



# METALURGI

VOLUME 29 NOMOR 3, DESEMBER 2014 ISSN 0126 – 3188

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

Pengantar Redaksi..... xxxiii

Abstrak..... xxxv

Pembuatan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dari Hasil Pengolahan Bijih Besi Primer Jenis Hematit Untuk Bahan Baku Baterai Lithium Agus Budi Prasetyo, dkk..... 179

Pelarutan Terak Timah Bangka Menggunakan Larutan NaOH Arivo Suharvanto, dkk..... 191

Proses Pelarutan Asam Sulfat Dan Asam Klorida Terhadap Hasil Reduksi Terak Timah Eko Sulistiyono, dkk..... 197

Pengaruh Waktu Reduksi Dan Komposisi Pelet Terhadap Persen Fe Metal Dan Persen Ni FeNi Spons Dari Bijih Nikel Limonit Menggunakan Simulator Rotary Kiln Yopv Henpristian, dkk..... 205

Studi Equal Channel Angular Pressing (ECAP) Suhu Nitrogen Cair Pada Paduan Al – Mg – Si (Al 6061) Efendi Mabruri, dkk..... 215

Penambahan AlTiB Sebagai Penghalus Butir Pada Proses Rapid Solidification Aluminium Galih Senopati, dkk..... 223

Pergeseran Suhu Kritis Superkonduktor Bi – Pb – Sr – Ca – Cu – O Pada Medan Magnet Tinggi Agung Imaduddin, dkk..... 229

Stress – Corrosion Cracking In A Nickel – Base Alloy Pre – Heater Expansion Bellows D. N. Adnyana..... 235

Pengaruh Temperatur Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Perubahan Fasa TiO<sub>2</sub> Rudi Subagia, dkk..... 245

Investigasi Korosi Baja Tulangan Beton Sirip Dengan Proteksi Katodik Arus Tanding Menggunakan Anoda MMO-Ti Mortar Konduktif M.Svaiful Anwar, dkk..... 255

Indeks

## Penanggung Jawab:

Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

## Dewan Redaksi :

### Ketua Merangkap Anggota:

Dr. Ika Kartika, M.T

### Anggota :

Dr. Djusman Sajuti

Dr. Ir. Rudi Subagja

Dr. Ir. Florentinus Firdiyono

Dr. Ing. Andika W. Pramono, M. Sc

Ir. Adil Jamali, M.Sc

Ir. Budi Priyono

### 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:

Dr. Latifa Hanum Lalasari

Dr. M.Ikhlusul Amal

Yosephin Dewiani R, S.Si

Nadia C. Natasha, S.T

M. Yunan Hasbi, S.T

Agus Budi Prasetyo, M.T

Arif Nurhakim, S.Sos

Heri Nugraha, A.Md

Noor Hidayah, S.Ip

### Penerbit:

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI

Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel

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

### Alamat Sekretariat:

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI

Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel

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

E-mail : metalurgi\_magz@yahoo.com

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



## PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 29 Nomor 3, Desember 2014 kali ini menampilkan 10 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Agus Budi Prasetyo dan Kawan-kawan berjudul *“Pembuatan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dari Hasil Pengolahan Bijih Besi Primer Jenis Hematit Untuk Bahan Baku Baterai Lithium”*. Selanjutnya Ariyo Suharyanto dan Kawan-kawan menulis tentang *“Pelarutan Terak Timah Bangka Menggunakan Larutan NaOH”*. Eko Sulistiyono juga menulis tentang *“Proses Pelarutan Asam Sulfat Dan Asam Klorida Terhadap Hasil Reduksi Terak Timah”*. Selanjutnya Yopy Henpristian juga menulis tentang *“Pengaruh Waktu Reduksi Dan Komposisi Pelet Terhadap Persen Fe Metal Dan Persen Ni FeNi Spons Dari Bijih Nikel Limonit Menggunakan Simulator Rotary Kiln”*. Efendi Maburri dan Kawan-kawan menulis tentang *“Studi Equal Channel Angular Pressing (ECAP) Suhu Nitrogen Cair Pada Paduan Al – Mg – Si (Al 6061)”*. Sedangkan Galih Senopati dan Kawan-kawan menulis tentang *“Penambahan AlTiB Sebagai Penghalus Butir Pada Proses Rapid Solidification Aluminium”*. Agung Imaduddin dan Kawan-kawan menulis tentang *“Pergeseran Suhu Kritis Superkonduktor Bi – Pb – Sr – Ca – Cu – O Pada Medan Magnet Tinggi”*, Sedangkan D. N. Adnyana menulis tentang *“Stress – Corrosion Cracking In A Nickel – Base Alloy Pre – Heater Expansion Bellows”*. Rudi Subagja dan Kawan-kawan menulis tentang *“Pengaruh Temperatur Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Perubahan Fasa TiO<sub>2</sub>”*, dan selanjutnya M.Syaiful Anwar dan Kawan-kawan menulis tentang *“Investigasi Korosi Baja Tulangan Beton Sirip Dengan Proteksi Katodik Arus Tanding Menggunakan Anoda MMO-Ti Mortar Konduktif”*.

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

**REDAKSI**



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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 661.3

Agus Budi Prasetyo<sup>1</sup>, Puguh Prasetyo<sup>1</sup> dan Indira Matahari<sup>2</sup>(<sup>1</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI dan <sup>2</sup>Universitas Lambung Mangkurat)

Pembuatan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dari Hasil Pengolahan Bijih Besi Primer Jenis Hematit Untuk Bahan Baku Baterai Lithium

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Telah dilakukan percobaan peningkatan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari pengolahan bijih besi primer jenis hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bajuin, Kalimantan Selatan. Tujuan dari percobaan ini untuk membuat  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> agar memenuhi standar untuk bahan baku katoda baterai lithium, yaitu LiFePO<sub>4</sub>. Untuk mendapatkan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dilakukan percobaan untuk meningkatkan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sampai diperoleh kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> > 90%. Percobaan dilakukan dengan beberapa tahapan untuk mendapatkan bahan baku  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang memenuhi standar. Tahap pertama dilakukan preparasi bijih besi primer dengan cara peremukan, dan penggerusan sampel sampai ukuran 100# (mesh). Tahap kedua dilakukan pelindian (*leaching*) dengan menggunakan HCl untuk melarutkan besi, dan memisahkan pengotor-pengotor yang tidak larut dalam HCl. Langkah selanjutnya dilakukan hidrolisis atau pengendapan terhadap filtrat (larutan) hasil pelindian, yaitu dengan menambahkan amoniak. Variabel yang diamati pada percobaan ini antara lain konsentrasi HCl, waktu dan temperatur pemanggangan. Hasil percobaan menunjukkan bahwa untuk variasi konsentrasi HCl, diperoleh hasil optimum pada konsentrasi HCl 1:1. Pada kondisi ini diperoleh hasil percobaan dengan massa padatan yang cukup besar, yaitu  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> > 90%. Sedangkan untuk variabel waktu diperoleh hasil terbaik pada percobaan selama 4 jam, namun kurang optimum karena akan membutuhkan energi berlebih. Pada percobaan perbedaan temperatur pemanggangan, semakin tinggi temperatur belum tentu ada peningkatan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sehingga dilihat dari segi efisiensi dan ekonomis, maka temperatur dengan suhu 500 °C sudah mencukupi untuk proses pembuatan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Kata kunci : Hematit,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pelarutan, Pengendapan, Pemanggangan

Production Of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> From Hematite Of Primary Iron Ore For Raw Materials Battery Lithium

Have performed experiments Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> increased levels of primary iron ore processing type hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) from Bajuin, South Kalimantan. The purpose of this experiment for creating  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to meet the standards for lithium battery cathode materials, namely LiFePO<sub>4</sub>. To obtain  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, conducted an experiment to increase the levels of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtained levels > 90%. Experiments performed with several stages to obtain  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> raw materials that meet the standards. The first stage of the preparation is done by way of primary iron ore crushing, and grinding the sample to a size of 100# (mesh). The second stages leaching by using HCl to dissolve iron, and separating impurities insoluble impurities in HCl. The next step is done hydrolysis or precipitation of the filtrate (solution) leaching results, namely by adding ammonia. The variables were observed in this experiment include the concentration of HCl, roasting time and temperature roasting. The results showed that for the variation of the concentration of HCl, obtained optimum results in the concentration of HCl 1: 1. In this condition the experimental results obtained with a fairly large residual mass, namely  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content of > 90%. As for the time variable obtained the best results in the experiments for 4 hours, but less than optimal because it would require excessive energy. In the experiment roasting temperature difference, the higher the temperature is not necessarily increased levels of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. So in terms of efficiency and economy, then the temperature with a temperature of 500°C is sufficient to the manufacture of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Keywords: Hematite,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Leaching, Hydrolysis, Roasting

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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 620.18

Ariyo Suharyanto, Eko Sulistiyono dan F.Firdiyono (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI)

Pelarutan Terak Timah Bangka Menggunakan Larutan NaOH

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Terak timah hasil dari proses peleburan konsentrat bijih timah logam timah merupakan produk yang memiliki potensi untuk dikembangkan, terutama unsur logam tanah jarang (LTJ). Oleh karena itu, tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kelarutan mineral sekunder terak timah dalam larutan NaOH. Terak timah diambil dari dua tanur yaitu terak timah I dan terak timah II yang diperoleh dari proses peleburan timah tahap I dan peleburan timah tahap II yang ada di Pulau Bangka. Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah terak timah I dan II yang telah mengalami pemanasan pada temperatur 700°C dan 900°C, dan kemudian dilarutkan dengan menggunakan larutan NaOH. Padatan (residu) yang diperoleh dari percobaan pelarutan dengan NaOH kemudian dianalisa dengan XRD (x-ray diffraction) dan XRF (x-ray fluorescence). Hasil pelarutan menunjukkan kandungan terak timah yang terlarut sekitar 10% berat diperoleh dari Terak II, sedangkan dari Terak I terlarut sekitar 5% berat. Hasil XRF mengidentifikasi bahwa unsur dalam terak timah yang larut dalam larutan NaOH adalah unsur yang bersifat amfoter seperti timah, silika, alumina, titania dan zirkonia.

Kata kunci : Mineral sekunder, Terak timah, Pelarutan, Larutan NaOH, Logam tanah jarang

Dissolution Of Tin Slag Bangka Using NaOH Solution

Tin slag from tin ore concentrate smelting process is a product that has the potential to be developed, especially rare earth elements (REE). Therefore, the purpose of this study is to determine the solubility of tin slag secondary minerals in NaOH solution. Tin slag taken from two tin slag furnaces such as tin slag I and II that were obtained from lead smelting process of phase I and II in Bangka Island. In this study, the raw material used was tin slag I and II, which has been roasted at a temperature of 700°C and 900°C, and then dissolved in NaOH solution. The solids (residue) obtained from dissolution experiments with NaOH were analyzed by XRD (X-ray diffraction) and XRF (x-ray fluorescence). Dissolution results showed that the solubility of tin slag was about 10% and 5 % for tin slag II and I, respectively. XRF results indicated that elements in the tin slag dissolved in NaOH solution were amphoteric elements such as tin, silica, alumina, titania and zirconia.

Keywords : Secondary minerals, Tin slag, Dissolution, NaOH solution, Rare earth elements

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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 620.18

Eko Sulistiyono, F.Firdiyono dan Ariyo Suharyanto (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI)

Proses Pelarutan Asam Sulfat Dan Asam Klorida Terhadap Hasil Reduksi Terak Timah

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Pada penelitian ini dilakukan uji pelarutan asam kuat terhadap terak timah yang telah direduksi dengan menggunakan karbon pada temperatur 700°C selama dua jam. Variabel percobaan yang digunakan adalah jenis terak, konsentrasi asam dan jenis asam. Bahan percobaan yang digunakan pada penelitian ini adalah terak I yang berasal dari proses peleburan timah tahap pertama dalam tanur I dan terak II berasal dari proses peleburan timah dari terak tanur I yang dilebur dalam tanur II. Pada terak I unsur yang terbanyak adalah timah dan besi dan terak II unsur yang paling banyak adalah kalsium dan titanium. Proses pelarutan dengan asam klorida maupun asam sulfat belum mampu mengambil unsur logam tanah jarang pada terak timah, baik terak I dan terak II. Oleh karena itu untuk mengambil logam tanah jarang dari terak timah diusulkan menggunakan pelarut asam yang lain seperti asam nitrat.

Kata kunci : Terak timah, Logam tanah jarang, Reduksi, Pelarutan, Asam sulfat, Asam Klorida

Dissolution Process Of Sulphate Acid And Hydrochloride Acid In Reduction Tin Slag

In this research work a strong acid leaching test has been done for tin slag which has been reduced with the use of carbon at temperature of 700°C for two hours. Experimental variables are the type of slag, acid concentration and type of acid. Material experiments which are used in this study are the slag of the first stage of tin smelting process (slag I) and slag II derived from re smelting process of slag I in the second stage furnace. The most elements content in slag I are tin and iron otherwise the most element content in slag II are calcium and titanium. Hydrochloric and sulfuric acid leaching process can't extract a rare earth metal element from both of slag I and slag II. Therefore, to extract rare earth metals from tin slag proposed using the other acid such as nitric acid.

Keywords : Tin slag, Rare earth, Reduction, Dilution , Sulphate acid, Hydrochloride acid

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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 620.18

Yopy Henpristian<sup>1</sup>, Iwan Dwi Antoro S.T, M.Si<sup>2</sup> dan Ir. Soesaptri Oediyani, M.E<sup>3</sup> (<sup>1,3</sup>Teknik Metalurgi, FT. UNTIRTA, <sup>2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Pengaruh Waktu Reduksi Dan Komposisi Pelet Terhadap Persen Fe Metal Dan Persen Ni FeNi Spons Dari Bijih Nikel Limonit Menggunakan Simulator Rotary Kiln

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Indonesia memiliki cadangan bijih nikel yang cukup banyak yaitu 15,70% dari cadangan nikel dunia atau sebesar 1576 juta ton, akan tetapi sebagian besar bijih nikel laterit kadar rendah (limonit) belum dimanfaatkan dengan baik. Bijih nikel limonit dapat dimanfaatkan dalam proses pembuatan besi baja melalui proses reduksi menjadi FeNi spons. Kualitas FeNi spons dipengaruhi oleh beberapa faktor di antaranya yaitu komposisi pellet dan waktu reduksi. Komposisi pellet yang digunakan dalam penelitian ini yaitu rasio bijih nikel limonit dan batu bara sebesar 90:10, 85:15 dan 80:20%. Proses reduksi menggunakan simulator *rotary kiln* yang berada di Pusat Penelitian Metalurgi - LIPI Serpong dengan temperatur 1000°C dan waktu reduksi 30, 45 dan 60 menit. Pelet hasil reduksi atau FeNi spons dilakukan pendinginan menggunakan media air untuk meminimalisir terjadinya reaksi oksidasi akibat oksigen yang berada dalam udara bebas. Selanjutnya FeNi spons dikarakterisasi untuk mengetahui pengaruh dari variabel yang digunakan. Karakterisasi yang dilakukan meliputi uji Fe metal, analisa komposisi kimia menggunakan XRD dan SEM EDS. Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, perubahan persen Fe metal tidak sesuai teori. Persen Fe metal menurun seiring bertambahnya komposisi batu bara dan waktu reduksi yang digunakan, tetapi persen Ni meningkat seiring bertambahnya waktu reduksi. Persen Fe metal tertinggi diperoleh pada komposisi pellet 90:10% dengan waktu reduksi 30 menit yaitu 2,97%, sedangkan persen Ni tertinggi diperoleh dengan waktu reduksi 60 menit yaitu 6,87%.

Kata kunci : Limonit, Reduksi, FeNi spons, Persen Fe metal, Persen Ni

The Influence Of Reduction Time And Pellet Composition On Fe And Ni Metal Percentage Of FeNi Sponge From Limonite Ore Reduced By Using Rotary Kiln Simulator

Indonesia has abundant nickel ore reserves, about 15.70% of the world's nickel reserve or equal to 1576 million metric tons, but mostly low grade laterite nickel ore (limonite) has not been put to good use.<sup>[4]</sup> Limonite ore can be used in the steel-making process through the reduction process to spongsge FeNi. Quality of spongsge FeNi is influenced by several factors among which the composition of pellets and time reduction. The composition of the pellets were used in this study is the ratio of nickel limonite ore and coal at 90:10, 85:15 and 80: 20%. Reduction process used a rotary kiln simulator in Metallurgy and Material Research Center-LIPI Serpong with temperature 1000°C and the time reduction are 30, 45 and 60 minutes. Pellets of reduction results or spongsge FeNi performed using medium cooling water to minimize oxidation due to oxygen which are in free air. Furthermore, spongsge FeNi is characterized to determine the effect of the variables used. The characterization was conducted on the test Fe metal, chemical composition analysis using XRD and SEM EDS. Based on the results obtained, changes in percent Fe metal does not fit the theory. Percentage of Fe metal decreases as the composition of coal and reduction of time used, but the percentage of Ni increases with time reduction. The highest percentage of Fe metal pellets obtained on the composition of 90: 10% with a reduction of 30 minutes is 2.97%, while the highest percentage Ni obtained by a reduction of 60 minutes is 6.87%.

Keywords : Limonite, Reduction, Spongsge iron, Percentage of Fe metal, Percentage of Ni



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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 661.6

Efendi Mabruhi, I Nyoman Gede P. A. dan Edy Priyanto Utomo (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Studi *Equal Channel Angular Pressing* (ECAP) Suhu Nitrogen Cair Pada Paduan Al – Mg – Si (Al 6061)

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Tulisan ini memaparkan pengaruh proses ECAP (*equal channel angular pressing*) pada suhu nitrogen cair terhadap sifat mekanik paduan Al-Mg-Si (Al 6061) dan dibandingkan dengan proses ECAP pada suhu kamar. Proses ECAP sebanyak 1-4 pass dilakukan di dalam cetakan dengan lubang dalam bersudut 120° dengan rute Bc pada benda kerja Al 6061 dalam kondisi perlakuan pelarutan. Analisa XRD (*x-ray diffraction*) menunjukkan bahwa setelah proses ECAP terjadi pelebaran puncak pada semua bidang kisi dan terjadi penguatan intensitas bidang kisi (111) sebagai bidang slip yang aktif pada Al 6061. ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang lebih besar pada regangan deformasi yang tinggi (pass 3 dan 4) dengan elongasi yang lebih besar. Sementara itu, dimpel pada permukaan patahan Al 6061 yang diproses ECAP suhu nitrogen cair memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar.

Kata kunci : Paduan aluminium-magnesium-silikon (Al 6061), *Equal channel angular pressing* (ECAP), Suhu nitrogen cair, Kekuatan tarik, Elongasi, Dimpel

A Study On Equal Channel Angular Pressing At Liquid Nitrogen Temperature Of Al – Mg – Si (Al 6061) Alloys

The recent paper reports the effect of ECAP at liquid nitrogen temperature on the mechanical properties of Al-Mg-Si (Al 6061) alloys and compared to the room temperature ECAP. The ECAP experiments with route Bc were conducted on solution treated alloys using dies with internal channel angel of 120° for 1 to 4 passes. The XRD (*x-ray diffraction*) analysis showed that after ECAP the peak broadening occurred on all peaks and the peak intensity strength of (111) plane was highest as it considered as the active slip plane in the Al 6061 alloys. At high deformation strain (pass 3 and 4) the ECAP at liquid nitrogen temperature resulted in higher tensile strength and higher elongation to break compared to those of room temperature ECAP. Further, the dimples of tensile fracture surface of Al 6061 processed by liquid nitrogen temperature ECAP have mean size smaller than that of Al 6061 processed by room temperature ECAP.

Keywords : Aluminum-magnesium-silicon alloys (Al 6061), *Equal channel angular pressing* (ECAP), Liquid nitrogen temperature, Tensile strength, Elongation, Dimple

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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 620.18

Galih Senopati dan Saefudin (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI)

Penambahan AlTiB Sebagai Penghalus Butir Pada Proses *Rapid Solidification* Aluminium

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Telah dilakukan percobaan penambahan penghalus butir AlTiB pada proses rapid solidification aluminium. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penghalus butir terhadap sifat mekanik dan struktur mikro pada proses *rapid solidification aluminium*. Pelat aluminium hasil proses *rapid solidification* diuji keras menggunakan alat uji keras vicker's dan diamati struktur mikronya menggunakan mikroskop optik. Harga kekerasan tertinggi dari pelat aluminium dengan tebal 2 mm diperoleh pada penambahan 0,03% berat AlTiB yaitu harga rata-rata kekerasan adalah 29,39 VHN dengan besar butir rata-rata adalah 70  $\mu\text{m}$ .

Kata kunci : AlTiB, Penghalus butir, Rapid solidification

Addition of AlTiB As Grain Refiner On Rapid Solidification Process of Aluminium

In this study AlTiB was added as grain refiner on rapid solidification aluminium. The purpose of this study is to determine the influent of AlTiB as grain refiner on microstructures and mechanical properties of aluminum rapid solidification process. Aluminium plate that was produced by rapid solidification process examined by using vicker's hardness tester and optical microscope. The highest average hardness value of aluminum plate with 2 mm of thickness is 29.39 VHN and average grain size is 70 $\mu\text{m}$  by additional of 0.03wt% AlTiB as grain refiner.

Keywords: AlTiB, Grain refiner, Rapid solidification

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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 621.35

Agung Imaduddin, Sigit Dwi Yudanto, Bintoro Siswayanti dan Hendrik (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Pergeseran Suhu Kritis Superkonduktor Bi – Pb – Sr – Ca – Cu – O Pada Medan Magnet Tinggi

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Pada penelitian ini dipelajari proses pembuatan pelet superkonduktor Bi-Sr-Ca-Cu-O sebagai dasar prekursor bahan pada kawat superkonduktor yang diberi doping unsur Pb untuk menggantikan Bi, dan dibuat dengan memakai metoda pencampuran basah. Sampel yang dibuat dianalisa dengan XRD (*X-ray diffractometer*), EDS (*energy dispersive spectroscopy*) dan juga hambatan jenis listrik (*resistivity*) pada suhu rendah dan pada medan magnet tinggi. Berdasarkan hasil XRD dan EDS, diketahui bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa 2212, namun terlihat juga bahwa unsur C masih banyak tersisa di dalam sampel. Dari hasil pengukuran hambatan jenis listriknya, diketahui bahwa sampel ini memiliki suhu kritis awal superkonduktor ( $T_{C\ onset}$ ) sebesar 79K, dan suhu kritis akhir ( $T_{C\ final}$ ) sebesar 48K. Pengukuran hambatan jenis listrik sampel terhadap suhu juga dilakukan pada medan magnet 2 dan 4 T.  $T_C$  bergeser ke suhu yang lebih rendah akibat adanya medan magnet. Pergeseran  $T_C$  juga menunjukkan bahwa sampel ini memiliki fasa 2212. Pada suhu di atas 79K terlihat sifat semikonduktor pada sampel ini, yang menunjukkan masih banyaknya unsur pengotor yang bersifat semikonduktor.

Kata kunci: Bi-2212, Metoda padatan, Superkonduktor, BPSCCO, Hambatan jenis listrik

The Shift In Critical Temperature Of Bi – Pb – Sr – Ca – Cu – O Superconductors In High Magnetic Field

This work studied the process of making bulk Bi-Sr-Ca-Cu-O superconducting materials as the precursor material of superconducting wire, which was given Pb doping to substitute Bi. The sampel was prepared using wet mixing method. Analyzed by XRD (*X-ray diffractometer*), EDS (*energy dispersive spectroscopy*) and electrical resistivity at low temperatures and high magnetic fields. Based on the results of XRD and EDS, it is known that it formed 2212 phase, but a lot of element of C still remains in the sampel. According to the results of resistivity measurement, it shows that this sampel has initial critical temperature ( $T_{C\ onset}$ ) at 79K, and final critical temperature ( $T_{C\ final}$ ) at 48K. The measurements of the resistivity were also carried out on the magnetic field of 2 and 4 T.  $T_C$  shifts to lower temperatures due to the presence of a magnetic field. The shift of  $T_C$  also indicates that the sample has phase of 2212. At temperatures above 79K, visible property of semiconductor appeared, which indicates there are many impurities that are semiconductors.

Keywords: Bi-2212, Solid state method, Superconductor, BPSCCO, The resistivity

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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 620.112

D. N. Adnyana (Department of Mechanical Engineering, Faculty Of Industrial Technology – The National Institute Of Science And Technology)

Korosi Retak Tegang Pada Paduan Berbasis Nikel *Bellows* Ekspansi Alat Pemanas Mula

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Makalah ini menyajikan hasil analisa kerusakan pada sebuah bellows ekspansi yang pecah yang terpasang pada sebuah alat pemanas mula (alat penukar kalor). Bellows tersebut merupakan jenis bellows dengan lapisan pelat bergelombang tunggal, terdiri dari lima lilitan konvolut dan terbuat dari paduan nikel dengan spesifikasi Inconel 625. Fluida yang dialirkan di dalam alat pemanas mula pada sisi tabung atau bejana adalah uap pada suhu operasi 265 °C dan tekanan 51,0 kg/cm<sup>2</sup>g. Bellows tersebut dilaporkan pecah pada suatu kecelakaan/insiden yang terjadi setelah alat pemanas mula tersebut dioperasikan selama lebih dari lima tahun. Sejumlah benda uji disiapkan dari bellows yang pecah tersebut untuk pengujian laboratorium seperti uji makroskopik, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan, dan pengujian SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan analisa EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil analisa kerusakan yang diperoleh menunjukkan bahwa bellows ekspansi yang pecah tersebut utamanya telah mengalami retak korosi tegangan (RKT) yang disebabkan oleh efek simultan antara tegangan tarik dan unsure korosif yaitu sodium (Na) yang merupakan agen korosi kostik utama. RKT yang terjadi umumnya terkonsentrasi pada sisi atas konvolut bellows, diawali dari dinding bagian dalam lengkungan konvolut bagian luar, dan selanjutnya merambat ke arah luar dengan pola retak antar butir yang bercabang secara luas melalui batas butir austenit material bellows. Tingkat dan kondisi retak yang terjadi sangat dipengaruhi oleh tingkat tegangan lentur tarik yang terbentuk pada lengkungan konvolut, dan karenanya kebanyakan retak utama ditemukan terjadi pada bagian paling atas lengkungan konvolut, dimana daerah tersebut mengalami tegangan tarik maksimum atau tertinggi. Pada daerah dengan tegangan tarik yang lebih rendah atau tanpa tegangan tarik, pola kerusakan yang terjadi kemudian berubah menjadi pola korosi antar butiran.

