Kabupaten Bogor dalam larutan asam asetat dengan menggunakan oksidator hidrogen peroksida. Serangkaian percobaan pelindian agitasi pada tekanan atmosfer telah dilakukan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi asam asetat, konsentrasi hidrogen peroksida, temperatur dan kecepatan pengadukan terhadap persen ekstraksi Pb. Kinetika pelindian Pb dipelajari pada temperatur 30, 40 dan 50 °C dengan pendekatan model *shrinking core* untuk menentukan konstanta laju proses, pengendali laju dan energi aktivasi proses pelindian Pb. Hasil-hasil percobaan menunjukkan bahwa ekstraksi Pb dari bijih galena dapat dilakukan dengan baik melalui pelindian bijih secara langsung dalam larutan asam asetat menggunakan oksidator H₂O₂ pada tekanan atmosfer. Persen ekstraksi Pb tertinggi yaitu 92,3% diperoleh dari percobaan dengan konsentrasi asam asetat 3 molar, H₂O₂ 0,5 molar, temperatur 50 °C dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada ukuran bijih -200 mesh. Konsentrasi asam peroksida harus dijaga pada level tertentu untuk mencegah terjadinya presipitasi timbal sulfat yang mengakibatkan penurunan persen ekstraksi timbal. Hasil studi kinetika menunjukkan bahwa laju pelindian Pb dari bijih galena dalam larutan asam asetat dan oksidator H₂O₂ terkendali oleh reaksi antarmuka dengan energi aktivasi 54,52 kJ/mol.

Kata kunci: Galena, Timbal, Pelindian, Asam asetat, Hidrogen peroksida

Abstract

STUDY ON THE LEACHING BEHAVIOUR OF LEAD FROM GALENA ORE OF NANGGUNG BOGOR DISTRICT AREA IN ACETIC ACID SOLUTION USING HYDROGEN PEROXIDE AS OXIDIZING AGENT. In the present paper, the results of lead leaching from galena ore received from Nanggung Bogor Regency in acetic acid solution with the presence of hydrogen peroxide as oxidizing agent are presented. Series of batch agitation leaching tests at atmospheric pressure have been carried out to investigate the influences of acetic acid and hydrogen peroxide concentrations, leaching temperature and stirring speed on the extraction percentage of lead. Leaching kinetics was studied at temperatures of 30, 40 and 50 °C by using shrinking core model to determine rate constant, rate determining step and activation energy for lead leaching. The investigation results have demonstrated that lead extraction from galena ore can be well performed by direct leaching of the ore in acetic acid solution in the presence of hydrogen peroxide as oxidizing agent at atmospheric pressure. The highest lead extraction level of 92.3% was obtained from the leaching test with acetic acid and hydrogen peroxide concentrations of 3 and 0.5 molar, respectively, leaching temperature of 50 °C, stirring speed 200 rpm, ore particle size distribution -200 mesh after 90 minute. The hydrogen peroxide concentration must be maintained at certain level in order to avoid the precipitation of lead sulfate that resulted in the decrease of lead extraction percentage. The result of kinetics study revealed that the leaching rate of lead from West Java galena ore in acetic acid and H₂O₂ solution is controlled by interface reaction with activation energy of 54.52 kJ/mole.

Keywords: Galena, Lead, Leaching, Acetic acid, Hydrogen peroxide

PENDAHULUAN

Bijih galena dengan mineral utama PbS merupakan sumber primer logam timah

hitam (timbal) yang paling penting selain dari proses daur ulang (*recycling*) aki.

Mineral galena pada umumnya berasosiasi dengan sphalerit (ZnS).

Kandungan PbS dan ZnS dalam bijih tersebut secara umum bervariasi antara 2 - 8 % untuk PbS dan 6 - 8 % untuk ZnS. Selain dengan sphalerit, di dalam bijih galena sering kali terdapat mineral-mineral pengotor seperti *marcasite*, *pyrite*, *chalcopyrite*, *calcite*, *dolomite*, *barite*, dan beberapa mineral minor lainnya.

Di Indonesia terdapat beberapa potensi deposit galena seperti di Provinsi Jawa Barat, Aceh dan Sumatera Utara. Di Sumatera Utara, tepatnya di Kabupaten Dairi. Untuk bijih galena yang bercampur dengan sphalerite proses konsentrasi dengan flotasi diferensial untuk memisahkan konsentrat PbS dan konsentrat ZnS menjadi pilihan rute proses yang dianggap paling efektif sebelum dilakukan proses ekstraksi Pb dan Zn.

Pada saat ini seberapa besar proses produksi timbal dari konsentrat galena dilakukan dengan jalur pirometalurgi seperti dengan tanur tiup (*blast furnace*), tanur listrik dan Proses Outotec *top submerged lance* (TSL) *furnace* (dulu Proses Ausmelt). Proses hidrometalurgi untuk mengekstraksi timbal dari konsentrat atau bijih galena terus dikembangkan dengan harapan dapat diperoleh teknologi yang murah, handal, dapat diterapkan pada skala produksi yang relatif kecil, membutuhkan energi yang lebih rendah dan ramah lingkungan (tidak ada emisi debu dan gas buang). Dalam beberapa dekade terakhir, penelitian proses pelindian timbal dari bijih dan konsentrat galena telah dilakukan dengan beberapa reagen pelindi seperti asam sulfat, asam klorida, asam nitrat, asam fluorosilikat dan beberapa asam organik^[1-4].

Salah satu media pelindi yang dapat digunakan untuk melarutkan Pb secara langsung dari bijih galena (PbS) adalah larutan berbasis asetat yang ditambahkan oksidator. Proses pelindian bijih galena dapat dilakukan dengan menggunakan oksidator seperti hidrogen peroksida (H_2O_2), ozon (O_3) dan oksigen murni yang berfungsi untuk mengoksidasi sulfur menjadi ion sulfat. Kation Pb^{2+} ini

kemudian akan larut dan bersama-sama dengan anion asetat yang berasal dari disosiasi asam asetat (CH_3COOH) membentuk kompleks timbal asetat yang larut di dalam larutan pelindi.

Asam asetat merupakan molekul asam *carboxylic* yang mempunyai berat molekul rendah (*low molecular weight carboxylic acids* - LMWCA). Molekul ini memiliki jumlah atom C antara 1 sampai dengan 5 per molekul. Asam-asam organik lain yang umum digunakan di dalam proses pelindian antara lain adalah *oxalic acid*, *citric acid*, *ascorbic acid*, *fumaric acid*, dan *tartaric acid*^[4]. Asam-asam organik tersebut digunakan karena kemampuannya untuk melarutkan berbagai macam oksida logam, dan lebih ramah lingkungan dibandingkan asam anorganik seperti asam sulfat (H_2SO_4), asam klorida (HCl) dan asam nitrat (HNO_3).

Dalam penelitian ini digunakan asam asetat sebagai reagen pelindi untuk melarutkan secara selektif Pb dari bijih galena dari Nanggung, Kabupaten Bogor, Jawa Barat dengan menggunakan oksidator asam peroksida. Tujuan penelitian yang dilakukan adalah untuk mempelajari efektivitas larutan asam asetat yang ditambahkan oksidator H_2O_2 dalam melindi Pb dari bijih galena yang didapatkan dari daerah Nanggung Bogor. Serangkaian percobaan pelindian agitasi pada tekanan atmosfer telah dilakukan untuk mempelajari pengaruh nisbah konsentrasi asam asetat terhadap konsentrasi H_2O_2 , pengaruh temperatur pelindian, pengaruh kecepatan pengadukan terhadap persen ekstraksi Pb. Dipelajari juga kinetika pelindian Pb dalam larutan asam asetat dan H_2O_2 dengan menggunakan model inti yang menyusut (*shrinking core model*).

PROSEDUR PERCOBAAN

Rangkaian percobaan yang dilakukan meliputi :

- Preparasi sampel dan karakterisasi sampel.

- Pelindian terhadap sampel bijih yang sudah dipreparasi dengan variasi temperatur pelindian, kecepatan pengadukan, konsentrasi asam asetat dan konsentrasi hidrogen peroksida.
- Penentuan konsentrasi Pb terlarut sebagai fungsi waktu pada berbagai kondisi percobaan dengan analisa AAS (*atomic absorption spectrophotometry*).

Keseluruhan percobaan pelindian dilakukan pada tekanan atmosfer. Untuk keperluan analisis kadar Pb yang telah terlarut dengan AAS, maka dilakukan sampling larutan hasil pelindian setiap 15 menit sekali untuk setiap kondisi percobaan yang divariasikan.

Preparasi Sampel

Preparasi sampel bijih meliputi penggerusan, pengayakan dan pengeringan. Penggerusan bijih dilakukan untuk menyediakan sampel berukuran -200 mesh. Sesudah proses penggerusan dan pengeringan, dilakukan sampling dengan metode *coning and quartering* sampai didapatkan sampel sejumlah ± 10 gram. Komposisi kimia sampel bijih yang sudah digerus dan dikeringkan kemudian ditentukan dengan analisa XRF (*X-ray fluorescence*). Komposisi kimia sampel bijih hasil analisa XRF ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis komposisi kimia sampel bijih galena dari Nanggung, Bogor yang digunakan dalam penelitian

Unsur	% Berat
Pb	35,75
Si	10,11
S	14,75
Zn	10,29
Fe	6,14
Al	0,921
Cu	0,504
Na	0,214
K	0,175
Ca	0,143

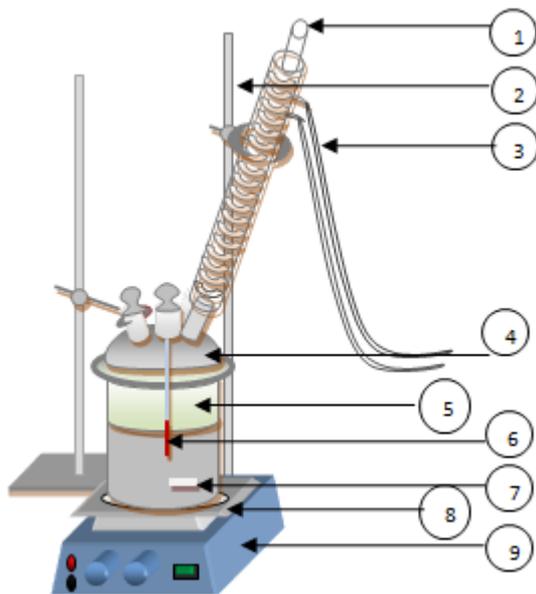
Mg	0,117
Mn	0,0738
Ti	0,0324
Co	0,0075
Cr	0,0038

Berdasarkan hasil analisis komposisi kimia yang dilakukan, kadar Pb dalam sampel bijih cukup tinggi yaitu 35,75% dengan pengotor utama adalah seng (10,29%) dan besi (6,14%) serta silika.

Pada setiap percobaan yang dilakukan, digunakan larutan dengan kualitas *pro-analysis* (p.a). Pada percobaan ini digunakan larutan hidrogen peroksida yang mengandung H₂O₂ 30% dan asam asetat dengan kemurnian 100%. Untuk menentukan konsentrasi awal larutan H₂O₂ 30% dan asam asetat murni dalam molar dilakukan dari data densitas larutan yang diberikan oleh produsen zat kimia tersebut.

Percobaan Pelindian

Sebagaimana telah dikemukakan sebelumnya, serangkaian percobaan pelindian dilakukan dengan variasi konsentrasi asam asetat, konsentrasi hidrogen peroksida, temperatur pelindian, dan kecepatan putaran batang pengaduk selama pelindian berlangsung. Sampel bijih galena sebanyak 5 gram dilindi dengan menggunakan campuran asam asetat dan hidrogen peroksida pada temperatur dan kecepatan pengadukan tertentu. Proses pelindian dilakukan dalam sebuah reaktor gelas berleher 3, dimana pengadukan dilakukan dengan sebuah *magnetic stirrer* yang dilengkapi dengan *hotplate* dan pengatur suhu. Untuk menjaga volume larutan tetap, digunakan kondensor yang dialiri air sehingga pelarut yang menguap akan mengembun kembali di dalam reaktor pelindian. Foto percobaan pelindian yang dilakukan ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Foto percobaan yang dilakukan

Keterangan: (1) kondensor; (2) statif; (3) selang air; (4) penutup reaktor; (5) reaktor berleher 3; (6) termometer; (7) batang pengaduk magnet; (8) kassa; (9) hot plate

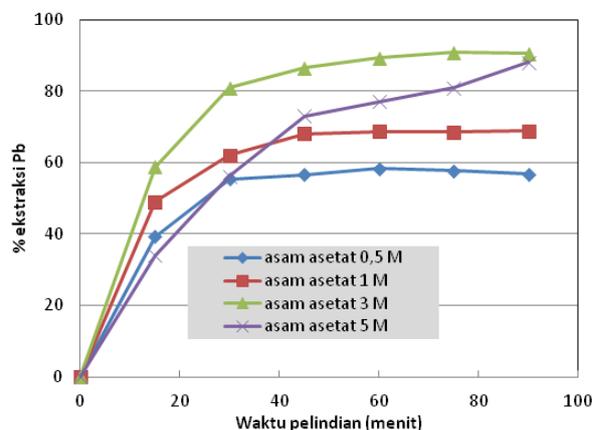
HASIL DAN PEMBAHASAN

Selama ini bijih galena dari Nanggung sebenarnya sudah diolah dengan cara peleburan menggunakan reduktor antrasit dalam tanur kupola untuk menghasilkan ingot. Proses pengolahan bijih galena dalam skala kecil dengan jalur peleburan tersebut rawan terhadap pencemaran lingkungan baik dari emisi gas SO_2 maupun uap timbal. Pada penelitian ini, dipelajari kemungkinan proses ekstraksi Pb dari bijih galena Nanggung dengan jalur hidrometalurgi yaitu dengan cara melarutkan timbal dalam larutan asam asetat yang ditambahkan oksidator H_2O_2 . Reagen pelindi yang dipilih adalah asam asetat yang termasuk sebagai asam organik dengan beberapa alasan, yaitu ketersediaannya yang mudah untuk didapatkan, harganya yang relatif murah, ramah lingkungan, serta mampu melarutkan timbal secara langsung dari PbS dengan kehadiran oksidator.

Pengaruh Konsentrasi Asam Asetat

Pengaruh konsentrasi asam asetat terhadap persen ekstraksi Pb terlarut pada

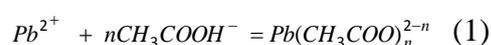
percobaan dengan konsentrasi H_2O_2 0,5 molar, temperatur 50°C dan kecepatan pengadukan 200 rpm ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Persen ekstraksi Pb sebagai fungsi waktu pada konsentrasi asam asetat yang bervariasi (H_2O_2 0,5 M, temperatur 50°C)

Hasil percobaan dengan variasi konsentrasi asam asetat yang disajikan pada Gambar 2 menunjukkan bahwa persen ekstraksi Pb meningkat dengan cepat selama ± 30 menit pertama pelindian untuk semua konsentrasi asam asetat. Laju pelindian cenderung menurun dengan meningkatnya waktu pelindian dari 60 hingga 90 menit. Pada konsentrasi asam asetat 0,5 dan 1 molar persen ekstraksi Pb tidak lagi meningkat sesudah 60 menit, sementara pada konsentrasi asetat 3 dan 5 molar masih mengalami peningkatan. Semakin tinggi konsentrasi asam asetat, yang digunakan semakin meningkat pula persen ekstraksi Pb kecuali pada peningkatan konsentrasi asam asetat dari 3 molar menuju 5 molar. Hal ini disebabkan meningkatnya viskositas larutan sehingga menurunkan laju perpindahan massa hidrogen peroksida menuju permukaan partikel bijih. Persen ekstraksi Pb paling tinggi, yaitu 90,5%, diperoleh dari percobaan dengan konsentrasi asam asetat 3 molar (180 gpl).

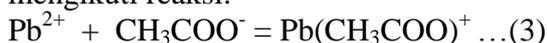
Konsentrasi asam asetat yang memadai diperlukan untuk pembentukan kompleks Pb-asetat yang stabil dalam larutan pelindi berdasarkan reaksi berikut^[4]:



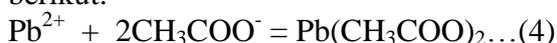
dengan konstanta kesetimbangan:

$$K = \frac{a_{Pb(CH_3COO)_n^{2-n}}}{a_{Pb^{2+}} \cdot a_{CH_3COOH^-}} \dots\dots\dots(2)$$

dimana n adalah jumlah mol asetat atau jumlah ligan asetat yang bereaksi dengan ion Pb^{2+} . Untuk $n = 1$, maka proses pelarutan timbal berlangsung melalui pembentukan kompleks $PbCH_3COO^+$ mengikuti reaksi:



Untuk $n = 2$, kompleks yang terbentuk adalah $Pb(CH_3COO)_2$ melalui reaksi berikut:



Berdasarkan data literatur^[5], log K untuk reaksi (3) dan reaksi (4) pada temperatur 55 °C masing-masing adalah $2,5 \pm 0,1$ dan $3,8 \pm 0,2$. Harga-harga konstanta kesetimbangan tersebut menunjukkan bahwa kompleks $Pb(CH_3COO)_2$ cenderung lebih stabil dibandingkan kompleks $Pb(CH_3COO)^+$

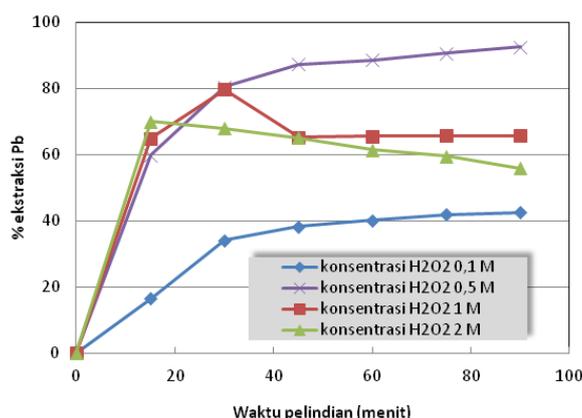
Kompleks $Pb(CH_3COO)_2$ yang lebih stabil ini dihasilkan pada jumlah mol asetat yang lebih tinggi. Kompleks Pb-asetat dari n yang lebih dari 2 dilaporkan tidak terbentuk (tidak stabil)^[5]. Selain dipengaruhi oleh konsentrasi asam asetat, kestabilan kompleks-kompleks Pb-asetat yang menentukan persen ekstraksi Pb juga dipengaruhi oleh temperatur dan tingkat mengoksidasi larutan yang menjaga kestabilan ion Pb^{2+} .

Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Peroksida

Hidrogen peroksida dipilih karena merupakan jenis oksidator kuat, ramah lingkungan dan tidak menghasilkan produk samping bila digunakan dalam proses pelarutan mineral-mineral sulfida^[6]. Selain berfungsi sebagai oksidator yang menjaga timbal tetap berada dalam bentuk ionnya, penambahan H_2O_2 dalam proses pelindian galena juga berfungsi menjaga keasaman larutan dengan mengkonversi sulfur menjadi ion sulfat. Pengaruh konsentrasi H_2O_2 terhadap persen ekstraksi Pb pada temperatur 50 °C, konsentrasi asam asetat

3 molar dengan kecepatan pengadukan 200 rpm ditunjukkan pada Gambar 3.