Kata kunci : Bellows ekspansi, alat pemanas mula, retak korosi tegangan (RKT), Inconel 625

Stress – Corrosion Cracking In A Nickel – Base Alloy Pre – Heater Expansion Bellows

This paper presents the results obtained from the failure analysis performed on a ruptured expansion bellows of a pre-heater. This bellows is a typical of single ply corrugated bellows consisting of five bellows convolutions and was made of Inconel 625, a standard specification for Ni-base alloy. The fluid circulated within the pre-heater on shell side was steam at the operating temperature and pressure of 265°C and 51.0 kg/cm<sup>2</sup>g, respectively. The bellows was reportedly ruptured during an accident occurred after the pre-heater had been in service for more than five years. A number of specimens were prepared from the ruptured bellows for laboratory examinations including macroscopic examination, chemical analysis, metallographic examination, hardness test, and SEM (scanning electron microscopy) examination equipped with EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis. Results of the failure analysis obtained showed that the ruptured expansion bellows had experienced predominantly to stress corrosion cracking (SCC) caused by the simultaneous presence of tensile stress and a corrosive agent in which sodium (Na) was found being the major caustic corroding agent. Most of the SCC occurred were concentrated on the upper or top side of the bellows convolutions and initiated from the inner wall of the outer bend convolutions and subsequently propagated outward in intergranular manner with extensive branching through the austenitic grain boundaries of the bellows material. The severity of cracking was very much affected by the level of tensile bending stresses present on the bend convolutions, and therefore most of the main crack rupture was found to take place at the peak bend convolutions where the tensile stress was maximum or highest. In some area having less or no tensile stress, the damage pattern was predominantly altered into the intergranular corrosion.

Keywords: Expansion bellows, pre-heater, stress-corrosion cracking (SCC), Inconel 625

UDC (OXDCF) 536.5

Rudi Subagja, Ahmad Royani, Ariyo Suharyanto, Lia Andriyah dan Nadia Chrisayu Natasha (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Pengaruh Temperatur Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Perubahan Fasa TiO<sub>2</sub>

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Dalam makalah ini disampaikan hasil kegiatan penelitian kalsinasi TiO<sub>2</sub> untuk membuat bahan fotokatalis TiO<sub>2</sub>, dimana bahan TiO<sub>2</sub> yang digunakan merupakan hasil dari proses pengolahan ilmenit melalui jalur proses dekomposisi dengan NaOH, pelarutan titan dari kalsin hasil proses dekomposisi ke dalam larutan asam sulfat, dan pengendapan TiO<sub>2</sub>. Proses kalsinasi TiO<sub>2</sub> dilakukan pada temperatur 300°C sampai dengan 1000°C pada selang waktu 0,5 jam sampai dengan 3 Jam. Kalsin TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan kemudian dianalisis fasanya dengan menggunakan alat difraksi sinar-x (XRD) dan diuji sifat fotokatalitiknya untuk menguraikan zat warna methyl orange dan zat warna yang terkandung dalam limbah industri tekstil. Dari hasil percobaan kalsinasi TiO<sub>2</sub> dapat dilihat bahwa fasa anatase cenderung terbentuk pada temperatur lebih rendah dari 600°C. Kenaikan temperatur kalsinasi dari 300 °C menjadi 1000°C cenderung memperkecil terbentuknya fasa anatase, dan kalsin TiO<sub>2</sub> yang dipanaskan pada temperatur lebih rendah dari 600°C mempunyai sifat fotokatalitik yang baik dalam menghilangkan zat warna methyl orange.

Kata kunci: Ilmenit, Kalsinasi, TiO<sub>2</sub>, Anatase, Fotokatalitik

Effect Of Temperature And Calcination Time Of Changes In TiO<sub>2</sub> Phase

In present work, the calcinations experiments to make TiO<sub>2</sub> catalytic material were carried out at laboratory scale. The raw material TiO<sub>2</sub> used for experiments were prepared by ilmenite decomposition with NaOH followed with titanium dissolution from those decomposed material into the aqueous sulfuric acid solutions, and precipitation of TiO<sub>2</sub> from the solutions. The calcinations experiments were carried out at temperature 300°C up to 1000°C for 0.5 hours until 3 hours. The calcine from experimets were analyzed with X-Ray diffraction method and their photocatalytic properties were applied to decompose the methyl orange and dyes materials generated from textile industries. From the result of calcinations experiments, it was observed that anatase was formed at calcinations temperature lower than 600°C. The increase of calcinations temperature from 300°C to 1000°C decreased the X ray intensities of anatase, and TiO<sub>2</sub> material heated to the temperature lower than 600°C has a better photocatalytic properties in destroying methyl orange.

Keyword: Ilmenite, Calcination, TiO<sub>2</sub>, Anatase, Photocatalytic

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

ISSN 0126 – 3188

Vol 29 No. 3 Desember 2014

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

UDC (OXDCF) 620.112

M. Syaiful Anwar, Arini Nikitasari, Efendi, Sundjono dan Harsisto (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI)

Investigasi Korosi Baja Tulangan Beton Sirip Dengan Proteksi Katodik Arus Tanding Menggunakan Anoda MMO-Ti Mortar Konduktif

Metalurgi, Vol 29 No. 3 Desember 2014

Pada penelitian ini proteksi katodik arus tanding/ arus proteksi dengan menggunakan anoda *mixed metal oxide-titanium* (MMO-Ti) beton konduktif telah dilakukan terhadap baja tulangan beton baru yang terendam di dalam air laut pada variasi arus proteksi. Tujuan penelitian ini adalah untuk investigasi kinerja arus proteksi untuk mengurangi agresifitas lingkungan di sekitar beton bertulang baru dan untuk mengevaluasi beton bertulang baru setelah diaplikasikan arus proteksi. Proteksi katodik ini bervariasi dilakukan pada arus proteksi 100, 150 dan 200 mA/m<sup>2</sup> dari luas penampang baja tulangan. Standar NACE SP0290 digunakan sebagai kriteria standar proteksi katodik ini. Beberapa pengujian untuk melihat pengaruh arus proteksi pada saat catu daya dihidupkan dan dimatikan terhadap sifat korosi baja tulangan beton adalah *open circuit potential* (OCP) pada saat catu daya dihidupkan selama 3 menit dan kemudian dimatikan selama 4 jam, *tafel polarisasi* untuk mencatat potensial korosi, hambatan polarisasi, laju korosi pada saat awal dan setelah diaplikasikan arus proteksi dan *cyclic polarisasi* untuk mengetahui kerentanan baja tulangan beton terhadap korosi *pitting*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proteksi katodik yang diaplikasikan telah memenuhi kriteria dari standar NACE SP0290. Potensial korosi baja tulangan beton yang ditentukan setelah 4 jam dari arus proteksi dimatikan menghasilkan nilai potensial terendah/paling negatif dan nilai laju korosi lebih rendah dari pada benda uji tanpa arus proteksi (PPC 1) selama 30 hari perendaman dan tanpa terjadinya korosi sumuran (*pitting*).

Kata kunci: Proteksi katodik, Arus proteksi, MMO-Ti, Mortar konduktif, Potensial korosi, Laju korosi, Sumuran, Tafel, Cyclic polarization

Investigation Of Corrosion Of Reinforced Concrete With Impress Current Cathodic Protection Using MMO-Ti Conductive Mortar Anode

In this study, impressed current cathodic protection using MMO-Ti conductive concrete anode was conducted in the new reinforced bar (rebar) concrete submerged in the seawater on the various protecting current. The aim of this study was to investigate performance of protecting current to reduce aggressive environment in the interface of new rebar concrete and also to evaluate new rebar concrete after application of protecting current. This technique was conducted on the various protecting current of 100, 150 and 200 mA/m<sup>2</sup> by surface area of rebar. NACE SP0290 was used as standard criteria of cathodic protection. Examinations were carried to observe the influence of protecting current at power supply 'on' and 'off' that was obtained before and after cathodic protection, such as open circuit potential (OCP) at switch 'on' up to 3 minutes and then switch 'off' up to 4 hours, *tafel polarisation* to record corrosion potential, *polarisation resistant*, corrosion rate at initial and after application of protecting current. *Cyclic polarisation* test was performed to know susceptibility of *pitting* corrosion on the rebar concrete. The result showed that this technique have been successfully applied and have been meet standard criteria of NACE SP0290. Their corrosion potential of rebar concrete obtained after 4 hours of switch 'off' lower as well as corrosion rate compared to sample without protecting current (PPC 1) during 30 days submerged in the seawater. *Pitting* corrosion not found in the all of samples.

Keywords: Cathodic protection, Protecting current, MMO-Ti, Conductive mortar, Corrosion potential, Corrosion current, *Pitting*, Tafel, Cyclic polarisation.

# PEMBUATAN $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DARI HASIL PENGOLAHAN BIJIH BESI PRIMER JENIS HEMATIT UNTUK BAHAN BAKU BATERAI LITHIUM

Agus Budi Prasetyo<sup>1,\*</sup>, Puguh Prasetyo<sup>1</sup> dan Indira Matahari<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI dan <sup>2</sup>Universitas Lambung Mangkurat

<sup>1</sup>Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

<sup>2</sup>Jalan Brigjen Haji Hasan Basri, Kota Banjarmasin, Kalimantan Selatan

E-mail : \*chencen\_abp@yahoo.com

Masuk tanggal : 11-09-2014, revisi tanggal : 16-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

## Intisari

**PEMBUATAN  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DARI HASIL PENGOLAHAN BIJIH BESI PRIMER JENIS HEMATIT UNTUK BAHAN BAKU BATERAI LITHIUM.** Telah dilakukan percobaan peningkatan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari pengolahan bijih besi primer jenis hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bajuin, Kalimantan Selatan. Tujuan dari percobaan ini untuk membuat  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> agar memenuhi standar untuk bahan baku katoda baterai lithium, yaitu LiFePO<sub>4</sub>. Untuk mendapatkan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dilakukan percobaan untuk meningkatkan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sampai diperoleh kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> > 90%. Percobaan dilakukan dengan beberapa tahapan untuk mendapatkan bahan baku  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang memenuhi standar. Tahap pertama dilakukan preparasi bijih besi primer dengan cara peremukan, dan penggerusan sampel sampai ukuran 100# (mesh). Tahap kedua dilakukan pelindian (*leaching*) dengan menggunakan HCl untuk melarutkan besi, dan memisahkan pengotor-pengotor yang tidak larut dalam HCl. Langkah selanjutnya dilakukan hidrolisis atau pengendapan terhadap filtrat (larutan) hasil pelindian, yaitu dengan menambahkan amoniak. Variabel yang diamati pada percobaan ini antara lain konsentrasi HCl, waktu dan temperatur pemanggangan. Hasil percobaan menunjukkan bahwa untuk variasi konsentrasi HCl, diperoleh hasil optimum pada konsentrasi HCl 1:1. Pada kondisi ini diperoleh hasil percobaan dengan massa padatan yang cukup besar, yaitu  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> > 90%. Sedangkan untuk variabel waktu diperoleh hasil terbaik pada percobaan selama 4 jam, namun kurang optimum karena akan membutuhkan energi berlebih. Pada percobaan perbedaan temperatur pemanggangan, semakin tinggi temperatur belum tentu ada peningkatan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sehingga dilihat dari segi efisiensi dan ekonomis, maka temperatur dengan suhu 500 °C sudah mencukupi untuk proses pembuatan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

*Kata kunci : Hematit,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pelarutan, Pengendapan, Pemanggangan*

## Abstract

**PRODUCTION OF  $\alpha$  Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> FROM HEMATITE OF PRIMARY IRON ORE FOR RAW MATERIALS BATTERY LITHIUM.** Have performed experiments Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> increased levels of primary iron ore processing type hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) from Bajuin, South Kalimantan. The purpose of this experiment for creating  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to meet the standards for lithium battery cathode materials, namely LiFePO<sub>4</sub>. To obtain  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, conducted an experiment to increase the levels of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtained levels > 90%. Experiments performed with several stages to obtain  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> raw materials that meet the standards. The first stage of the preparation is done by way of primary iron ore crushing, and grinding the sample to a size of 100# (mesh). The second stages leaching by using HCl to dissolve iron, and separating impurities insoluble impurities in HCl. The next step is done hydrolysis or precipitation of the filtrate (solution) leaching results, namely by adding ammonia. The variables were observed in this experiment include the concentration of HCl, roasting time and temperature roasting. The results showed that for the variation of the concentration of HCl, obtained optimum results in the concentration of HCl 1: 1. In this condition the experimental results obtained with a fairly large residual mass, namely  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content of > 90%. As for the time variable obtained the best results in the experiments for 4 hours, but less than optimal because it would require excessive energy. In the experiment roasting temperature difference, the higher the temperature is not necessarily increased levels of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. So in terms of efficiency and economy, then the temperature with a temperature of 500°C is sufficient to the manufacture of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## PENDAHULUAN

Bijih besi merupakan bahan mineral yang ketika dipanaskan dan dikontakkan dengan suatu reduktor, biasanya karbon atau gas hidrogen, akan menghasilkan logam besi (Fe)<sup>[1]</sup>. Bijih besi biasanya sangat kaya oksida besi ( $Fe_3O_4$  dan  $Fe_2O_3$ ). Bijih besi kebanyakan berwarna abu-abu gelap dan berkarat berwarna merah serta memiliki densitas yang tinggi. Dua jenis utama bijih besi yang digunakan untuk membuat besi adalah magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dan hematit ( $Fe_2O_3$ ).

Bijih besi terdiri atas oksigen dan atom besi yang berikatan bersama dalam molekul. Besi merupakan logam kedua yang paling banyak di bumi ini setelah aluminium. Karakter dari endapan bijih besi ini bisa berupa endapan logam yang berdiri sendiri namun sering kali ditemukan berasosiasi dengan mineral logam lainnya. Dari mineral-mineral bijih besi, magnetit adalah mineral dengan kandungan Fe paling tinggi, tetapi terdapat dalam jumlah kecil. Sementara hematit merupakan mineral bijih utama yang dibutuhkan dalam industri besi. Bijih besi yang terdapat di alam pada umumnya mengandung kadar besi Fe masih sangat rendah yaitu sekitar 25 – 37% Fe. Bijih besi Fe berbentuk besi oksida  $Fe_2O_3$  atau  $Fe_3O_4$  bercampur dengan material-material ikutan seperti *silicone dioxide* ( $SiO_2$ ), *aluminium trioxide* ( $Al_2O_3$ ), *calcium oxide* (CaO), *magnesium oxide* (MgO), *titanium dioxide* ( $TiO_2$ ), *chromium trioxide* ( $CrO_3$ ),  $NiO_2$ , *phosphorus* (P), S dan  $H_2O$ <sup>[2]</sup>.

Bijih besi *hematit*  $Fe_2O_3$  kandungan Fe-nya bervariasi (*low-high grade*) biasanya terdapat bersama pengotor *silica* dan *alumina*. Proses pengolahan untuk peningkatan kadar Fe biasanya melalui metoda flotasi. Untuk mempermudah pemisahan melalui proses kering dengan magnetik separator, pada umumnya bijih besi hematit diubah menjadi bersifat magnetit melalui proses pemanggangan

atau proses oksidasi. Bijih besi magnetit mempunyai sifat magnet kuat, sehingga proses pengolahannya menggunakan magnetik separator. Dengan teknik ini maka bijih *magnetit* dengan kadar Fe di bawah 30% bisa diolah secara ekonomis<sup>[3]</sup>.

Bijih besi primer jenis hematit mempunyai struktur kristal yang sama dengan magnetit dan juga termasuk ferit spinel serta bagian dari feromagnetik. Sifat fisik dari bijih besi ini mempunyai warna abu-abu (*grey shade*), putih dan coklat. Hematit mempunyai bentuk struktur kristal yang *isometric*<sup>[4]</sup>. Terdapat beberapa fasa pada bijih besi ( $Fe_2O_3$ ), yaitu fasa alpha ( $\alpha$ - $Fe_2O_3$ ), fasa beta ( $\beta$ - $Fe_2O_3$ ), fasa gamma ( $\gamma$ - $Fe_2O_3$ ), fasa epsilon ( $\epsilon$ - $Fe_2O_3$ ). Fasa alpha ( $\alpha$ - $Fe_2O_3$ ) memiliki struktur rhombohedral dan terjadi secara alami sebagai mineral hematit yang merupakan hasil utama dari penambangan, dan memiliki sifat antiferromagnetik. Fasa alpha mudah dibuat menggunakan *thermal decomposition* dan presipitasi pada fasa cair. Sifat magnetiknya bergantung pada beberapa faktor; yaitu tekanan, ukuran partikel, dan intensitas medan magnetik. Fasa beta ( $\beta$ - $Fe_2O_3$ ) memiliki struktur kristal FCC, bersifat metastabil, pada suhu 500 °C berubah menjadi fasa alpha. Dapat dibuat dengan mereduksi hematit dengan menggunakan karbon, pyrolysis dari larutan besi (III) klorida, atau *thermal decomposition* dari besi (III) sulfat. Fasa gamma ( $\gamma$ - $Fe_2O_3$ ) memiliki struktur kristal kubik, bersifat metastabil, berubah menjadi fasa alpha pada temperatur yang tinggi. Di alam berbentuk sebagai maghemit. Bersifat ferrimagnetik, dan pada ukuran partikel yang ultra halus yang lebih kecil daripada 10 nm bersifat superparamagnetik. Fasa gamma bisa dibuat dengan metode *thermal dehydration*. Partikel yang ultra halus bisa dibuat dengan *thermal decomposition* dari besi (III) oksalat. Fasa Epsilon ( $\epsilon$ - $Fe_2O_3$ ) memiliki struktur kristal rhombik, menunjukkan sifat antara fasa alpha dan gamma, sehingga tidak dapat dibuat dari



bentuk murni.  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> selalu merupakan campuran antara fasa alpha dan fasa gamma. Bahan dengan perbandingan fasa epsilon yang tinggi dapat dibuat dengan *thermal transformation* dari fasa gamma. Fasa epsilon bersifat metastabil, berubah menjadi fasa alpha pada suhu antara 500-750°C. Dapat juga dibuat dari oksidasi besi dengan *electric arc* atau dengan presipitasi sol-gel dari besi (III) nitrat<sup>[5]</sup>.

Pada industri sekarang ini, hematite dalam bentuk alpha ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang berukuran nano dapat digunakan untuk berbagai kegunaan aplikasi. Aplikasi hematit jenis  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada industri banyak digunakan dalam industri elektronika seperti untuk pembuatan bahan baku katoda pada pembuatan baterai lithium, sensor gas etanol, maupun superkapasitor<sup>[6]</sup>. Pada pemanfaatan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dalam industri baterai litium,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> digunakan sebagai bahan kimia campuran untuk pembuatan katoda lithium besi fosfat (LiFePO<sub>4</sub>)<sup>[7]</sup>. Aplikasi lain dari hematit jenis  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> juga digunakan dalam dunia biomedis dan dapat dijadikan pigmen besi oksida yang berfungsi sebagai salah satu komponen dasar pembuatan cat. Sehingga dengan banyaknya kegunaan dari hematit dalam bentuk alpha ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), maka pengolahan bijih besi primer jenis hematit untuk dijadikan dalam bentuk  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mempunyai nilai ekonomis yang tinggi.

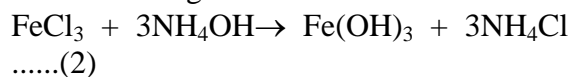
## PROSEDUR PERCOBAAN

Preparasi dilakukan dengan peremukan sampel bijih besi jenis hematit menjadi berukuran lebih kecil dengan menggunakan alat *crusher*. Hasil dari pengecilan sampel kemudian digerus dengan menggunakan *disk mill* untuk mendapatkan ukuran yang diinginkan. Dari sampel awal tersebut dianalisis dengan menggunakan XRF (*x-ray fluorescence*) untuk mengetahui komposisi dan kadar mineral yang terkandung di dalam bijih besi dan XRD untuk mengetahui komposisi senyawa yang terkandung di

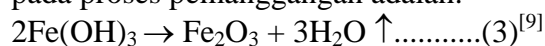
dalam bijih besi. Proses berikutnya yaitu konsentrasi, pemisahan konsentrat dengan *tailing* dengan menggunakan alat magnetik separator. Hasil preparasi dengan ukuran butir 100 mesh diambil sebanyak 25 gram untuk setiap variasi percobaan. Kemudian material tersebut dicampurkan HCl dan aquades dengan perbandingan yang bervariasi yaitu 1:1 ; 1:3 ; dan 1:5 sampai total larutan masing-masing yaitu 200 ml. Larutan hasil pelindian tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring untuk memisahkan antara *filtrate* (larutan FeCl<sub>3</sub>) yang kaya akan besi dan residu (*tailing*) yang mengandung banyak pengotor. Reaksi yang terjadi pada proses pelarutan dengan HCl sebagai berikut :



Larutan yang dihasilkan kemudian dihidrolisis dengan menggunakan larutan amonia secukupnya agar Fe yang terkandung dalam larutan tersebut dapat terikat atau menggumpal. Reaksi yang terjadi pada proses hidrolisis dengan amoniak sebagai berikut :



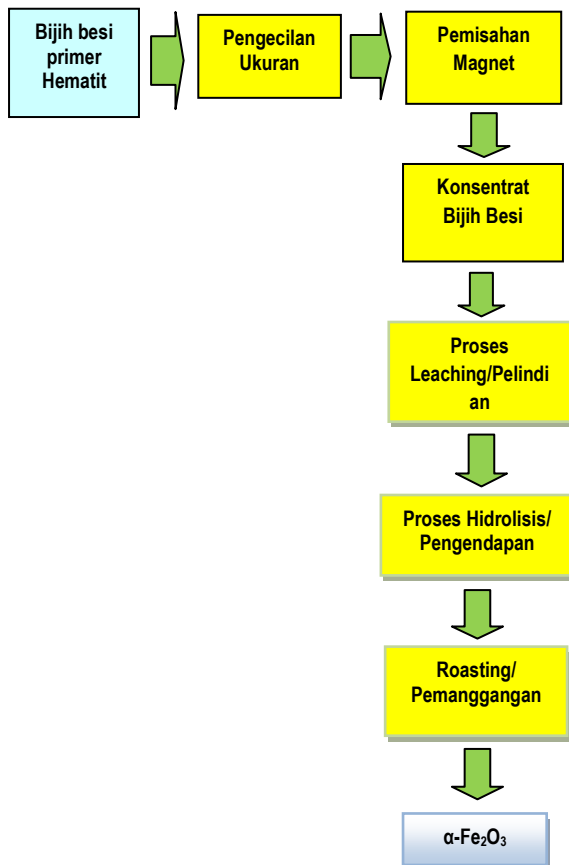
Larutan ammonia ini berfungsi untuk menetralkan larutan yang telah menjadi asam tersebut. Proses penetralan dapat dicapai pada pH 6-7<sup>[8]</sup>. Setelah selesai penyaringan kembali, maka diperoleh padatan gel Fe(OH)<sub>3</sub> yang siap untuk dipanggang dengan suhu tertentu sedangkan filtrat (larutan ammonium chlorida) yang dihasilkan tersebut dibuang karena tidak digunakan kembali untuk proses selanjutnya. Endapan yang terjadi kemudian dipanggang pada temperatur tertentu untuk mendapatkan bahan kimia hematit ( $\alpha$  Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Reaksi yang terjadi pada proses pemanggangan adalah:



Proses pemanggangan dengan suhu tinggi antara 400°C sampai 700°C yang bertujuan untuk mengubah gel Fe(OH)<sub>3</sub> menjadi  $\alpha$  Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tertentu<sup>[10]</sup>. Hasil dari

proses pemanggangan tersebut berupa  $\alpha$   $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang berwarna merah kecoklatan.

Variabel yang divariasikan yaitu konsentrasi HCl, waktu pemanggangan dan temperatur pemanggangan. Hasil dari proses berupa serbuk kimia  $\alpha$   $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , kemudian dikarakterisasi dengan melakukan analisa-analisa dari produk tersebut.



**Gambar 1.** Diagram alir percobaan pembuatan  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis XRF Bijih Besi Dan Hasil Percobaan

Hasil analisis XRF terhadap bahan baku sampel bijih besi jenis hematit dari Bajuin Kalimantan Selatan, dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Hasil analisis XRF terhadap bijih besi hematit dari Bajuin Kalimantan Selatan

No	Unsur	Satuan	Hasil
1	Chromium (Cr)	ppm	419
2	Lead (Pb)	ppm	189
3	Cooper (Cu)	ppm	1054
4	Vanadium (V)	ppm	153
5	Zinc (Zn)	ppm	62
6	Tin (Sn)	ppm	35
7	Silicon (Si)	%	6,73
8	Aluminium (Al)	%	8,19
9	Iron (Fe)	%	38,43
10	Calcium (Ca)	ppm	8314
11	Magnesium (Mg)	ppm	4774
12	Sulfur (S)	ppm	641
13	Sodium (Na)	ppm	< 100
14	Potassium (K)	ppm	334
15	Titanium (Ti)	ppm	2217
16	Manganese (Mn)	Ppm	3468
17	Phosphorous (P)	Ppm	197
18	Chlorine (Cl)	ppm	105
	Loss on Ignition	% wt	11,89

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa kandungan terbesar pada bijih besi hematit adalah Fe sebesar 38,43 % (kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 54,9$  %), selebihnya ada kandungan unsur-unsur yang lain berupa Al, Si, Mg, Ca, Mn dan lain-lain. Setelah melakukan percobaan berdasarkan prosedur yang ditunjukkan pada Gambar 1 di atas, diperoleh produk bahan kimia serbuk  $\alpha$   $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Untuk mengetahui peningkatan kadar besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dari hasil percobaan maka serbuk tersebut dianalisa dengan menggunakan XRF. Untuk menghasilkan produk  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang memenuhi syarat untuk bahan baku baterai

lithium yaitu kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3 > 90\%$  dan dalam fasa alpha, maka dilakukan beberapa percobaan laboratorium dengan tiga variabel. Dari percobaan diharapkan diperoleh hasil yang optimum, yaitu produk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  yang memenuhi syarat untuk bahan baku katoda baterai lithium. Adapun variabel yang digunakan adalah konsentrasi HCl, waktu pemanggangan dan temperatur pemanggangan.