Persen ekstraksi Pb meningkat dengan peningkatan konsentrasi H_2O_2 dan peningkatan waktu pelindian, kecuali pada konsentrasi H_2O_2 1 dan 2 molar. Konsentrasi H_2O_2 0,1 molar tidak cukup memadai untuk melarutkan Pb dari PbS terlihat dari persen ekstraksi yang lebih rendah dari 50% selama 90 menit pelindian. Pada konsentrasi hidrogen peroksida 0,5 M, sebanyak 80,6 % Pb terlarutkan hanya dalam waktu 30 menit. Setelah menit ke-30, persen ekstraksi Pb terus meningkat secara perlahan dengan berjalannya waktu hingga 90 menit. Pada menit ke-90, persen ekstraksi Pb mencapai harga maksimal yaitu 92,65%. Pada konsentrasi hidrogen peroksida sebesar 1 M dan 2 M terjadi fenomena yang menarik. Persen ekstraksi Pb pada masing-masing percobaan tersebut meningkat dengan berjalannya waktu hingga periode tertentu dimana sesudahnya mengalami penurunan. Pada konsentrasi hidrogen peroksida sebesar 1M, peningkatan persen ekstraksi Pb (hingga 79,71 %) hanya berlangsung hingga menit ke-30, sementara pada konsentrasi H_2O_2 2M peningkatan persen ekstraksi Pb (hingga 70%) terjadi hanya dalam waktu 15 menit dimana sesudahnya mengalami penurunan.



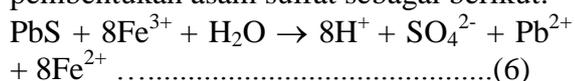
Gambar 3. Profil Persen ekstraksi Pb sebagai fungsi waktu pada berbagai konsentrasi H_2O_2 (temperatur 50 °C, konsentrasi asam asetat 3 molar, kecepatan pengadukan 200 rpm)

Penurunan persen ekstraksi Pb dengan berjalannya waktu pada konsentrasi H_2O_2

1M dan 2M disebabkan pembentukan PbSO₄ yang terpresipitasi pada permukaan bijih pada konsentrasi H₂O₂ yang tinggi sehingga menghambat proses pelarutan Pb berdasarkan reaksi:



Pada pH yang rendah (± 2) dengan kehadiran ion Fe³⁺ (akibat oksidasi Fe²⁺ dalam pirit menjadi Fe³⁺ oleh H₂O₂), kemungkinan juga berlangsung reaksi pembentukan asam sulfat sebagai berikut:



Pembentukan asam sulfat akibat reaksi tersebut di atas dapat menyebabkan presipitasi Pb-asetat menjadi Pb-sulfat sesuai dengan reaksi berikut:

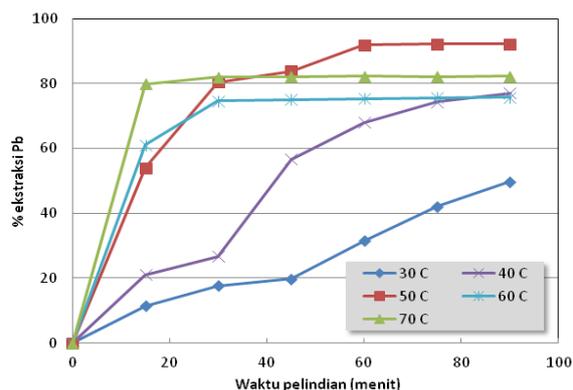


Fenomena presipitasi anglesite (PbSO₄) pada permukaan bijih ini disebut pasivasi dimana proses pelarutan Pb terhambat oleh lapisan anglesit yang terbentuk pada permukaan bijih tersebut.

Dari data percobaan yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa kondisi yang memberikan persen ekstraksi Pb paling tinggi adalah pada konsentrasi hidrogen peroksida sebesar 0,5 M yaitu sebesar 92,65%. Konsentrasi H₂O₂ 0,5 molar ini merupakan konsentrasi yang terbaik dimana apabila ditingkatkan lebih lanjut justru akan menurunkan persen ekstraksi Pb akibat mekanisme-mekanisme yang telah diuraikan di atas.

Pengaruh Temperatur Pelindian

Efek temperatur terhadap pelindian dipelajari dengan cara melakukan beberapa percobaan pelindian pada selang temperatur 30 – 70 °C (kenaikan tiap 10 °C). Profil persen ekstraksi Pb sebagai fungsi waktu pada berbagai temperatur pelindian ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Profil persen ekstraksi Pb sebagai fungsi waktu pada berbagai temperatur pelindian (konsentrasi asam asetat 3M, H₂O₂ 0,5 M, kecepatan pengadukan 200 rpm)

Berdasarkan profil persen ekstraksi Pb sebagai fungsi waktu pada Gambar 4, terlihat bahwa persen ekstraksi semakin meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur pelindian. Temperatur larutan pelindian menentukan kelarutan kompleks-kompleks Pb-asetat. Pada Tabel 2 ditunjukkan data-data log K untuk 2 jenis kompleks Pb-asetat sebagai fungsi temperatur.

Tabel 2. Data-data log K untuk 2 jenis kompleks Pb-asetat sebagai fungsi temperatur^[5]

Kompleks	Temperatur (°C)	Log K
Pb(COOH) ⁺	25	2,4±0,1
	40	2,4±0,1
	55	2,5±0,1
	70	2,6±0,1
	85	2,7±0,2
Pb(CH ₃ COO) ₂	25	3,4±0,4
	40	3,6±0,2
	55	3,8±0,2
	70	4,0±0,2
	85	4,3±0,2

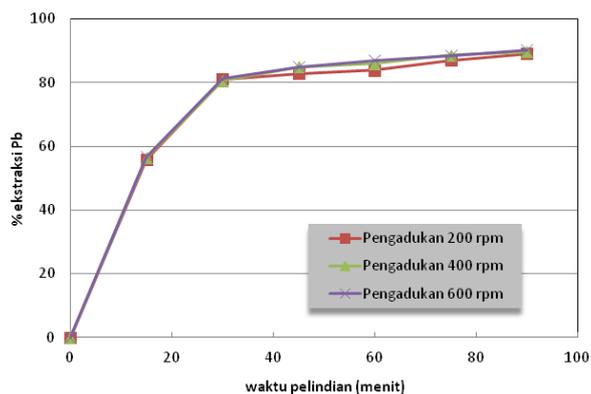
Berdasarkan data-data log K yang disajikan pada Tabel 2, peningkatan temperatur dari 30 sampai dengan 70 °C meningkatkan konstanta kesetimbangan untuk reaksi pembentukan kompleks Pb(CH₃COO)⁺ dan Pb(CHOO)₂ yang menunjukkan peningkatan kestabilan kompleks-kompleks tersebut dengan kenaikan temperatur. Persen ekstraksi Pb paling tinggi yaitu 92,3% diperoleh pada temperatur 50 °C dengan kondisi

konsentrasi asam asetat 3M, konsentrasi H_2O_2 0,5 M dan kecepatan pengadukan 200 rpm.

Pada temperatur pelindian 30 °C dan 40 °C, persen ekstraksi Pb terus meningkat dengan signifikan seiring dengan lamanya waktu pelindian namun hanya mencapai maksimal 49,72% dan 77,07% sesudah 90 menit. Pada selang temperatur 60-70 °C proses pelindian berlangsung dengan cepat pada awal pelindian sampai sekitar 30 menit dimana sesudah periode waktu tersebut proses pelarutan Pb berlangsung dengan lambat atau terhenti. Hal ini kemungkinan disebabkan karena terjadi presipitasi timbal sulfat pada permukaan partikel galena yang belum bereaksi pada suhu yang lebih tinggi sebagaimana telah disebutkan pada subbab sebelumnya. Presipitat yang terbentuk ini menghalangi hidrogen peroksida untuk bereaksi dengan partikel-partikel mineral galena.

Pengaruh Kecepatan Pengadukan

Pengadukan di dalam proses pelindian berfungsi untuk mendistribusikan partikel-partikel bijih galena di seluruh larutan pelindi sehingga terjadi kontak yang intensif dengan larutan pelindi. Jika partikel-partikel bijih tersebar merata maka luas permukaan partikel yang melakukan kontak dengan larutan pelindi akan semakin besar. Semakin besar luas permukaan partikel yang kontak dengan larutan pelindi mengakibatkan laju pelindian juga meningkat. Pada penelitian ini, dilakukan beberapa percobaan pelindian dengan kecepatan pengadukan yang variasi yaitu 200 rpm, 400 rpm, dan 600 rpm. Hasil-hasil percobaan dengan variasi kecepatan pengadukan pada konsentrasi asam asetat 3M, konsentrasi H_2O_2 0,5 M dan temperatur 50 °C ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Profil persen ekstraksi Pb sebagai fungsi waktu dan kecepatan pengadukan (konsentrasi asam asetat 3M, H_2O_2 0,5 M, temperatur 50 °C)

Hasil-hasil percobaan pada berbagai kecepatan pengadukan yang bervariasi yang disajikan pada Gambar 5 menunjukkan bahwa peningkatan kecepatan pengadukan dari 200 hingga 600 rpm tidak mempengaruhi persen ekstraksi Pb. Dengan kata lain, pengadukan dengan kecepatan 200 rpm pada konsentrasi asam asetat 3M, H_2O_2 0,5M pada temperatur 50 °C, selama 90 menit sudah cukup memadai untuk mendapatkan persen ekstraksi Pb lebih dari 90%. Hasil percobaan dengan variasi kecepatan pengadukan ini mengindikasikan bahwa proses perpindahan massa menuju permukaan bijih bukan merupakan tahap yang paling lambat yang menentukan laju proses secara keseluruhan yang ditunjukkan oleh tidak meningkatnya persen ekstraksi Pb dengan peningkatan kecepatan pengadukan. Pengendali laju proses pelindian Pb akan diklarifikasi lebih lanjut dari hasil-hasil studi kinetika pelindian.

Kinetika Pelindian

Studi kinetika dilakukan untuk menentukan laju proses dan pengendali laju pelindian bijih galena dari daerah Nanggung, Bogor dalam larutan asam asetat dengan oksidator H_2O_2 . Reaksi antara galena dengan oksidator H_2O_2 adalah reaksi heterogen antara *solid* (bijih) dan *liquid* (reagen pelindi) dan dapat direpresentasikan oleh persamaan berikut:



Kinetika pelindian bijih galena didekati dengan *shrinking core model*. Model ini berlaku dengan asumsi-asumsi sebagai berikut:

- Butiran mineral galena dianggap berbentuk bulat
- Butiran mineral galena menyusut terhadap waktu
- Terbentuk inti yang tidak bereaksi selama proses pelindian yaitu silika
- Ukuran butiran dianggap sama yaitu 74 μm
- Konsentrasi H₂O₂ dan asam sulfat dianggap konstan (perubahannya tidak signifikan)

Menurut Levenspiel^[7], persamaan-persamaan model matematika yang relevan untuk setiap jenis pengendali laju reaksi yang mengikuti model *shrinking core* adalah sebagai berikut:

1. Terkendali oleh laju difusi melalui film fluida pada permukaan bijih,

$$\frac{t}{\tau} = 1 - \left(\frac{r_c}{R}\right)^3 = X_B \dots\dots\dots (9)$$

2. Terkendali oleh laju difusi melalui inti yang tidak bereaksi,

$$\frac{t}{\tau} = 1 - 3(1 - X_B)^{2/3} + 2(1 - X_B) \dots\dots\dots (10)$$

3. Terkendali oleh laju reaksi antarmuka,

$$\frac{t}{\tau} = 1 - \frac{r_c}{R} = 1 - (1 - X_B)^{1/3} \dots\dots\dots (11)$$

dimana *t* adalah waktu pelindian, *τ* adalah waktu pelindian dimana Pb dianggap habis bereaksi dan *X_B* adalah fraksi Pb yang terkonversi pada waktu *t*. Inti yang menyusut diasumsikan hanya karena proses pelarutan Pb, sehingga *X_B* ditentukan dengan persamaan berikut :

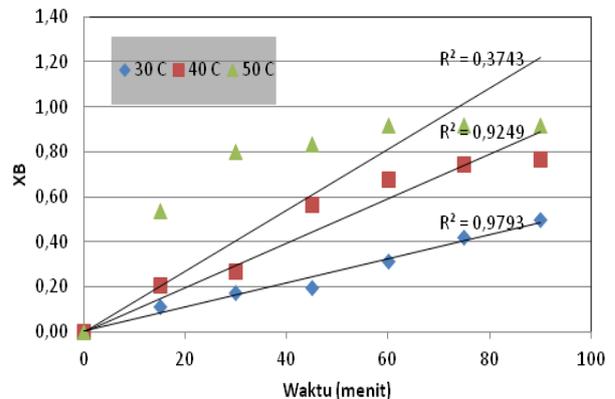
$$X_B = \frac{\text{mol Pb terlarut}}{\text{mol Pb awal}} \dots\dots\dots (12)$$

Hasil-hasil perhitungan *X_B*, $[1 - 3(1 - X_B)^{2/3} + 2(1 - X_B)]$, dan $[1 - (1 - X_B)^{1/3}]$ disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil-hasil perhitungan *X_B*, $[1 - 3(1 - X_B)^{2/3} + 2(1 - X_B)]$, dan $[1 - (1 - X_B)^{1/3}]$

Waktu (menit)	<i>X_B</i>	$1 - 3(1 - X_B)^{2/3} + 2(1 - X_B)$	$1 - (1 - X_B)^{1/3}$
Suhu 30°C			
0,00	0,00	0,00	0,00
15,00	0,11	0,00	0,04
30,00	0,18	0,01	0,06
45,00	0,20	0,01	0,07
60,00	0,32	0,04	0,12
75,00	0,42	0,07	0,17
90,00	0,50	0,11	0,20
Suhu 40°C			
0,00	0,00	0,00	0,00
15,00	0,21	0,02	0,08
30,00	0,27	0,03	0,10
45,00	0,57	0,15	0,24
60,00	0,68	0,24	0,32
75,00	0,74	0,30	0,36
90,00	0,77	0,33	0,39
Suhu 50°C			
0,00	0,00	0,00	0,00
15,00	0,54	0,13	0,23
30,00	0,80	0,38	0,42
45,00	0,84	0,43	0,45
60,00	0,92	0,60	0,57
75,00	0,92	0,61	0,57
90,00	0,92	0,61	0,57

Pengaluran *X_B* terhadap waktu pelindian, *t*, untuk temperatur pelindian 30, 40 dan 50 °C ditunjukkan pada Gambar 6.

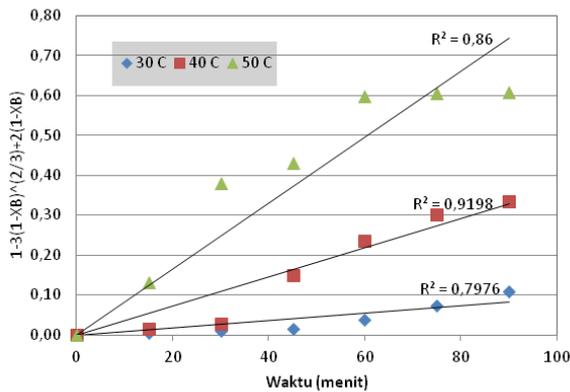


Gambar 6. Pengaluran *X_B* terhadap waktu pada temperatur pelindian 30, 40, dan 50 °C

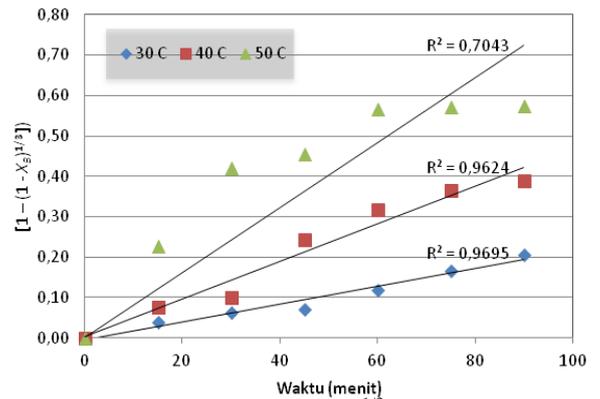
Berdasarkan persamaan kinetika proses yang terkontrol oleh laju difusi melalui lapisan produk yang tidak bereaksi, pengaluran $[1 - 3(1 - X_B)^{2/3} + 2(1 - X_B)]$ hasil percobaan terhadap waktu, *t*, ditunjukkan pada Gambar 7. Berdasarkan persamaan kinetika proses yang terkontrol oleh laju reaksi antarmuka, pengaluran harga-harga $[1 - (1 - X_B)^{1/3}]$ dari hasil percobaan terhadap waktu *t*, disajikan pada Gambar 8.

Pada tiap-tiap grafik pada Gambar 6-8, diperlihatkan perbedaan koefisien korelasi

pada masing-masing jenis pengendali proses. Grafik antara $1-(1-X_B)^{1/3}$ terhadap t untuk proses yang dikendalikan oleh reaksi pada antarmuka menunjukkan nilai koefisien korelasi yang paling mendekati 1 dibandingkan pengaluran untuk persamaan yang terkait dengan 2 pengendali laju proses lainnya. Dari hasil analisis ini dapat disimpulkan bahwa reaksi pelindian galena dikendalikan oleh reaksi kimia pada antarmuka. Kesimpulan ini didukung oleh hasil percobaan dengan variasi kecepatan pengadukan (200, 400, dan 600 rpm) yang tidak menghasilkan perbedaan yang berarti pada persen ekstraksi Pb sebagai fungsi waktu yang mengindikasikan bahwa proses tidak dikendalikan oleh proses perpindahan massa melalui film difusi atau inti yang tidak bereaksi yang dipengaruhi oleh proses pengadukan. Sebagaimana diketahui, peningkatan pengadukan akan mempertipis ketebalan lapis difusi yang konsekuensinya adalah meningkatkan laju pelarutan bila proses terkendali oleh perpindahan massa. Untuk memperkuat analisa pengendali laju proses pelindian ini, dilakukan juga perhitungan energi aktivasi proses.



Gambar 7. Pengaluran $1-3(1-X_B)^{2/3} + 2(1-X_B)$ terhadap t pada temperatur 30, 40 dan 50 °C



Gambar 8. Pengaluran $1-(1-X_B)^{1/3}$ terhadap t pada temperatur 30, 40 dan 50 °C

Penghitungan Energi Aktivasi

Energi aktivasi untuk proses yang terkendali oleh reaksi antarmuka dapat ditentukan dengan persamaan Arrhenius yang bentuknya sebagai berikut:

$$\ln k_s = \ln A_s - \frac{E_a}{RT} \dots\dots\dots(13)$$

dimana k_s adalah konstanta laju reaksi antarmuka, A_s adalah faktor frekuensi, R adalah konstanta gas ideal, T temperatur dan E_a adalah energi aktivasi. Pengaluran antara $\ln k_s$ terhadap $(1/T)$ akan menghasilkan garis lurus dengan kemiringan $= -E_a/R$.