Hasil perolehan massa dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  selama percobaan dengan berbagai variabel dapat dilihat pada Tabel 2 - 4.

**Tabel 2.** Hasil perolehan massa dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada variabel perbedaan konsentrasi HCl, dengan variabel tetap  $t_{\text{pemanggangan}} = 2$  jam dan  $T=500^\circ\text{C}$

No	Massa Sampel Awal (gram)	Variasi Percobaan		Massa $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (gram)	Kadar $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (%)
		Vol HCl (ml)	Vol Aquades (ml)		
1	25	100	100	17,45	91,47
2	25	50	150	10,17	91,63
3	25	33,33	166,65	6,48	86,15

Percobaan dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi HCl sedangkan variabel tetap adalah waktu pelindian selama 1 jam, waktu pemanggangan selama 2 jam, dan temperatur pemanggangan  $500^\circ\text{C}$ . Pada hasil percobaan diketahui bahwa massa serta kadar serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan pada variasi konsentrasi HCl perbandingan HCl :  $\text{H}_2\text{O} = 1:1$ , menghasilkan massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 17,45 gram dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 91,47%. Pada variasi percobaan dengan konsentrasi HCl perbandingan HCl :  $\text{H}_2\text{O} = 1:3$ , menghasilkan massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 10,17 gram dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 91,63%. Pada percobaan dengan penggunaan konsentrasi HCl perbandingan HCl :  $\text{H}_2\text{O} = 1:5$ , menghasilkan massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 6,48 gram dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 86,15%.

**Tabel 3.** Hasil perolehan massa dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada variabel perbedaan waktu pemanggangan, dengan variabel tetap konsentrasi HCl 1:1 dan temperatur  $500^\circ\text{C}$

No	Massa Sampel Awal (gram)	Variasi Percobaan	Massa $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (gram)	Kadar $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (%)
		$t_{\text{pemanggangan}}$ (jam)		
1	25	1	17,98	91,26
2	25	2	17,45	91,47
3	25	3	17,77	92,46
4	25	4	17,87	94,02

Hasil yang didapatkan dari percobaan dengan variasi waktu pemanggangan dengan variabel tetap konsentrasi HCl perbandingan HCl :  $\text{H}_2\text{O} = 1:1$  dan temperatur pemanggangan  $500^\circ\text{C}$ , dapat dilihat pada Tabel 3 di atas. Percobaan dengan waktu pemanggangan selama 1 jam, diperoleh massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 17,98 gram dan kadar serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 91,26 %. Percobaan dengan waktu pemanggangan 2 jam, dihasilkan massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 17,45 gram dan kadar serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 91,47 %. Percobaan dengan waktu pemanggangan 3 jam, dihasilkan massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 17,77 gram dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 92,46 %. Percobaan dengan waktu pemanggangan 4 jam, dihasilkan massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 17,87 gram dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 94,02 %.

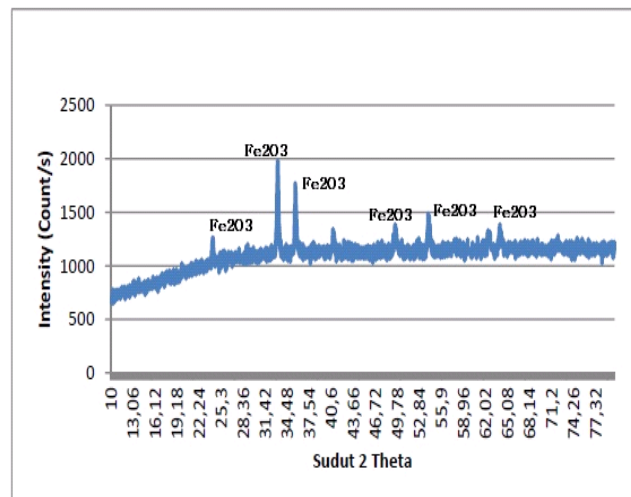
**Tabel 4.** Hasil perolehan massa dan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada variabel perbedaan temperatur pemanggangan, dengan variabel tetap konsentrasi HCl 1:1 dan waktu pemanggangan 2 jam

No	Massa Sampel Awal (gram)	Variasi Percobaan	Massa $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (gram)	Kadar $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (%)
		Temperatur Pemanggangan ( $^\circ\text{C}$ )		
1	25	400	17,51	89,84
2	25	500	17,32	91,47
3	25	600	17,17	91,44
4	25	700	17,65	91,65

Hasil percobaan dengan variasi temperatur pemanggangan menggunakan variabel tetap konsentrasi HCl perbandingan 1:1, waktu pelindian (*leaching*) selama 1 jam, dan waktu pemanggangan selama 2 jam, dapat dilihat pada Tabel 4 di atas. Percobaan dengan temperatur pemanggangan 400°C, dihasilkan massa sebanyak 17,51 gram dan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 89,84%. Percobaan dengan temperatur pemanggangan 500°C, dihasilkan massa serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebanyak 17,45 gram dan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 91,47%. Percobaan dengan temperatur pemanggangan 600°C, dihasilkan massa serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebanyak 17,17 gram dan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 91,44%. Pada percobaan dengan temperatur pemanggangan 700°C, dihasilkan massa serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebanyak 17,65 gram dan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 91,65%.

### Analisis XRD Bijih Besi Hematit

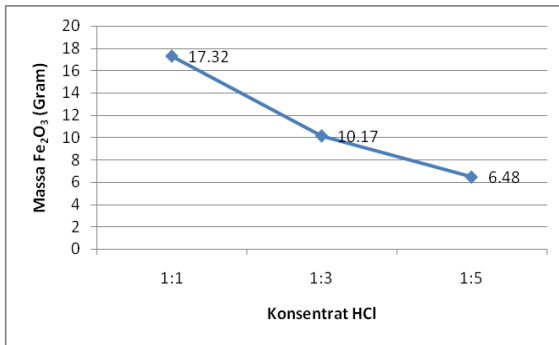
Hasil XRD memperlihatkan bahwa mineral dominan yang terdapat pada sampel adalah Hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Data yang cocok pada *searchmatch* ini adalah JCPDS (*joint committee on powder diffraction standar*) nomor 33-0664<sup>[11]</sup>. Struktur kristal untuk pola XRD tersebut adalah *hexagonal*, dimana pada analisa terlihat space group yang terbentuk adalah R-3c. Ini terbukti dari puncak tertinggi pada sudut 2θ adalah 33,1924°. Hal ini didukung dengan adanya puncak-puncak lainnya pada sudut 2θ yaitu 35,6657° dan 54,1350°. Namun berdasarkan pembacaan hasil analisa, terdapat fasa lain yang terdapat pada sampel tersebut, yaitu mineral Plustite dengan rumus kimia FeO sesuai dengan JCPDS nomor 6-0615<sup>[11]</sup>.



**Gambar 2.** Grafik hasil XRD bijih besi jenis Hematit

### Perolehan Massa

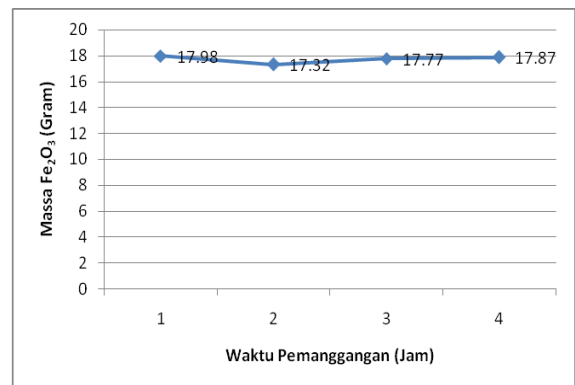
Pada Gambar 3, diketahui bahwa untuk perolehan massa, semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka semakin banyak unsur Fe yang terlarut dalam proses pelindian. Dengan perbandingan konsentrasi 1:1 perolehan massa hasil produk sebanyak 17,32 gram yang dihasilkan dari 25 gram sampel awal. Akan tetapi seiring dengan berkurangnya konsentrasi maka perolehan massa semakin berkurang, dengan perbandingan 1:3 menghasilkan perolehan massa 10,17 gram. Demikian pula untuk perbandingan konsentrasi 1:5, maka semakin sedikit pula unsur Fe yang terlarut dalam proses pelindian, sehingga massa akhir yang didapatkan juga lebih sedikit. Hal ini disebabkan karena dengan semakin tingginya konsentrasi HCl maka tumbukan antar ion-ion Cl semakin tinggi, sehingga akan semakin banyak material yang akan larut dan akhirnya jumlah massa setelah diendapkan kembali akan semakin banyak.



**Gambar 3.** Grafik perbandingan konsentrasi HCl terhadap massa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan

Pada Gambar 4 terlihat bahwa perolehan massa mengalami penurunan selama selang waktu 1 sampai 2 jam, kemudian mengalami kenaikan massa pada interval waktu 3 menuju ke 4 jam. Pada umumnya penambahan waktu pemanggangan akan memperbesar kehilangan uap air yang ada dalam gel Fe(OH)<sub>3</sub>. Waktu pemanggangan yang semakin lama akan semakin banyak material yang akan bereaksi dengan oksigen di *muffle furnace* sehingga membentuk α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang lebih banyak. Akan tetapi penambahan waktu pemanggangan tidak selamanya mempermudah proses penguraian hidroksida, dan menurunkan perolehan massa serbuk α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan. Pada perlakuan pemanggangan selama 3 dan 4 jam, perolehan massa lebih meningkat dari perlakuan selama 2 jam. Hal ini disebabkan karena saat dilakukan pemanggangan terjadi pembentukan padatan atau senyawa baru yang berasal dari oksigen (yang berada di *muffle furnace*) dengan unsur-unsur yang terdapat pada padatan. Unsur-unsur tersebut terikat oleh oksigen seiring dengan bertambahnya waktu pemanggangan. Hal tersebut menyebabkan bertambahnya massa serbuk α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan. Sedangkan saat dilakukan pemanggangan selama dua (2) jam belum sempat terjadi interaksi antara oksigen (yang terdapat pada *muffle furnace*) dengan unsur yang terdapat pada padatan. Sehingga yang terjadi hanya penguraian hidroksida saja, tanpa adanya proses oksidasi. Akan tetapi dari variasi

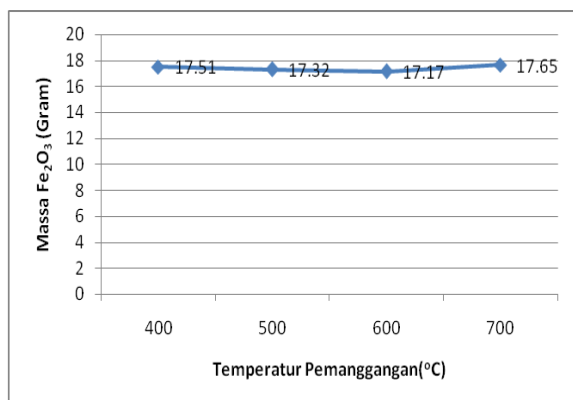
waktu ini perbedaan massa yang dihasilkan tidak terlalu signifikan dari mulai 1 sampai 4 jam waktu pemanggangan. Pada variasi waktu pemanggangan, massa yang paling banyak dihasilkan pada waktu kalsinasi selama 1 jam. Karena kondisi sampel pada pemanggangan selama satu (1) jam, dihasilkan produk dengan kondisi masih lembab dan kurang kering. Sehingga hasil serbuknya masih menggumpal. Hal ini disebabkan waktu pemanggangan yang terlalu cepat berakibat hidroksida yang terkandung belum mengurai secara sempurna. Pada kondisi waktu pemanggangan selama dua (2) jam, hidroksida sudah mengurai sempurna sehingga tidak terjadi gumpalan-gumpalan.



**Gambar 4.** Grafik perbandingan waktu pemanggangan dengan massa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan

Pada Gambar 5 terlihat bahwa untuk perolehan massa, terjadi penurunan pada percobaan temperatur 400°C ke 600°C yang disebabkan telah terurainya kandungan air atau hidroksida dalam gel Fe(OH)<sub>3</sub>. Semakin tinggi temperatur maka energi penguraian akan semakin besar sehingga proses penghambatannya semakin kecil pula. Namun pada saat pemanggangan dengan temperatur 700°C, terjadi kenaikan massa kembali sebanyak 0,48 gram. Hal tersebut menyebabkan hasil penguraian yang melalui lapisan Fe(OH)<sub>3</sub> yang terbentuk berlangsung lambat, karena gas mengisi pori-pori sampel tersebut. Akibatnya terjadi akumulasi pada sampel serta pori-pori yang naik lebih besar, bersamaan dengan meningkatnya tekanan

yang diberikan akibat temperatur pemanggangan yang terlalu tinggi. Dengan adanya hal tersebut membuat partikel padatan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  tidak reaktif secara maksimal sehingga massa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan menjadi meningkat. Akan tetapi pada percobaan variabel temperatur ini tidak memberikan perbedaan pendapatan akhir massa yang signifikan karena sangat sedikit sekali perbedaan massa yang didapatnya.

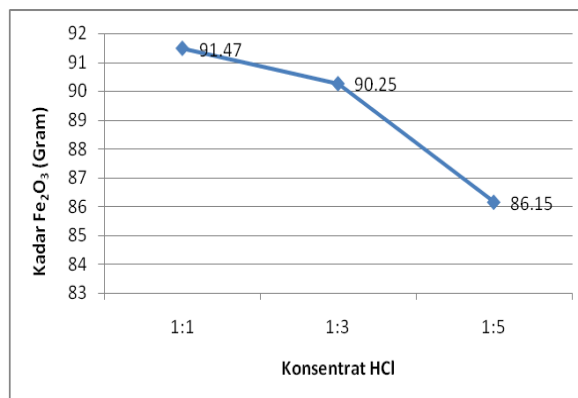


**Gambar 5.** Grafik perbandingan temperatur pemanggangan dengan massa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan

### Perolehan Kadar

Hasil dari percobaan dengan variasi konsentrasi HCl menunjukkan percobaan dengan konsentrasi HCl 1:5, tidak menghasilkan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  yang memenuhi syarat sebagai bahan baku baterai lithium. Karena syarat agar  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dapat dijadikan bahan baku baterai lithium kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  harus di atas 90 %. Sedangkan untuk variabel konsentrasi HCl dengan perbandingan 1:1 dan 1:3, telah diperoleh produk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  yang memenuhi syarat untuk dijadikan sebagai bahan baku baterai lithium. Karena  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan kadarnya yang telah melebihi 90 %. Pada Gambar 6 ditunjukkan bahwa percobaan dengan konsentrasi HCl 1:1 menghasilkan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  kadar lebih tinggi dibandingkan percobaan lainnya. Tingginya kadar tersebut disebabkan karena semakin pekat larutan, unsur besi terlarut lebih banyak dan terikat dengan ion-ion Cl yang

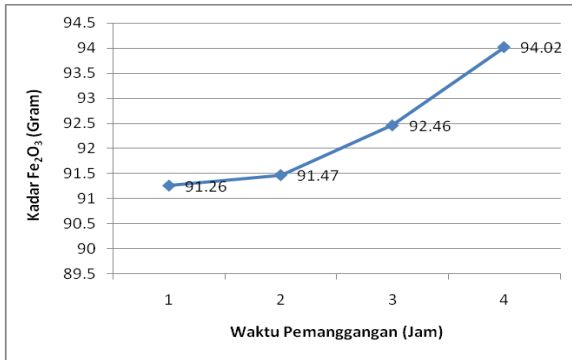
membentuk ikatan  $\text{FeCl}_3$ . Jika dibandingkan dengan konsentrasi 1:3 dan 1:5, pada konsentrasi 1:1 dihasilkan serbuk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  tingkat kemurnian lebih tinggi dan pengotor lebih sedikit. Jika dilihat dari massa yang dihasilkan, percobaan dengan perbandingan konsentrasi HCl 1:1 menghasilkan produk serbuk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  lebih banyak. Produk tersebut juga telah memenuhi standar untuk bahan baku baterai lithium, yaitu  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  berkadar 91,47 %.



**Gambar 6.** Grafik perbandingan konsentrasi HCl dengan % kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

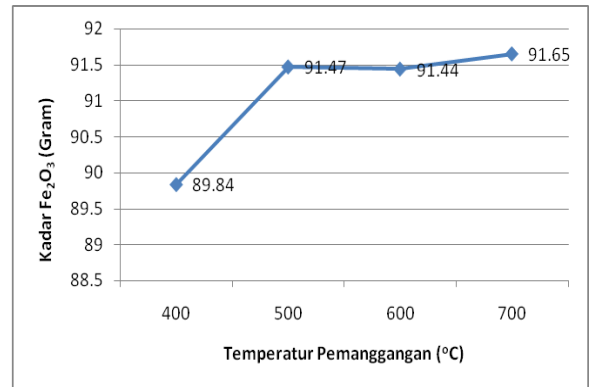
Pada percobaan dengan variasi waktu pemanggangan dengan semakin lama waktu pemanggangan, maka semakin tinggi pula kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan. Seperti yang ditunjukkan Gambar 7 variabel perbedaan waktu pemanggangan akan memberikan kecenderungan terhadap peningkatan persen perolehan besi oksidanya. Hal ini karena gas-gas oksida yang dihasilkan akan semakin banyak, dan waktu kontak semakin lama, sehingga semakin lama waktu pemanggangan akan semakin meningkatkan kadar besi oksida yang terkandung. Peningkatan kadar yang paling tinggi terjadi pada proses pemanggangan selama 4 jam yaitu menghasilkan 94,02% kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Namun percobaan dengan waktu pemanggangan selama 4 jam dengan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  tertinggi, tidak dapat dikatakan sebagai hasil yang optimum dan efisien. Karena waktu pemanggangan yang lama mempengaruhi biaya dan energi yang

dibutuhkan sehingga tidak efisien. Dikarenakan target produk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  untuk bahan baku pembuatan katoda baterai lithium  $> 90\%$ , maka dengan pemanggangan selama 1 samapi 2 jam sudah menghasilkan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  di atas  $90\%$ .



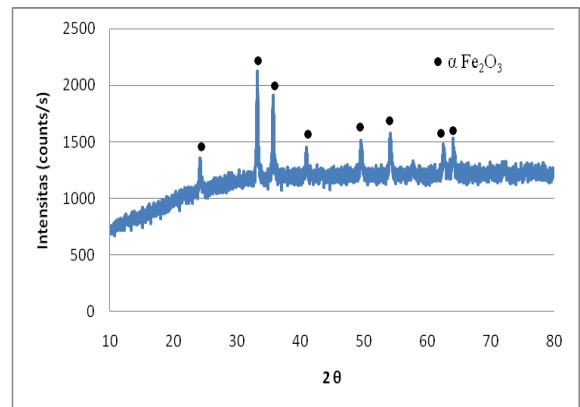
**Gambar 7.** Grafik perbandingan waktu pemanggangan dengan % kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

Pada percobaan dengan variasi temperatur pemanggangan dapat dilihat pada Gambar 8, dimana semakin tinggi temperatur, maka semakin tinggi pula kadar yang dihasilkan. Hal ini disebabkan semakin tinggi temperatur proses akan semakin banyak gas yang dapat bereaksi dengan oksida-oksida logam Fe yang ada dalam bijih. Sehingga kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  akan semakin meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur pemanggangan. Hal ini juga membuktikan bahwa garam klorida yang masih terkandung dalam sampel yang terbentuk pada proses pelindian dan pengendapan akan semakin habis dengan meningkatnya temperatur yang digunakan. Peningkatan signifikan terjadi pada kenaikan temperatur  $400^\circ\text{C}$  ke temperatur  $500^\circ\text{C}$  yaitu dari  $89,84\%$  menjadi  $91,47\%$  kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Akan tetapi peningkatan pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  ke temperatur  $700^\circ\text{C}$  tidak terlalu signifikan. Sehingga untuk percobaan dengan temperatur  $600$  dan  $700^\circ\text{C}$  kurang efisien dan membutuhkan energi yang besar. Dengan demikian hasil percobaan pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  dianggap paling efisien dan sudah memenuhi standar bahan baku sebagai katoda baterai lithium.



**Gambar 8.** Grafik perbandingan temperatur pemanggangan dengan % kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

### Analisis XRD Dari Hasil Proses



**Gambar 9.** Pola difraksi hasil analisis XRD terhadap serbuk hasil proses

Dari salah satu serbuk hasil percobaan yang dianggap paling optimum yaitu percobaan yang menggunakan konsentrasi HCl 1:1 dengan waktu pemanggangan selama 2 jam pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  dilakukan karakterisasi produk dengan menggunakan XRD. Hasil yang didapat dari analisis XRD pada hasil yang optimum dapat dilihat pada Gambar 9. Pada Gambar 9 memperlihatkan puncak-puncak tertinggi  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  pada sudut  $2\theta$  yaitu  $24,26^\circ$ ;  $33,28^\circ$ ;  $35,74^\circ$ ;  $40,96^\circ$ ;  $49,6^\circ$ ;  $54,22^\circ$ ;  $62,7^\circ$ ; dan  $64,12^\circ$ . Apabila dibandingkan dengan hasil XRD sampel awal bijih besi pada Gambar 1, memperlihatkan bahwa produk hasil percobaan menunjukkan peningkatan intensitas yang lebih tinggi dan lebih tajam. Hampir semua struktur puncak difraksi sesuai dengan kartu JCPDS No.

33-0664 yang menunjukkan struktur kristal  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>[11]</sup>. Bentuk grafik memperlihatkan puncak yang tajam dan intensitas besar, mengindikasikan bahwa derajat kristalinitasnya cukup tinggi<sup>[11]</sup>.

## KESIMPULAN

1. Proses pengolahan bijih besi hematit menjadi  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada variasi konsentrasi HCl menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi HCl yang digunakan, semakin banyak pula massa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan. Untuk mendapatkan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang memenuhi standar untuk bahan baku baterai lithium, diperlukan penggunaan konsentrasi HCl minimum 1:3.
2. Pada variasi waktu pemanggangan menunjukkan bahwa waktu pemanggangan tidak berpengaruh signifikan terhadap massa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan. Sedangkan untuk kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan bahwa semakin lama waktu pemanggangan, kadar  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan semakin tinggi.
3. Pada variasi temperatur pemanggangan menunjukkan bahwa temperatur pemanggangan tidak berpengaruh secara signifikan terhadap massa  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan. Namun variasi temperatur menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur yang digunakan maka semakin tinggi pula kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan.
4. Diperoleh  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbaik dan paling optimum, apabila menggunakan konsentrasi HCl 1:1 dengan waktu pemanggangan selama 2 jam pada temperatur 500°C.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wang, Hua., Ping Hu, De'an Pan, Jianjun Tian, Shengen Zhang, Alex A. Volinsky. 2010., Carbothermal reduction method for Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> powder synthesis". *Journal of Alloys and Compounds*, vol 502, pp. 338–340.
- [2] Darezereshki, Esmaeel., Fereshteh Bakhtiari, Mostafa Alizadeh, Ali

Behradvakylabad, Mohammad Ranjbar. 2012., Direct thermal decomposition synthesis and characterization of hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticles". *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol 15, pp. 91–97.

- [3] E, Sanwani. 2010., Pengolahan Bahan Galian". *Hand Out Kuliah PBG Rekayasa Pertambangan ITB*, Bandung.
- [4] Morel, Mauricio., Francisco Edgar Martínez, Mosquera. 2013., Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles from mineral magnetite". *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol 343, pp. 76–81.
- [5] Khalil, Nagy M., Elhadi E. Saad and M. M. S. Wahsh. 2012., Extraction of Nanosized  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Particles from Hematite Ore". *3rd International Conference on Chemistry and Chemical Engineering IPCBEE*, vol. 38 IACSIT Press, Singapore.
- [6] Liu, Hao., Guoxiu Wang, Jinsoo Park, Jiazhao Wang, Huakun Liu, Chao Zhang. 2009., Electrochemical performance of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanorods as anode material for lithium-ion cells". *Electrochimica Acta*, vol 54, pp. 1733–1736, Elsevier.
- [7] Wang, F., X.F. Qin, Y.F. Meng, Z.L. Guo, L.X. Yang, Y.F. Ming. 2013., Hydrothermal synthesis and characterization of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles". *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol 16, pp. 802–806 Elsevier.
- [8] Wu, Yuanting., Xiufeng Wang. 2011., Preparation and characterization of single-phase  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano-powders by Pechini sol-gel method". *Materials Letters*, vol 65, pp. 2062–2065, Elsevier.
- [9] Prasetyo, P dkk. 2013., Laporan Kemajuan Tahap I Program Intensif Sinas Kemenristek Peningkatan Kadar Hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bijih



Besi Primer Kalimantan Selatan”.  
*Pusat Penelitian Metalurgi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Serpong.*

- [10] Prita P. Sarangi, Bhanudas Naik, N.N.2009., Ghosh, Low temperature synthesis of single-phase  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano-powders by using simple but novel chemical methods”. *Powder Technology*, vol 192, pp. 245–249 Elsevier.
- [11] The Joint Committee on Powder Diffraction Standards.” *Powder Diffraction File. Inorganic Series*. 1601 Park Lane, Swarthmore, Pennsylvania 19081, USA.