Dari model *shrinking core* yang digunakan, untuk proses yang terkendali oleh reaksi antarmuka, pengaluran $[1-(1-X_B)^{2/3}]$ terhadap waktu (t) akan membentuk garis lurus dengan kemiringan (m) sebagai berikut:

$$m = \frac{k_s C_{CH_3COOH}}{\rho_B R} \dots\dots\dots(14)$$

sehingga k_s dapat diperoleh dengan persamaan:

$$k_s = m \frac{\rho_B R}{C_{CH_3COOH}}$$

dimana m adalah gradien garis lurus hasil pengaluran $[1-(1-X_B)^{2/3}]$ terhadap t .

Konsentrasi asam asetat yang digunakan untuk studi kinetika ini adalah 3M, sehingga konsentrasi asam asetat dalam $kmol/m^3$ adalah sebagai berikut :

$$C_{CH_3COOH} = 3 \text{ mol / liter} = 3 \text{ kmol / m}^3$$

Sampel bijih yang digunakan mempunyai ukuran -200# (74 μm)

sehingga jari-jari sampel diasumsikan sebagai berikut:

$$D = 200\# = 0,074 \text{ mm} = 0,000074 \text{ m}$$

$$R = 0,5 \times 0,000074 \text{ m} = 3,7 \times 10^{-5} \text{ m}$$

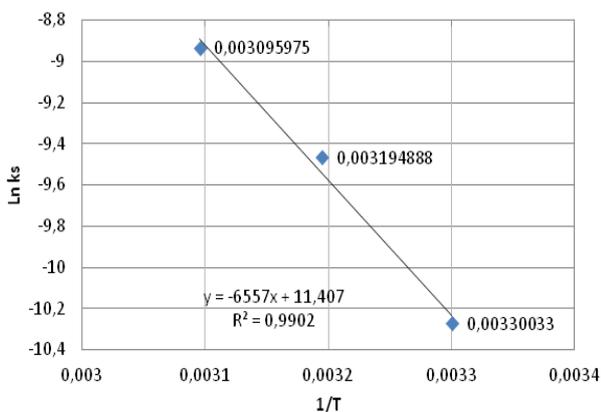
Volume partikel galena yang dilindi dapat dihitung dengan persamaan:

$$V = \frac{4}{3} \pi R^3 = \frac{4}{3} \times \frac{22}{7} \times 3,7 \times 10^{-5} = 1,55 \times 10^{-4} \text{ m}^3$$

Berat jenis untuk timbal dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan:

$$\rho_B = \frac{\text{mol } B}{\text{volum total}} = \frac{8,63 \times 10^{-3}}{1,55 \times 10^{-4}} = 133,755 \text{ mol / m}^3$$

Grafik hubungan antara $\ln k_s$ terhadap $1/T$ ditunjukkan oleh Gambar 9.



Gambar 9. Pengaluran $\ln k_s$ terhadap $1/T$ dari hasil percobaan

Dari grafik pengaluran $\ln k_s$ terhadap $(1/T)$ pada Gambar 9, diperoleh kemiringan garis lurus sebesar -6557 , sehingga energi aktivasi proses dapat ditentukan sebagai berikut:

$$\text{Gradien garis} = -E_a/R$$

$$E_a = -(\text{gradien garis} \times 8,314)$$

$$= -(-6557 \times 8,314)$$

$$= 54514,898 \text{ J} = 54,515 \text{ kJ/mol}$$

Berdasarkan literatur^[8], jika energi aktivasi suatu reaksi kimia harganya antara $8 - 20$ kJ/mol, maka laju proses akan terkendali oleh laju difusi melalui lapisan fluida pada permukaan bijih. Sementara, bila harga energi aktivasinya antara $40 - 80$ kJ/mol, maka laju proses akan dikendalikan oleh reaksi antarmuka dan bila berada diantara kedua selang harga tersebut di atas, maka laju proses akan terkendali baik oleh laju difusi maupun reaksi kimia (*mixed*

control). Dari hasil perhitungan energi aktivasi di atas nilainya berada dalam selang $40 - 80$ kJ/mol sehingga dapat disimpulkan bahwa laju pelindian bijih galena dari Nanggung Bogor dalam larutan asam asetat dengan oksidator H_2O_2 yang dipelajari pada penelitian ini terkendali oleh laju reaksi antarmuka. Energi aktivasi pelindian galena dalam larutan asam asetat dengan oksidator H_2O_2 ini termasuk kelompok yang rendah dibandingkan energi aktivasi pelindian galena pada reagen-reagen pelindi lain sebagaimana diilustrasikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Energi aktivasi pelindian galena pada berbagai reagen pelindi^[4]

Reagen pelindi	Energi aktivasi
<i>Ferric fluoro silicate</i>	62,1
<i>Ferric chloride</i>	40 - 45
<i>Cupric chloride</i>	33
<i>Ferric nitrate</i>	47
HCl	64,4
$HClO_4$	71,5
HBr	66,5

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil-hasil percobaan dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Ekstraksi Pb dari bijih galena dapat dilakukan dengan pelindian secara langsung pada tekanan atmosfer dalam larutan asam asetat dan H_2O_2 .
2. Persen ekstraksi Pb tertinggi yaitu 92,3% diperoleh dari percobaan dengan konsentrasi asam asetat 3 molar, H_2O_2 0,5 molar, temperatur $50^\circ C$ dengan kecepatan pengadukan 200 rpm serta ukuran bijih -200 mesh.
3. Konsentrasi H_2O_2 dan temperatur harus dibatasi untuk menghindari presipitasi $PbSO_4$ pada permukaan bijih yang dapat mengakibatkan pasivasi.
4. Penurunan persen ekstraksi Pb dengan waktu terjadi pada peningkatan konsentrasi H_2O_2 lebih dari 1 molar dan temperatur pelindian lebih dari $50^\circ C$.

5. Peningkatan kecepatan pengadukan dari 200 rpm hingga 600 rpm tidak mempengaruhi persen ekstraksi Pb
 6. Studi kinetika dengan pendekatan *shrinking core model* menunjukkan bahwa laju pelindian Pb dari bijih galena Nanggung dalam larutan asam asetat dan oksidator H₂O₂ terkendali oleh laju reaksi antarmuka dengan energi aktivasi 54,52 kJ/mol.
- [8] Habashi, F. 1993.,,A Textbook of Hydrometallurgy”. *Metallurgie Extractive, Publisher.:* Quebec, Canada.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Naito, K., Habashi, F. 1984.,,Aqueous Oxidation of Lead Sulfide Concentrate in Hydrochloric”. *Transaction of Mineral and Metal.:* Vol. 93.
- [2] Airong, C.A. 1992.,,Kinetics of Leaching Galena Concentrates with Ferric Floucilicate Solution”. *Thesis, Department of Metals and Materials Engineering, University of British Columbia.*
- [3] Gerson, R. A., O’Dea, A.R. 2003.,,A Quantum Chemical Investigation of the Oxidation and Dissolution Mechanism of Galena. *Geochemica et Cosmochimica Acta.:* Vol. 67.
- [4] Aydogan, S., Aras, A. and Ucar, G. 2007.,,Dissolution kinetics of galena in acetic acid solutions with hydrogen peroxide”. *Hydrometallurgy 89.:* pp. 189–195.
- [5] Giordano, T.H. 1989.,,Anglesite (PbSO₄) Solubility in Acetate Solutions: the Determination of Stability Constants for Lead Acetate Complexes to 85°C. *Geochimica et Cosmochimica Acta.:* Vo. 53, pp. 359–366.
- [6] Jennings, S.R., Dollhopf, D.J. and Inskip, W.P.. 2000.,,Acid Production from Sulfide Minerals Using Hydrogen Peroxide Weathering”. *Applied Geochemistry.:* Vol. 15.
- [7] Levenspiel, O. 1999.,,Chemical Reaction Engineering”. John Wiley & Sons, New York.

PEMBUATAN MATERIAL KOMPOSIT Matriks PADUAN Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(p)} DENGAN PROSES STIRR-CASTING

Bintang Adjiantoro* dan Bambang Sriyono

Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

E-mail : *rade005@lipi.go.id

Intisari

PEMBUATAN MATERIAL KOMPOSIT Matriks PADUAN Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(p)} DENGAN PROSES STIRR-CASTING. Penelitian pembuatan material komposit matriks logam telah dilakukan dengan menggunakan metoda *stirr-casting* pada matriks paduan Al-6,2%Mg dengan penguat partikel Al₂O₃. Percobaan dilakukan dengan memvariasikan persen fraksi volume partikel (2,5 ; 5,0 dan 7,5%) dan ukuran partikel (100; 200 dan 270 mesh). Dari hasil percobaan menunjukkan bahwa persen fraksi volume partikel sangat berpengaruh terhadap sifat mekanik dan struktur mikro dari material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(p)}. Semakin besar fraksi volume dan semakin halus ukuran partikel Al₂O₃, ukuran besar butir relatif semakin halus pula dan distribusi partikel Al₂O₃ semakin merata.

Kata kunci : Komposit matriks logam, Paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(p)}, Fraksi volume penguat, Ukuran partikel penguat

Abstract

MANUFACTURING OF METAL MATRIX COMPOSITE MATERIAL Al-6.2%Mg/Al₂O_{3(p)} USING STIRR-CASTING METHOD. Manufacturing of metal matrix composite materials have been performed using *stirr-casting* method on Al-6.2% Mg as a matrix alloy using reinforce Al₂O₃ particles. The experiments were conducted by various of volume fraction of particles (2.5; 5.0 and 7.5%) and particle size (100; 200 and 270 mesh). From the experimental results showed that the percent volume fraction of the particles affects the mechanical properties and microstructure of Al alloy matrix composite materials-6.2% Mg/Al₂O₃ (p). The larger the volume fraction and the finer the particle size of Al₂O₃, large grain size is also relatively more smooth and more uniform distribution of Al₂O₃ particles.

Keywords: Metal matrix composite , Al-6.2%Mg/Al₂O_{3(p)} alloy, Volume fraction reinforce, Particle size reinforce

PENDAHULUAN

Komposit adalah penggabungan dua atau lebih dari matriks dan penguatnya (*reinforce*) sehingga menghasilkan sifat yang lebih baik bila dibandingkan dengan material dari matriks atau penguatnya. Matriks adalah material pengikat yang berfungsi sebagai media transfer beban ke penguat, menahan penyebaran retakan dan melindungi penguat dari lingkungan. Sedangkan penguat berfungsi memberikan kontribusi kekuatan pada material tersebut. Sifat-sifat dari material komposit secara umum bila dibandingkan dengan komponen-komponen penyusunnya memiliki sifat-sifat yang lebih baik antara lain ketangguhan dan kekuatan yang lebih baik, lebih ringan (*lightweight*), memiliki ketahanan terhadap korosi dan ketahanan aus yang lebih baik dan memiliki umur fati yang lebih lama.

Penggunaan komposit saat ini sangat luas pada aplikasi struktural, elektrik, termal, dan *tribological*^[1].

Komposit matriks logam (KML) biasanya memiliki penguat berupa partikel-partikel keramik atau dikenal dengan *cermet* atau *fiber* dari logam, karbon, dan boron. Keunggulan KML antara lain adalah mempunyai kombinasi yang bagus dari perbandingan kekakuan (*stiffness*)/berat dan kekuatan/berat pada temperatur kamar dan temperatur tinggi. Selain itu juga mempunyai modulus spesifik, kekuatan lelah (*fatigue strength*), ketahanan aus (*wear resistance*), ketahanan abrasi, ketahanan mulur (*creep resistance*), konduktivitas panas yang tinggi dan koefisien muai panas yang rendah. Dari keunggulan sifat-sifat tersebut, KML dapat dijadikan sebagai material substitusi dimana salah

satunya cocok digunakan pada industri otomotif^[2].

Penelitian ini difokuskan pada pembuatan komposit matrik logam. Tujuan penelitian adalah untuk mengetahui peningkatan sifat mekanik sebelum dan setelah ditambahkan penguat partikel Al_2O_3 serta mendapatkan kondisi optimum pada proses pembuatan material komposit logam Al-6,2%Mg/ $Al_2O_{3(p)}$.

PROSEDUR PERCOBAAN

Persiapan Bahan

Bahan yang digunakan sebagai matrik adalah logam paduan Al-6,2%Mg dengan penguat berupa partikel/serbuk Al_2O_3 . Mg berfungsi sebagai *wetting agent* dan *reactive element*.

Tabel 1. Komposisi kimia paduan matriks Al-6,2%Mg

(%) berat	Unsur						
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Al
	0,078	0,107	0,003	0,049	6,20	0,002	Bal.

Pembuatan KML Metoda Stirr-Casting

Diagram alir proses pembuatan material KML ditunjukkan pada Gambar 1.

Preparasi Bahan Penguat Al_2O_3

- Proses pengayakan untuk mendapatkan ukuran partikel
- Penimbangan fraksi volume Al_2O_3 sebagai penguatan terhadap berat paduan matriks

Pembuatan KML

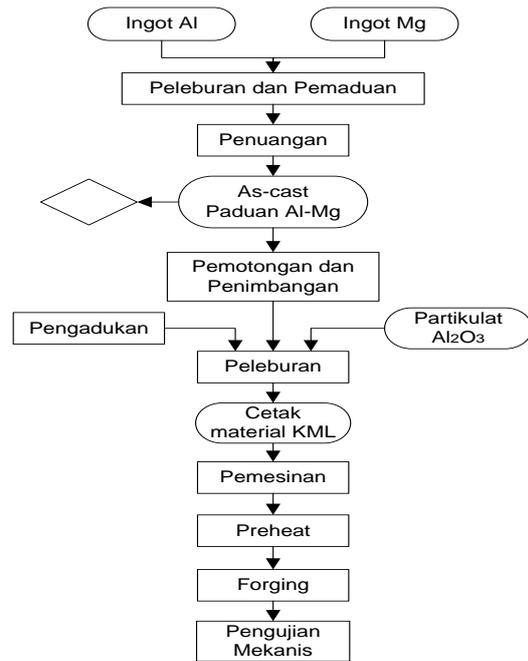
Pada proses pembuatan KML yang menggunakan metoda *stirr-casting*

a. Parameter proses pembuatan KML

- ukuran partikel Al_2O_3 : 100, 200 dan 270 mesh
- fraksi volume partikel Al_2O_3 terhadap berat matriks : 2,5 ; 5,0 dan 7,5%

b. Proses pembuatan KML

Paduan Al-6,2%Mg seberat 300 gram dilebur dalam krusibel menggunakan tungku muffle kemudian tahan pada temperatur 740 °C selama ± 30 menit.



Gambar 1. Diagram alir pembuatan material komposit matriks paduan Al-Mg/ $Al_2O_{3(p)}$.

Masukan partikel Al_2O_3 yang telah dibasahi terlebih dahulu dengan larutan aluminium nitrat $Al(NO_3)_3$ dan lakukan pengadukan dengan menggunakan pengaduk (*stirrer*) yang di desain dengan kecepatan 2500 rpm hingga partikulat yang ada di dalam matriks terdistribusi secara merata dan tuangkan ke dalam cetakan. Gambar 2 adalah proses pengadukan cairan logam matriks dengan penguatan partikel Al_2O_3 , sedangkan Gambar 3 menunjukkan hasil coran dari material KML. Pembuatan material komposit dilakukan dengan metode *Stirr-casting*. Metoda *Stirr-casting* merupakan proses pembuatan komposit dengan cara penuangan yang sebelumnya mengalami proses pengadukan pada kondisi cair (*molten*) ($S + L$)^[3] dengan batasan parameter ; persen fraksi volume partikel Al_2O_3 dan ukuran partikel. Hasil *stirr casting* kemudian dipanaskan pada suhu sekitar 450 °C (*semi solid area*) untuk dilakukan proses tempa (*forging*) dengan tujuan agar partikel Al_2O_3 tidak mengelompok dan lebih terdistribusi di dalam matriks serta mengurangi *macrosegregation*, dan porositas^[4-5]. Pengujian yang dilakukan terhadap komposit matrik logam yang dihasilkan meliputi : uji kekuatan tarik, kekerasan, ketahanan aus dan metalografi.



Gambar 2. Proses pengadukan komposit matrik logam dengan penguat $Al_2O_{3(p)}$



Gambar 3. Hasil coran material komposit matrik logam

Gambar 4 menunjukkan hasil coran dari komposit matrik logam yang sudah mengalami pembubutan.



Gambar 4. Komposit matrik logam hasil proses pembubutan

Gambar 5 menunjukkan visual dari material matriks dan komposit matriks logam hasil tempa.



Gambar 5. (a) Material matriks; (b) komposit matrik paduan Al-6,2%Mg/ $Al_2O_{3(p)}$ hasil tempa

Pengujian kekerasan metoda *Hardness Brinell* (HB) dilakukan untuk mengetahui perubahan kekerasan material komposit. Pengujian kekerasan *Brinell* menggunakan indentor bola baja diameter (D) = 5 mm, dengan pembebanan (P) sebesar 62,5 kg.

Jenis pengujian keausan yang digunakan pada penelitian ini adalah keausan abrasi. Pengujian ini dihitung melalui kehilangan

berat benda uji. Pengujian ini menggunakan kertas ampelas dengan ukuran grit 400. Langkah-langkah pengujian abrasif adalah sebagai berikut:

- Meratakan permukaan benda uji yang akan diuji.
- Penimbangan awal.
- Memasang benda uji pada pegangan spesimen (*holder*) yang terdapat di mesin uji abrasi.
- Memasang kertas ampelas pada piringan mesin uji abrasi.
- Menghidupkan mesin uji abrasi, dengan putaran piringan berkecepatan 54 rpm.
- Tempelkan benda uji tersebut pada kertas ampelas yang berputar dengan memberikan gaya penekanan seberat 6 kg. Lamanya waktu pengujian abrasi adalah 30 menit.
- Penimbangan akhir.

Harga keausan abrasi dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut [6].

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

$$\text{Keausan abrasif} = \frac{\Delta W}{\text{keliling lingkaran} \times T \times \text{rpm}} \times 1000 \left(\frac{g}{m}\right)$$

Dimana :

W : Berat benda uji

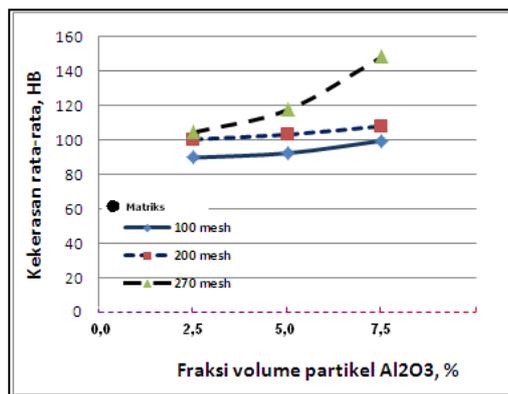
ΔW : Total kehilangan berat

T : Waktu

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kekerasan

Hasil uji kekerasan ditunjukkan pada Gambar 6. Pada gambar tersebut terlihat bahwa perubahan kekerasan dari paduan Al-6,2%Mg dan material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/ $Al_2O_{3(p)}$ meningkat dengan penambahan fraksi volume partikel Al_2O_3 .