# PELARUTAN TERAK TIMAH BANGKA MENGGUNAKAN LARUTAN NaOH

Ariyo Suharyanto\*, Eko Sulistiyono dan F.Firdiyono  
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI  
Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan 15314  
E-mail: \*ariyo.suharyanto@lipi.go.id

Masuk tanggal : 22-09-2014, revisi tanggal : 25-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

## Intisari

**PELARUTAN TERAK TIMAH BANGKA MENGGUNAKAN LARUTAN NaOH.** Terak timah hasil dari proses peleburan konsentrat bijih timah logam timah merupakan produk yang memiliki potensi untuk dikembangkan, terutama unsur logam tanah jarang (LTJ). Oleh karena itu, tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kelarutan mineral sekunder terak timah dalam larutan NaOH. Terak timah diambil dari dua tanur yaitu terak timah I dan terak timah II yang diperoleh dari proses peleburan timah tahap I dan peleburan timah tahap II yang ada di Pulau Bangka. Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah terak timah I dan II yang telah mengalami pemanasan pada temperatur 700°C dan 900°C, dan kemudian dilarutkan dengan menggunakan larutan NaOH. Padatan (residu) yang diperoleh dari percobaan pelarutan dengan NaOH kemudian dianalisa dengan XRD (*x-ray diffraction*) dan XRF (*x-ray fluorescence*). Hasil pelarutan menunjukkan kandungan terak timah yang terlarut sekitar 10% berat diperoleh dari Terak II, sedangkan dari Terak I terlarut sekitar 5% berat. Hasil XRF mengidentifikasi bahwa unsur dalam terak timah yang larut dalam larutan NaOH adalah unsur yang bersifat amfoter seperti timah, silika, alumina, titania dan zirkonia.

*Kata kunci : Mineral sekunder, Terak timah, Pelarutan, Larutan NaOH, Logam tanah jarang*

## Abstract

**DISSOLUTION OF TIN SLAG BANGKA USING NaOH SOLUTION.** Tin slag from tin ore concentrate smelting process is a product that has the potential to be developed, especially rare earth elements (REE). Therefore, the purpose of this study is to determine the solubility of tin slag secondary minerals in NaOH solution. Tin slag taken from two tin slag furnaces such as tin slag I and II that were obtained from lead smelting process of phase I and II in Bangka Island. In this study, the raw material used was tin slag I and II, which has been roasted at a temperature of 700°C and 900°C, and then dissolved in NaOH solution. The solids (residue) obtained from dissolution experiments with NaOH were analyzed by XRD (X-ray diffraction) and XRF (x-ray fluorescence). Dissolution results showed that the solubility of tin slag was about 10% and 5 % for tin slag II and I, respectively. XRF results indicated that elements in the tin slag dissolved in NaOH solution were amphoteric elements such as tin, silica, alumina, titania and zirconia.

*Keywords : Secondary minerals, Tin slag, Dissolution, NaOH solution, Rare earth elements*

## PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu negara dengan sumber daya dan penghasil timah terbesar di dunia dengan cadangan timah sekitar 0,9 juta ton pada tahun 2008<sup>[1]</sup>. Endapan timah Indonesia termasuk jalur timah terkaya di dunia yang dikenal sebagai jalur Asia Tenggara yang terbentang dari Cina, Myanmar, Thailand, Malaysia dan berlanjut ke Indonesia. Bijih

timah mengandung mineral utama kasiterit ( $\text{SnO}_2$ ) dan mineral ikutan seperti kolumbit-tantalit  $[(\text{Fe}, \text{Mn})(\text{Ta}, \text{Nb})_2\text{O}_6]$ , zirkon ( $\text{ZrSiO}_4$ ), ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ), rutil ( $\text{TiO}_2$ ), kwarsa ( $\text{SiO}_2$ ), pirit ( $\text{FeS}_2$ ), xenotim ( $\text{YPO}_4$ ), dan monasit  $(\text{Ce}, \text{La}, \text{Y}, \text{Th})\text{PO}_4$ <sup>[2]</sup>. Pada umumnya, mineral ikutan tersebut berasosiasi dengan mineral lain atau sebagai mineral ikutan dalam mineral bijih atau konsentrat pada industri pertambangan bijih timah di

Indonesia. Mineral-mineral ikutan dalam bijih timah mengandung unsur/logam bernilai ekonomi tinggi yang belum dimasukkan sebagai logam yang diperhitungkan dan dibuang sebagai *tailing* (bijih atau terak peleburan) atau ikut dalam konsentrat bijih. PT. Timah sebagai perusahaan pertambangan timah di Indonesia dengan produk akhir logam timah belum memanfaatkan secara optimal produk sampingannya seperti konsentrat ilmenit, xenotim, monasit dan zirkon serta *tailing* seperti kuarsa dan kolumbit-tantalit [(Fe, Mn)(Ta, Nb)<sub>2</sub>O<sub>6</sub>] dan terak hasil peleburannya<sup>[3]</sup>.

Salah satu hasil samping dari proses peleburan bijih timah menjadi logam timah adalah terak timah. Terak timah dihasilkan dari proses reduksi bijih timah dalam tanur peleburan bijih timah, sehingga diperoleh produk timah cair dan terak timah. Bijih timah (kasiterit) adalah bijih dalam bentuk oksida hasil dari proses pemisahan unsur pengotor seperti mineral ilmenit, xenotim, monasit, spedumen dan kuarsa. Hasil dari proses pemurnian ini diperoleh konsentrat timah oksida dengan kadar SnO<sub>2</sub> di atas 90 % dan tidak terdapat unsur pengotor radioaktif. Konsentrat bijih timah selanjutnya direduksi sehingga terbentuk timah cair dan sisa berupa slag berwarna coklat kehitaman yang akan mengendap di bawah. Proses peleburan slag dilakukan pada temperatur sekitar 900 °C dimana pada temperatur tersebut timah mudah mengalir ke tempat lain yang telah disediakan<sup>[3]</sup>. Diperkirakan slag hasil proses peleburan bijih timah mengandung sisa timah oksida, unsur pengikat dari sisa mineral seperti Ca, Zr, Si, Ti dan Fe. Kemudian dalam jumlah yang sangat sedikit adalah logam tanah jarang yang berasal dari sisa mineral xenotime dan monasite serta ilmenit.

Terak timah yang dihasilkan dari proses peleburan timah ini sudah terbebas dari unsur radioaktif sehingga dapat dimanfaatkan untuk beragam keperluan. Hingga saat ini terak timah yang dihasilkan dari hasil peleburan konsentrat bijih timah

belum dimanfaatkan sama sekali<sup>[3]</sup>, baik sebagai bahan pengisi pada konstruksi, bahan refraktori dan lain-lain.

Oleh karena itu, tujuan dari penelitian ini adalah melakukan pemanfaatan mineral sekunder (daur ulang), yang berupa terak timah untuk diambil tanah jarangnya dengan menggunakan proses pelarutan NaOH. Terak timah diambil dari dua tanur yaitu terak timah I dan terak timah II yang diperoleh dari proses peleburan timah tahap I dan peleburan timah tahap II yang ada di Pulau Bangka.

## PROSEDUR PERCOBAAN

Terak timah yang digunakan dalam penelitian ini adalah terak timah hasil proses peleburan bijih timah yang diambil dari PT. Timah Bangka. Terak timah kemudian diberi penamaan terak I dan II karena diambil dari dua tanur yaitu tanur dari proses peleburan timah tahap I dan II. Terak timah I dan II kemudian dihancurkan dengan *disk mill* sampai halus kemudian disaring dengan ayakan 100 mesh.

Padatan yang diperoleh selanjutnya dipanaskan dalam tungku (*muffle furnace*) dalam krusibel berpenutup selama dua jam. Proses pemanasan dilakukan pada temperatur 700°C dengan nama sampel TR-701 untuk terak timah I, TR-702 untuk terak timah II, dan pada temperatur 900°C dengan nama sampel TR-901 untuk terak timah I dan TR-902 untuk terak timah II, sehingga diperoleh masing-masing empat sampel dengan pengkodean TR-701, TR-702, TR-901 dan TR-902.

Terak timah I dan II hasil dari proses pemanasan 700 dan 900°C selanjutnya dianalisa dengan XRD (*x-ray diffraction*) untuk melihat perubahan struktur pada terak I dan II sebelum dan sesudah dipanaskan.

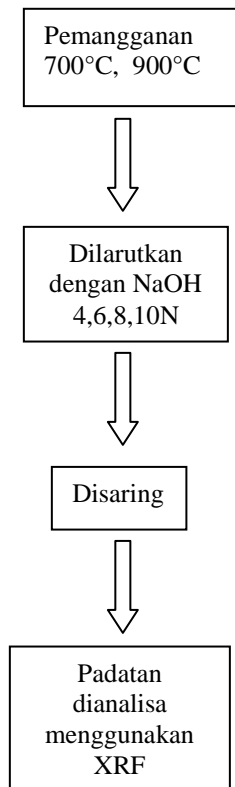
Dari masing-masing sampel tersebut kemudian ditimbang sebanyak 20 g untuk dilarutkan dalam larutan NaOH dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 N. Proses pelarutan dilakukan pada temperatur dididih

selama dua jam dalam erlenmeyer 500 ml kondisi tertutup.

Setelah dilakukan proses pelarutan dengan NaOH maka masing-masing sampel disaring menggunakan saringan *whatman* untuk dipisahkan dengan padatnya. Padatan yang diperoleh dicuci dengan air bersih kemudian dikeringkan selama enam jam pada temperatur sekitar 100°C.

Pada padatan yang telah diperoleh dari hasil pengeringan selanjutnya ditimbang untuk dihitung penurunan beratnya dibandingkan dengan pada saat sebelum pelarutan yaitu sebanyak 20 g setiap proses.

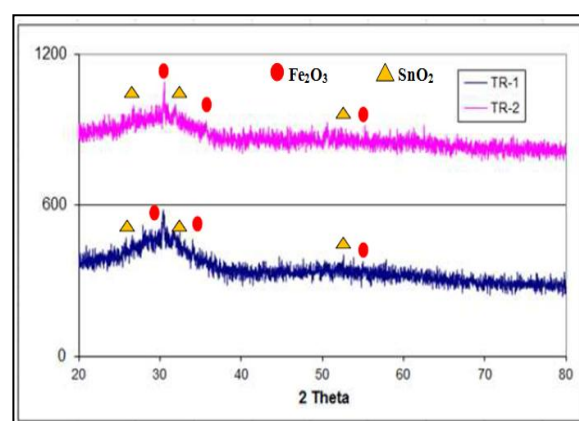
Setelah dilakukan proses pelarutan pada seluruh normalitas NaOH maka dipilih kondisi terbaik untuk selanjutnya padatan dianalisa dengan XRF (*x-ray fluorescence*) untuk dibandingkan dengan hasil analisa XRF bahan baku yaitu Terak I dan II. Gambar 1 menunjukkan diagram alir dari penelitian ini.



**Gambar 1.** Diagram alir penelitian pelarutan terak timah dengan NaOH

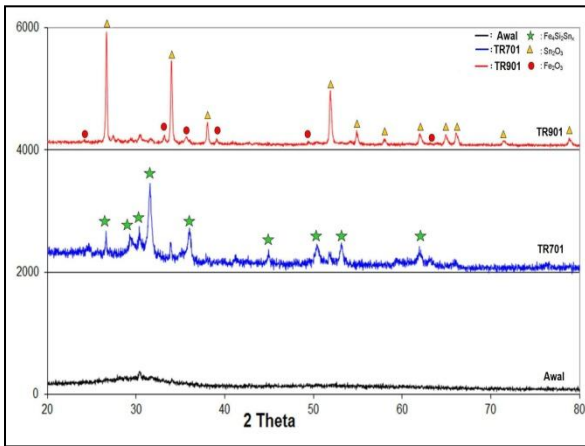
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 menunjukkan grafik hasil uji XRD pada terak awal I dan II sebelum proses dilakukan. Dari grafik tersebut terlihat puncak yang muncul adalah puncak SnO<sub>2</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sementara itu puncak yang lain seperti TiO<sub>2</sub>, ilmenit atau senyawa kompleks yang lain tidak terlihat. Dari hasil analisis XRD tersebut dapat diketahui bahwa pada terak timah I dan II mineral ilmenit yang berupa FeTiO<sub>3</sub> telah pecah menjadi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang berupa senyawa besi oksida dengan warna hitam.



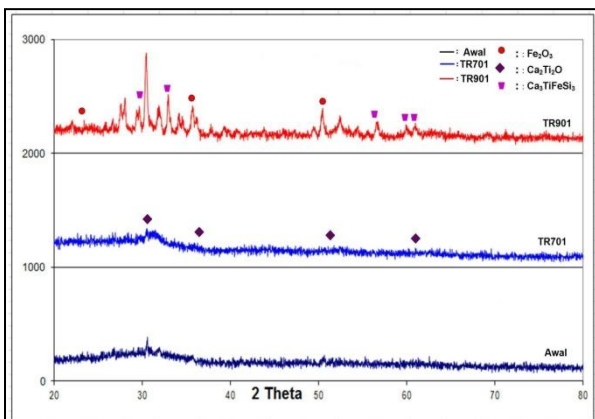
**Gambar 2.** Hasil analisis XRD pada terak awal I dan II

Gambar 3 menunjukkan grafik hasil XRD pada terak timah I, yang merupakan hasil pemanasan pada temperatur 700 dan 900°C (TR-701 dan TR-901). Dari gambar tersebut terlihat bahwa setelah proses pemanasan pada kedua temperatur, puncak SnO<sub>2</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> muncul secara bersamaan. Pada pemanasan 700°C puncak SnO<sub>2</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tidak menonjol, akan tetapi berubah fasa menjadi Fe<sub>4</sub>Si<sub>2</sub>Sn<sub>x</sub>, namun ketika dipanaskan pada temperatur 900°C puncak SnO<sub>2</sub> memiliki intensitas yang lebih tinggi dibandingkan pada temperatur pemanasan 700°C, sedangkan puncak Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> relatif tetap. Hal ini memberikan indikasi bahwa pada pemanasan 900°C bentuk senyawa SnO<sub>2</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tidak mengalami perubahan fasa justru malah semakin menonjol.



**Gambar 3.** Hasil analisa XRD pada Terak I setelah pemanasan  $T=700$  dan  $900^{\circ}\text{C}$

Sedangkan pada pemanasan terak timah II (TR-702 dan TR-902) berdasarkan analisis XRD didominasi oleh puncak-puncak  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , sementara itu puncak  $\text{SnO}_2$  tidak terdeteksi (Gambar 4). Berdasarkan analisis XRF pada Tabel 1 terlihat bahwa kadar  $\text{SnO}_2$  dalam terak timah hanya sekitar 2 %, sehingga ketika dipanaskan intensitas puncak  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  meningkat sedangkan puncak  $\text{SnO}_2$  cenderung tetap. Berdasarkan analisis XRD pada Gambar 4 terlihat bahwa pada proses pemanasan  $900^{\circ}\text{C}$  masih memiliki puncak  $\text{SnO}_2$  yang lebih baik dibandingkan pada temperatur  $700^{\circ}\text{C}$ . Berdasarkan pola XRD pada Gambar 4 juga terlihat bahwa dengan pemanasan  $900^{\circ}\text{C}$  mulai terbentuk puncak-puncak baru dibandingkan dengan pemanasan  $700^{\circ}\text{C}$ , hal ini memberikan indikasi adanya senyawa baru hasil interaksi antar unsur dalam terak.

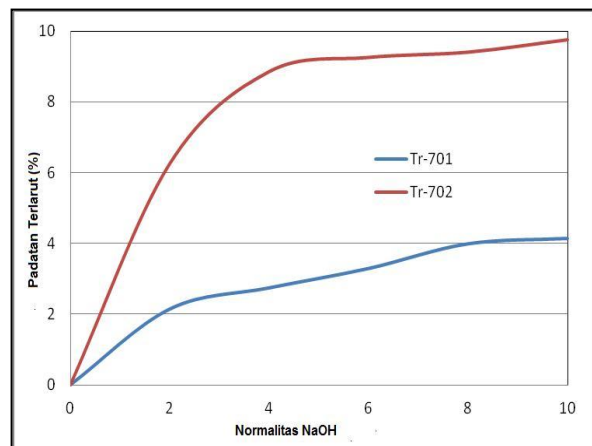


**Gambar 4.** Hasil analisis XRD pada Terak II setelah pemanasan pada  $T=700$  dan  $900^{\circ}\text{C}$

Secara garis besar proses pemanasan pada terak timah I dan II mampu merubah bentuk kristal dari amorf menjadi kristalin. Semakin tinggi temperatur pemanasan memberikan indikasi terbentuknya senyawa baru ditandai dengan munculnya puncak-puncak pada sudut tertentu (Gambar 3 dan 4) hasil interaksi antar unsur dalam material terak timah. Diharapkan dengan terbentuknya struktur kristal baru pada proses pemanasan terak timah tersebut ada kemungkinan akan mempermudah dalam proses pelarutan terak timah tahap berikutnya dengan menggunakan larutan NaOH.

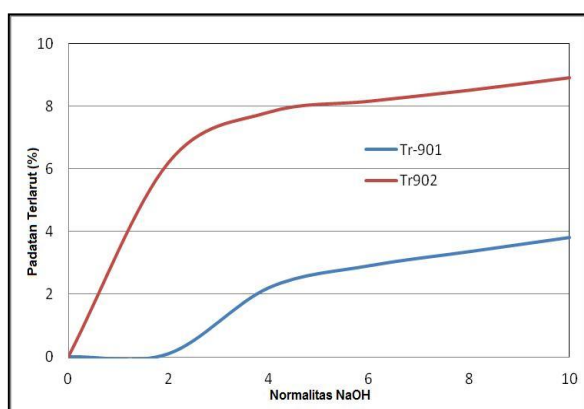
### Hasil Pelarutan

Dari percobaan pelarutan dengan menggunakan larutan NaOH pada variabel konsentrasi larutan NaOH 2, 4, 6, 8, dan 10 N, terak timah dengan pemanasan  $700^{\circ}\text{C}$  (Gambar 5) dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi NaOH maka semakin banyak terak yang terlarut. Pada normalitas NaOH 8 N menunjukkan padatan yang terlarut semakin stabil/mendatar, sehingga larutan NaOH hanya mampu melarutkan kurang lebih 10% terak. Dari hasil percobaan ini juga diketahui bahwa terak I lebih sulit larut dalam larutan NaOH dibandingkan dengan terak II.



**Gambar 5.** Proses pelarutan terak I dan II dalam NaOH setelah dipanaskan pada  $T=700^{\circ}\text{C}$

Hasil proses pelarutan dengan menggunakan larutan NaOH pada pemanasan terak 900°C ditunjukkan pada Gambar 6. Pada gambar tersebut terlihat bahwa proses pemanasan ini justru menurunkan daya larut dari pada terak. Hal ini dapat dilihat dari hasil pelarutan menggunakan normalitas NaOH yang sama yaitu 2, 4, 6, 8 dan 10 N. Hal ini menunjukkan angka kelarutan jauh di bawah 10% pada terak I. Sedangkan pada terak II menunjukkan hasil kelarutan yang sedikit lebih rendah dari pada temperatur pemanasan 700°C.



**Gambar 6.** Proses pelarutan terak I dan II dalam NaOH setelah dipanaskan pada T = 900°C

Dengan melihat hasil tersebut dapat diketahui bahwa dengan pemanasan yang semakin tinggi ada kemungkinan terbentuk senyawa kompleks baru hasil dari ikatan interaksi antar unsur dalam terak. Senyawa yang membentuk ikatan kompleks pada umumnya cenderung bersifat stabil, terlebih senyawa yang terdapat dalam terak adalah senyawa oksida.

### Analisis XRF

Setelah dihitung padatan yang terlarut dengan larutan NaOH, maka pada padatan endapan yang diperoleh selanjutnya dilakukan proses analisis kimia dengan analisis XRF. Pada penelitian ini dari hasil percobaan pelarutan dengan NaOH diperoleh titik optimal pelarutan 8 N, hal ini dapat diketahui dari titik optimum kelarutannya, dimana pada normalitas

NaOH 8 N menunjukkan padatan yang terlarut semakin mendarat. Oleh karena itu endapan hasil pelarutan 8 N NaOH selanjutnya diambil untuk dianalisa XRF.

Hasil analisis XRF ditunjukkan pada Tabel 1 bahwa senyawa yang larut dalam larutan NaOH adalah senyawa amfoter dalam unsur mayor seperti unsur timah, silika dan alumina, sementara itu unsur titanium dan zirkonium menunjukkan peningkatan sedikit. Hal ini berlaku pada pemanasan 700°C dan 900°C. Pada pemanasan 900°C terjadi penurunan kelarutan dari unsur amfoter seperti unsur timah, silika dan alumina dibandingkan dengan pemanasan 700°C.

Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada terak timah I dan terak timah II penambahan temperatur justru menurunkan kelarutan terak timah dalam larutan NaOH. Hal ini dapat terjadi karena semakin tinggi pemanasan dapat membentuk senyawa baru yang lebih kompleks, yaitu : Ti, Fe, Sn, dan Ca.

Pada terak timah II (Tabel 1) terjadi proses kelarutan yang lebih banyak, dimana unsur yang larut adalah unsur titanium, zirkonium, silika, alumina dan sisa timah. Pada terak timah II juga terdapat kecenderungan yang sama dengan terak I, yaitu semakin tinggi temperatur akan menurunkan kelarutan terak timah II dalam larutan NaOH.

Semua unsur logam tanah jarang dalam terak ternyata tidak mudah larut dalam larutan NaOH, terkecuali apabila unsur yang sulit berinteraksi dengan NaOH seperti kalsium dan besi telah diambil terlebih dahulu.

**Tabel 1.** Hasil analisis padatan endapan terak I dan II pada proses pelarutan 8 N NaOH

Oksida	Terak I / Pemanasan			Terak II/ Pemanasan		
	Awal	700°C	900°C	Awal	700°C	900°C
SnO <sub>2</sub>	34,18	32,36	32,62	2,37	1,39	2,15
CaO	8,96	9,32	9,27	20,07	21,98	21,78
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,24	15,85	15,77	12,71	13,92	15,11
TiO <sub>2</sub>	8,97	9,33	9,28	17,64	14,86	15,10
ZrO <sub>2</sub>	7,79	8,11	8,03	12,01	9,49	9,89
SiO <sub>2</sub>	7,68	6,53	6,60	13,65	10,75	10,79
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,10	2,07	2,24	6,32	5,44	5,56
CeO <sub>2</sub>	1,08	1,23	1,12	2,18	2,38	2,36
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,72	1,79	1,78	2,14	2,34	2,32
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,30	0,31	0,31	1,75	1,92	1,90
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,68	0,71	0,70	1,55	1,70	1,68
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,62	0,64	0,64	1,53	1,68	1,66
WO <sub>3</sub>	0,94	0,94	0,97	1,47	1,61	1,59
LOI	8,74	9,09	10,67	4,61	10,54	8,11

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian pelarutan terak timah I dan II dengan menggunakan NaOH maka didapatkan beberapa kesimpulan, yaitu :

1. Terak timah baik terak timah I dan II merupakan senyawa campuran beragam unsur yang memiliki bentuk amorf, oleh karena itu perlu dilakukan proses pendahuluan seperti pemanasan untuk merubah bentuk amorf menjadi kristal.
2. Temperatur pemanasan yang optimal pada terak timah I dan II adalah pada temperatur 700°C dibandingkan temperatur 900°C, karena daya larut terak terhadap larutan NaOH lebih baik saat proses pemanasan pada temperatur 700°C.
3. Terak timah II cenderung lebih mudah larut dalam larutan NaOH encer dari pada Terak I, hal ini berlaku pada proses pemanasan dengan temperatur 700°C dari pada 900°C.
4. Proses pelarutan terak timah dengan tujuan untuk mengambil logam tanah jarang menggunakan pelarut NaOH adalah kurang efektif. Dalam penelitian ini proses pelarutan terak timah I dan II dalam pelarut NaOH encer menghasilkan

daya larut maksimal hanya 10 %berat untuk terak II dan 5 %berat untuk Terak I.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Suzette M. Kimbal and Ken Zalazar. 2009., „Mineral Commodity Summaries”. *U.S. Department of the Interior and U.S. Geological Survey*, United States Government Printing Office, Washington.
- [2] Endang Suwargi, Bambang Pardiarto, Teuku Ishlah. 2010. „Potensi Logam Tanah Jarang di Indonesia”, *Buletin Sumber Daya Geologi 140 Volume 5 Nomor 3*. Pusat Sumberdaya Geologi, Jln. Soekarno Hatta no 444 Bandung.
- [3] PT. Timah (Persero) Tbk. 2008. „Membangun Kemandirian di tengah krisis”. *Laporan keberlanjutan kegiatan penambangan*.
- [4] Bin Li, Shen-GenZang, Kun Zahan, De-An Pan, Jian-Jun Tian, Duan-Ting Zhang. 2014. „Preparation of pure SnO<sub>2</sub> powder from tin slag of printed circuit board waste”. *The Non Ferrous Metal Society of China and Springer-Verlag Berlin Heidelberg*.
- [5] Odu, JU, Okafor, WC, Ekpe, SO and Nwogbu CC. 2014. „Extraction of Niobium from Tin Slag”. *International Journal of scientific and research publication*, volume 4 Issue 11.



# PROSES PELARUTAN ASAM SULFAT DAN ASAM KLOORIDA TERHADAP HASIL REDUKSI TERAK TIMAH

Eko Sulistiyono\*, F.Firdiyono dan Ariyo Suharyanto  
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI  
Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan  
E mail : \*eko221068@gmail.com

Masuk tanggal : 22-09-2014, revisi tanggal : 25-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

## Intisari

**PROSES PELARUTAN ASAM SULFAT DAN ASAM KLOORIDA TERHADAP HASIL REDUKSI TERAK TIMAH.** Pada penelitian ini dilakukan uji pelarutan asam kuat terhadap terak timah yang telah direduksi dengan menggunakan karbon pada temperatur 700°C selama dua jam. Variabel percobaan yang digunakan adalah jenis terak, konsentrasi asam dan jenis asam. Bahan percobaan yang digunakan pada penelitian ini adalah terak I yang berasal dari proses peleburan timah tahap pertama dalam tanur I dan terak II berasal dari proses peleburan timah dari terak tanur I yang dilebur dalam tanur II. Pada terak I unsur yang terbanyak adalah timah dan besi dan terak II unsur yang paling banyak adalah kalsium dan titanium. Proses pelarutan dengan asam klorida maupun asam sulfat belum mampu mengambil unsur logam tanah jarang pada terak timah, baik terak I dan terak II. Oleh karena itu untuk mengambil logam tanah jarang dari terak timah diusulkan menggunakan pelarut asam yang lain seperti asam nitrat.