Gambar 6. Pengaruh fraksi volume partikel Al₂O₃ terhadap kekerasan material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)}

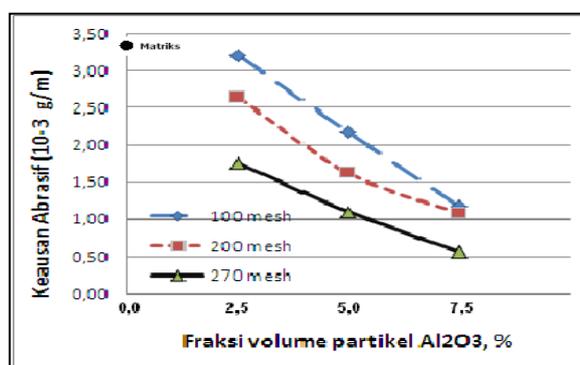
Perubahan kekerasan pada material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)} sangat dipengaruhi oleh besarnya fraksi volume partikel Al₂O₃ yang ditambahkan. Namun, faktor lain seperti distribusi partikel yang tidak seragam dalam coran akan memberikan nilai kekerasan yang berbeda pula.

Dari data hasil percobaan menunjukkan kekerasan komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)} meningkat dengan meningkatnya persentase berat partikel Al₂O₃ dalam coran. Nilai kekerasan yang lebih tinggi diperoleh pada penambahan fraksi volume Al₂O₃ sebesar 7,5%. Kekerasan material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)} tertinggi adalah 148,4 HB atau meningkat sekitar 145% dari kekerasan matriks paduan Al-6,2%Mg yang diperoleh dari penambahan fraksi volume 7,5% Al₂O₃ pada ukuran partikel 270 mesh. Hal ini terjadi karena selain persentase berat, variasi ukuran partikel Al₂O₃ juga berperan di dalam peningkatan kekerasan, dimana semakin halus ukuran partikel nilai kekerasan yang diperoleh semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena semakin padat distribusi partikel penguat Al₂O₃ di dalam matriks paduan Al-6,2%Mg.

Kearsan Abrasi

Pengujian abrasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui perubahan ketahanan abrasi dari paduan Al-6,2%Mg dan material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)}. Hasil pengujian keausan abrasi paduan Al-6,2%Mg dan material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)} ditunjukkan pada Gambar 7. Dari gambar tersebut terlihat bahwa

tingkat keausan material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)} lebih tinggi dibanding tingkat keausan matriks paduan Al-6,2%Mg. Nilai ini ditunjukkan dengan kehilangan berat yang relatif lebih kecil pada beban dan jumlah siklus pengujian yang sama. Semakin besar penambahan fraksi volume partikel Al₂O₃, nilai ketahanan aus semakin naik menjadi $1,25 \times 10^{-3}$ g/m. Demikian pula dengan pengaruh variasi ukuran partikel Al₂O₃ dimana semakin halus ukuran partikel, nilai ketahanan aus yang diperoleh semakin meningkat mencapai $0,5 \times 10^{-3}$ g/m. Hal ini disebabkan semakin padat distribusi partikel penguatan abrasif Al₂O₃ di dalam matriks paduan Al-6,2%Mg.



Gambar 7. Pengaruh fraksi volume partikel Al₂O₃ terhadap keausan material komposit matriks paduan Al-6,2%Mg/Al₂O_{3(P)}

Metalografi

Hasil metalografi paduan Al-6,2%Mg yang digunakan sebagai logam matriks dalam pembuatan material KML, ditunjukkan pada Gambar 8. Struktur yang terbentuk di dalam paduan matriks adalah struktur dendrit dengan fasa α -Mg₅Al₈ yang dihasilkan oleh pendinginan lambat (Gambar 8).

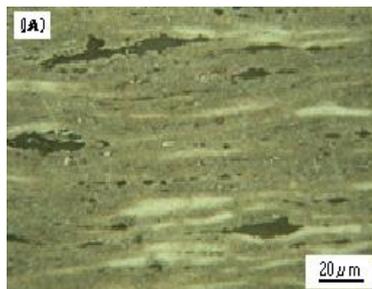


Gambar 8. Struktur mikro paduan Al-6,2%Mg. Etsa : Keller Reagent

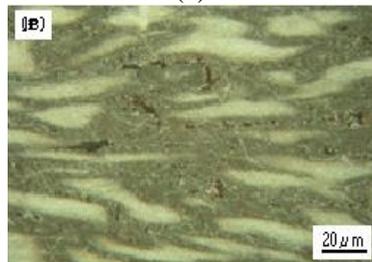
Senyawa intermetalik Mg₅Al₈ hadir hanya dalam paduan dengan kadar magnesium

tinggi^[7]. Selain itu, kelarutan padat magnesium dalam aluminium cukup tinggi. Senyawa Mg_5Al_8 sebagai jaringan (*network*) pada batas butir (*intergranular*), sangat dipengaruhi oleh laju pendinginan.

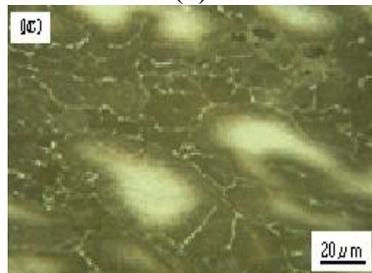
Gambar 9-11 menunjukkan foto struktur mikro dari komposit matriks logam dengan variasi ukuran matriks dan fraksi volume Al_2O_3 sebagai penguat.



(a)

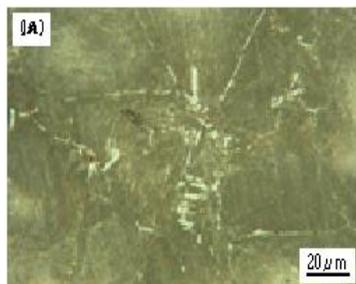


(b)

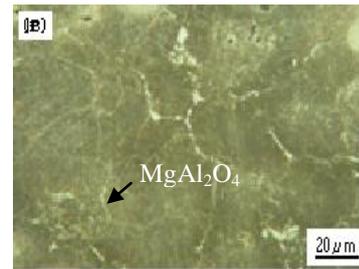


(c)

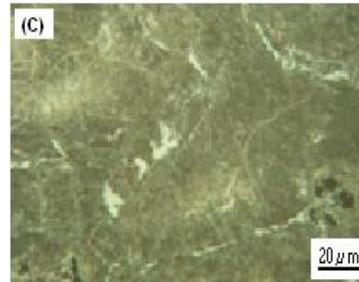
Gambar 9. Struktur mikro komposit matriks paduan $Al-6,2\%Mg/Al_2O_{3(p)}$ dengan ukuran partikel 100 mesh dan volume fraksi penguat sebesar : (a) 2,5%; (b) 5% (c) 7,5%. Etsa : *Keller Reagent*



(a)

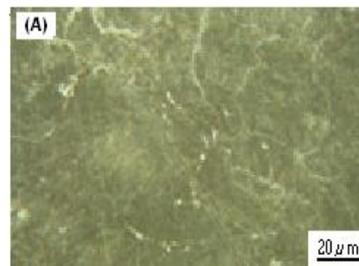


(b)

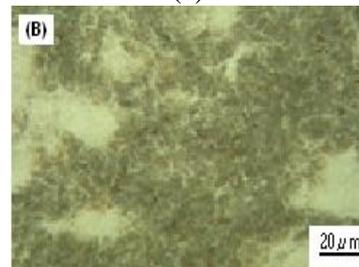


(c)

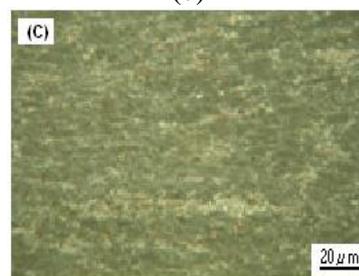
Gambar 10. Struktur mikro komposit matriks paduan $Al-6,2\%Mg/Al_2O_{3(p)}$ dengan ukuran partikel 200 mesh dan volume fraksi penguat sebesar : (a) 2,5%; (b) 5% (c) 7,5%. Etsa : *Keller Reagent*



(a)



(b)



(c)

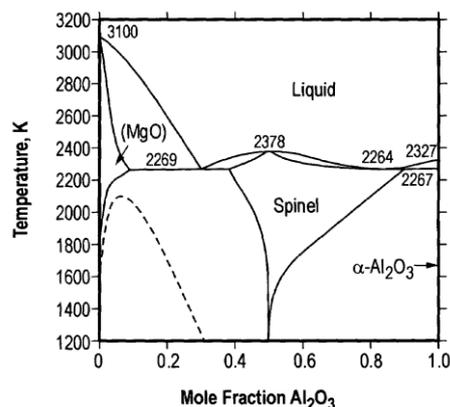
Gambar 11. Struktur mikro komposit matriks paduan $Al-6,2\%Mg/Al_2O_{3(p)}$ dengan ukuran partikel 270 mesh dan volume fraksi penguat sebesar : (a) 2,5%; (b) 5% (c) 7,5%. Etsa : *Keller Reagent*

Berdasarkan hasil penelitian^[7] bahwa pembentukan lapisan spinel ($MgAl_2O_4$) pada permukaan partikel Al_2O_3 meningkatkan mampu basah (*wettability*) antara matrik Al dan penguat Al_2O_3 , fase spinel ($MgAl_2O_4$) yang terbentuk pada permukaan Al_2O_3 menjadi pengikat (*binder*) antara matrik Al dengan penguat Al_2O_3 pada komposit Al/ Al_2O_3 .

Fungsi dielektrik dan fungsi kerugian untuk spinel ($MgAl_2O_4$) ditentukan dengan menggunakan *fourier-transform infrared ellipsometry* 250-1000 cm^{-1} ^[8]. Hasil metalografi pada material komposit matriks paduan Al-6,2% $Mg/Al_2O_{3(p)}$ menunjukkan distribusi partikel Al_2O_3 di dalam matriks paduan Al-6,2%Mg seperti terlihat pada Gambar 9, 10 dan 11. Pengendapan partikel Al_2O_3 pada umumnya terjadi pada batas butir (Gambar 9 dan 10) dan semakin besar fraksi volume dan semakin halus ukuran partikel Al_2O_3 ukuran besar butir relatif semakin halus pula, seperti ditunjukkan pada Gambar 11. Struktur mikro komposit matriks paduan Al-6,2% $Mg/Al_2O_{3(p)}$ (*particle size* 270 mesh) seperti ditunjukkan pada Gambar 11 teramati bahwa distribusi partikel Al_2O_3 semakin merata dan kerapatan partikel semakin meningkat sehingga menghasilkan harga kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan ukuran partikel Al_2O_3 yang lain.

Peningkatan sifat mekanik (kekerasan dan ketahanan aus) dihasilkan selain dari adanya partikel Al_2O_3 yang mengendap di dalam matriks paduan Al-6,2%Mg, juga akibat terbentuknya fasa spinel magnesium aluminate ($MgAl_2O_4$) dari hasil reaksi oksida Al dengan Mg.

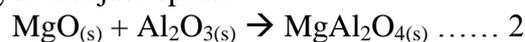
Proses pembentukan spinel memerlukan kehadiran magnesium pada sistem. Berdasarkan diagram Keseimbangan MgO - Al_2O_3 ^[9] (Gambar 12). Mekanisme pembentukan reaksi produk pada KML adalah logam Mg teroksidasi oleh udara membentuk MgO (ini terjadi pada temperatur cair aluminium tercapai).



Gambar 12. Diagram Keseimbangan MgO - Al_2O_3 ^[9]



Reaksi interdifusi antara MgO juga terbentuk dengan lapisan alumina pada permukaan aluminium berubah dari MgO layer menjadi spinel^[8].



Lapisan spinel ini tidak protektif oleh sebab itu dengan mudah dibasahi oleh aluminium akibat infiltrasi aluminium.

KESIMPULAN

Proses pembuatan keramik matrik logam dengan matrik paduan Al-Mg dan penguat Al_2O_3 dengan ukuran partikel dan fraksi volume yang bervariasi telah dipelajari. Hasilnya menunjukkan bahwa kekerasan dan keausan dari keramik matrik logam meningkat seiring dengan adanya peningkatan fraksi volume dan kehalusan ukuran partikel penguat. Fraksi volume tertinggi dari Al_2O_3 adalah sebesar 7,5% yang menghasilkan harga kekerasan 149 HB dan nilai keausan $0,5 \times 10^{-3}$ g/m. Fenomena lain adalah terbentuknya fasa magnesium aluminate ($MgAl_2O_4$) yang terjadi dari hasil reaksi oksida Al dengan Mg.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Geng Lin, Huang Lu-jun. 2010., „Effects of Mg content on microstructure and mechanical properties of Al₂O₃/Al-Mg composites fabricated by semi-solid stirring technique”. *School of Materials Science and Engineering*, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China.
- [2] Kon Bae Lee, and Hoon Kwon. 2006., „Fabrication of Al-3 Wt Pct Mg Matrix Composites Reinforced with Al₂O₃ Particulates by the Pressureless Infiltration Technique”. *Metallurgical and Materials Transactions.*: Vol. 29A.
- [3] Ho Soe Young. 1997., „The Effect of Applied Pressure on Particle Dispersion Characteristics and Mechanical Properties in Melt Stirring Squeeze Cast SiC(p)/Al Composites”. *Journal of Materials Processing Technology.*: No.55, pp. 370-377.
- [4] M. C. Flemings.1991., „Behavior of metal alloys in the semisolid state”. *Metallurgical Transactions A.*: vol. 22, no. 5, pp. 957–981, 1991.
- [5] H. V. Atkinson. 2010., „Semisolid processing of metallic materials”. *Materials Science and Technology.*: vol. 26, no. 12, pp. 1401–1413.
- [6] ASTM G99-04. 2004. Standard Test Method for wear Testing with a Pin-on Disk Apparatus. Philadelphia.
- [7] Kurniawati, Wahyu. 2011., „The Coating of Spinel MgAl₂O₄ with Coprecipitation Method for SiC Particle and Varying Sinter Time of Al/SiCp Composite”. *Departement of Physics Faculty Of Mathematics And Natural Sciences.*: Sepuluh Nopember Institute Of Technology Surabaya.
- [8] Christian J. Zollner. 2013., „FTIR Ellipsometry Studies of Spinel (MgAl₂O₄)”. *School of Applied and Engineering Physics.*: Cornell University, Ithaca, NY 14853, USA.
- [9] US 7045223 B2. 2006., „Single crystals; reducing stresses”, melt processability.

TINJAUAN PEMBUATAN NIOBIUM KARBIDA

Solihin

Pusat Penelitian Geoteknologi LIPI
Komplek LIPI, Jl. Sangkuriang Bandung
E-mail: solihin@lipi.go.id

Masuk tanggal : 08-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

TINJAUAN PEMBUATAN NIOBIUM KARBIDA. Niobium karbida adalah salah satu karbida logam transisi yang memiliki sifat-sifat unik seperti kekerasan yang tinggi, titik leleh yang tinggi, dan konduktivitas listrik yang relatif tinggi. Niobium karbida dapat dibuat melalui metode *thermo-reactive deposition*, *atomic layer deposition*, *solid-gas reaction*, dan mekanokimia. Metode *thermo-reactive deposition* dan *atomic layer deposition* memiliki kelebihan dalam hal tingginya kemurnian produk, tetapi memiliki kelemahan dalam hal rendahnya produktivitas dan tingginya konsumsi energi. Sementara itu, metode *solid-gas reaction* memiliki kelebihan dalam hal tingginya produktivitas tetapi memiliki kelemahan dalam hal tingginya konsumsi energi. Metode mekanokimia adalah metode terbaru dalam pembuatan niobium karbida. Metode ini memiliki kelebihan dalam hal rendahnya konsumsi energi dan tingginya produktivitas.

Kata Kunci : Niobium, Karbida, Mekanokimia, Thermo-reactive, Atomic layer, Deposisi, Solid-gas reaction

Abstract

REVIEW OF NIOBIUM CARBIDE SYNTHESIS. Niobium carbide is one of the transition metal carbides that exhibit unique property such as high hardness, high melting point and high electrical conductivity. This carbide can be synthesized through various method and starting materials. Some of the methods are thermo-reactive deposition, atomic layer deposition, solid-gas reaction, and mechanochemical method. Thermo-reactive and atomic layer deposition method can produce high purity niobium carbide, but both process consumes huge amount of energy and have low productivity. On the other hand, solid-gas reaction method can produce large amount of niobium carbide but it consumes high amount of energy. Mechanochemical method is a newly method to synthesize niobium carbide that has high productivity and consume much less energy.

Keywords : Niobium, Carbide, Mechanochemistry, Thermo-reactive, Atomic layer, Deposition, Solid-gas reaction

PENDAHULUAN

Niobium karbida dikenal sebagai material karbida logam transisi yang memiliki kekerasan tinggi, temperatur leleh tinggi dan konduktivitas listrik yang tinggi^[1]. Tabel 1 memperlihatkan sifat-sifat fisik niobium karbida. Penggunaan utama material karbida umumnya dalam proses permesinan sebagai alat potong, bor dan aplikasi lainnya yang memerlukan ketahanan gesek dan aus yang tinggi. Selain itu, karbida juga digunakan dalam beberapa proses katalisis^[2-3].

Mengingat karbida merupakan logam yang sangat penting dalam industri manufaktur logam maka perubahan struktur biaya proses pembuatan karbida yang pada gilirannya akan menaikkan harga karbida juga akan menjadi hal yang penting untuk dikaji. Perubahan struktur biaya biasanya disebabkan terutama oleh biaya energi yang cenderung meningkat di tengah krisis energi yang melanda dunia. Di sisi lain, perubahan struktur biaya juga melahirkan inovasi-inovasi proses yang berguna dalam mereduksi biaya proses pembuatan karbida tersebut.

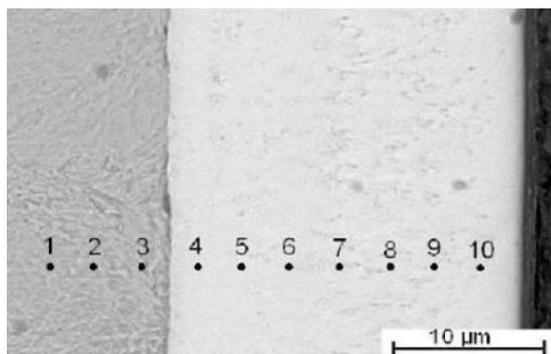
Tabel 1. Sifat fisik niobium karbida^[1]

Density	7,6 – 7,8 g/cc
Hardness, Rockwell A	90
Vickers Microhardness	2400
Tensile Strength (UTS)	244 MPa
Modulus of Elasticity	330 - 537 GPa
Compressive Strength	2374 MPa
Poisson's Ratio	0,22
Shear Modulus	197 - 245 GPa
Electrical Resistivity	7,4e ⁻⁰⁰⁵ ohm-cm
Melting Point	3500 °C
Crystal Structure	Cubic

PROSES KONVENSIONAL

Metode Thermo-Reactive Deposition

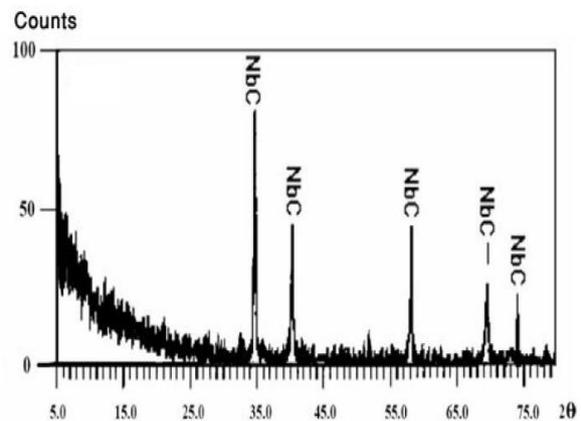
Metode thermo-reactive deposition (TRD) biasanya digunakan untuk menghasilkan lapisan karbida dalam substrat yang lain. Fungsinya adalah untuk mempertinggi kekerasan permukaan suatu material. Azizi dan Soutanieh^[4] melaporkan bahwa mereka telah berhasil mensintesis niobium karbida pada permukaan baja karbon tinggi pada temperatur 1000-1300 °C. Bahan baku yang digunakan adalah ferroniobium dan boraks.