*Kata kunci : Terak timah, Logam tanah jarang, Reduksi, Pelarutan, Asam sulfat, Asam Klorida*

## Abstract

**DISSOLUTION PROCESS OF SULPHATE ACID AND HYDROCHLORIDE ACID IN REDUCTION TIN SLAG.** In this research work a strong acid leaching test has been done for tin slag which has been reduced with the use of carbon at temperature of 700°C for two hours. Experimental variables are the type of slag, acid concentration and type of acid. Material experiments which are used in this study are the slag of the first stage of tin smelting process (slag I) and slag II derived from re smelting process of slag I in the second stage furnace. The most elements content in slag I are tin and iron otherwise the most element content in slag II are calcium and titanium. Hydrochloric and sulfuric acid leaching process can't extract a rare earth metal element from both of slag I and slag II. Therefore, to extract rare earth metals from tin slag proposed using the other acid such as nitric acid.

*Keywords : Tin slag, Rare earth, Reduction, Dilution , Sulphate acid, Hydrochloride acid*

## PENDAHULUAN

Salah satu produk samping dari pengolahan bijih timah menjadi produk logam timah di pabrik peleburan timah PT. Timah Tbk adalah terak timah. Hingga saat ini produk samping terak timah belum dimanfaatkan oleh PT. Timah Tbk, hal ini karena saat ini belum ditemukannya teknologi yang tepat untuk mengolah bahan tersebut menjadi produk yang memiliki nilai ekonomi yang lebih tinggi<sup>[1]</sup>. Padahal dalam terak timah terdapat unsur logam tanah jarang yang

memiliki potensi untuk diolah meskipun kandungan logam tanah jarang secara keseluruhan tidak lebih dari 6%<sup>[2]</sup>. Kendala pemanfaatan logam tanah jarang dari hasil samping pengolahan bijih timah yang lain, seperti xenotime dan monasite adalah adanya unsur radioaktif yang cukup berbahaya seperti uranium dan thorium<sup>[3]</sup>. Unsur radioaktif yang terdapat dalam tanah jarang tersebut yaitu uranium dan thorium telah berhasil dipisahkan oleh para peneliti dari Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) melalui beberapa jenis proses<sup>[4]</sup>. Saat ini proses pengambilan unsur

radioaktif dari hasil pengolahan bijih timah telah sampai pada tahap *pilot plant* yang dikerjakan oleh BATAN dan PT. Timah Tbk.

Terak timah yang merupakan hasil samping proses peleburan bijih timah menjadi logam timah telah diketahui bebas dari unsur radioaktif, hal ini berkat adanya proses pengolahan bijih timah menjadi konsentrat bijih timah melalui serangkaian proses fisik yang ketat. Proses pemisahan fisik ini mampu memisahkan bijih timah (kasiterit) dengan unsur mineral radioaktif yaitu xenotime dan monasite<sup>[4]</sup>. Dalam proses peleburan konsentrat bijih timah dilakukan melalui proses reduksi senyawa SnO<sub>2</sub> menjadi logam timah dengan dihasilkan produk samping terak timah. Prinsip proses peleburan konsentrat timah menjadi logam timah adalah proses reduksi dengan gas CO pada temperatur tinggi pada kisaran 1200°C. Peleburan tahap pertama adalah peleburan konsentrat bijih timah menghasilkan timah kasar (*crude tin*) dan terak (*slag*). Pada proses peleburan tahap pertama ini, terak yang dihasilkan memiliki kadar timah sekitar 20% sampai 40% berat. Karena terak yang dihasilkan pada peleburan tahap pertama masih cukup tinggi kadar timahnya maka dilakukan peleburan tahap kedua dengan ditambah konsentrat bijih timah. Peleburan pada tahap kedua ini menghasilkan senyawa Fe-Sn yang disebut *hardhead* dan terak yang memiliki kadar timah di bawah 1 %berat. Dengan menggunakan dua tahapan proses peleburan tersebut maka dihasilkan dua jenis terak yaitu terak I yang memiliki kadar timah yang masih tinggi yaitu sekitar 20 – 40 %berat dan terak II dengan kadar timah di bawah 1%. Pada peleburan bijih timah dari Pulau Bangka dihasilkan terak yang memiliki beragam komposisi mineral, hal ini karena bijih timah yang diambil dari Pulau Bangka dan sekitarnya mengandung mineral ikutan seperti ilmenit, monazite, xenotime, quartz, zirkon dan lain-lain. Dengan adanya mineral ikutan ini diperkirakan dihasilkan terak timah yang memiliki komposisi yang

beragam dan ada kemungkinan mengandung unsur logam tanah jarang meskipun dalam jumlah yang sedikit<sup>[5]</sup>.

Pada tulisan ini akan disajikan proses pengambilan logam berharga seperti sisa timah dan logam tanah jarang dari terak I dan terak II dengan proses pelarutan asam khlorida dan sulfat dengan dilakukan preparasi proses terhadap terak timah. Pada penelitian ini bahan baku terak I dan terak II terlebih dahulu direduksi dengan arang kayu pada perbandingan berat terak dan arang kayu 30% dan 70%. Proses reduksi pada terak I dan terak II dilakukan selama dua jam dalam *muffle furnace* dengan temperatur 700°C.

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Bahan Baku

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah terak I dan terak II yang diperoleh dari tanur peleburan bijih Timah di Pulau Bangka. Hasil analisa terhadap bahan baku terak I dan terak II adalah sebagai berikut :

**Tabel 1.** Hasil analisa kimia terak I dan terak II

Senyawa Oksida dalam Terak I dan II	Kadar (%berat)	
	Terak I	Terak II
SnO <sub>2</sub>	34,18	2,37
CaO	8,96	20,07
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,24	12,71
SiO <sub>2</sub>	7,68	13,65
TiO <sub>2</sub>	8,97	17,64
ZrO	7,79	13,65
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,10	6,32
CeO <sub>2</sub>	1,08	2,18
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,72	2,14
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,30	1,75
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,68	1,55
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,62	1,53
WO <sub>3</sub>	0,94	1,47

Dari hasil analisa terak timah pada terak I terlihat bahwa terak I masih banyak terdapat oksida timah yaitu SnO<sub>2</sub> sekitar 34 %. Hal ini menunjukkan bahwa terak tersebut dapat di daur ulang menjadi logam timah. Pada terak II kandungan SnO<sub>2</sub> telah

berkurang menjadi hanya 2% sehingga terak II tidak dapat digunakan lagi.

### Metode Percobaan

Pada penelitian ini akan dilakukan proses pelarutan terak timah menggunakan pelarut asam kuat yaitu asam sulfat dan asam klorida terhadap terak timah I dan II yang dihasilkan dari tungku I dan tungku II. Adapun tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Terak timah yang berasal dari pengolahan bijih timah menjadi logam timah dari tungku I dan tungku II diambil kemudian digerus menggunakan *disk mill* sampai halus kemudian disaring dalam saringan lolos 100 mesh.
2. Siapkan arang kayu dari kayu keras yang dihancurkan dalam *jaw crusher* kemudian dilanjutkan dalam *ball mill* keramik. Arang kayu yang telah menjadi bubuk kemudian disaring dalam ayakan ukuran 100 mesh untuk diambil serbuk arang kayu dengan ukuran di bawah 100 mesh.
3. Setelah diperoleh serbuk terak timah dan arang kayu dengan ukuran lebih kecil dari 100 mesh maka dilakukan pencampuran dengan komposisi 70 % berat terak timah dan 30 % berat arang kayu.
4. Campuran yang telah homogen kemudian dilakukan proses reduksi dalam *muffle furnace* pada temperatur 700°C sehingga diperoleh dua macam sampel yaitu terak I dan terak II. Proses reduksi dilakukan selama dua jam dalam krusibel tertutup untuk menghindari proses oksidasi oleh udara. Hasil proses reduksi selanjutnya dilakukan proses karakterisasi dengan menggunakan XRD (*x-ray diffraction*).
5. Hasil dari proses reduksi tersebut selanjutnya dilakukan proses pelarutan dengan menggunakan asam sulfat pekat dan asam klorida pekat. Pada proses ini bahan baku hasil reduksi sebanyak 20 g dilarutkan dalam larutan

asam sulfat dan asam klorida dengan volume total 200 ml. Proses pelarutan dilakukan selama dua jam pada temperatur didih larutan (sekitar 100°C) dengan variabel penambahan asam pekat dan jenis asam yang digunakan.

6. Setelah dilakukan proses pelarutan maka langkah berikutnya adalah proses pemisahan antara endapan dan larutan dengan proses penyaringan menggunakan kertas saring whatman nomor 42.
7. Padatan yang diperoleh kemudian dicuci dan dipisahkan dari kertas saring, kemudian hasil pencucian berupa endapan yang telah bebas dari asam dikeringkan selama 6 jam pada temperatur sekitar 100°C kemudian dianalisa dengan analisa XRF (*x-ray fluorescence*).

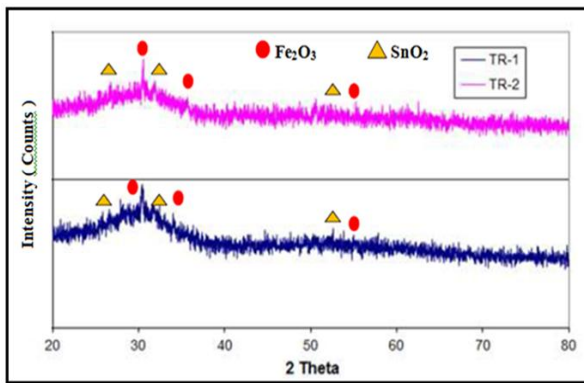
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini masing-masing terak yang telah direduksi dan dipanaskan kemudian dilarutkan dalam asam sulfat dan asam klorida adapun data hasil percobaan sebagai berikut :

#### 1. Proses reduksi dengan arang kayu

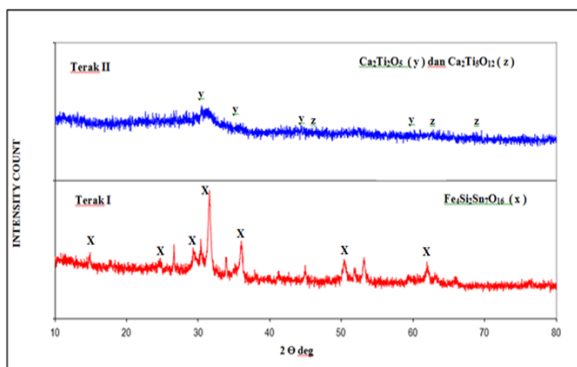
Bahan baku yang digunakan pada percobaan ini adalah terak I dan terak II hasil samping proses peleburan konsentrat bijih timah. Dari hasil analisa XRD terlihat bahwa terak timah baik terak I dan terak II adalah senyawa yang bersifat amorf, hal ini dapat dilihat dari hasil analisa XRD bahan baku pada Gambar 1.

Berdasarkan analisa XRD terlihat adanya puncak  $\text{SnO}_2$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan intensitas yang lemah. Dengan melihat hasil analisa XRD tersebut dapat diketahui bahwa terak I dan terak II berbentuk amorf. Ini menunjukkan bahwa senyawa tersebut sulit untuk dilarutkan dalam pelarut asam seperti asam sulfat dan asam klorida.



**Gambar 1.** Hasil analisa XRD terak I dan II yang belum direduksi

Oleh karena itu perlu dilakukan proses reduksi dengan menggunakan bahan reduktor arang kayu dengan komposisi 70% terak dan 30% arang kayu. Pada penelitian ini dilakukan proses reduksi pada temperatur 700°C selama dua jam dalam *muffle furnace* dengan krusibel tertutup. Dari hasil analisa XRD terlihat bahwa terak II tidak mengalami perubahan intensitas puncak yang cukup berarti, sedangkan pada terak I terjadi perubahan fasa menjadi bentuk kristalin ditandai dengan munculnya puncak dengan intensitas yang lebih tinggi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Hasil analisa XRD terak I dan II yang setelah proses reduksi 700°C

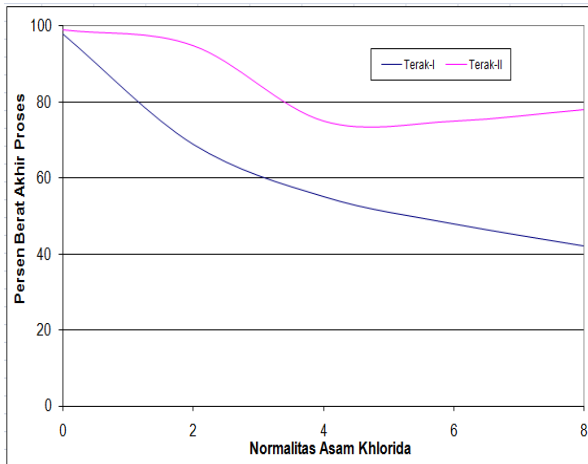
Dari hasil percobaan reduksi dengan arang kayu pada temperatur 700°C selama dua jam terlihat bahwa pada terak I telah muncul puncak-puncak dengan intensitas yang lebih menonjol (Gambar 2). Berdasarkan analisa XRD terlihat bahwa puncak yang menonjol pada terak I

didominasi oleh senyawa kompleks besi silika dan timah berupa  $\text{Fe}_4\text{Si}_2\text{Sn}_7\text{O}_{16}$ . Pada terak II puncak yang menonjol tidak memiliki intensitas yang lebih tinggi daripada puncak pada terak I, sehingga senyawa pada terak II memberikan kecenderungan masih berupa senyawa amorf. Berdasarkan analisa XRD ada beberapa puncak pada terak II yang sedikit memiliki intensitas lebih tinggi yaitu puncak-puncak senyawa kalsium, titanium oksida yaitu  $\text{Ca}_2\text{Ti}_2\text{O}_5$  dan  $\text{Ca}_2\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  (Gambar 2).

## 2. Hasil pelarutan asam khlorida

Dari hasil proses reduksi dengan arang kayu pada terak I dan terak II, selanjutnya dilarutkan dengan asam khlorida dengan rentang normalitas 2 N sampai 8 N. Pada percobaan ini proses pelarutan dilakukan dengan umpan 20 g kemudian total volume larutan 200 ml. Pada percobaan ini yang diamati adalah berat padatan yang diperoleh setelah dilarutkan, diharapkan berat padatan berkurang. Hal ini ditandai dengan persen berat padatan akhir terhadap berat padatan awal. Hasil percobaan pelarutan dengan HCl pada rentang normalitas 2 N sampai 8 N adalah semakin tinggi konsentrasi maka persen berat akhir terhadap berat awal semakin menurun, hal ini berlaku untuk terak I dan terak II (Gambar 3). Pada terak I semakin tinggi normalitas HCl semakin banyak padatan yang terlarut, dimana pada konsentrasi 8 N, berat akhir padatan setelah proses tinggal sekitar 42%. Sedangkan pada terak II pada normalitas HCl di atas 4 N persen berat akhir padatan tidak turun dan titik optimal diperoleh dengan berat padatan akhir menjadi 75% dari berat awal.

Setelah diperoleh titik optimum pelarutan dengan HCl pada terak I dengan normalitas 8 N dan titik optimum pelarutan dengan HCl pada terak II dengan normalitas 4 N, maka kedua padatan tersebut dicuci kemudian dikeringkan.



**Gambar 3.** Hasil pelarutan asam khlorida terhadap proses reduksi pada T=700°C

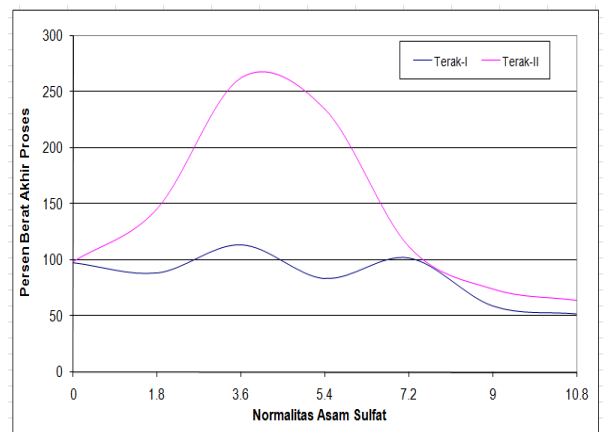
Padatan yang telah kering selanjutnya dianalisa dengan XRF. Hasil analisa XRF menunjukkan bahwa pada terak I unsur yang diperkirakan larut adalah timah, kalsium, aluminium dan besi, kemudian unsur logam tanah jarang yang larut adalah cerium dan lantanum. Pada terak II unsur yang larut relatif sama dengan pada terak I, namun karena kadar unsur timahnya lebih besar pada terak I maka kelarutan terhadap HCl pada terak II lebih rendah. Berdasarkan hasil analisa XRF pada Tabel 3 terlihat bahwa pelarutan dengan HCl tidak mampu melarutkan unsur zirkon dan silika serta logam tanah jarang neodimium, neobium dan itrium. Berdasarkan distribusi komposisi pada analisa XRF secara keseluruhan terlihat bahwa pelarutan dengan HCl terhadap hasil reduksi terak timah menunjukkan hasil yang tidak efektif. Hal ini terlihat dari komposisi unsur dalam padatan yang tidak mengalami peningkatan atau penurunan kadar secara signifikan dan tidak mengarah pada unsur tertentu seperti peningkatan konsentrasi pada unsur zirkon. Oleh karena itu perlu dilakukan proses pelarutan dengan menggunakan jenis asam yang lain untuk melarutkan hasil reduksi terak timah.

**Tabel 3.** Hasil analisa XRF terhadap proses pelarutan asam khlorida

Oksida	Terak I (Kondisi Pelarutan)		Terak II (Kondisi Pelarutan)	
	Sebelum	Setelah	Sebelum	Setelah
SnO <sub>2</sub>	34,18	9,74	2,37	0,42
CaO	8,96	2,46	20,07	9,92
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,24	2,09	12,71	7,61
TiO <sub>2</sub>	8,97	3,46	17,64	9,99
ZrO <sub>2</sub>	7,79	18,02	12,01	27,48
SiO <sub>2</sub>	7,68	29,04	13,65	21,41
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,10	0,66	6,32	2,70
CeO <sub>2</sub>	1,08	0,07	2,18	0,73
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,72	0,69	2,14	0,90
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,30	0,36	1,75	0,24
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,68	0,80	1,55	0,45
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,62	1,21	1,53	1,09
WO <sub>3</sub>	0,94	1,70	1,47	0,97
Cl	0	9,25	0	13,89

### 3. Hasil Pelarutan Asam Sulfat

Dari hasil proses reduksi dengan arang kayu pada terak I dan terak II, selanjutnya dilarutkan dengan asam sulfat pada rentang normalitas 1,8 N sampai 10,8 N. Pada percobaan ini proses pelarutan dilakukan dengan umpan 20 g kemudian total volume larutan 200 ml. Hasil percobaan pelarutan dengan asam sulfat dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Hasil pelarutan asam sulfat, terhadap proses reduksi pada T=700°C

Gambar 4 menunjukkan percobaan pelarutan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada rentang normalitas 1,8 N sampai 10,8 N. Pada Gambar 4 terlihat bahwa semakin tinggi

konsentrasi asam sulfat yang diberikan maka tidak menghasilkan pengurangan berat padatan tetapi jumlah padatan justru bertambah. Dari hasil percobaan menunjukkan bahwa proses pelarutan dengan asam sulfat diperoleh hasil yang kurang bagus, hal ini terlihat pada terak II. Pada terak II terdapat unsur kalsium yang cukup tinggi sehingga jika bereaksi dengan asam sulfat membentuk padatan kalsium sulfat yang mengendap dengan penambahan berat yang cukup tinggi. Pengurangan berat padatan yang cukup baik terjadi pada konsentrasi asam sulfat yang cukup pekat yaitu pada normalitas 9 N dan 10,8 N. Pengurangan berat ini tercapai pada terak I sekitar 50% dan pada Terak II tercapai sekitar 60%.

Setelah diperoleh titik pelarutan yang terbaik pada normalitas asam sulfat 10,8 N maka produk berupa padatan dari sisa pelarutan dilakukan analisa XRF. Dari hasil analisa XRF padatan yang diperoleh setelah pelarutan dan sebelum pelarutan diperoleh hasil bahwa pelarutan asam sulfat mampu melarutkan unsur timah, besi, titanium dan aluminium, kemudian untuk logam tanah jarang hampir semua larut tetapi penurunan konsentrasi hanya sekitar 50%. Pada terak II unsur yang terlarut adalah seperti pada unsur terak I ditambah unsur zirkon yang mengalami penurunan kadar yang cukup yaitu dari 12% berat menjadi 2% berat seperti juga ditunjukkan Tabel 4.

Berdasarkan distribusi komposisi pada analisa XRF secara keseluruhan terlihat bahwa pelarutan dengan HCl terhadap hasil reduksi terak timah menunjukkan hasil yang tidak efektif. Hal ini terlihat komposisi unsur dalam padatan tidak ada yang mengalami peningkatan atau penurunan kadar secara signifikan dan tidak menunjukkan pengerucutan pada unsur tertentu. Oleh karena itu perlu dilakukan proses pelarutan dengan menggunakan jenis asam yang lain untuk melarutkan hasil reduksi terak timah.

**Tabel 4.** Hasil analisa XRF proses pelarutan asam sulfat

Oksida	Terak -I		Terak -II	
	Sebelum Pelarutan	Setelah Pelarutan	Sebelum Pelarutan	Setelah Pelarutan
SnO <sub>2</sub>	34,18	20,89	2,37	0,33
CaO	8,96	11,54	20,07	21,83
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,24	5,73	12,71	0,35
TiO <sub>2</sub>	8,97	2,36	17,64	1,41
ZrO <sub>2</sub>	7,79	5,77	12,01	2,36
SiO <sub>2</sub>	7,68	18,62	13,65	27,21
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,10	0,04	6,32	0,41
CeO <sub>2</sub>	1,08	0,60	2,18	0,59
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,72	1,05	2,14	0,07
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,30	0,03	1,75	0,61
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,68	0,46	1,55	0,46
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,62	0,35	1,53	0,33
WO <sub>3</sub>	0,94	0,78	1,47	0,55
SO <sub>3</sub>	0	19,23	0	41,23

## KESIMPULAN

1. Berdasarkan hasil proses reduksi pada temperatur 700°C terlihat ada perubahan struktur kristal dari bentuk amorf menjadi bentuk kristalin. Senyawa yang menonjol pada terak I adalah Fe<sub>4</sub>Si<sub>2</sub>Sn<sub>7</sub>O<sub>16</sub> dan pada terak II adalah berupa kristal paduan kalsium titanat yaitu Ca<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dan Ca<sub>2</sub>Ti<sub>5</sub>O<sub>12</sub>.
2. Berdasarkan hasil percobaan diketahui bahwa pelarutan asam sulfat dan asam khlorida pada terak timah I dan terak timah II setelah direduksi dengan arang pada temperatur 700°C menunjukkan hasil yang kurang optimal dilihat dari distribusi komposisi unsur padatan.
3. Proses pelarutan dengan asam khlorida maupun asam sulfat belum mampu mengambil unsur logam tanah jarang pada terak timah, baik terak I dan terak II. Oleh karena itu untuk mengambil logam tanah jarang dari terak timah diusulkan menggunakan pelarut asam yang lain seperti asam nitrat.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] PT. Timah (Persero) Tbk. 2008. „Membangun Kemandirian di tengah krisis”. *Laporan keberlanjutan kegiatan penambangan*.
- [2] Fitri Pratiwi. 2102. „Pengembangan Metode Destruksi Unsur Tanah Jarang Dari Tailing Pasir Timah P.Bangka”. *Skripsi Departemen Kimia*, Fakultas Ilmu Matematika dan Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- [3] Suwargi, Endang., Bambang Pardiarto, Teuku Ishlah. 2010. „Potensi Logam Tanah Jarang di Indonesia”. *Buletin Sumber Daya Geologi 140*, Volume 5 Nomor 3 , Pusat Sumberdaya Geologi, Jln. Soekarno Hatta no 444 Bandung.
- [4] I,Khaldun. 2009. „Pemisahan unsur-unsur logam tanah jarang dari pasir Monasit Bangka dengan metode solvent impregnated resin (SIR)”. *Disertasi*, Program Pascasarjana, Institut Teknologi Bandung.
- [5] Buqler, B.C.M. 1978. „Tin-rich garnet, pyroxene, and spinel from a slag”. *Mineralogical Magazine*, Vol 42, pp. 487-92. Department of Geology and Mineralogy, Parks Road, Oxford OXI 3PR.
- [6] Rankin, W.J. 1986. „The Slag Metal Equilibrium in Tin Smelting”. *Metalurgical Transaction B*, volume 17 , issue 1 , pp 61-68.





# **PENGARUH WAKTU REDUKSI DAN KOMPOSISI PELET TERHADAP PERSEN Fe METAL DAN PERSEN Ni FeNi SPONS DARI BIJIH NIKEL LIMONIT MENGGUNAKAN SIMULATOR *ROTARY KILN***

**Yopy Henpristian<sup>1,\*</sup>, Iwan Dwi Antoro S.T, M.Si<sup>2</sup> dan Ir. Soesaptri Oediyani, M.E<sup>3</sup>**  
<sup>1,3</sup>Teknik Metalurgi, FT. UNTIRTA, Jl. Jenderal Sudirman Km 03 Cilegon, Banten 42435  
<sup>2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi - LIPI Puspitek Serpong, Tangerang Selatan  
E-mail : \*yopy\_henpristian@yahoo.com

Masuk tanggal : 21-09-2014, revisi tanggal : 16-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

## **Intisari**

**PENGARUH WAKTU REDUKSI DAN KOMPOSISI PELET TERHADAP PERSEN Fe METAL DAN PERSEN Ni FeNi SPONS DARI BIJIH NIKEL LIMONIT MENGGUNAKAN SIMULATOR *ROTARY KILN*.** Indonesia memiliki cadangan bijih nikel yang cukup banyak yaitu 15,70% dari cadangan nikel dunia atau sebesar 1576 juta ton, akan tetapi sebagian besar bijih nikel laterit kadar rendah (limonit) belum dimanfaatkan dengan baik. Bijih nikel limonit dapat dimanfaatkan dalam proses pembuatan besi baja melalui proses reduksi menjadi FeNi spons. Kualitas FeNi spons dipengaruhi oleh beberapa faktor di antaranya yaitu komposisi pelet dan waktu reduksi. Komposisi pelet yang digunakan dalam penelitian ini yaitu rasio bijih nikel limonit dan batu bara sebesar 90:10, 85:15 dan 80:20%. Proses reduksi menggunakan simulator *rotary kiln* yang berada di Pusat Penelitian Metalurgi - LIPI Serpong dengan temperatur 1000°C dan waktu reduksi 30, 45 dan 60 menit. Pelet hasil reduksi atau FeNi spons dilakukan pendinginan menggunakan media air untuk meminimalisir terjadinya reaksi oksidasi akibat oksigen yang berada dalam udara bebas. Selanjutnya FeNi spons dikarakterisasi untuk mengetahui pengaruh dari variabel yang digunakan. Karakterisasi yang dilakukan meliputi uji Fe metal, analisa komposisi kimia menggunakan XRD dan SEM EDS. Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, perubahan persen Fe metal tidak sesuai teori. Persen Fe metal menurun seiring bertambahnya komposisi batu bara dan waktu reduksi yang digunakan, tetapi persen Ni meningkat seiring bertambahnya waktu reduksi. Persen Fe metal tertinggi diperoleh pada komposisi pelet 90:10% dengan waktu reduksi 30 menit yaitu 2,97%, sedangkan persen Ni tertinggi diperoleh dengan waktu reduksi 60 menit yaitu 6,87%.