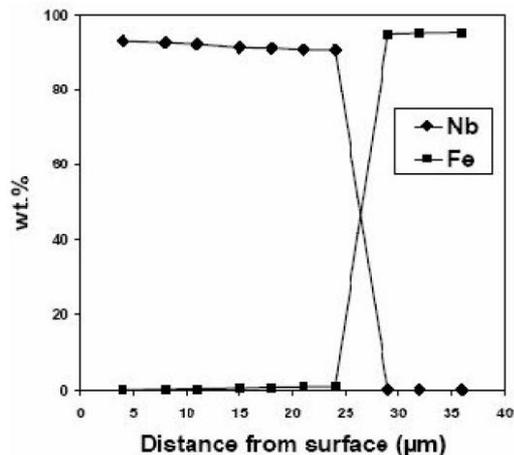
Gambar 1. Morfologi sampel hasil proses TRD^[4]

Gambar 1 menunjukkan morfologi dari sampel hasil proses TRD. Pada gambar tersebut terlihat bahwa terdapat lapisan yang memiliki persenyawaan berbeda dengan *substrat* induknya. Analisa XRD (*X-ray diffraction*) lapisan tersebut diperlihatkan pada Gambar 2 yang

menunjukkan bahwa fasa yang dapat terdeteksi oleh peralatan XRD (*X-ray diffraction*) adalah hanya niobium karbida.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X lapisan baja karbon tinggi hasil proses TRD^[4]



Gambar 3. Pengaruh jarak lapisan permukaan terhadap persen berat besi dan niobium^[4]

Oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa telah terjadi reaksi sebagai berikut:



Reaksi pembentukan niobium karbida ini telah terjadi pada temperatur 1000 °C. Fasa niobium karbida tidak berubah saat temperatur dinaikkan sampai 1300 °C.

Kuantitas niobium karbida pada permukaan tergantung dari jarak titik pada lapisan di permukaan. Gambar 3 menunjukkan pengaruh jarak dari permukaan lapisan terhadap persen berat niobium dan besi. Pada jarak 5 mikron dari

permukaan konsentrasi niobium paling tinggi, sementara konsentrasi besi mendekati nol. Jumlah niobium perlahan menurun seiring dengan naiknya jarak dari permukaan. Pada jarak 25-30 mikron terdapat penurunan drastis persentase niobium sampai menuju hampir nol persen sementara pada rentang jarak yang sama persentase besi naik sampai hampir 100 persen. Dari fenomena ini dapat disimpulkan bahwa reaksi pembentukan niobium karbida mengikuti langkah sebagai berikut:

1. Difusi karbon dari fasa baja menuju antar muka ferroniobium – baja
2. Difusi besi dari fasa ferroniobium menuju antar muka ferroniobium – baja
3. Pembentukan niobium karbida pada antar muka ferroniobium – baja
4. Pergerakan lapisan niobium karbida yang didorong oleh pembentukan nukleasi baru niobium karbida

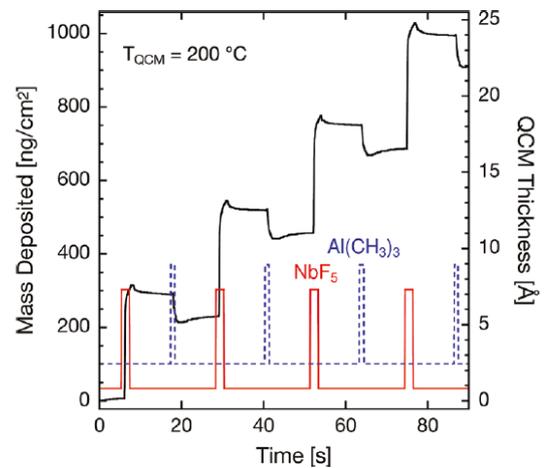
Proses ini memiliki kelebihan dalam hal terbentuknya niobium karbida yang relatif murni, tetapi di sisi lain proses ini memiliki kelemahan dalam hal sedikitnya niobium karbida yang terbentuk dan tingginya energi yang diperlukan untuk pembentukan setiap satuan berat niobium karbida.

Metode Atomic Layer Deposition

Metode *atomic layer deposition* (ALD) ini sangat mirip dengan metode *chemical vapour deposition* (CVD) dimana senyawa volatil yang mengandung niobium dilewatkan pada *subtract carbon based materials* untuk membentuk lapisan niobium karbida.

Klug dan Proslie^[5] melaporkan bahwa mereka telah dapat mensintesis niobium karbida menggunakan prekursor niobium klorida dan florida pada substrat baja tahan karat. Gambar 4 menunjukkan pengaruh waktu proses terhadap ketebalan lapisan niobium karbida. Dari gambar tersebut juga terlihat bahwa penambahan niobium flourida dan trimethyl-aluminium

menyebabkan penambahan lapisan dimana pola yang terbentuk mengikuti pola gergaji naik.



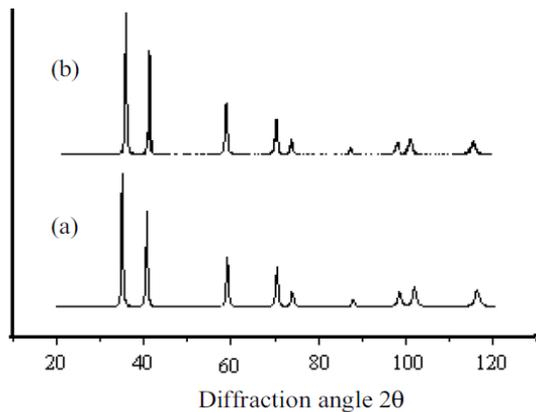
Gambar 4. Pengaruh waktu proses ALD terhadap kuantitas lapisan niobium karbida

Metode ini telah cukup lama mampu menghasilkan niobium karbida murni sehingga kemurnian merupakan kelebihan yang utama dari metode ini, tetapi metode ini ternyata memiliki kekurangan dalam hal laju produktivitas proses yang paling rendah.

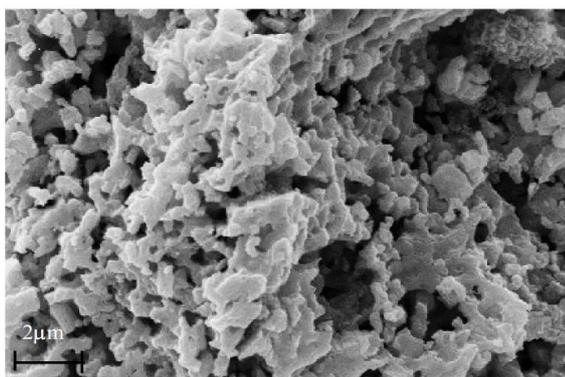
Metode Solid-Gas Reaction

Metode solid-gas reaction (SGR) ini dikerjakan oleh Fontes^[6] dan Nartowski^[7] menggunakan bahan baku niobium oksida yang direaksikan dengan gas alam. Reaksi dilakukan dalam suatu silinder berputar dengan kecepatan 0 – 0,67 rps.

Hasil analisa XRD terhadap sampel hasil proses menunjukkan pembentukan niobium karbida seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5 yang memperlihatkan intensitas difraksi yang berkorelasi dengan niobium karbida.



Gambar 5. Pola difraksi sinar-X niobium karbida hasil proses *solid-gas reaction*^[6]



Gambar 6. Morfologi dari niobium karbida hasil proses *solid-gas reaction*^[6]

Morfologi dari sampel hasil proses SGR diperlihatkan pada Gambar 6. Pada gambar tersebut terlihat bahwa penghilangan oksigen meninggalkan morfologi mirip karang yang sangat *porous*. Hal ini karena sebagian besar oksigen meninggalkan struktur oksida dan meninggalkan kekosongan volume.

Metode ini memiliki kelebihan dalam hal produktivitas niobium karbida yang dihasilkan tetapi temperature proses masih tetap tinggi, yakni sekitar 900-1200 °C. Selain itu, proses ini juga memerlukan gas alam yang murni. Kenaikan harga gas alam akan cenderung meningkatkan ongkos proses.

PROSES INOVATIF

Salah satu dari inovasi proses untuk membuat niobium karbida adalah proses yang diusulkan oleh Kano dan Solihin^[8]. Mereka mengusulkan penerapan metode

mekanokimia untuk mensintesis niobium karbida. Metode mekanokimia ini sebelumnya telah berhasil dikembangkan untuk mensintesis berbagai material dan mengolah berbagai mineral oleh Solihin, Zhang, Lee, Guzman, dan Saito^[9-30].

Proses Mekanokimia

Proses mekanokimia didefinisikan sebagai cabang ilmu kimia proses yang mempelajari transformasi kimia dan fisika-kimia material melalui energi mekanik^[15]. Melalui proses ini, reaksi kimia berjalan karena adanya gaya impak dan gaya geser yang cukup untuk memutus ikatan suatu senyawa sehingga menempatkan pecahan senyawa tersebut berada dalam kondisi aktif dan siap bereaksi membentuk senyawa baru.

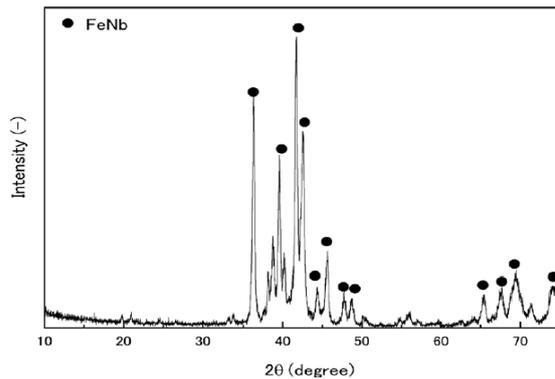
Percobaan Proses Pembuatan Niobium karbida dengan Metode Mekanokimia

Bahan yang digunakan dalam percobaan pembuatan niobium karbida adalah ferro niobium dan karbon^[8]. Ferroniobium didapatkan dari JFE Mineral Company Jepang, sedangkan karbon didapatkan dari Iwaki Corporation, Jepang. Peralatan yang digunakan adalah *planetary mill (Pulverisette-7, Fritsch, Germany)* yang dilengkapi dengan *vial* dan *mill media* yang terbuat dari zirkonia yang distabilkan oleh yttria. Sampel awal dan sampel hasil *milling* dianalisa menggunakan peralatan XRD dan XRF (*X-ray fluorescence*).

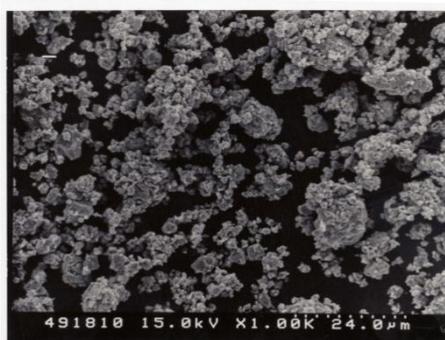
Sampel awal niobium terlebih dahulu dikarakterisasi untuk menentukan komposisi unsur dari ferroniobium tersebut. Hasil analisa XRF ditunjukkan pada Tabel 2. Dari tabel tersebut terlihat bahwa ferroniobium didominasi oleh unsur besi dan niobium. Unsur lainnya adalah aluminium, silikon, mangan dan kromium. Hasil analisa komposisi menggunakan XRF tersebut diperkuat oleh analisa fasa menggunakan peralatan XRD pada Gambar 7 yang menunjukkan bahwa hanya fasa ferroniobium yang terdeteksi.

Tabel 2. Komposisi unsur ferroniobium setelah dikarakterisasi menggunakan XRF

Unsur	% Berat
Al	2,1
Si	2,1
Cr	0,093
Mn	0,28
Fe	32
Nb	64



Gambar 7. Pola difraksi sinar-X sampel *as-received* ferroniobium^[8]

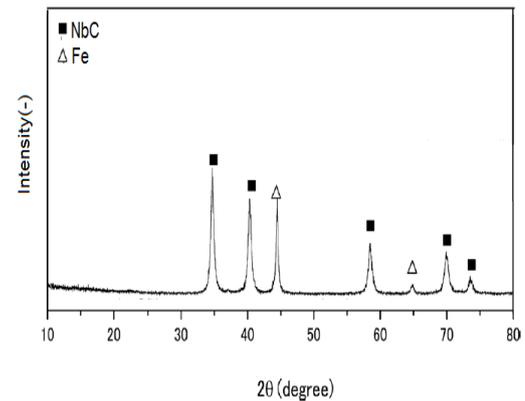


Gambar 8. Morfologi hasil *milling* terhadap campuran ferroniobium-karbon

Morfologi sampel ferroniobium yang telah perlakuan melalui *planetary mill* diperlihatkan pada Gambar 8. Dari gambar tersebut terlihat bahwa proses mekanokimia telah menyebabkan aglomerasi setelah tahapan kominusi. Hal ini sesuai dengan hasil proses dengan metode tersebut pada berbagai penelitian sebelumnya^[8-14].

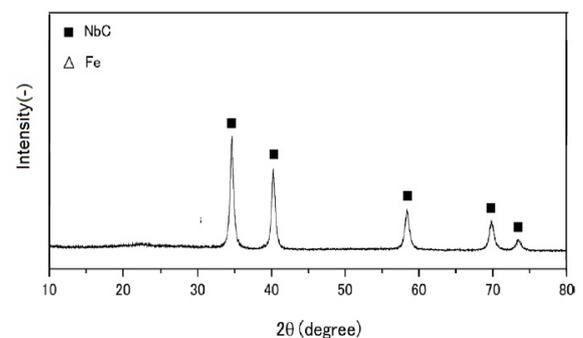
Aglomerasi terjadi karena adanya proses *re-welding* pada antar partikel. Fenomena *re-welding* ini disebabkan oleh meningkatnya temperatur sistem karena

adanya akumulasi gaya gesek. Selain menghasilkan aglomerasi terhadap partikel yang sudah terkecilkan ukurannya, adanya gaya mekanik juga menghasilkan suatu energi yang dapat memfasilitasi suatu reaksi kimia. Indikasi adanya reaksi kimia ditandai dengan adanya fasa baru setelah reaksi mekanokimia. Pola difraksi sinar-X sampel hasil reaksi mekanokimia ditampilkan pada Gambar 9.

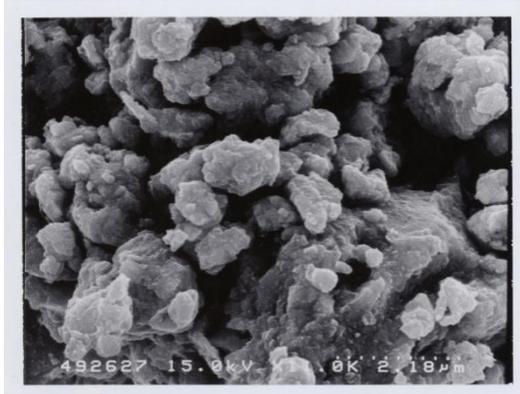


Gambar 9. Pola difraksi hasil reaksi mekanokimia ferroniobium dan karbon

Morfologi niobium karbida yang dihasilkan diperlihatkan pada Gambar 11. Morfologi sebelum dan sesudah penghilangan unsur besi terlihat sangat kontras. Pada sampel tanpa proses penghilangan unsur besi terlihat permukaan niobium karbida dikelilingi oleh partikel-partikel yang diduga kuat merupakan besi. Sedangkan pada sampel yang sudah dilakukan proses penghilangan unsur besi, dihasilkan butiran niobium karbida yang lebih bersih.



Gambar 10. Pola difraksi dari sampel hasil proses mekanokimia dan penghilangan unsur besi



Gambar 11. Morfologi dari sampel hasil proses mekanokimia dan penghilangan unsur besi

PEMBAHASAN

Produktivitas yang tinggi dan suplai energi proses yang rendah merupakan sasaran utama inovasi proses sintesis niobium karbida. Proses konvensional memiliki keterbatasan dalam hal produktivitas dan konsumsi energi.

Niobium karbida dapat diproduksi dengan berbagai metode dan bahan baku. Metode *thermo-reactive deposition* (TRD) mampu menghasilkan lapisan tipis niobium karbida dengan kemurnian yang tinggi, tetapi ternyata memiliki kelemahan dalam hal rendahnya produktivitas dan tingginya konsumsi energi. Untuk diaplikasikan pada skala industri metode tersebut kurang tepat.

Hal yang sama juga berlaku untuk metode *atomic layer deposition* (ALD) yang selain memerlukan energi yang besar tetapi juga memerlukan bahan baku yang lebih sulit dalam hal ketersediaan di pasaran dan perkiraan tingginya harga.

Metode yang agak lebih baik adalah metode *solid-gas reaction* (SGR) yang memiliki laju produktivitas yang tinggi. Tetapi metode ini ternyata masih memerlukan energi yang tinggi.

Metode mekanokimia sebagai metode terbaru dalam menghasilkan niobium karbida memiliki kelebihan dalam hal rendahnya energi dan tingginya produktivitas. Melalui metode ini dapat dihasilkan niobium karbida dengan laju produksi yang tinggi. Niobium karbida

yang dihasilkan juga memiliki kemurnian yang cukup tinggi.

KESIMPULAN

Niobium karbida merupakan material yang memiliki temperatur leleh, konduktivitas listrik dan kekerasan yang tinggi. Material tersebut dapat disintesis melalui metode *thermo-reactive deposition*, *atomic layer deposition*, *solid-gas reaction*, dan mekanokimia. Dibanding metode-metode lainnya, metode mekanokimia memiliki kelebihan dalam hal rendahnya konsumsi energi dan tingginya produktivitas.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Toth LE. 1971., "Transition Metal Carbides and Nitrides". *Academic Press New York*.
- [2] Boudart M, Oyama ST, Lecomte L. 1981., "Proceeding of 7th International Congress On Catalysis". *Elsevier*.: Vol. 1, Amsterdam, 578.
- [3] Kojima I, Miyazaki E, Inoue Y, Yasumori I. 1979. *Journal of Catalysis*.: 59, 43.
- [4] Azizi M, Soltanieh M. 2010., "Kinetic Study Of Niobium Carbide Coating Formation On Aisi L2 Steel Using Thermo-Reactive Deposition Technique". *IJE Transactions B: Applications*.: Vol. 23, No. 1.
- [5] Klug JA, Proslie T, Elam JW, Cook RE, Hiller JM, Claus H, Becker NG, Pellin MJ. 2011., "Atomic Layer Deposition of Amorphous Niobium Carbide-Based Thin Film Superconductors". *J. Phys. Chem. C* :115, 25063–25071.
- [6] Fontes FAO, Gomes KKP, Oliveira SA, Souza CP, Rousa JF., "Niobium Carbide Synthesis By Solid-Gas Reaction Using A Rotating Cylinder".
- [7] Reactor Brazillian. 2004., "Journal of Chemical Engineering, 21, 393.