*Kata kunci : Limonit, Reduksi, FeNi spons, Persen Fe metal, Persen Ni*

## **Abstract**

***THE INFLUENCE OF REDUCTION TIME AND PELLET COMPOSITION ON Fe AND Ni METAL PERCENTAGE OF FeNi SPONGE FROM LIMONITE ORE REDUCED BY USING ROTARY KILN SIMULATOR.*** Indonesia has abundant nickel ore reserves, about 15.70% of the world's nickel reserve or equal to 1576 million metric tons, but mostly low grade laterite nickel ore (limonite) has not been put to good use.<sup>[4]</sup> Limonite ore can be used in the steel-making process through the reduction process to sponge FeNi. Quality of sponge FeNi is influenced by several factors among which the composition of pellets and time reduction. The composition of the pellets were used in this study is the ratio of nickel limonite ore and coal at 90:10, 85:15 and 80: 20%. Reduction process used a rotary kiln simulator in Metallurgy and Material Research Center - LIPI Serpong with temperature 1000°C and the time reduction are 30, 45 and 60 minutes. Pellets of reduction results or sponge FeNi performed using medium cooling water to minimize oxidation due to oxygen which are in free air. Furthermore, sponge FeNi is characterized to determine the effect of the variables used. The characterization was conducted on the test Fe metal, chemical composition analysis using XRD and SEM EDS. Based on the results obtained, changes in percent Fe metal does not fit the theory. Percentage of Fe metal decreases as the composition of coal and reduction of time used, but the percentage of Ni increases with time reduction. The highest percentage of Fe metal pellets obtained on the composition of 90: 10% with a reduction of 30 minutes is 2.97%, while the highest percentage Ni obtained by a reduction of 60 minutes is 6.87%.

*Keywords : Limonite, Reduction, Spongs iron, Percentage of Fe metal, Percentage of Ni*

## PENDAHULUAN

Berdasarkan undang-undang No. 4 tahun 2009 tentang pertambangan mineral dan batu bara serta peraturan menteri ESDM No. 01 tahun 2014 tentang peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian mineral di dalam negeri, maka diharapkan Indonesia mampu mengolah dan memanfaatkan sumber daya alam yang dimiliki secara maksimal sehingga kebutuhan dalam negeri dapat tercapai tanpa adanya ketergantungan terhadap negara lain, terutama produksi besi baja. Produksi besi baja dapat dihasilkan dari beberapa jenis bijih sebagai bahan baku, diantaranya bijih nikel laterit.

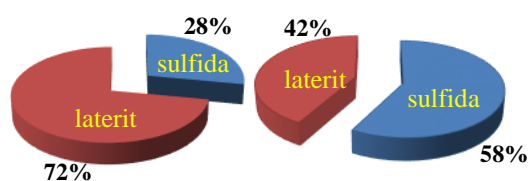
Indonesia merupakan negara yang memiliki kandungan nikel laterit terbesar ke-3 di dunia yaitu sebesar 1576 juta ton<sup>[1]</sup>. Namun demikian, dengan jumlah cadangan nikel sebesar itu hanya ada dua perusahaan yang mengolah bijih nikel di Indonesia, sehingga sebesar 7.500.000 ton bijih nikel masih belum diolah dan dimurnikan<sup>[2]</sup>. Sebagian besar bijih nikel laterit terutama bijih nikel kadar rendah atau disebut bijih nikel limonit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) masih diekspor dalam bentuk mentah dan sisanya belum diolah.

Salah satu tahapan dalam proses pembuatan besi baja adalah reduksi langsung dari pelet menjadi FeNi spons. Syarat mutu pelet hasil reduksi yaitu memiliki nilai Fe metal minimal 75%<sup>[3]</sup>. Pelet hasil reduksi atau FeNi spons yang dihasilkan dari bijih nikel limonit harus mengandung minimal 4% Ni<sup>[4]</sup>. Agar FeNi spons yang diproduksi dapat memenuhi standar maka harus diperhatikan faktor-faktor yang berpengaruh, diantaranya komposisi pelet dan waktu reduksi. Persen Fe metal dan Ni akan meningkat seiring bertambahnya waktu reduksi dan komposisi reduktor sampai mencapai nilai optimum. Maka dari itu pada penelitian ini digunakan variasi waktu reduksi dan komposisi pelet untuk mendapatkan persen Fe metal dan Ni yang optimal.

## TEORI DASAR

### Bijih Nikel Limonit

Nikel (Ni) merupakan jenis logam yang memiliki peran penting dalam kehidupan sehari-hari dan memiliki banyak aplikasi dalam dunia industri. Nikel biasa digunakan untuk logam paduan seperti *stainless steels* karena dapat meningkatkan ketahanan korosi dan panas serta ketangguhan<sup>[5]</sup>. Bijih nikel diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu bijih nikel sulfida dan nikel laterit.



**Gambar 1.** Perbandingan Antara Bijih Nikel Sulfida dan Laterit: (a) Cadangan Bijih Nikel, (b) Produksi Nikel Dunia<sup>[4]</sup>

Walaupun cadangan bijih nikel laterit di dunia lebih banyak dari pada bijih nikel sulfida, akan tetapi untuk pemanfaatannya bijih nikel sulfida yang lebih banyak seperti ditunjukkan pada Gambar 1.

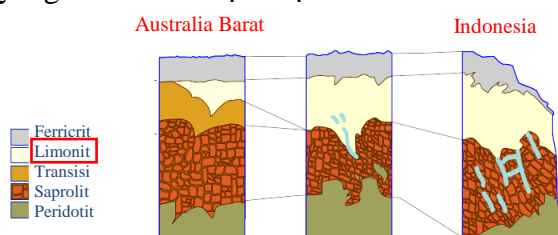
Indonesia memiliki cadangan bijih nikel laterit yang cukup besar terutama di Sulawesi, Halmahera, Papua dan Kalimantan.

**Tabel 1.** Kandungan nikel laterit di dunia<sup>[1]</sup>

Negara	Mt	%Ni	Mt Ni	% total
Australia	2452	0,86	21	13,10
Afrika	996	1,31	13	8,10
Amerika	1131	1,51	17	10,60
Karibia	944	1,17	11	6,90
Indonesia	1576	1,61	25	15,70
Filipina	2189	1,28	28	17,40
Kaledonia baru	2559	1,44	37	22,90
Asia & Eropa	506	1,04	5	3,30
Australia lainnya	269	1,18	3	2,00
Total	12621	1,28	161	100,00

Pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa cadangan bijih nikel yang ada di Indonesia sebesar 1576 juta ton atau sekitar 15,70% dari cadangan nikel di dunia<sup>[1]</sup>. Namun demikian, dengan jumlah cadangan sebesar itu hanya ada dua perusahaan yang mengolah bijih nikel di Indonesia. Pada tahun 2012, dari 34 juta ton bijih nikel hasil tambang hanya 19 ribu ton yang diproduksi menjadi FeNi dan 71 ribu ton menjadi Ni-Co *matte*<sup>[2]</sup>.

Endapan nikel laterit terbagi menjadi lima zona dengan ketebalan dan warna yang bervariasi seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Profil nikel laterit<sup>[4]</sup>

Lapisan limonit merupakan lapisan berwarna coklat muda seperti pada Gambar 3, ukuran butir lempung sampai pasir, dengan tebal lapisan berkisar antara 1-10 m.



Gambar 3. Bijih nikel limonit

Pada penelitian ini yang digunakan yaitu bijih nikel pada zona limonit. Lapisan limonit didominasi oleh mineral goetit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), selain itu terdapat juga hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), kromit ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) dan kuarsa ( $\text{SiO}_2$ )<sup>[6]</sup>. Bijih nikel limonit memiliki kandungan nikel yang rendah yaitu 0,8-1,5% seperti ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Bijih nikel limonit<sup>[7]</sup>

Deskripsi	%Ni	%Co	%Fe	%Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%MgO
Kadar	0,8 - 1,5	0,1 - 0,2	40 - 50	0,2 - 5	0,5 - 5

Sebagian besar bijih nikel laterit terutama bijih nikel limonit masih diekspor dalam bentuk mentah dan sisanya masih belum dimanfaatkan dengan baik. Padahal walaupun kandungan nikel dalam bijih nikel limonit rendah, tetapi besi yang terkandung di dalamnya dapat dimanfaatkan dalam proses pembuatan besi baja.

## Reduksi Bijih Nikel Limonit

Secara umum proses reduksi dibagi menjadi dua metode, yaitu metode reduksi langsung dan reduksi tidak langsung. Proses reduksi langsung mempunyai ciri-ciri yaitu dilakukan di bawah temperatur titik lebur sehingga produk yang dihasilkan dalam bentuk padatan. Sedangkan reduksi tidak langsung dilakukan di bawah dan di atas temperatur titik lebur sehingga produknya berupa lelehan yang kemudian dicetak.

Reduksi tidak langsung membutuhkan energi yang sangat tinggi dan boros, karena temperatur yang digunakan untuk melelehkan besi sangat tinggi yaitu di atas 1500 °C. Oleh karena temperatur proses terlalu tinggi maka akan banyak logam lain seperti Si dan Mn ikut melebur sehingga sulit untuk dipisahkan dengan Fe. Selain itu, reduktor yang digunakan adalah kokas yang harganya lebih mahal dari batu bara. Jadi, perlu dikembangkan metode reduksi langsung untuk mengatasi hal tersebut.

Berlangsungnya suatu reaksi dalam proses reduksi dapat diketahui dengan cara melihat nilai perubahan energi bebas Gibbs standar ( $\Delta G$ ). Apabila nilai  $\Delta G^\circ$  bernilai negatif maka reaksi reduksi dapat dikatakan berlangsung secara spontan (reaksi akan berlangsung ke arah produk), sebaliknya ketika  $\Delta G^\circ$  bernilai positif maka reaksi reduksi berlangsung tidak spontan (reaksi akan berlangsung ke arah reaktan).

$$\Delta G^\circ = \Delta H - T\Delta S \text{ atau } \Delta G^\circ = -RT \ln K \quad (1)$$

Keterangan:

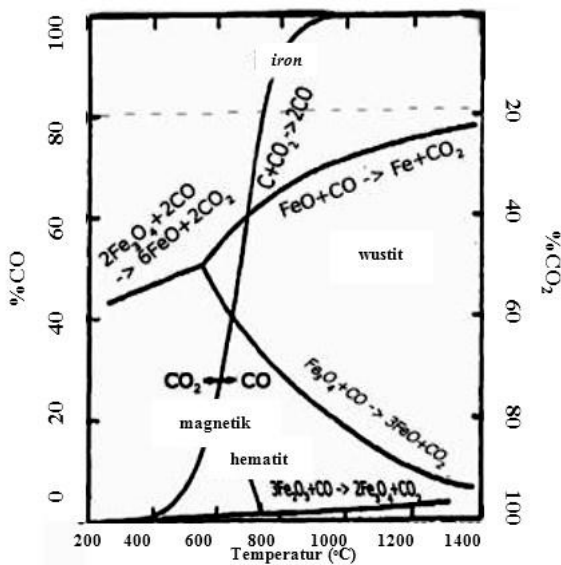
$\Delta G^\circ$  = energi bebas (kal/mol)

$\Delta H$  = entalpi (kal/mol)

$\Delta S$  = perubahan entropi

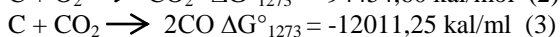
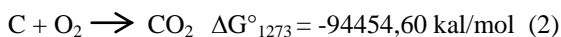
T = temperatur (K)

Proses reduksi sebaiknya dilakukan pada temperatur di atas 900°C karena pada temperatur tersebut proses pembentukan gas CO akan stabil. Kestabilan CO akan menurun seiring dengan menurunnya temperatur. Pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa terdapat empat daerah kestabilan, yaitu daerah kestabilan hematit, magnetit, wustit dan besi. Ketika suatu kesetimbangan antara gas CO dan CO<sub>2</sub> berada pada salah satu daerah kestabilan seperti pada daerah wustit, maka hematit dan magnetit akan tereduksi menjadi wustit<sup>[8]</sup>.

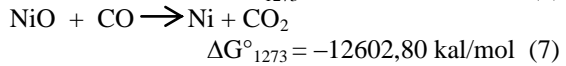
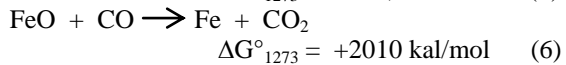
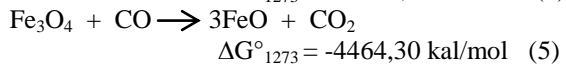
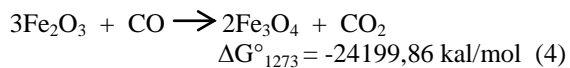


**Gambar 4.** Diagram Bauer Glassner dan Boudouard<sup>[16]</sup>

Pada temperatur di atas 400°C terjadi dehidroksilasi goetit menjadi hematit dengan melepaskan uap air (H<sub>2</sub>O)<sup>[9]</sup>. Reaksi-reaksi reduksi yang terjadi yaitu :  
Reaksi *boudouard*:



Reaksi reduksi oleh gas CO :



Produk dari reduksi langsung bijih nikel limonit disebut FeNi spons. Dinamakan FeNi spons karena jika dilihat menggunakan mikroskop maka akan terlihat bentuk seperti busa spons. Biasanya FeNi spons digunakan sebagai bahan baku pembuatan baja tahan karat dan baja khusus. FeNi spons harus mengandung nikel minimal 4% seperti ditunjukkan pada Tabel 3.

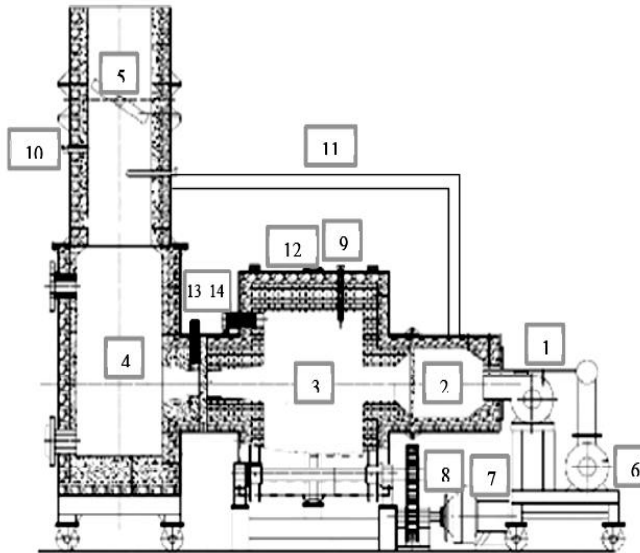
**Tabel 3.** Batasan minimum pengolahan dan pemurnian bijih nikel<sup>[4]</sup>

Bijih	Proses	Batasan minimum
Nikel dan atau kobalt	Reduksi	a. FeNi spons ( <i>Spongsge</i> FeNi)
		≥4%Ni;
a. Saprolit		b. <i>Luppen FeNi</i> ≥4%Ni;
b. Limonit		c. <i>Nuget FeNi</i> ≥4%N

### Rotary Kiln

FeNi spons dapat diproduksi dengan beberapa proses yang berbeda, diantaranya yaitu menggunakan *rotary kiln* dan *shaft furnace*. *Rotary kiln* dipilih karena dapat digunakan untuk proses kontinyu. Selain itu reduksi menggunakan *rotary kiln* memiliki beberapa kelebihan, diantaranya yaitu produk dapat dihasilkan dalam berbagai ukuran dengan kandungan karbon dan sulfur yang lebih rendah dibandingkan dengan menggunakan *shaft furnace*. Waktu tinggal yang dibutuhkan dalam *rotary kiln* lebih singkat dan temperatur reduksi yang digunakan lebih rendah dari *shaft furnace* sehingga dapat menghemat energi. Proses reduksi menggunakan *rotary kiln* dapat mentolerir abu dalam batu bara, sedangkan dalam *shaft furnace* abu dapat mengganggu proses reduksi.

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI memiliki *rotary kiln* untuk skala laboratorium atau disebut simulator *rotary kiln* seperti pada Gambar 5.

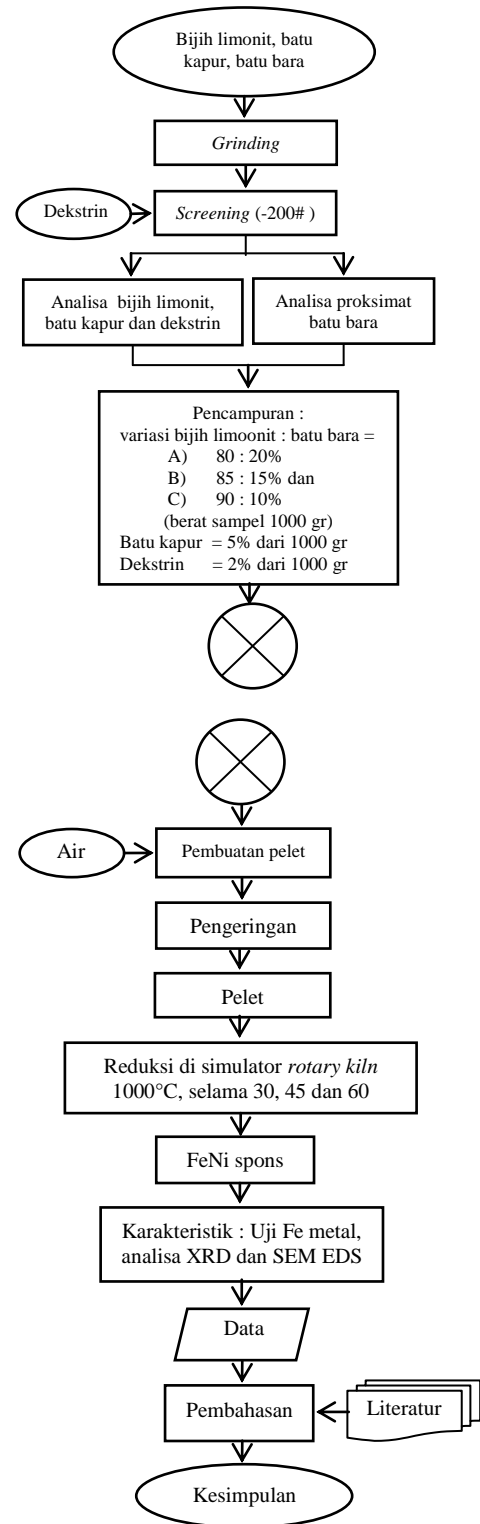


Ket : 1) burner, 2) stove, 3) kiln, 4) cerobong, 5) damper, 6) blower, 7) motor 2PK 380 volt 3 phase, 8) pulley + v belt, 9) dan 10) termokopel, 11) saluran sirkulasi gas, 12) sampling / tapping 1, dan 13) gas sampling tube.

**Gambar 5.** Simulator *rotary kiln* <sup>[10]</sup>

Simulator *rotary kiln* adalah alat pirometalurgi yang digunakan untuk mensimulasikan proses-proses yang terjadi pada setiap zona yang ada di sepanjang *rotary kiln* yang sebenarnya. Simulator *rotary kiln* ini memiliki *kiln* dengan panjang 70 cm dan diameter luar  $\pm 1$  meter dengan kecepatan putaran 2 rpm <sup>[10]</sup>.

## PROSEDUR PERCOBAAN



**Gambar 6.** Diagram alir percobaan bijih nikel limonit

Prosedur percobaan penelitian ini yaitu:

1. Bijih nikel limonit yang masih basah dikeringkan dahulu menggunakan oven.
2. Conto padatan seperti bijih nikel limonit, batu kapur dan batu bara dihaluskan menggunakan alat penggerus.
3. Conto padatan dan dekstrin yang sudah halus diayak menggunakan ayakan ukuran 200#.
4. Analisa kimia bijih limonit, menggunakan alat/metoda X-ray Fluorescence

**Tabel 4.** Variasi komposisi pelet

Komposisi	Berat (gram)					
	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	CoO	LOI
Kadar (%)	0,99	0,75	0,42	0,28	0,28	1,19

Sampel	Berat (gram)			
	limonit	batu bara	batu kapur	dekstrin
A	800	200	50	20
B	850	150	50	20
C	900	100	50	20

5. Semua bahan baku yang sudah berukuran -200# ditimbang sesuai dengan variasi komposisi pelet yang digunakan.
6. Semua bahan baku yang sudah ditimbang dimasukkan ke dalam alat *mixer* selama 20 menit.
7. Setelah tercampur, kemudian dilakukan pembulatan menggunakan *balling disc* dengan ditambahkan air secukupnya sampai terbentuk bulatan kecil berukuran 9 - 15 mm.
8. Pelet basah dikeringkan untuk meningkatkan kekuatannya dengan cara dijemur selama 7 hari.
9. Pelet yang sudah kering direduksi menggunakan simulator *rotary kiln* dengan temperatur 1000 °C selama 30, 45 dan 60 menit.
10. FeNi spons yang telah selesai direduksi dilakukan pendinginan menggunakan media air dan kemudian dilakukan pengambilan sampel.

11. Analisa Fe metal pada sampel spons menggunakan metode ICP.
12. Analisa Ni metal pada sampel spons menggunakan metode XRD SEM/EDS.
13. Analisa spons menggunakan XRD, SEM/EDS.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

**Tabel 5.** Komposisi kimia bijih nikel limonit

Komposisi	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / *Fe	SiO <sub>2</sub>	MgO	NiO / *Ni	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Kadar (%)	45,96 / *32,17	28,21	18,35	1,61 / *1,27	1,96

\*Hasil Pehitungan

**Tabel 6.** Komposisi kimia batu kapur

Komposisi	CaO	MgO	TiO	CrO	MnO	FeO
Kadar (%)	91,22	5,70	0,21	0,07	0,05	0,47

Komposisi	NiO	CuO	ZnO	BaO	ReO
Kadar (%)	1,88	0,16	0,03	0,20	0,05

**Tabel 7.** Komposisi kimia dekstrin

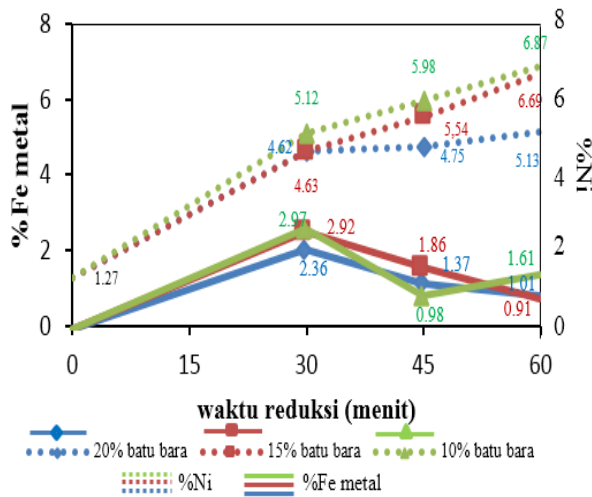
Komposisi	SiO	PO	KO	CaO	TiO	CrO
Kadar (%)	12,74	14,31	4,36	17,63	3,84	1,73

Komposisi	MnO	FeO	CuO
Kadar (%)	2,09	31,59	11,71

**Tabel 8.** Komposisi kimia batu bara bituminus

Parameter	Kadar (%)
<i>Fixed Carbon</i>	59,29
<i>Volatile Matter</i>	30,70
<i>Ash</i>	7,61
<i>Moisture</i>	2,40

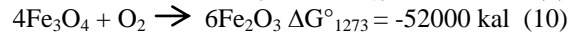
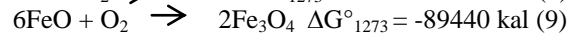
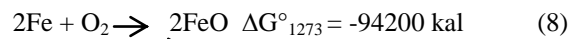


**Gambar 7.** Pengaruh waktu reduksi terhadap persen Fe Metal dan Ni

Pada Gambar 7, persen Fe metal cenderung menurun seiring bertambahnya waktu reduksi. Kondisi tersebut tidak sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa persen Fe metal akan semakin meningkat seiring bertambahnya waktu reduksi. Pada penelitian ini, peningkatan persen Fe metal hanya terjadi pada FeNi spons komposisi 10% batu bara dengan perubahan waktu reduksi dari 45 ke 60 menit yaitu 0,98% menjadi 1,61%.

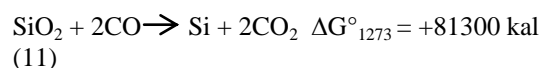
Penurunan persen Fe metal disebabkan terjadinya reaksi oksidasi pada saat melakukan *tapping*. Pada masing-masing komposisi pelet dilakukan tiga kali *tapping* yang dilakukan berurutan pada menit ke 30, 45 dan 60. FeNi spons hasil *tapping* menit ke 30 hanya mengalami *tapping* satu kali, sedangkan FeNi spons pada menit ke 45 mengalami *tapping* dua kali dan pada menit ke 60 mengalami *tapping* tiga kali yaitu *tapping* pada menit ke 30, 45 dan 60. Setiap dilakukan *tapping* selalu ada udara yang masuk ke dalam *kiln* melalui lubang *sampling* karena proses *tapping* yang dilakukan kurang sempurna. Adanya udara yang masuk dapat mengganggu proses reduksi besi oksida karena dari udara yang masuk tersebut terdapat oksigen (O<sub>2</sub>) yang dapat menyebabkan besi oksida yang telah tereduksi menjadi logam Fe kembali teroksidasi oleh O<sub>2</sub> sehingga logam Fe menjadi FeO atau Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lagi

seperti ditunjukkan pada persamaan reaksi (8), (9) dan (10).