- [8] Nartowski AM, Parkin IP, Mackenzie M, Craven AJ. 2001.,,Solid state metathesis: synthesis of metal carbides from metal oxides". *J. Mater. Chem.*: 11, 3116–3119.
- [9] Wang J, Yin S, Komatsu M, Zhang Q, Saito F, Sato T. 2004.,,Photo-oxidation properties of nitrogen doped SrTiO₃ made by mechanical activation". *Applied Catalysis B: Environmental* .: 52 , 11–21.
- [10] Ghosh B., Pradhan SK. 2009.,, Microstructure characterization of nanocrystalline Fe₃C synthesized by high-energy ball milling". *Journal of Alloys and Compounds*.: 477, 127–132.
- [11] Zhang Q, Kasai E, Saito F. 1996.,,Mechanochemical change in Gypsum". *Powder technology* .: 67-71.
- [12] Zhang Q, Saito F. 1997.,,Short communication of Processing of celestine". *Chemical Engineering Journal*.: 66, 79-82.
- [13] Zhang Q, Saito F. 2000.,, Mechanochemical synthesis of LaMnO from La O and Mn O powders". *Journal of Alloys and Compounds*.: 297, 99–103.
- [14] Tang A, Yang H, Zhang X. 2006.,, Mechanochemical route to synthesize Co₃O₄/CuO composite nanopowders". *International Journal of Physical Sciences*.: Vol. 1 (2), pp. 101-105.
- [15] May A, Snyder J, Fleurial JF. 2008.,, Lanthanum Telluride : Mechanochemical Synthesis of a Refractory Thermoelectric Material". *Space Technology and Applications International Forum*.: STAIF.
- [16] Tojo T, Zhang Q, Saito F. 2007.,, Mechanochemical synthesis of FeSbO₄-based materials from FeOOH and Sb₂O₅ powders". *Powder Technology*.: 179, 153–156.
- [17] Grigorieva TF, Barinova AP, Lyakhov NZ. 2003.,, Mechanochemical synthesis of nanocomposites". *Journal of Nanoparticle Research*.: 5, 439–453.
- [18] Tojo T, Saito F. 2007.,, Mechanochemical synthesis of rare earth orthovanadates from R₂O₃ (R = rare earth elements) and V₂O₅ powders". *Journal of Alloys and Compounds* .: 427, 219–222.
- [19] Beyer MK, Clausen-Schaumann K. 2005.,,Mechanochemistry: The Mechanical Activation of Covalent Bond". Volume 105, Number 8.
- [20] Kano J, Solihin, Saito F, Sato N, Suzuki S, Saito F, Hidetaka Sugino H, Shiokawa T. 2009.,, Synthesis of Niobium Carbides from Ferroniobium by Mechanochemical Method". *ISIJ International*.: Vol. 49, No. 3, pp. 458–462.
- [21] Solihin, Zhang Q, Tongamp W, Saito F. 2010.,,Mechanochemical Route for Synthesizing KMgPO₄ and NH₄MgPO₄ for Application as Slow-Release Fertilizers". *Industrial Engineering of Chemical Reserach* .: 49, 2213–2216.
- [22] Solihin, Zhang Q, Saito F. 2008.,, Mechanochemical Synthesis of phosphate fertilizer and release-control of nutritious substance". *Proceeding of Metal and Mineral Institute of Japan Symposium*.: Sendai , Miyagi.
- [23] Solihin, Zhang Q, Saito F.,, Mechanochemical synthesis of phosphate fertilizer and their slow release-characterization". *Proceeding Society of Chemical Engineer*.: Japan
- [24] Besterici M. 2006.,,Preparation, microstructure and properties of Al–Al₄C₃ system produced by mechanical alloying". *Materials and Design*.: 27, 416–421.
- [25] Zhang Q, Saito F. 2003.,,Mechanochemical solid reaction of yttrium oxide with alumina leading to the synthesis of yttrium aluminum garnet". *Powder Technology*.: Vol.129, pp.86– 91.

- [26] Lee J, Zhang Q, Saito F. 2003. „Mechanochemical Synthesis of LaOX (X=Cl,Br) and Their Solid State Solutions”. *Journal of Solid State Chemistry* .: Vol.160, pp.469-473.
- [27] Guzm´ana D, Ordo˜neza S, Serafinib D, Rojasc P, Bustos O. 2008.„Effect of the milling energy on the production and thermal stability of amorphous Mg50Ni50”. *Journal of Alloys and Compounds*.: Vol. 456, No.1-2.
- [28] R.W. Missen, C.A. Mims, B.A. Saville. 1999.„Introduction to chemical reaction Engineering and kinetics”. *John Wiley and Son, New York*.
- [29] JJ Moore. 1981.„Chemical metallurgy”. *Buttenworth and Co, England*.
- [30] S. Stolen, T. Grande. 2004.„Chemical thermodynamics of materials”. *John Wiley and Son, England*.

MONASITE BANGKA DAN ALTERNATIF PROSES PENGOLAHANNYA

Rudi Subagja

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Gd 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan,

Email: rudi.subagja@lipi.go.id

Masuk tanggal : 08-01-2014, revisi tanggal : 13-03-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2014

Intisari

MONASITE BANGKA DAN ALTERNATIF PROSES PENGOLAHANNYA. Pada penelitian ini telah dilakukan pengamatan terhadap monasite dari daerah Bangka dengan menggunakan alat EPMA (*electron probe micro analyser*) untuk melihat struktur mikronya, Difraksi sinar X (XRD) untuk melihat senyawanya dan X-Ray Fluorosensi (XRF) untuk melihat komposisi kimianya. Dari hasil pengamatan diketahui bahwa monasite Bangka mengandung unsur tanah jarang Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, dan Y, dimana unsur-unsur Lantanum (La), Cerium (Ce), ytterium (Y), Neodimium (Nd), Phospor (P) dan Oksigen (O) merupakan unsur unsur dominan. Kandungannya unsur thorium oksida 3,99 % dan oksida tanah jarang lainnya 59,35 %. Hasil pengamatan dengan EPMA memperlihatkan bahwa dalam monasite, unsur-unsur tanah jarang membentuk ikatan kimia yang kompleks satu dengan lainnya, sehingga alternatif proses pemisahan unsur tanah jarang dari monasite Bangka adalah melalui proses digesti dengan asam atau dekomposisi basa yang dilanjutkan dengan proses pelarutan dan solven ekstraksi.

Kata kunci: Tanah jarang, Digesti asam, Dekomposisi basa, Solven ekstraksi

Abstract

BANGKA MONAZITE AND ITS ALTERNATIVE TREATMENT PROCESSES. *At present work, the Bangka monazite has been observed by using Electron Probe Micro Analyzer (EPMA) to investigate its microstructure, X-Ray diffraction to identify its chemical compound and X-ray Fluorescence to analyze the chemical composition of monazite. The result of observation shows that Bangka monazite contains rare earth elements Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, and Y, whereas Lanthanum (La), Cerium (Ce), Ytterium (Y), Neodymium (Nd), Phospor (P) and Oxygen (O) are exist as dominant elements. The thorium oxide and other rare earth oxides content in that Bangka Monazite are repectively 3.99 % and 59.35 %. The result of observation by using EPMA shows that in Bangka monazite, the rare earth elements are in complex formation, and therefore, an alternative process to separate rare earth elements from Bangka Monazite are through acid digestion or basic decomposition processes that is followed with dissolution and solvent extraction processes.*

Keywords: Rare earth, Acid digestion, Basic decomposition, Solvent extraction

PENDAHULUAN

Dari 200 jenis mineral yang mengandung unsur tanah jarang, hanya 3 mineral yang dianggap mengandung unsur tanah jarang secara signifikan yaitu bastanine, monasite dan xenotime, dimana monasite merupakan sumber tanah jarang yang paling penting^[1].

Dalam tabel sistem periodik, unsur tanah Jarang digolongkan kedalam 15 unsur lantanida yaitu unsur yang

mempunyai nomor atom 57 sampai dengan 71, terdiri dari Lanthanum (La), Cerium (Ce), Praseodymium (Pr), Neodymium (Nd), Promethium (Pm), Samarium (Sm), Europium (Eu), Gadolinium (Gd), Terbium (Tb), Dysprosium (Dy), Holmium (Ho), Erbium (Er), Thulium (Tm), Ytterbium (Yb) dan Lutetium (Lu). Disamping kelima belas unsur tersebut, 2 unsur non lantanida yaitu Scandium (Sc) nomor atom 21 dan Ytterium (Y) nomor atom 39 juga

digolongkan sebagai unsur tanah jarang karena mempunyai kesamaan sifat dengan unsur tanah jarang^[2].

Di dalam kehidupan sehari-hari, unsur tanah jarang banyak digunakan sebagai salah satu bahan baku penting untuk membuat keramik, katalis, bahan superkonduktor, bahan magnet dan lampu fluoresensi untuk pesawat televisi. Pada beberapa tahun terakhir unsur tanah jarang banyak digunakan untuk membuat komponen bagi pengembangan energi yang ramah lingkungan (*green energy*) seperti untuk membuat sel bahan bakar (*fuel cell*), baterai, magnet permanen, dan lain lain^[3-5]. Neodimium dan samarium misalnya banyak digunakan untuk membuat magnet yang mempunyai sifat lebih unggul bila dibandingkan dengan bahan magnet konvensional jenis ferit. Magnet besi-neodim-boron (Fe-Nd-B) mempunyai produk energi sebesar 512 kJ/m^3 , sedangkan magnet ferit hanya 34 kJ/m^3 . Karena sifat keunggulan tersebut, di beberapa negara maju seperti Jepang dan Amerika Serikat, magnet Fe-Nd-B dan SmCo banyak digunakan untuk menunjang industri elektroniknya. Beberapa produk elektronik yang mengandung unsur tanah jarang diantaranya adalah magneto-optical disks, dan mini disk, telepon genggam dan produk-produk akustik seperti mikrophone mini, penguat suara dan headphone.

Unsur tanah jarang juga dapat digunakan untuk membuat katalis yang mempunyai unjuk kerja tinggi dan sebagai komponen pada sel bahan bakar. Dibanding dengan bahan paduan logam lainnya, paduan dari unsur tanah jarang mempunyai kemampuan menyerap dan melepaskan hidrogen secara cepat, dan mencapai kesetimbangan pada temperatur rendah, sehingga dapat digunakan sebagai penampung hidrogen (*hydrogen storage*) untuk sel bahan bakar pada temperatur kamar.

Kebutuhan global akan unsur tanah jarang meningkat sejalan dengan peningkatan jumlah penjualan peralatan

elektronika, kendaraan bermotor yang lebih ramah lingkungan dan lebih efisien, serta untuk pengembangan energi alternatif seperti sel bahan bakar, pembangkit listrik tenaga nuklir, baterai muat ulang, laser, tangki penampung hidrogen, bahan *superalloy* untuk keperluan industri dirgantara, televisi, *screen* komputer, magnet permanen untuk aplikasi mobil listrik hibrid dan terutama untuk pengembangan teknologi ramah lingkungan. Pada 10 sampai 15 tahun terakhir, konsumsi oksida tanah jarang di dunia, telah meningkat 8 sampai 12 %/tahun, dimana pada tahun 2011 konsumsi oksida tanah jarang diperkirakan mencapai 150000 ton^[6].

Unsur-unsur tanah jarang memiliki sifat kimia yang hampir sama dan selalu ditemukan bersama dalam campuran mineralnya oleh karena itu diperlukan teknologi khusus untuk dapat memisahkan dan memurnikannya, sehingga harganya menjadi mahal.

Salah satu wilayah di Indonesia yang mempunyai potensi tanah jarang adalah kepulauan Bangka – Belitung. Wilayah ini dari sejak lama telah dikenal sebagai daerah penghasil Timah. Di daerah ini mineral tanah jarang dihasilkan dari hasil samping proses pengolahan bijih timah. Untuk dapat membantu pemanfaatan hasil samping proses pengolahan timah tersebut pada penelitian ini dilakukan karakterisasi monasite sebagai langkah awal untuk memisahkan unsur tanah jarang dari monasite.

BAHAN BAKU PERCOBAAN

Bahan baku monasite yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari hasil samping proses pengolahan bijih timah. Karakterisasi monasite dilakukan dengan menggunakan ayakan untuk melihat distribusi ukuran partikelnya, EPMA (*electron probe micro analyser*) untuk melihat struktur mikronya, Difraksi sinar X (XRD) untuk melihat senyawanya dan X-

Ray Fluorosensi (XRF) untuk melihat komposisi kimia monasite.

HASIL PENGUJIAN

Distribusi Ukuran Partikel

Hasil analisa ayak monasite yang diperoleh dari daerah Bangka, diperlihatkan pada Tabel 1, dimana dari tabel tersebut dapat dilihat bahwa hampir 75,18 % dari monasite yang digunakan sebagai bahan baku pada penelitian ini mempunyai ukuran partikel lebih besar dari 80 mesh.

Analisa kualitatif dengan EPMA (*Electron Probe Micro Analyser*)

Untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam monasite Bangka, dilakukan analisis dengan menggunakan EPMA. Dari hasil pengamatan dengan EPMA diketahui bahwa monasite Bangka mengandung unsur-unsur dominan Lantanum (La), Cerium (Ce), ytterium (Y), Neodimium (Nd), Phospor (P) dan

Oksigen (O). Distribusi dari unsur-unsur terpilih dengan menggunakan EPMA pada sampel monasite diperlihatkan pada Gambar 1.

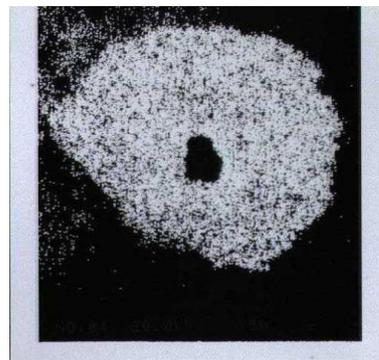
Hasil analisa dengan menggunakan EPMA pada Gambar 1 memperlihatkan bahwa unsur tanah jarang membentuk ikatan kimia yang kompleks satu dengan lainnya, sehingga pemisahan unsur - unsur tanah jarang dari monasite akan sulit untuk dilakukan secara fisik biasa.

Tabel 1. Hasil analisa ayak monasite Bangka

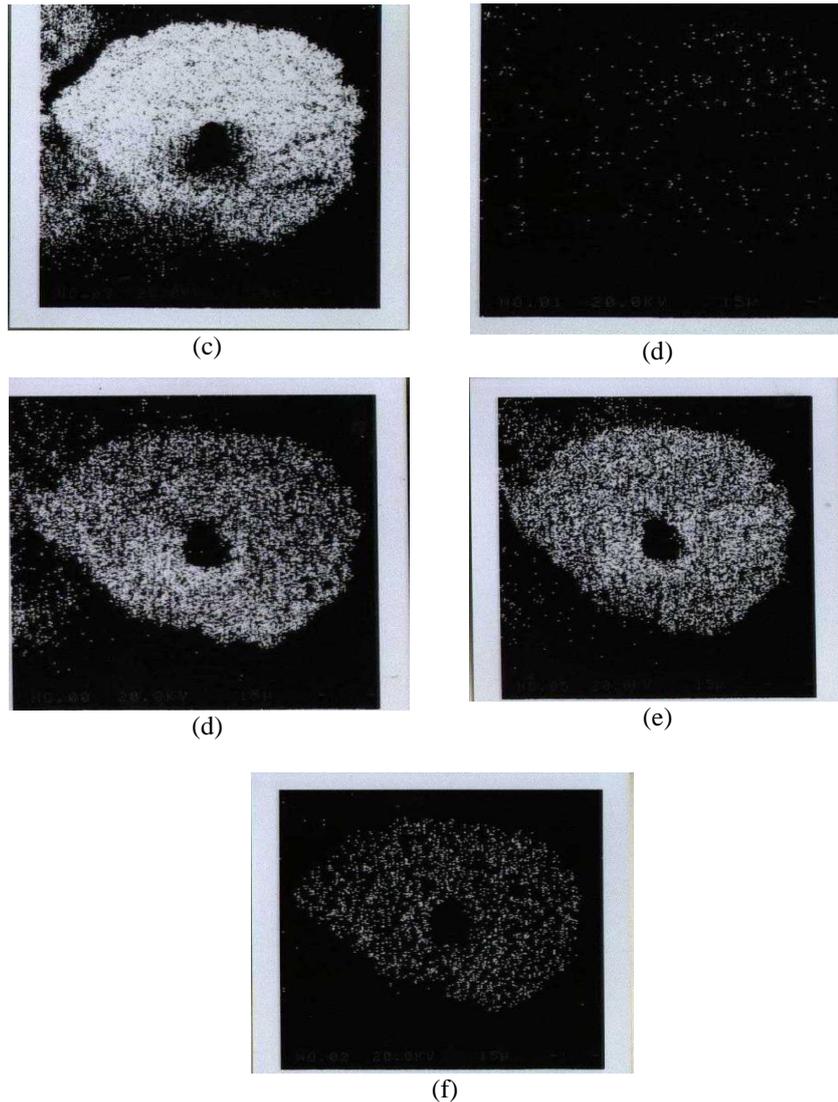
Sample	+60	-60+80	-80+100	-100+120	-120+140	-140+170	-170+200	-200
Monasite (%)	36.88	38.30	15.16	5.79	2.93	0.83	0.02	0.09



(a)



(b)



Gambar 1. Struktur mikro monasite Bangka dengan EPMA; (a) BSE image monasite; (b) distribusi Ce dalam monasite; (c) distribusi Ytterium dalam monasite; (d) distribusi phosphor dalam monasite; (e) distribusi Nd dalam monasite; (f) distribusi La dalam monasite; (g) distribusi oksigen dalam monasite

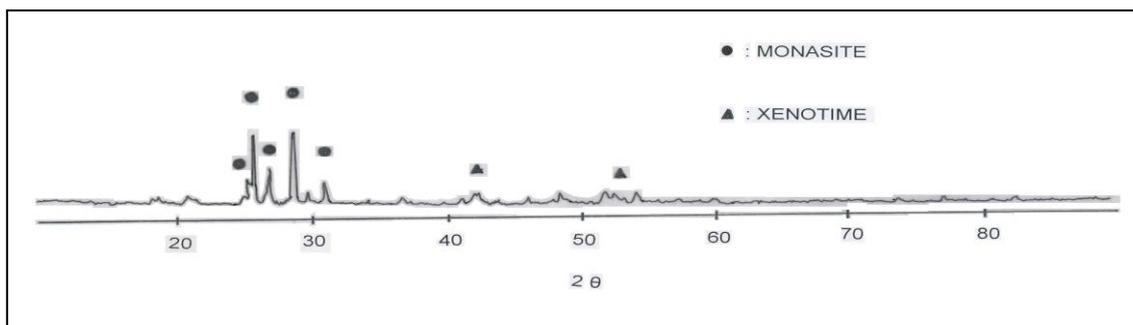
Analisa Hasil XRD

Hasil analisis dengan menggunakan alat difraksi sinar X (Shimadzu Seisakusho Ltd. Type XD-7A) pada Gambar 2 memperlihatkan bahwa monasite Bangka mempunyai kisi kristal $d=3,09 \text{ \AA}$, $d= 2,87 \text{ \AA}$, $d=3,31 \text{ \AA}$ dan $d=3,46 \text{ \AA}$ sedangkan xenotime yang ada bersama sama dengan monasite memiliki kisi kristal $d = 3,44 \text{ \AA}$, $d=2,56 \text{ \AA}$, $d=1,76 \text{ \AA}$, $d= 4,5 \text{ \AA}$, $d= 1,72 \text{ \AA}$, $d= 1,82 \text{ \AA}$, $d=2,14 \text{ \AA}$ dan $d = 2,43 \text{ \AA}$. Akan tetapi intensitas fasa monasite lebih tinggi dari fasa xenotime.