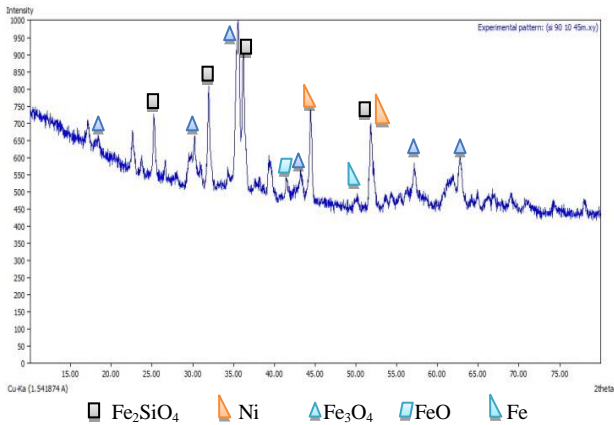


Semakin sering FeNi spons mengalami oksidasi maka logam Fe yang terbentuk akan semakin sedikit. FeNi spons pada menit ke 60 mengalami tiga kali *tapping*, yang artinya mengalami reaksi oksidasi paling banyak, sehingga persen Fe metal yang diperoleh menjadi lebih rendah dari pada persen Fe metal yang diperoleh pada menit ke 45 dan 30.

Persentase Fe metal yang diperoleh pada penelitian ini sangat rendah. Persentase Fe metal tertinggi hanya mencapai 2,97% yang diperoleh pada waktu reduksi 30 menit untuk FeNi spons komposisi 10% batu bara, sedangkan yang terendah diperoleh pada waktu reduksi 60 menit untuk komposisi penambahan 15% batu bara. Hal ini karena kandungan senyawa pengotor seperti SiO<sub>2</sub> dalam bijih nikel limonit cukup tinggi yaitu 28,21% sehingga mengganggu proses reduksi. Reaksi reduksi SiO<sub>2</sub> memiliki nilai energi bebas positif seperti ditunjukkan pada persamaan reaksi (11), sehingga secara termodinamika SiO<sub>2</sub> sulit untuk direduksi oleh gas CO.



Walaupun reaksi reduksi SiO<sub>2</sub> memiliki nilai energi bebas positif, akan tetapi SiO<sub>2</sub> dapat bereaksi dengan FeO menjadi Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> (Fayalit) sehingga Fe metal menjadi rendah. Untuk membuktikan apakah terbentuk senyawa *faylite* pada proses reduksi di penelitian ini maka dilakukan analisa XRD. Setelah dilakukan analisa XRD dapat dilihat bahwa senyawa yang banyak terbentuk adalah Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, sedangkan FeO dan Fe memiliki intensitas yang sedikit. Hasil analisa XRD dapat dilihat pada Gambar 8.



**Gambar 8.** Hasil analisa XRD pada komposisi 90:10% dan waktu reduksi 45 menit menggunakan software MATCH

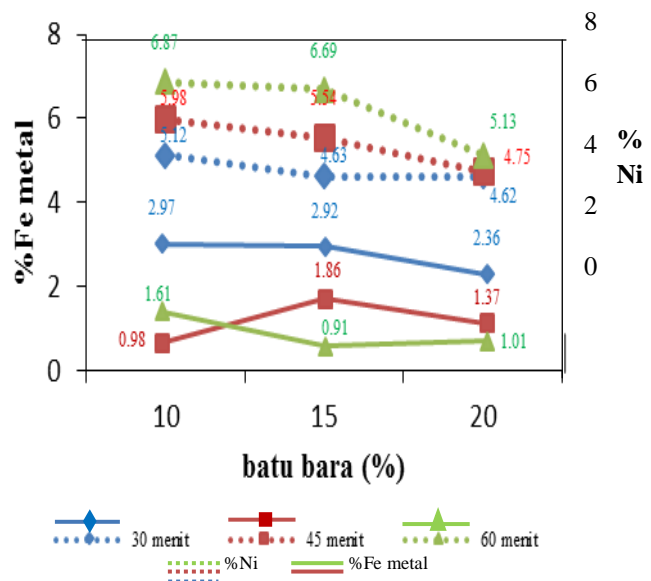
Tidak hanya persen Fe metal, kandungan nikel dalam FeNi spons juga perlu diperhitungkan karena bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah bijih nikel limonit. Menurut peraturan menteri ESDM tahun 2014 tentang batasan minimum pengolahan dan pemurnian bijih nikel di dalam negeri, FeNi spons yang dihasilkan dari bijih nikel limonit harus mengandung nikel minimal 4%. Pada Gambar 8 hanya persen Fe yang menurun seiring bertambahnya waktu reduksi sedangkan persen Ni meningkat seiring bertambahnya waktu reduksi. Perbedaan perubahan tersebut karena antara Fe dan Ni yang memiliki afinitas lebih besar terhadap oksigen adalah Fe sehingga yang akan terlebih dahulu teroksidasi adalah Fe. Hal ini dapat terlihat pada persamaan (8), (9), (10) dan (12).



Dari persamaan (8), (9) dan (12), energi bebas yang dimiliki oleh reaksi oksidasi Fe menjadi FeO dan FeO menjadi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> lebih negatif dari pada reaksi oksidasi Ni menjadi NiO. Energi bebas yang dimiliki oleh reaksi oksidasi Ni sebesar -80797 kal, reaksi oksidasi Fe sebesar -94200 kal dan reaksi oksidasi FeO sebesar -89440 kal. Maka dari itu persen Ni tidak terpengaruh oleh udara luar yang masuk saat *tapping*, karena oksigen yang berasal dari udara luar tersebut terlebih dahulu bereaksi dengan

Fe sehingga reaksi oksidasi Fe lebih cepat berlangsung daripada oksidasi Ni.

Semakin lama proses reduksi berlangsung maka terjadi peningkatan pembentukan gas CO. Meningkatnya pembentukan gas CO dapat menyebabkan nikel oksida yang tereduksi semakin banyak sehingga persen Ni akan semakin tinggi. Persen Ni tertinggi diperoleh pada waktu reduksi 60 menit dengan komposisi penambahan 10% batu bara yaitu sebesar 6,87%, sedangkan yang terendah diperoleh pada waktu reduksi 30 menit dengan komposisi penambahan 20% batu bara yaitu sebesar 4,62%. Persen Ni metal maksimum yang dapat diperoleh, dapat diperkirakan secara hitungan teori. Peningkatan kadar persen Ni metal dalam spons, secara teori maksimal dua kali dari kadar Ni dalam pellet. Jadi, misalnya kalo dalam pellet kadar Nikelnya sebesar 1,27%, maka maksimum persen Ni metal yang dapat diperoleh sebesar 2,54%. Adanya ketidakhomogenan pada sampel spons bisa menyebabkan hasilnya melebihi perkiraan tersebut. Karena sampel tidak homogen, maka hasil tersebut tidak bisa mewakili keseluruhan sampel. Pengaruh komposisi pelet terhadap persen Fe metal dan persen Ni ditunjukkan pada Gambar 9.



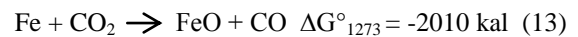
**Gambar 9.** Pengaruh komposisi pelet terhadap persen Fe metal dan Ni



Pada Gambar 9, untuk waktu reduksi 60 menit persen Fe metal menurun dari 1,61% menjadi 0,91% pada penambahan 15% batu bara dan kemudian naik kembali menjadi 1,01% setelah ditambahkan 20% batu bara. Untuk waktu reduksi 45 menit persen Fe metal meningkat dari 0,98% menjadi 1,86% pada penambahan 15% batu bara dan kemudian turun kembali menjadi 1,37% setelah ditambahkan 20% batu bara. Sedangkan untuk waktu reduksi 30 menit persen Fe metal menurun seiring bertambahnya komposisi batu bara. Persen Fe metal tertinggi yaitu 2,97% yang diperoleh pada penambahan batu bara sebanyak 10% dengan lamanya waktu reduksi 30 menit. Pada Gambar 9, persen Ni tertinggi diperoleh pada komposisi penambahan batu bara 10% dengan waktu reduksi 60 menit yaitu sebesar 6,87%. Sedangkan yang terendah diperoleh pada komposisi penambahan batu bara 20% dengan waktu reduksi 30 menit yaitu sebesar 4,62%.

Pada Gambar 9 dapat dilihat bahwa semakin banyak komposisi batu bara yang ditambahkan, maka persen Fe metal dan Ni cenderung menurun. Hal ini karena gas CO yang dihasilkan berlebih sehingga proses reduksi berlangsung lebih cepat. Proses reduksi yang terlalu cepat menyebabkan terbentuknya lapisan padat besi metal di permukaan FeNi spons. Lapisan padat besi metal ini menyebabkan pori-pori pada permukaan FeNi spons tertutup yang dapat mengganggu proses difusi gas CO ke bagian inti. Kondisi seperti ini menyebabkan kecepatan difusi gas CO semakin lambat dan konsentrasi gas CO pada kesetimbangan CO-CO<sub>2</sub> menurun<sup>[8]</sup>. Kesetimbangan gas CO juga terganggu akibat terjadi penurunan temperatur *kiln* pada saat *tapping*. Pada diagram kesetimbangan gas CO-CO<sub>2</sub>, kestabilan pembentukan gas CO akan menurun seiring menurunnya temperatur. Apabila konsentrasi gas CO menurun maka konsentrasi gas CO<sub>2</sub> meningkat, sehingga pembentukan Fe metal akan menjadi lebih

sulit dan memungkinkan untuk terjadinya reoksidasi seperti pada persamaan (13).



## KESIMPULAN

1. Semakin lama waktu reduksi maka persen Fe metal yang diperoleh cenderung menurun, tetapi tidak sama halnya dengan persen Ni yang semakin meningkat seiring lamanya waktu reduksi.
2. Semakin banyak batu bara yang ditambahkan maka persen Fe metal dan Ni semakin menurun.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Dalvi, A. Bacon, W. & Osborne, R. 2004. *The Past and the Future of Nickel Laterites*. Toronto: PDAC 2004 International Convention.
- [2] Direktorat Jenderal Mineral dan Batu bara, Kementrian Energi dan Sumber Daya Mineral. 2012.
- [3] Standar Nasional Indonesia. 07 - 0942- 1989.
- [4] Peraturan Menteri ESDM. No 1 Tahun 2014.
- [5] Jean Cunat. Pierre. 2004. *Alloying Elements in Stainless Steel and Other Chromium-Containing Alloys*.
- [6] Cornelius S.H dan Cornelis Klein. *Manual of Mineralogy*.
- [7] Kruger, P Von. Silva, C A. Batista, Cludio Vieira. Araujo, F G S. Seshadri, V. 2010. „Relevant Aspects Related to Production of Iron Nickel Alloys (Pig Iron Containing Nickel) in Mini Blast Furnace”. UFOP Federal University of Ouro Preto. Brazil.
- [8] Ross HU. 1980. *Physical Chemistry: Part I Thermodynamics. Direct Reduced Iron Technology and Economics of Productions and Use*. Warrendale : The Iron and Steel Society.

- [9] Kurt Mayer. 1980. *Peletizing of Iron Ore*. Springer-Verla Berlin Heidelberg New York.
- [10] DA. Iwan, R. Binudi. 2013. „Percobaan Pemanasan Awal Tanpa Beban pada Simulator Rotary Kiln”, *Prosiding Seminar Material Metalurgi*, hal 193-200.

# **STUDI *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* (ECAP) SUHU NITROGEN CAIR PADA PADUAN Al-Mg-Si (Al 6061)**

**Efendi Mabruri\*, I Nyoman Gede P.A. dan Edy Priyanto Utomo**

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

E-mail: \*effendi.3@lipi.go.id

Masuk tanggal : 22-09-2014, revisi tanggal : 25-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

## Intisari

**STUDI *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* (ECAP) SUHU NITROGEN CAIR PADA PADUAN Al-Mg-Si (Al 6061).** Tulisan ini memaparkan pengaruh proses ECAP (*equal channel angular pressing*) pada suhu nitrogen cair terhadap sifat mekanik paduan Al-Mg-Si (Al 6061) dan dibandingkan dengan proses ECAP pada suhu kamar. Proses ECAP sebanyak 1-4 pass dilakukan di dalam cetakan dengan lubang dalam bersudut 120° dengan rute Bc pada benda kerja Al 6061 dalam kondisi perlakuan pelarutan. Analisa XRD (*x-ray diffraction*) menunjukkan bahwa setelah proses ECAP terjadi pelebaran puncak pada semua bidang kisi dan terjadi penguatan intensitas bidang kisi (111) sebagai bidang slip yang aktif pada Al 6061. ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang lebih besar pada regangan deformasi yang tinggi (pass 3 dan 4) dengan elongasi yang lebih besar. Sementara itu, dimpel pada permukaan patahan Al 6061 yang diproses ECAP suhu nitrogen cair memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar.

*Kata kunci : Paduan aluminium-magnesium-silikon (Al 6061), Equal channel angular pressing (ECAP), Suhu nitrogen cair, Kekuatan tarik, Elongasi, Dimpel*

## Abstract

**A STUDY ON *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* AT LIQUID NITROGEN TEMPERATURE OF Al-Mg-Si (Al 6061) ALLOYS.** The recent paper reports the effect of ECAP at liquid nitrogen temperature on the mechanical properties of Al-Mg-Si (Al 6061) alloys and compared to the room temperature ECAP. The ECAP experiments with route Bc were conducted on solution treated alloys using dies with internal channel angle of 120° for 1 to 4 passes. The XRD (*x-ray diffraction*) analysis showed that after ECAP the peak broadening occurred on all peaks and the peak intensity strength of (111) plane was highest as it considered as the active slip plane in the Al 6061 alloys. At high deformation strain (pass 3 and 4) the ECAP at liquid nitrogen temperature resulted in higher tensile strength and higher elongation to break compared to those of room temperature ECAP. Further, the dimples of tensile fracture surface of Al 6061 processed by liquid nitrogen temperature ECAP have mean size smaller than that of Al 6061 processed by room temperature ECAP.

*Keywords : Aluminum-magnesium-silicon alloys (Al 6061), Equal channel angular pressing (ECAP), Liquid nitrogen temperature, Tensile strength, Elongation, Dimple*

## PENDAHULUAN

*Equal channel angular pressing* (ECAP) merupakan teknik yang banyak dipelajari untuk menghasilkan material dengan struktur mikro berukuran submikron atau bahkan nanometer yang diiringi peningkatan yang signifikan dalam sifat mekanik<sup>[1-2]</sup>. ECAP merupakan teknik deformasi plastik berat (*severe plastic deformation/SPD*) yang menghasilkan regangan geser yang besar

dengan menekan benda kerja melalui rongga bersudut sedemikian hingga benda kerja muncul dari rongga tanpa mengalami perubahan dimensi penampang melintang<sup>[3-4]</sup>. ECAP dapat memproses benda kerja yang relatif besar untuk aplikasi struktur komersial sehingga berpotensi besar untuk dapat diaplikasikan di industri dalam waktu dekat<sup>[5-7]</sup>. Penulis telah melakukan penelitian ECAP pada

beberapa paduan logam untuk aplikasi tertentu seperti titanium murni komersial/CP-Ti untuk biomedis<sup>[8-9]</sup>, baja tahan karat austenitik untuk biomedis dan konstruksi<sup>[10]</sup> dan paduan aluminium untuk aplikasi struktur<sup>[11-12]</sup>.

Pada penelitian ini telah dilakukan studi ECAP yang dilakukan pada suhu kriogenik (suhu nitrogen cair) terhadap paduan Al-Mg-Si (Al 6061). Aluminium seri 6XXX ini dipilih karena banyak digunakan secara luas untuk aplikasi struktur dengan sifat mekanik yang baik, ketahanan korosi lebih baik, mampu las yang baik dan lebih murah dibandingkan aluminium seri 2XXX dan 7XXX. Telah diketahui bahwa aluminium mempunyai kecepatan rekoveri dinamik yang sangat tinggi karena memiliki *energy stacking fault* yang tinggi<sup>[13-14]</sup>. Deformasi pada suhu kriogenik diharapkan dapat menekan rekoveri dinamik dan memberikan energi yang tinggi untuk rekristalisasi butiran halus. Deformasi plastis suhu kriogenik pada paduan aluminium telah dilaporkan oleh beberapa peneliti<sup>[15-17]</sup>, akan tetapi untuk paduan 6061 mereka tidak menggunakan ECAP tetapi menggunakan proses pengerolan dan *multi directional forging*. Oleh karena itu studi ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh proses ECAP pada suhu nitrogen cair terhadap sifat mekanik Al 6061.

## PROSEDUR PERCOBAAN

Billet paduan aluminium 6061 dari pasaran digunakan sebagai bahan awal dengan komposisi kimia (% berat) berdasarkan analisa OES (*optical emission spectroscopy*) ditampilkan pada Tabel 1. Benda kerja dengan panjang 65 mm dan diameter 13,5 mm dibuat dengan permesinan dari billet untuk percobaan ECAP. Benda kerja dilakukan pemanasan anil dengan aliran gas argon pada 530 °C selama 4 jam sebelum ekstrusi ECAP untuk perlakuan pelarutan (*solution treatment*) dan untuk menghilangkan tegangan internal. Percobaan ECAP

dilakukan pada suhu kamar dan pada suhu nitrogen cair. Untuk proses pada suhu nitrogen cair, benda kerja dicelup di dalam nitrogen cair selama 5 menit untuk mendapatkan suhu kriogenik pada benda kerja. Pencelupan nitrogen cair dilakukan untuk setiap pass ECAP. Setelah pencelupan nitrogen cair, benda kerja langsung dilakukan ECAP dengan rute deformasi B<sub>C</sub> dengan jumlah pass 1, 2, 3 dan 4. Deformasi rute B<sub>C</sub> dengan dilakukan memutar benda kerja 90° pada pass ECAP berikutnya<sup>[18]</sup>. Semua benda kerja sebelum ECAP dan setelah ECAP dilakukan uji tarik dengan UTM (*universal testing machine*) dan uji XRD (*x-ray diffraction*). Dilakukan juga pengamatan dengan SEM (*scanning electron microscope*) terhadap permukaan patahan setelah uji tarik.

**Tabel 1.** Komposisi kimia paduan aluminium 6061 hasil analisa OES (*optical emission spectroscopy*)

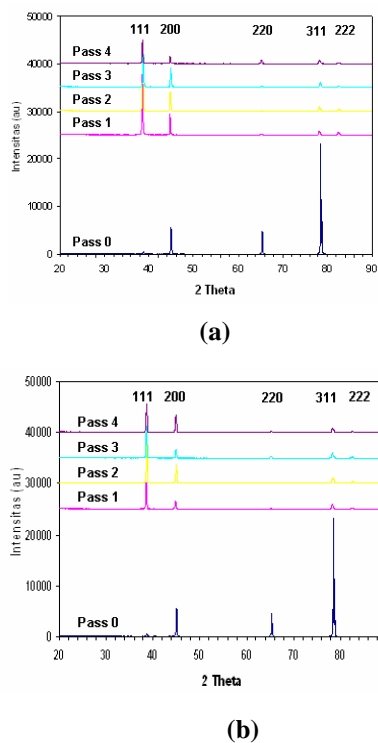
Unsur	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Ni	V	Al
% Berat	0,64	0,5	0,23	0,11	0,87	0,04	0,01	0,09	0,01	0,01	Sisa

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Profil XRD untuk Al 6061 sebelum dan sesudah ECAP pada suhu kamar dan suhu kriogenik ditampilkan pada Gambar 1. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa secara umum profil XRD memunculkan puncak difraksi untuk bidang-bidang kisi kristal di dalam aluminium pada semua kondisi baik pada suhu kamar maupun suhu nitrogen cair (Gambar 1(a) dan 1(b)). Pada Al 6061 kondisi anil terlarut (pass 0/sebelum ECAP) dikarakterisasi dengan munculnya tiga bidang-bidang kristal (200), (220) dan (311) dengan intensitas yang paling tinggi pada bidang (311). Pada Al 6061 setelah ECAP, intensitas puncak difraksi tiga bidang-bidang kristal tersebut menurun tetapi semakin melebar (terjadi "*peak broadening*"). Selain itu terlihat bahwa setelah ECAP bidang (111) dan bidang (222) muncul dan intensitas puncak yang paling tinggi terjadi pada bidang

(111) dari semua puncak yang ada. Munculnya kedua bidang tersebut dan menguatnya intensitas puncak bidang (111) berkaitan dengan geometri bidang-bidang ini yang memiliki densitas atom yang tinggi (*close packed plane*) yang merupakan bidang slip bagi pergerakan dislokasi *glide* selama deformasi plastis pada proses ECAP. Hal ini membuktikan kondisi paduan aluminium yang mempunyai *stacking fault energy* ( $\gamma_{SFE}$ ) yang tinggi, dimana untuk paduan dengan struktur kristal fcc, slip dislokasi pada bidang (111) merupakan mekanisme deformasi primer<sup>[19]</sup>.

Dari Gambar 1 secara umum dapat diamati pula bahwa puncak difraksi bidang-bidang kristal setelah ECAP semakin melebar dibandingkan sebelum ECAP.

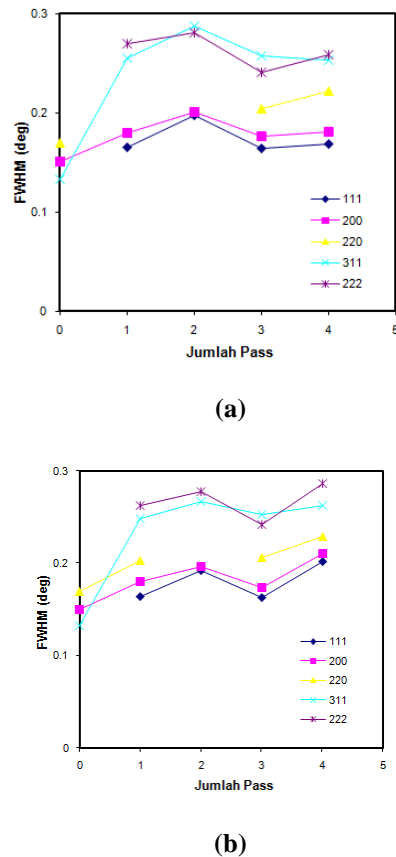


**Gambar 1.** Profil XRD dari aluminium 6061 setelah ECAP pada (a) suhu kamar dan (b) suhu nitrogen cair

Hal ini terkait dengan adanya peningkatan cacat kisi linier terutama peningkatan densitas dislokasi yang tinggi yang terjadi selama deformasi plastis yang

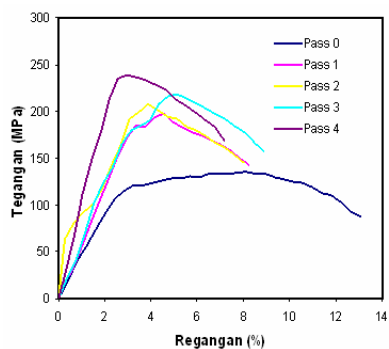
berat pada ECAP suhu kamar<sup>[20-21]</sup>. Selain itu dapat diamati pula dari Gambar 3 adanya pergeseran puncak difraksi dari Al 6061 pass 0 ke Al 6061 ECAP pass 1 dan semakin jelas pergeserannya pada pass 4.

Pergeseran puncak difraksi ini menunjukkan adanya distorsi kisi yang besar pada Al 6061 ECAP, yang terkait dengan tegangan berskala panjang dan pembentukan sub butir-sub butir akibat deformasi<sup>[20-21]</sup>. Pelebaran puncak difraksi (*peak broadening*) ini merupakan indikasi terjadinya penurunan ukuran butiran atau kristalit yang sebanding dengan besaran FWHM (*full width at half maximum*) dari puncak difraksi. Dengan tidak melakukan koreksi-koreksi regangan kisi seperti pada relasi Williamson-Hall untuk memperoleh ukuran kristalit<sup>[22]</sup>, FWHM dapat memberikan gambaran tingkat pelebaran puncak difraksi pada bidang-bidang kristal yang bersangkutan.

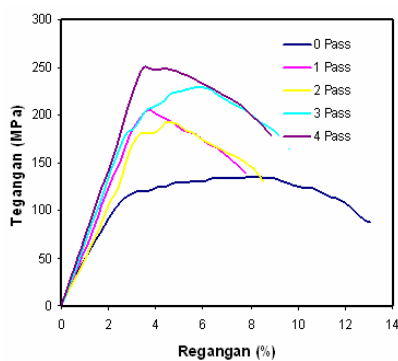


**Gambar 2.** FWHM puncak-puncak XRD pada aluminium 6061 setelah ECAP pada (a) suhu kamar dan (b) suhu nitrogen cair

Pada Gambar 2 ditunjukkan FWHM untuk puncak-puncak XRD pada Al 6061 setelah ECAP pada suhu kamar dan suhu nitrogen cair. Dari Gambar 2 dapat diamati bahwa FWHM pada Al 6061 ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair memiliki kecenderungan yang sama. Secara umum FWHM bidang-bidang kristal setelah ECAP memiliki nilai yang lebih tinggi dibandingkan sebelum ECAP. Pada Al 6061 setelah ECAP, bidang kisi memiliki nilai FWHM meningkat berdasarkan urutan (111), (200), (220), (311) dan (222) pada semua pass yang berarti seiring dengan meningkatnya jumlah indeks bidang kisi atau dengan kata lain dengan mengecilnya jarak antar kisi (d).