Analisa Hasil XRF

Untuk mengetahui komposisi kimia sampel tanah jarang yang diperoleh dari daerah Bangka dilakukan analisis kimia dengan menggunakan XRF terhadap sampel monasite Bangka, hasilnya diperlihatkan pada Tabel 2.

Dari hasil analisa pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa monasite Bangka mengandung thorium oksida sebesar 3,99 % dan oksida tanah jarang lainnya sekitar 59,35 %. Kemudian dari hasil analisa lebih lanjut, terhadap oksida tanah jarang yang terdapat dalam monasite Bangka diperlihatkan pada Tabel 3.



Gambar 2. Pola difraksi sinar – X monasite

Tabel 2. Hasil analisa kimia monasite Bangka

Bahan Penyusun Monasite	Jumlah (%)
Bahan tidak larut	8,98
Oksida tanah jarang (REO)	59,35
Thorium oksida	3,99
P ₂ O ₅	23,28
Zat terbang	4,4

Tabel 3. Oksida tanah jarang yang terkandung dalam monasite Bangka

Senyawa	% berat
La ₂ O ₃	9,49
CeO ₂	22,75
Pr ₆ O ₁₁	3,17
Nd ₂ O ₃	11,96
Sm ₂ O ₃	3,38
Eu ₂ O ₃	0,078
Gd ₂ O ₃	5,34
Tb ₄ O ₇	0,78
Dy ₂ O ₃	3,16
Ho ₂ O ₃	1,04
Er ₂ O ₃	2,47
Tm ₂ O ₃	0,36
Yb ₂ O ₃	1,64
Lu ₂ O ₃	0,30
Y ₂ O ₃	33,66

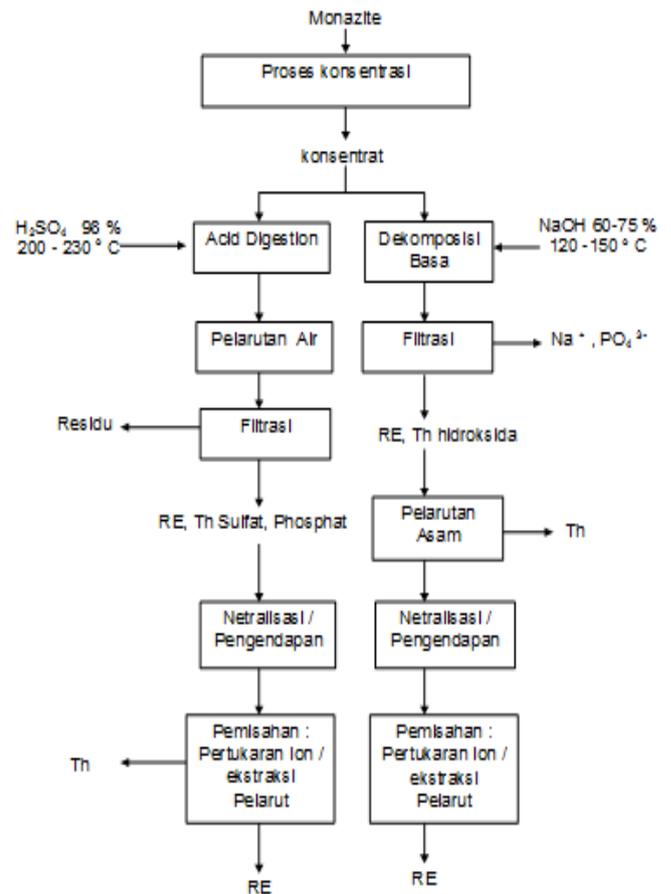
Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa Y₂O₃, CeO₂, Nd₂O₃, La₂O₃ dan Gd₂O₃ merupakan senyawa oksida tanah jarang yang dominan pada monasite Bangka.

ALTERNATIF PROSES PENGOLAHAN MONASITE BANGKA

Hasil karakterisasi memperlihatkan monasite Bangka mengandung unsur tanah jarang Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, dan Y. Sedangkan dari diagram Pourbaik dapat diketahui bahwa dalam sistem “logam tanah jarang – H₂O”, unsur-unsur tanah jarang selain thorium, pada daerah pH > 6,5 umumnya berada sebagai senyawa hidroksida, sedangkan pada pH < 6,5 umumnya berada dalam bentuk ionnya. Disisi lain thorium pada pH > 2 berada sebagai senyawa hidroksida dan pada pH < 2 berada dalam bentuk ionnya^[7]. Dengan memperhatikan sifat unsur-unsur tanah jarang tersebut, maka unsur radio aktif thorium sangat mungkin untuk dipisahkan dari campuran unsur tanah jarang lainnya dengan cara pengendapan selektif melalui pengendalian pH larutan, sehingga alternatif proses pemisahan thorium dari unsur tanah jarang lainnya yang terdapat dalam monasite dapat dilakukan melalui pendekatan proses hidrometalurgi yang meliputi proses pelarutan, proses pemurnian larutan dan pengendapan unsur tanah jarang dari larutannya^[8], dimana proses pelarutan monasite dapat dilakukan dalam media asam atau basa. Proses hidrometalurgi yang telah baku untuk pelarutan monasite dan proses untuk mendapatkan logam tanah jarang dapat

dilihat pada beberapa literatur yang ada [9-13].

Pada proses pengolahan melalui jalur asam, monasite direaksikan dengan asam klorida atau asam sulfat sehingga dihasilkan senyawa sulfat atau senyawa klorida yang mudah larut. Dalam hal proses pengolahan melalui jalur basa, monasite direaksikan dengan NaOH pekat yang kemudian dilarutkan dalam asam pekat. Gambar 3 memperlihatkan alternatif proses hidrometalurgi untuk memisahkan unsur tanah jarang dari monasite, dimana secara garis besar proses – proses tersebut meliputi proses perlakuan yang menggunakan pelarut asam dan basa^[14].

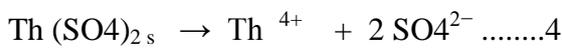
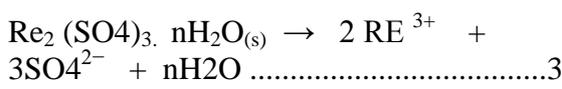
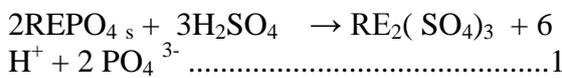


Gambar 3. Alternatif proses pengolahan monasite^[14]

PROSES PENGOLAHAN MELALUI JALUR ASAM SULFAT

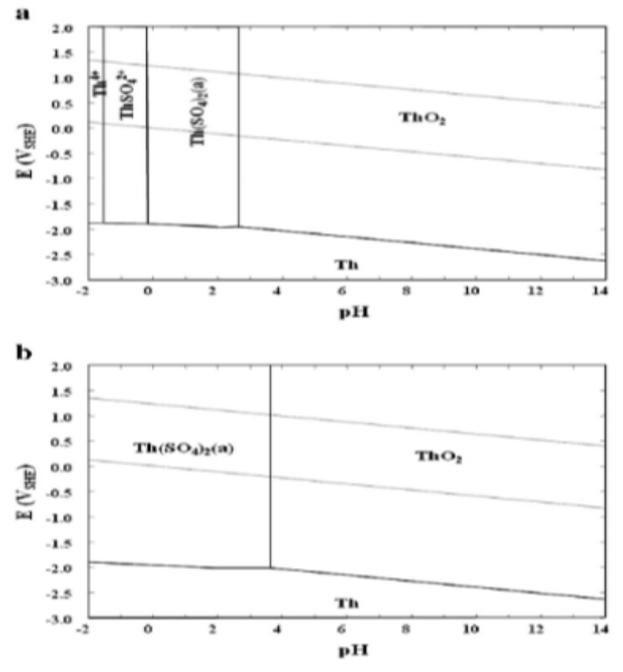
Pada proses pengolahan monasite melalui jalur asam sulfat, monasite direaksikan dengan asam sulfat pekat dengan konsentrasi 98 % pada temperatur 200-230 °C. Tergantung pada jumlah asam sulfat yang ditambahkan, thorium yang terdapat dalam monasite dapat dibuat mudah larut kedalam air atau tidak larut. Potensial – pH diagram sistem Th-SO₄-H₂O pada Gambar 4 memperlihatkan bahwa pada konsentrasi SO₄ yang cukup tinggi, thorium akan membentuk senyawa sulfat kompleks yang menyebabkan thorium larut^[14]. Akan tetapi pada konsentrasi sulfat rendah, thorium cenderung tidak larut dan membentuk endapan ThO₂. Dengan demikian, Jika diinginkan agar thorium dapat larut kedalam air maka

pemakaian asam sulfat harus berlebih. Sedangkan unsur lantanida lainnya bila direaksikan dengan asam sulfat akan membentuk senyawa sulfat yang mudah larut dalam air. Persamaan reaksi 1 dan 2 masing-masing memperlihatkan reaksi antara unsur tanah jarang dengan asam sulfat, dimana RE adalah unsur tanah jarang. Senyawa sulfat yang terbentuk kemudian dilarutkan dalam air sesuai persamaan reaksi (3) dan (4) sehingga terbentuk larutan tanah jarang sulfat dan thorium sulfat. Sedangkan material pengotor lainnya seperti kalsium, silikat dan lain lain, dipisahkan dari larutan dengan cara filtrasi.



Setelah thorium dan unsur tanah jarang lainnya dilarutkan ke dalam larutan asam sulfat, alternatif proses untuk memisahkan thorium dari larutan tanah jarang sulfat adalah dengan cara pengendapan selektif atau dengan cara solven ekstraksi sebagaimana telah dilakukan oleh Hughes dkk^[15] yang telah melakukan penelitian ekstraksi thorium dari larutan tanah jarang sulfat hasil proses pelarutan monasite dengan menggunakan ekstrak senyawa amina sekunder (Adogen 283), dimana dari hasil penelitiannya diketahui bahwa 99,5 % unsur thorium dapat diekstrak dari larutan tanah jarang sulfat. Demikian juga penelitian yang dilakukan oleh Janubia dkk^[16] yang telah melakukan percobaan ekstraksi thorium dan uranium dari larutan sulfat hasil proses pelarutan monasite dalam asam sulfat, dimana dari hasil penelitiannya diperoleh hasil 99,9 % thorium dapat diekstrak oleh bahan organik

campuran dari senyawa amina primer (Primene JM-T) amina tersier (Alamine 336).

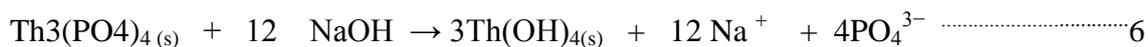
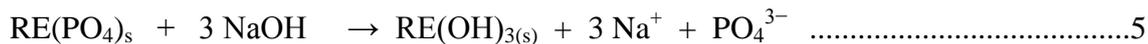


Gambar 4. Potensial – pH diagram sistem Th-SO₄-H₂O^[14]

Pengolahan Monasite dengan Larutan NaOH

Proses dekomposisi senyawa tanah jarang fosfat yang mengandung unsur thorium, dilakukan pada temperatur sekitar 120 °C sampai 150 °C, dengan menggunakan NaOH konsentrasi 60 % sampai 75 %^[14]. Bila dibandingkan dengan proses sulfat, temperatur dekomposisi senyawa tanah jarang fosfat oleh NaOH berlangsung pada temperatur yang lebih rendah, dimana pada proses sulfat, temperatur yang digunakan adalah sekitar 200 °C sampai dengan 230 °C, sehingga jalur proses dekomposisi dengan NaOH kemungkinan akan mengkonsumsi energi yang relatif lebih rendah.

Menurut Habashi^[10] proses dekomposisi tanah jarang posphat oleh NaOH berlangsung mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:



Proses ini dapat berlangsung pada temperatur dan tekanan tinggi menggunakan *autoclave* atau pada temperatur dan tekanan rendah pada kondisi atmosfer biasa. Dimana hasil proses dekomposisi adalah padatan hidroksida tanah jarang. Jika proses dekomposisi dilakukan pada temperatur dan tekanan rendah, biasanya memerlukan konsentrasi NaOH yang lebih pekat dibanding proses pada tekanan dan temperatur tinggi. Setelah proses dekomposisi, larutan natrium fosfat dipisahkan dari endapan tanah jarang hidroksida yang mengandung thorium hidroksida dengan cara filtrasi, dimana natrium fosfat untuk selanjutnya dikristalkan dan dimanfaatkan sebagai pupuk.

Tergantung pada tahap proses selanjutnya yang akan dipilih, campuran hidroksida tanah jarang dan thorium hidroksida selanjutnya direaksikan dengan asam seperti HCl, H₂SO₄ atau HNO₃, dan bila thorium tidak ingin turut larut ke dalam larutan maka pH larutan harus dikontrol pada kisaran 3 sampai dengan 4, dimana pada kondisi pH ini thorium tidak larut. Sedangkan unsur tanah jarang lainnya akan terlarut ke dalam larutan asam. Alternatif proses lainnya untuk memisahkan thorium adalah dengan cara solven ekstraksi sebagaimana telah dilakukan oleh Ali dkk^[17], yang telah melakukan penelitian untuk mengekstrak thorium dari larutan nitrat. Hasil proses pelarutan monasite dalam larutan asam nitrat 4M dengan cara-cara *counter current solvent extraction* menggunakan aliquat 336, dimana dari hasil penelitiannya dapat diketahui bahwa 80 % thorium dapat diekstrak dari larutan tanah jarang nitrat dengan cara solven ekstraksi menggunakan Aliquat-336 sebagai ekstraktannya.

Setelah proses pelarutan dalam media asam, pemisahan individual unsur tanah jarang dari campuran unsur tanah jarang sangat sulit untuk dilakukan karena unsur – unsur tanah jarang mempunyai sifat yang hampir sama, dimana dalam larutan, unsur tanah jarang cenderung membentuk ion bermuatan 3, kecuali unsur cerium yang dapat dioksidasi menjadi Ce⁴⁺ oleh oksidator kuat seperti persulfat atau permanganat^[18-19] dimana dengan cara mengendalikan pH larutan Ce⁴⁺ yang terbentuk dapat diendapkan sebagai Cerium (IV) hidroksida. Dengan demikian cerium bisa dipisahkan dari campuran tanah jarang sulfat dengan cara oksidasi yang dilanjutkan dengan pengendapan selektif sebagai mana dilakukan oleh Renata dkk^[20].

Pemisahan Unsur Tanah Jarang dengan Solven Ekstraksi

Solven ekstraksi merupakan salah satu alternatif cara yang dapat digunakan untuk memisahkan unsur tanah jarang dari larutannya. Ada 3 hal penting yang perlu mendapat perhatian dalam menggunakan teknik solven ekstraksi untuk memisahkan unsur tanah jarang yaitu pemilihan pelarut yang cocok, optimasi proses dan pemilihan alat kontaktor. Pelarut yang digunakan harus memenuhi kriteria: mempunyai kemampuan untuk mengekstrak unsur tanah jarang, mempunyai selektifitas yang tinggi untuk dapat memisahkan unsur tanah jarang dari unsur tanah jarang lainnya, pelarut yang digunakan harus mempunyai kestabilan yang tinggi, tidak mudah rusak oleh bahan kimia lainnya, kelarutan pelarut dalam fasa air tidak terlalu tinggi sehingga kerugian akibat kehilangan bahan pelarut organik terlarut dapat ditekan, viskositas larutan tidak terlalu tinggi sehingga memudahkan dalam pengoperasian dan harganya harus murah.

Optimasi proses perlu dilakukan pada tahap ekstraksi tanah jarang oleh pelarut organik dan tahap “striping” untuk melepaskan unsur tanah jarang dari fasa organik, sedangkan dari segi alat yang digunakan, proses solven ekstraksi biasanya menggunakan alat “mixer setler”. Akan tetapi Zhong mengembangkan USE (*upper setler extractor*) “mixer setler” yaitu alat mixer setler yang mempunyai rancangan agak berbeda dari mixer setler konvensional^[21]. Pada USE mixer setler, daerah setler diletakkan dibagian atas mixer. Zhong menyatakan bahwa USE extractor memberikan efisiensi pemisahan yang tinggi untuk memisahkan La dari Ce.

Dalam hal pelarut organik, beberapa pelarut organik yang biasa digunakan untuk memisahkan unsur tanah jarang adalah Cyanex 201 (bis(2,4,4-trimethylpentyl) dithiophosphinic acid), Cyanex 302 (bis(2,4,4-trimethylpentyl monothiophosphinic acid)), Primene JM-T (senyawa amina primer), alamine 336 (senyawa amina tersier), TBP (Tri Butil fosfat), D2EHPA (di 2 ethil hexil phosphoric acid), dan PC88 nama dagang dari 2 Ethyl Heksil phosphonic acid mono 2 ethil hexil ester, aliquid 336 (Tri oktil methyl ammonium klorida). Akan tetapi menurut Inoue^[22], diantara ekstraktan yang umum digunakan untuk mengekstraksi unsur tanah jarang, PC 88 mempunyai keunggulan efisiensi pemisahan yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan di(2-ethylhexyl)phosphoric acid (D2EHPA). Pada pemisahan unsur tanah jarang dengan cara solven ekstraksi, salah satu indikator penting untuk mengukur kemampuan proses solven ekstraksi adalah besaran faktor pemisahan (*separation factor*) yang dinyatakan oleh persamaan berikut^[23]:

$$\beta_{M/N} = D_M / D_N \dots\dots\dots 7$$

dimana β adalah faktor pemisahan, D_M adalah distribusi unsur tanah jarang M pada fasa organik dan fasa air dan D_N adalah distribusi unsur tanah jarang N dalam fasa organik dan fasa air. Makin

besar nilai β akan memberikan kemampuan pemisahan unsur M dan unsur N yang makin baik. Beberapa nilai β untuk unsur tanah jarang yang dipisahkan dengan cara solven ekstraksi menggunakan campuran pelarut organik Cyanex 302 dan sec-nonylphenoxy acetic acid sebagaimana diperlihatkan pada Tabel 4, dan campuran pelarut organik Cyanex301 dengan sec-nonylphenoxy acetic acid sebagaimana diperlihatkan pada Tabel 5.

Dari Tabel 5 dapat dilihat bahwa nilai β untuk campuran organik Cyanex 302 dan sec-nonylphenoxy acetic acid lebih baik jika dibandingkan dengan nilai β untuk proses solven ekstraksi yang menggunakan campuran organik Cyanex 301 dan sec-nonylphenoxy acetic acid, artinya campuran pelarut organik Cyanex 302 dan sec-nonylphenoxy acetic acid mempunyai kemampuan untuk memisahkan unsur tanah jarang yang lebih baik dari pada campuran pelarut organik Cyanex 301 dan sec-nonylphenoxy acetic acid.

Dari Tabel 4 dapat dilihat bahwa unsur La relatif lebih mudah untuk dipisahkan dari larutan yang mengandung campuran unsur tanah jarang Nd,Sm,Tb,Er,Yb dan Y dengan teknik solven ekstraksi menggunakan campuran pelarut organik Cyanex 302 dan sec-nonylphenoxy acetic acid, sebaliknya pemisahan Yb dari Y nampaknya agak sulit untuk dilakukan.

Karena pemisahan individual unsur tanah jarang sulit untuk dilakukan maka beberapa peneliti mencoba memisahkan unsur tanah jarang menjadi fraksi – fraksi campuran tanah jarang sebagaimana dilakukan oleh Radhika dkk^[24] yang telah melakukan penelitian untuk memisahkan campuran tanah jarang ringan (light Rare earth) La,Ce,Pr dan Nd dan 7 unsur tanah jarang berat (HRE) Tb, Dy, Y, Ho, Er, Yb dan Lu dari larutan asam fosfat menjadi beberapa fraksi dengan cara solven ekstraksi menggunakan pelarut organo phosphoric TOPS 99 (di-2-ethylhexyl phosphoric acid). Dari hasil penelitiannya dikemukakan alternatif

proses untuk memisahkan larutan umpan yang mengandung unsur tanah jarang La, Ce, Pr, Nd, Tb, Dy, Ho, Y, Er, Yb dan Lu dengan menggunakan pelarut organo phosphoric TOPS 99 konsentrasi 0,1 M dalam alat ekstraksi 3 tahap, dimana pada proses ini perbandingan antara fasa air dengan fasa organik adalah 2:1. Dari hasil proses ini unsur Lu dan Yb terikat oleh fasa organik sedangkan rafinat yang dihasilkan mengandung unsur tanah jarang La, Ce, Pr, Nd, Tb, Dy, Ho, Y, Er. Rafinat yang terbentuk kemudian dikontakan dengan larutan TOPS 99 yang mempunyai konsentrasi 1M dalam alat ekstraktor 3

tahap dimana perbandingan antara fasa air dan fasa organik adalah 3:1.

Dari hasil proses ini unsur tanah jarang Tb, Dy, Y, Ho, Er masuk ke dalam fasa organik TOPS99 sedangkan rafinat yang dihasilkan akan mengandung La, Ce, Pr dan Nd. Dengan cara ini maka larutan yang mengandung unsur tanah jarang La, Ce, Pr, Nd, Tb, Dy, Ho, Y, Er, Yb dan Lu dipisah menjadi 3 fraksi oleh larutan organik TOPS 99. Fraksi tersebut adalah larutan yang mengandung Lu dan Yb sebagai fraksi pertama, kemudian fraksi kedua adalah larutan yang mengandung Tb, Dy, Y, Ho, Er dan fraksi ketiga adalah larutan yang mengandung La, Ce, Pr dan Nd.

Tabel 4. Faktor pemisahan untuk proses solven ekstraksi menggunakan campuran pelarut organik Cyanex 302 dan sec-nonylphenoxy acetic acid^[23]

	Nd	Sm	Tb	Er	Yb	Y
La	3,09/0,87	9,26/1,01	12,87/2,82	19,13/2,57	28,70/1,73	18,63/1,34
Nd		3,00/1,16	4,17/3,24	6,20/2,95	9,30/1,98	6,04/1,53
Sm			1,39/2,79	2,07/2,54	3,10/1,71	2,01/1,32
Tb				1,49/0,91	2,23/0,61	1,45/0,47
Er					1,50/0,67	0,97/0,52
Yb						0,65/0,77

Tabel 5. Faktor pemisahan untuk proses solven ekstraksi menggunakan campuran pelarut organik Cyanex 301 dan sec-nonylphenoxy acetic acid^[23]

	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y
La	1,04/ 0,52	1,06/ 0,48	1,72/ 0,46	2,08/ 0,52	3,02/ 0,75	3,54/ 0,48	3,60/ 0,35	3,72/ 0,38	3,84/ 0,38	3,90/ 0,31	4,59/ 0,18	5,00/ 0,45	5,27/ 0,30	3,74/ 0,11
Ce		1,02/ 0,93	1,65/ 0,89	2,00/ 1,01	2,91/ 1,44	3,40/ 0,93	3,46/ 0,68	3,57/ 0,74	3,69/ 0,73	3,75/ 0,61	4,41/ 0,35	4,81/ 0,86	5,06/ 0,58	3,59/ 0,22
Pr			1,62/ 0,96	1,96/ 1,09	2,85/ 1,56	3,34/ 1,00	3,39/ 0,74	3,50/ 0,80	3,62/ 0,79	3,67/ 0,65	4,32/ 0,37	4,71/ 0,93	4,96/ 0,62	3,52/ 0,24
Nd				1,21/ 1,13	1,76/ 1,62	2,06/ 1,04	2,09/ 0,77	2,16/ 0,83	2,23/ 0,82	2,27/ 0,68	2,67/ 0,39	2,91/ 0,97	3,06/ 0,65	2,17/ 0,38
Sm					1,45/ 1,43	1,70/ 0,92	1,73/ 0,67	1,79/ 0,73	1,85/ 0,72	1,87/ 0,60	2,21/ 0,34	2,40/ 0,85	2,53/ 0,57	1,80/ 0,22
Eu						1,17/ 0,64	1,19/ 0,47	1,23/ 0,51	1,27/ 0,50	1,29/ 0,42	1,52/ 0,24	1,65/ 0,60	1,74/ 0,40	1,24/ 0,15
Gd							1,02/ 0,73	1,05/ 0,80	1,08/ 0,78	1,10/ 0,65	1,30/ 0,37	1,41/ 0,93	1,49/ 0,62	1,06/ 0,23
Tb								1,03/ 1,09	1,07/ 1,07	1,08/ 0,89	1,27/ 0,51	1,39/ 1,27	1,46/ 0,84	1,04/ 0,32
Dy									1,03/ 0,98	1,05/ 0,82	1,24/ 0,47	1,35/ 1,17	1,42/ 0,78	1,01/ 0,29
Ho										1,02/ 0,83	1,19/ 0,47	1,30/ 1,19	1,37/ 0,79	0,97/ 0,30
Er											1,18/ 0,57	1,28/ 1,43	1,35/ 0,95	0,96/ 0,36
Tm												1,09/ 2,50	1,15/ 1,67	0,81/ 0,63
Yb													1,05/ 0,67	0,75/ 0,25
Lu														0,71/ 0,38

KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi monasite Bangka dengan menggunakan alat EPMA, XRD dan XRF. Dari hasil karakterisasi dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Monasite Bangka mengandung unsur tanah jarang Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, dan Y. Unsur-unsur tersebut membentuk ikatan kimia yang kompleks antara satu unsur dengan unsur lainnya, sehingga pemisahan unsur tanah jarang secara fisik biasa sulit untuk dilakukan.
2. Kandungan unsur radio aktif thorium oksida dalam monasite Bangka adalah 3,99 % sedangkan kandungan oksida tanah jarang lainnya adalah 59,35 %.
3. Alternatif proses untuk mendapatkan unsur tanah jarang dari monasite Bangka adalah melalui jalur proses digesti dengan asam (*acid digestion*) atau dekomposisi dengan basa yang dilanjutkan dengan proses pelarutan dan solven ekstraksi
4. Untuk memisahkan thorium dari larutan yang mengandung campuran ion tanah jarang dapat dilakukan melalui pengendapan selektif atau dengan cara solven ekstraksi. Demikian juga untuk memisahkan cerium dari larutan yang mengandung campuran ion tanah jarang dapat dilakukan melalui pengendapan selektif atau dengan cara solven ekstraksi.
5. Setelah thorium dan cerium dipisahkan dari campuran larutan yang mengandung ion-ion tanah jarang, pemisahan unsur tanah jarang selanjutnya dapat dilakukan dengan cara solven ekstraksi menggunakan pelarut organik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Thompson, R.. 1980., „Specialty Inorganic Chemicals”. *University of Salford, September Special Publication.*: No. 40, hal. 403–443.
- [2] Fathi Habashi. 1990., „The Rare Earth Metals and their position in the periodic table, Rare Earth Metal’90”. *Proceeding of International Symposium on Processing of rare metal.*: Z. Kouzuka Ed., Kita kyushu, Nov, hal. 47 – 56.
- [3] Stefonia Massori, Marcelllo Rubert., 2013., „Rare earth elements as critical materials: Fokus on international markets and future strategies”. *Resources Policy.*: vol 38, issue 1, hal 36-43
- [4] Bart blanpain, Tom Van Gewen, Yongxiang Yang, Allan Walton, Matthia Bucher. 2013., „Recycling of rareearth: a critical review”. *Journal of cleaner production.*: vol 51, july, hal 1-22.
- [5] Lucia Baldi, Massimo Peri, Daniela Vandone. 2014., „Clean energy industries and rare earth materials, 2014. *Energy policy.*: vol 66, March, hal. 53-61.
- [6] <http://www.ggg.gl/rare-earth-elements/rare-earth-elements-supply-and-demand/>
- [7] Porbaix. 1966., „Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous solution”. *Pergamon Press, Oxford.*
- [8] Kirk-Othmer. 1968., „Rare earth elements”. *Encyclopedia of Chemical Technology.*: 2nd ed, Vol 17, hal. 143-167 .
- [9] Gupta, C.K., Krishnamurthy, N. 2005., „Extractive metallurgy of rare earths”. *CRC press, NY, USA.*
- [10] Habashi, F. (Ed.). 1997., „Handbook of extractive metallurg”. *Wiley-VCH, Weinheim, Germany.*: Vol. III.
- [11] Hart, K.P., Levins, D.M. 1988., „Management of wastes from the processing of rare earth minerals”.

- Chemeca.* 88: *Australia's Bicentennial International Conference for the Process Industries, Institution of Engineers.*: Australia, hal. 82–88.
- [12] Koch, D.F.A. 1987.,,Rare earth extraction and separation Proc. Rare Earth Horizons”. *Linfield, NSW, Department of Industry, Technology and Commerce, Canberra.*: hal. 73–85.
- [13] Mackey, T.S. 1986.,,Recent developments in U.S. rare earth technology. In: Somasundaram, P. (Ed.)”. *Advances in mineral processing.*: Society of mining engineering, Littleton, CO, hal. 509–534.
- [14] Eunyoung Kim, K. Osseo-Asare. 2012.,,Aqueous stability of thorium and rare earth metals in monazite hydrometallurgy: Eh–pH diagrams for the systems Th–, Ce–, La–, Nd–(PO₄)–(SO₄)–H₂O at 25 °C”, *Hydrometallurgy.*: 113-114, hal. 67–78.
- [15] K.C. Hughes, R. Singh. 1980.,,The isolation of thorium from monazite by solvent extraction”. *Part I, Hydrometallurgy.*: Volume 6, Issues 1–2, September, hal. 25–33.
- [16] Janúbia C.B.S. Amaral, Carlos A. Morais. 2010.,,Thorium and uranium extraction from rare earth elements in monazite sulfuric acid liquor through solvent extraction”. *Minerals Engineering.*: 23, hal. 498–503.
- [17] A.M.I. Ali, Y.A. El-Nadi, J.A. Daoud, H.F. Aly. 2007.,,Recovery of thorium (IV) from leached monazite solutions using counter-current extraction”. *Int. J. Miner. Process.*: 81, hal. 217–223.
- [18] Donohue, T. 1979.,,Photochemical separation of cerium from rare earth mixtures in aqueous solution”. *Chemical Physics Letters.*: 61, 601–604.
- [19] Hirai, T., Komasaawa, I. 1996.,, Separation of Ce from La/Ce/Nd mixture by photooxidation and liquid–liquid extraction”. *Journal Chemical of Japan.*: 29 (4),731–733.
- [20] Renata D. Abreu, Carlos A. Morai., 2010.,,Purification of rare earth elements from monazite sulphuric acid leach liquor and the production of high-purity ceric oxide”. *Minerals Engineering.*: 23, hal. 536–540.
- [21] Zhong Chenghua, Cheng Wan , YIN Qiang, LIU Xiaobin. 2010.,, Extraction separation of rare earth with a novel USE extractor”. *Journal of Rare Earths.*: Vol. 28, Spec. Issue, Dec., hal. 504 – 506.
- [22] K. Inoue, O. Fujino, H. Arita. 1986. *Nippon Kogyo Kaishi.*: 102, hal. 491
- [23] Shanshan Tong dkk. 2009.,,Solvent extraction study of rare earth elements from chloride medium by mixtures of sec-nonylphenoxy acetic acid with Cyanex301 or Cyanex302”. *Hydrometallurgy.*:100, hal. 15–19.
- [24] S. Radhika, B. Nagaphani Kumar , M. Lakshmi Kantama, B. Ramachandra Reddy. 2011.,,Solvent extraction and separation of rare-earths from phosphoric acid solutions with TOPS 9”. *Hydrometallurgy.*: 110, hal. 50–55.

Indeks Penulis

A

Agus Budi Prasetyo 9

B

Bambang Sriyono 63
B. Bandriyana 17
Bintang Adjiantoro 33, 63

E

Eni Febriana 9

F

F. Firdiyono 9

L

Lusiana 1

P

Pius Sebleku 17

R

Rahardjo Binudi 33
Rudi Subagja 79

S

Saefudin 41
Sigit Dwi Yudanto 27
Solihin 71
Sulistioso Giat Sukaryo 17
Sundjono 41

Y

Yahya 51
Yuswono 27

Z

Zaki Mubarok 51

Indeks

A

Acetic acid 51, 61, 87, 88, 90
Acid digestion 79, 89
Analisis Struktur 27, 29, 31
Asam asetat 51, 52, 53, 54, 55, 56,
57, 59, 60, 61
Atomic layer 71, 73, 76

B

Baja karbon 34, 35, 37, 41, 42, 43, 44,
45, 46, 47, 48, 49, 50, 72
Baja kekuatan tinggi 33, 34
Basic decomposition 79
Bi2212 phase 1, 4, 5, 6, 7
Bi2223 phase 1
Biomaterial 17, 24
BSCCO 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8

C

Calcium Manganese Oxide 27, 28, 29
Calcium sulphate 41
Carbide 33, 71, 76, 77
Carbon steel 33, 41
Chromium 33
Concentrate 9, 61
Corrosion rate 17, 25, 41
Corrosivity 41

D

Dekomposisi basa 79
Deposition 71, 72, 73, 76
Digesti asam 79

F

Fasa Bi2212 1, 4, 5, 6, 7
Fasa Bi2223 1, 5, 6, 7
Fraksi volume penguat 63

G

Galena 51, 52, 53, 54, 55, 57,
58, 59, 60, 61
Grain refinement 17

H

Hard water 41, 42, 45, 47
Hydrogen peroksida 51, 52, 53, 54,
55, 56, 57
High strength steel 33, 35
Hydrogen peroxide 51, 61

K

Kalsium sulfat 41, 42, 50
Karbida 33, 34, 35, 38, 71, 72, 73
74, 75, 76
Kesadahan air 41
Komposit matriks logam 63, 65
Konsentrat 9, 11, 12, 13, 14, 15, 52
Korosivitas 41, 43
Krom 33, 34, 35

L

Laju korosi 17, 20, 23, 24, 41, 43, 44,
45, 46, 47, 48, 49, 50
Laterit 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15,
33, 34, 37, 38, 39
Laterite 9, 15, 33
Lattice parameter 27
Leaching 51, 61
Lead 1, 51, 61, 77
Limonit 9
Limonite 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15,
33, 34, 39

M

Mangan 33, 34, 35, 38, 74, 86
Manganese 27, 29, 31, 33

Mechanical properties 17, 33, 63, 69
Mechanochemistry 71, 77
Mekanokimia 71, 74, 75, 76
Metal matrix composite 63
Metoda padatan 1, 4, 7
Molibdenum 17, 18, 19, 21, 22, 23, 24, 25
Molybdenum 17, 19, 25

N

Nickel 9, 10, 15, 33
Nickel laterite 9, 33
Nickel Pig Iron (NPI) 9, 10
Nikel laterit 9, 10, 11, 12, 13,
14, 15, 33, 34
Niobium 19, 24, 25, 28, 71, 72, 73, 74,
75, 76, 77

P

Paduan Zr-Nb 17, 18, 21, 25
Parameter kisi 2, 27, 29, 30
Particle size reinforce 63
Pelindian 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57,
58, 59, 60, 61
Penghalusan butir 17, 19, 22, 24
Polarisasi 41, 42, 45, 46
Polarization 20, 41, 50

R

Rare earth 77, 79, 89, 90
Reduction 9
Reduksi 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 28, 43,
44, 46, 47, 71
Refinement 17, 27

S

Sifat mekanik 3, 17, 18, 19, 33, 36, 38, 39,
41, 63, 64, 68
Sintesis 3, 4, 7, 18, 19, 27, 28,
29, 30, 37, 76
Solid method 1
Solid-gas reaction 71, 73, 74, 76
Solven ekstraksi 79, 86, 87, 88, 89
Solvent extraction 79, 86, 90
Structure Analysis 27, 29, 31
Superconductor 1, 2, 7, 8, 76
Superkonduktor 1, 2, 3, 4, 6, 7, 80
Synthesis 22, 71, 77, 78

T

Tailing 9, 11, 12, 13, 14, 15
Tanah jarang 79, 80, 81, 83, 84,
85, 86, 87, 88, 90
Thermo-reactive 71, 72, 76
Timbal 51, 52, 54, 55, 57, 60

U

Ukuran partikel penguat 63, 68

V

Volume fraction reinforce 63

Z

Zr-Nb alloys 17



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA PUSAT PENELITIAN METALURGI

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

PANDUAN BAGI PENULIS

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



PANDUAN BAGI PENULIS

diberi tanda titik .

Contoh : Tabel 1. Harga kekerasan baja SS 316L

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

Contoh : Gambar 1. Struktur mikro baja SS 316L

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

10. Kesimpulan berisi secara singkat dan jelas tentang :

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

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

12. Kutipan atau Sitasi

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

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

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

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

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

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

2. Buku dengan tiga pengarang atau lebih

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

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

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

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

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



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
PUSAT PENELITIAN METALURGI

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

PANDUAN BAGI PENULIS

Indonesia Jakarta : Balai Pustaka.

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

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

6. Artikel dari bunga rampai

[1] Oetama, Yacob. 2006., Tradisi Intelektualitas, Taufik Abdullah, Jurnalisme Makna”. Dalam A.B. 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



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