(a)



(b)

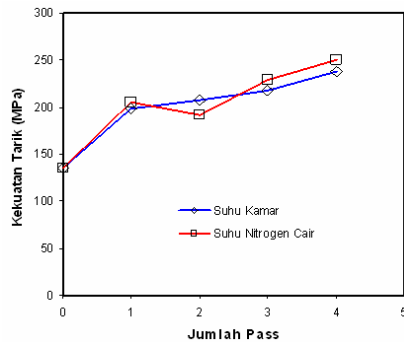
**Gambar 3.** Kurva tegangan teknik-regangan teknik setelah koreksi “toe” untuk aluminium 6061 sebelum dan setelah ECAP pada (a) suhu kamar dan (b) suhu nitrogen cair

Gambar 3 menunjukkan kurva tegangan teknik-regangan teknik setelah koreksi “toe” hasil uji tarik pada aluminium 6061 sebelum dan setelah ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair dari pass 1 sampai

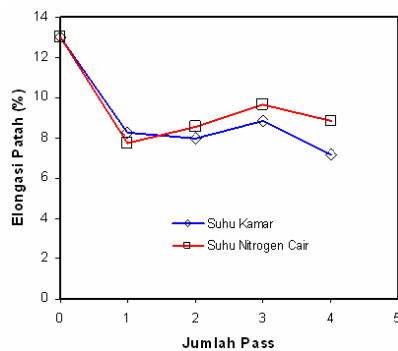
pass 4. Kurva tegangan-regangan pada Al 6061 pass 0 (perlakuan pelarutan/sebelum ECAP) menunjukkan tipikal kurva untuk material ulet dengan daerah plastis yang lebar. Pada Al 6061 setelah ECAP baik suhu kamar maupun suhu nitrogen cair, kurva berubah dengan beban maksimum yang makin tinggi dan daerah plastis yang menyempit yang menunjukkan peningkatan kekuatan dan penurunan keuletan pada Al 6061 setelah proses ECAP. Disamping itu dapat diamati pula bahwa “necking” pada beban maksimum terjadi pada regangan tarik yang rendah berdekatan dengan tegangan luluh (*yield strength*) yang mengindikasikan daerah pengerasan regangan yang sempit. Ini dikarenakan telah terjadi akumulasi dislokasi yang tinggi pada proses ECAP sehingga menurunkan kemampuan pengerasan regangan dari Al 6061 pada proses uji tarik<sup>[23]</sup>. Sementara itu terjadinya peningkatan kekuatan setelah ECAP dapat diakibatkan oleh kombinasi beberapa mekanisme penguatan yaitu peningkatan rapat dislokasi akibat akumulasi regangan, penghalusan butiran dan presipitasi (*aging*) dinamik<sup>[24-26]</sup>. Pada penelitian ini presipitasi dinamik pada Al 6061 selama ECAP tidak terjadi yang ditunjukkan dengan tidak munculnya puncak presipitat pada profil XRD (Gambar 1) sehingga mekanisme yang memungkinkan terjadi pada penelitian ini adalah penguatan dislokasi dan penghalusan butiran.

Kekuatan tarik maksimum dan elongasi saat patah pada sampel Al 6061 yang diperoleh dari kurva tegangan-regangan pada Gambar 3 diperlihatkan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 (a) dapat dilihat bahwa kekuatan Al 6061 meningkat tajam setelah pass 1 ECAP suhu kamar maupun suhu nitrogen cair dan meningkat secara gradual pada ECAP pass selanjutnya. Pada pass 1, ECAP suhu kamar dan ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang relatif sama pada Al 6061. Pada pass selanjutnya sedikit terjadi perbedaan nilai kekuatan tarik dimana pada pass yang semakin besar (pass 3 dan 4) yang ekivalen

dengan regangan yang semakin besar, ECAP pada suhu nitrogen cair menghasilkan nilai kekuatan tarik yang sedikit lebih tinggi dibandingkan ECAP suhu kamar.



(a)



(b)

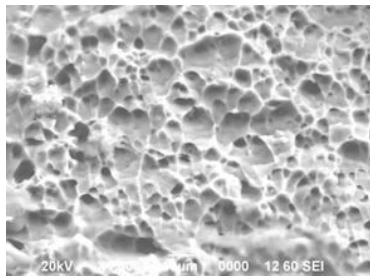
**Gambar 4.** (a) Kekuatan tarik dan (b) elongasi saat patah untuk aluminium 6061 sebelum dan setelah ECAP pada suhu kamar dan suhu nitrogen cair

Beberapa peneliti melaporkan kecenderungan yang sama terkait deformasi plastis pada suhu kriogenik ini<sup>[15-16]</sup>. P. N.Rao *et al*<sup>[15]</sup> melaporkan peningkatan kekerasan yang lebih tinggi pada Al 6061 yang diproses tempa segala arah (*multi directional forging*) pada suhu nitrogen cair dari pada yang diproses suhu kamar. Begitu juga Y.Chen *et al*<sup>[16]</sup> melaporkan bahwa ECAP terhadap aluminium murni pada suhu kriogenik menghasilkan kekerasan 27% lebih tinggi dibandingkan yang dihasilkan pada suhu kamar. Hasil-hasil ini dapat dijelaskan dengan fenomena rekoveri dinamik atau pemulihan oleh regangan pada saat proses deformasi plastis. Pada material dengan

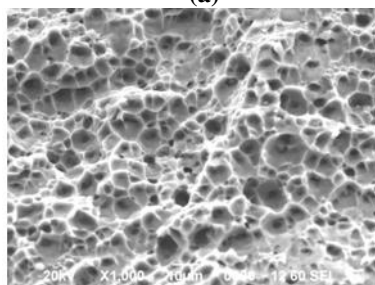
*stacking fault energy* yang tinggi seperti aluminium, rekoveri dinamik aktif pada suhu kamar, yang menyebabkan penurunan efek penguatan dengan penurunan rapat dislokasi<sup>[15]</sup>. Pada sisi lain, deformasi plastis pada suhu sangat rendah (kriogenik) menghambat terjadinya rekoveri dinamik yang mendorong akumulasi dislokasi pada tingkat yang lebih tinggi dari proses deformasi plastis pada suhu kamar<sup>[27-28]</sup>. Untuk paduan Al 6XXX yang dapat dikeraskan dengan presipitasi, penghambatan rekoveri dinamik pada suhu kriogenik dimungkinkan terjadi karena pin dislokasi oleh unsur-unsur pemadu Mg, Si, Fe, Cu yang terlarut dalam larutan padat. Sementara itu S.K.Panigrahi *et al*<sup>[17]</sup> memaparkan bahwa pada pengerolan aluminium 6063 pada suhu kamar, rekoveri dinamik dengan anihilasi dislokasi terjadi pada regangan deformasi yang tinggi sebesar 2,3 dan tidak terjadi pada regangan yang rendah sebesar 0,4. Akan tetapi rekoveri dinamik tidak terjadi pada proses pengerolan sampel ini pada suhu kriogenik meskipun dengan regangan deformasi yang sama tinggi 2,3. Informasi ini memperkuat hasil pada penelitian ini bahwa pada pass 1 (regangan ekuivalen 0,6), ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair memiliki kekuatan tarik yang relatif sama, akan tetapi pada pass yang lebih tinggi (pass 3 dan 4 dengan regangan ekuivalen masing-masing 1,8 dan 2,4) ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang lebih besar.

Peningkatan kekuatan yang signifikan pada Al 6061 setelah ECAP diiringi dengan penurunan elongasi saat patah baik pada proses suhu kamar maupun suhu nitrogen cair seperti ditunjukkan pada Gambar 4(b) dimana penurunan elongasi yang tajam terjadi setelah ECAP pass 1. Pada pass-pass selanjutnya, proses pada suhu kamar menghasilkan elongasi yang cenderung konstan, sedangkan proses pada suhu nitrogen cair menghasilkan elongasi yang cenderung sedikit meningkat lagi. Dengan demikian ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan dan elongasi yang

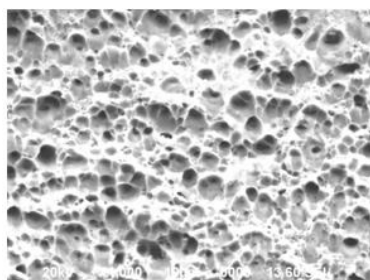
relatif lebih besar dari pada ECAP suhu kamar. Struktur mikro permukaan patah setelah uji tarik pada Al 6061 sebelum dan setelah ECAP pass 4 suhu kamar dan suhu kriogenik ditunjukkan pada Gambar 5.



(a)



(b)



(c)

**Gambar 5.** Struktur mikro permukaan patahan uji tarik untuk aluminium 6061; (a) sebelum dan, (b) setelah ECAP pass 4 pada suhu kamar, dan (c) suhu nitrogen cair

Permukaan patah pada ketiga jenis sampel tersebut dikarakterisasi dengan adanya dimpel (*dimples*) yang terbentuk dari pertumbuhan dan koalisi *microvoid* yang dimulai dari tempat dengan konsentrasi tegangan yang tinggi seperti daerah batas butir dan presipitat. Ukuran dimpel yang terbentuk selama patah tergantung dari tempat inisiasi dan jumlah *void* pada batas butir<sup>[29]</sup> dan terbukti bahwa ukuran butir rata-rata hampir sama dengan ukuran dimpel seperti dilaporkan dalam pustaka<sup>[15]</sup>. Dari Gambar 5 terlihat bahwa pada Al 6061 setelah ECAP baik suhu

kamar maupun suhu nitrogen cair secara kualitatif memiliki ukuran dimpel rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan ukuran dimpel rata-rata pada sampel sebelum ECAP. Ini menunjukkan terjadinya penghalusan butir pada Al 6061 setelah ECAP baik pada suhu kamar maupun suhu nitrogen cair. Lebih jauh dapat diamati bahwa dimpel pada Al 6061 yang diproses ECAP pada suhu nitrogen cair memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar. Hal ini terjadi bisa dikarenakan penghambatan rekoveri dinamik pada suhu nitrogen cair memberikan energi yang tinggi untuk terbentuknya butiran halus

## KESIMPULAN

Dari penelitian ini telah diketahui pengaruh proses ECAP pada suhu nitrogen cair terhadap sifat mekanik Al 6061 dan dibandingkan dengan proses ECAP pada suhu kamar. Beberapa kesimpulan yang bisa diambil adalah :

- Dari studi XRD, terjadi *peak broadening* pada semua bidang kisi dan penguatan intensitas bidang kisi (111) sebagai bidang slip yang aktif baik pada material Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar maupun suhu nitrogen cair.
- Pada pass 1 (regangan ekuivalen 0,6), ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair memiliki kekuatan tarik yang relatif sama, akan tetapi pada pass yang lebih tinggi (pass 3 dan 4 dengan regangan ekuivalen masing-masing 1,8 dan 2,4) ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang lebih besar.
- Penurunan elongasi yang tajam terjadi setelah ECAP pass 1 dan pada pass-pass selanjutnya elongasi cenderung konstan pada ECAP suhu kamar dan cenderung sedikit meningkat lagi pada ECAP suhu nitrogen cair. Ini menunjukkan elongasi yang lebih besar



dihasilkan oleh proses suhu nitrogen cair.

- Dimpel pada permukaan patah material Al 6061 yang diproses ECAP pada suhu nitrogen cair memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan material Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah mendanai penelitian ini melalui kegiatan Tematik 2014.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Greger, M., R.Kocich, B.Kuřetová, M.Vlček.2007., Ultrafine grained copper by equal channel angular extrusion (ECAE) processing”. *Acta Metallurgica Slovaca*. 13 (4) 561-569.
- [2] Wei, Q. 2007., Strain rate effects in the ultrafine grain and nanocrystalline regimes—influence on some constitutive responses”. *Journal Of Materials Science*. 1709–1727.
- [3] Stoica, G.M. and P.K. Liaw.2001., Progress in Equal-Channel Angular Processing”. *Journal Of Metals*. 36-40.
- [4] Ruzs, S. and K. Malanik.2007., Using severe plastic deformation to prepare of ultra fine - grained materials by ECAP method”. *Archives of Materials Science and Engineering*. 28 (11) 683-686.
- [5] Zbigniew Pakieła et al.2006., Structure and properties of nanomaterials produced by severe plastic deformation”. *Proc. NUKLEONIKA 51 (Supplement 1)* S19–S25.
- [6] Valiev, R. Z. 2007., The new trends in fabrication of bulk nanostructured materials by SPD processing”. *Journal Of Materials Science*. 1483–1490.
- [7] Lowe, Terry C. 2006., Metals and alloys nanostructured by severe plastic deformation: Commercialization pathways”. *Journal Of Metals*. 28-32.
- [8] Maburri, E., B.Sriyono, S.Mulyaningsih, Solihin.2009., Pemrosesan CP-Ti struktur Ultra halus dengan deformasi sangat praktis menggunakan teknik Equal channel angular pressing (ECAP)”. *Prosiding Seminar Material Metalurgi 2009*, Serpong, 2 Desember 2009.
- [9] Maburri, E., B.Sriyono, S.Mulyaningsih, Solihin.2010., Penghalusan Butir Titanium Murni untuk Aplikasi Biomedis dengan Teknik Equal Channel Angular Pressing (ECAP)”. *Majalah Metalurgi*, (25) (1) April 2010.
- [10] Maburri, E., 2012., Aplikasi Severe Plastic Deformation (SPD) dan Heavy Cold Rolling pada Baja Tahan Karat Austenitik 316L”. *Majalah Metalurgi*, (27) (1) April 2012.
- [11] Ika Kartika, I Nyoman G.P.A, Efendi Maburri.2012., Formasi Sub-Butir Equiaxed dengan Equal Channel Angular Pressing dalam Paduan Al-5052 Hasil Aniling”. *Prosiding Seminar Material Metalurgi 2012*, Tangerang Selatan, 27 Nopember 2012.
- [12] Maburri, E., I Nyoman Gede P.A.2014., Fractographic Analysis of 5052 Al-Mg Alloys Processed by Equal Channel Angular Pressing”. *Advanced Materials Research*, 896 pp 621-625.
- [13] S, Gourdet., Montheillet F.2000., An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminum”. *Mater. Sci. Eng. A*, 283 pp 274-288.

- [14] Lee, D.N. 2005., Effect of Stacking Fault Energy on Evolution of Recrystallization Textures in Drawn Wires and Rolled Sheets". *Materials Science Forum*, 495-497 pp 1243-1248.
- [15] Rao, P. N., D.Singh, R. Jayaganthan. 2014., Mechanical properties and microstructural evolution of Al 6061 alloy processed by multidirectional forging at liquid nitrogen temperature". *Materials and Design*, pp 97-104.
- [16] Chen, Y., Y.Li, L.He, C.Lu, H.Ding, Q.Li. 2008., The influence of cryoECAP on microstructure and property of commercial pure aluminium". *Materials Letters*, pp 2821-2824.
- [17] Panigrahi, S.K., R. Jayaganthan. 2011., Development of ultrafine-grained Al 6063 alloy by cryorolling with the optimized initial heat treatment conditions". *Materials and Design*, pp 2172-2180.
- [18] Furukawa, M., Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. 1998., The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing". *Mater. Sci. Eng. A*, 328.
- [19] Zhu, Y.T., T.C. Lowe. 2000., Observations and Issues on Mechanism of Grain Refinement During ECAP Process". *Materials Science and Engineering A*, 46-53.
- [20] Ungar, T., *Scripta Materialia*. 2004., Microstructural Parameters from X-ray Diffraction Peak Broadening". 51 pp 777-781.
- [21] Goodarzia, M.H., H. Arabi, M.A. Boutorabi, S.H. Seyedein, S.H. Hasani Najafabadi. 2014., The effects of room temperature ECAP and subsequent aging on mechanical properties of 2024 Al alloy". *Journal of Alloys and Compounds*, pp 753-759.
- [22] Williamson, G., W. Hall. 1953., X-ray Line Broadening from Jittered Aluminium and Wolfram". *Acta Metallurgica*, pp 22-31.
- [23] Werenskiold, J.C., 2004., Equal channel angular pressing (ECAP) of AA6082: mechanical properties, texture and microstructural development". *Doctoral thesis*, The Norwegian University of Science and Technology (NTNU), Trondheim, October 2004.
- [24] Zhao, Y.H., X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu. 2004., Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing". *Acta Materialia*, pp 4589-4599.
- [25] Fu, M.W., Y.W. Tham, H.H. Hng, K.B. Lim. 2009., The grain refinement of Al6061 via ECAE processing: Deformation behavior, microstructure and property". *Mater. Sci. Eng. A*, pp 84-92.
- [26] Roven, H.J., M.Liu, J.C. Werenskiold. 2008., Dynamic precipitation during severe plastic deformation of an Al-Mg-Si aluminium alloy". *Mater. Sci. Eng. A* 483-484, pp 54-58.
- [27] Sharma, V.S., W.W. Jian, J. Wang, H. Conrad, Y.T. Zhu. 2010., Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy". *J Mater Sci* 45, pp 4846-4850.
- [28] Panigrahi, S.K., R. Jayaganthan. 2008., Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy". *Mater. Sci. Eng. A* 492, pp 300-305.
- [29] Ko, Y.G., D.H. Shin, K.T. Park, C.S. Lee. 2006., An analysis of the strain hardening behavior of ultrafine grain pure titanium". *Scripta Mater.* 54, pp 1785-1789.

# PENAMBAHAN AlTiB SEBAGAI PENGHALUS BUTIR PADA PROSES RAPID SOLIDIFICATION ALUMINIUM

Galih Senopati\* dan Saefudin

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI  
Kawasan Puspiptek Serpong Gd.470, Tangerang Selatan  
E-mail : \*galih.senopati@lipi.go.id

Masuk tanggal : 12-09-2014, revisi tanggal : 25-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

## Intisari

**PENAMBAHAN AlTiB SEBAGAI PENGHALUS BUTIR PADA PROSES RAPID SOLIDIFICATION ALUMINIUM.** Telah dilakukan percobaan penambahan penghalus butir AlTiB pada proses rapid solidification aluminium. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penghalus butir terhadap sifat mekanik dan struktur mikro pada proses *rapid solidification aluminium*. Pelat aluminium hasil proses *rapid solidification* diuji keras menggunakan alat uji keras vicker's dan diamati struktur mikronya menggunakan mikroskop optik. Harga kekerasan tertinggi dari pelat aluminium dengan tebal 2 mm diperoleh pada penambahan 0,03% berat AlTiB yaitu harga rata-rata kekerasan adalah 29,39 VHN dengan besar butir rata-rata adalah 70  $\mu\text{m}$ .

*Kata kunci : AlTiB, Penghalus butir, Rapid solidification*

## Abstract

**ADDITION OF AlTiB AS GRAIN REFINER ON RAPID SOLIDIFICATION PROCESS OF ALUMINIUM.** In this study AlTiB was added as grain refiner on rapid solidification aluminium. The purpose of this study is to determine the influent of AlTiB as grain refiner on microstructures and mechanical properties of aluminum rapid solidification process. Aluminium plate that was produced by rapid solidification process examined by using vicker's hardness tester and optical microscope. The highest average hardness value of aluminum plate with 2 mm of thickness is 29.39 VHN and average grain size is 70 $\mu\text{m}$  by additional of 0.03wt% AlTiB as grain refiner.

*Keywords: AlTiB, Grain refiner, Rapid solidification*

## PENDAHULUAN

*Twin-roll caster* merupakan salah satu teknologi pengecoran pelat aluminium dimana logam cair dilewatkan diantara dua buah rol yang bergerak. Logam cair akan didinginkan oleh kedua rol yang terdapat air sebagai pendingin di dalam kedua rol tersebut<sup>[1]</sup>. Ilustrasi proses *twin roll casting* ditunjukkan pada Gambar 1.

Proses pengecoran aluminium menggunakan konvensional *twin roll casting* memiliki beberapa kelebihan dibandingkan proses *direct-chill casting* seperti biaya proses yang murah dan biaya perawatan yang murah. Namun proses ini memiliki kelemahan yaitu kecepatan pengecoran yang rendah (1m/min) dan terbatasnya paduan yang dapat dicor (Aluminium murni, seri 3xxx dan seri

5xxx)<sup>[1]</sup>. Maka dalam penelitian ini digunakan *unequal diameter twin roll casting* yang ditemukan oleh T.Haga<sup>[2-3]</sup> yang dapat meningkatkan kecepatan pengecoran dan dapat mengecor aluminium paduan.

Penghalus butir memiliki peranan penting untuk meningkatkan sifat mekanik, mengurangi besar cacat, dan meningkatkan ketahanan terhadap retak panas saat proses pengecoran<sup>[4-6]</sup>. Ada dua penghalus butir yang umum digunakan dalam proses pengecoran aluminium yaitu AlTiB dan AlTiC. Dalam penelitian ini digunakan *grain refiner*/penghalus butir AlTiB. AlTiB merupakan penghalus butir yang baik untuk paduan aluminium<sup>[7]</sup>. Selain itu untuk proses pengecoran aluminium tempa

(*wrought alloy*) AlTiB lebih baik dan efisien dibandingkan dengan AlTiC. Saat digunakan pada paduan aluminium dengan kandungan Si dan Fe yang rendah, AlTiC tidak stabil dan sensitif terhadap unsur Si dan Fe pada proses penghalusan butir<sup>[8]</sup>.

AlTiB akan ditambahkan proses *rapid solidification* aluminium dalam beberapa variasi yaitu tanpa menggunakan AlTiB dan dengan penambahan 0,03 dan 0,08 %berat AlTiB. Ada beberapa penelitian yang menyatakan penambahan AlTiB optimum dicapai pada penambahan 0,05% AlTiB. Namun penelitian tersebut dilakukan dengan cara pengecoran langsung<sup>[8]</sup>.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan penghalus butir AlTiB terhadap struktur mikro dan sifat mekanik yang dihasilkan dari proses pengecoran menggunakan *unequal diameter twin roll casting*.

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Bahan Percobaan

Dalam penelitian ini digunakan aluminium ingot yang diperoleh dari PT Baralogam Multijaya. Komposisi kimia dari aluminium ingot yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 1. Kemudian dilakukan penambahan AlTiB sebagai penghalus butir pada saat aluminium dalam kondisi cair dengan variasi 0,03 dan 0,08%. AlTiB yang digunakan dalam bentuk AlTiB batangan. Komposisi AlTiB yang digunakan ditunjukkan pada Tabel 2.

**Tabel 1.** Komposisi kimia *raw material ingot* aluminium

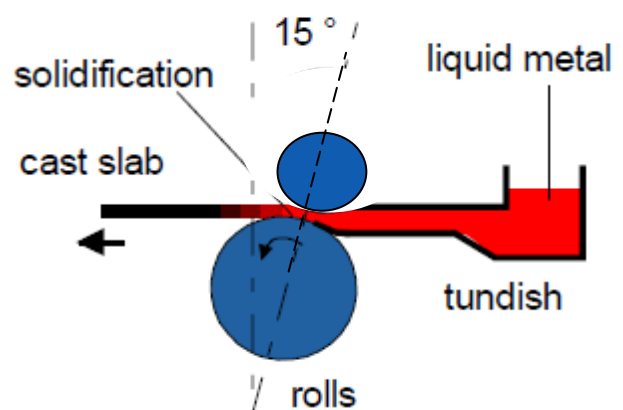
Unsur	Komposisi (% berat)
Si	0,04
Fe	0,17
Al	99,78

**Tabel 2.** Komposisi kimia *refiner* AlTiB

Unsur	Komposisi (%berat)
Ti	4,9
B	0,95
Fe	0,17
Si	0,06
V	0,09
Al	Bal.

### Proses Percobaan

Proses percobaan dilakukan dengan melebur aluminium paduan menggunakan *muffle furnace* di Puslit Metalurgi dan Material LIPI kapasitas 1-2 Kg. Setelah aluminium mencair kemudian ditambahkan penghalus butir AlTiB sebelum aluminium dituang ke dalam mesin *unequal diameter twin roll casting* (UDTRC). Aluminium cair yang telah ditambahkan penghalus butir AlTiB kemudian dituang di atas *tundish* untuk dilakukan proses pengecoran dengan menggunakan UDTRC. Prinsip dari proses pengecoran ini adalah aluminium cair dilewatkan pada dua buah rol yang berputar, kedua rol tersebut berfungsi sebagai media pendingin dan sebagai cetakan. Aluminium yang telah berubah dari fasa cair menjadi fasa padat keluar dari kedua rol tersebut dalam bentuk pelat tipis. Ilustrasi dari proses ini ditunjukkan pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Ilustrasi proses menggunakan *unequal diameter twin roll casting*

## Pengujian Pelat Hasil Pengecoran

### Uji Keras

Uji keras dilakukan dengan metode *vicker's* menggunakan alat uji *vicker's* merk *Shimazu*. Pengujian dilakukan pada 5 titik dengan pembebanan 100gf dan waktu pembebanan 3 detik. Pelat hasil proses *rapid solidification twin roll* dipotong pada posisi tengah searah rol (*rolling direction*). Sampel yang telah dipotong dimounting lalu diampelas dengan kertas ampelas 400 hingga 1000 mesh. Kemudian sampel dipoles dengan alumina dan di etsa dengan larutan *Keller's*.

### Metalografi

Persiapan sampel metalografi adalah sama dengan persiapan untuk uji keras dengan micro *Vicker's*. Struktur mikro yang diamati adalah pada bagian tengah pelat searah dengan arah pengerolan menggunakan mikroskop optik merek OLYMPUS DP12.

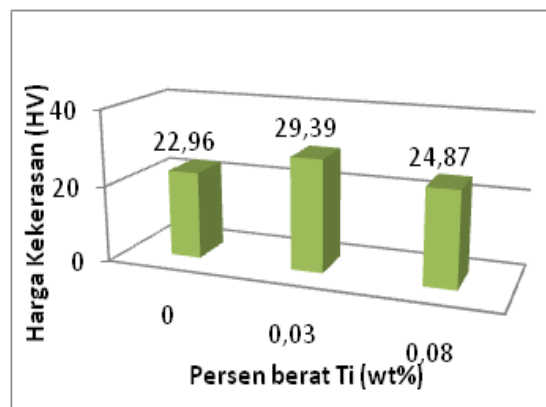
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 menunjukkan pelat aluminium hasil proses *rapid solidification*. Pelat yang dihasilkan memiliki ketebalan 2 mm dan lebar 50 mm. Pada Gambar 2 terlihat bagian tepi material sudah tampak baik, tidak ditemukan retak tepi (*edge crack*) pada pelat. Pada percobaan yang dilakukan oleh Ika Kartika material hasil proses *rapid solidification* mengalami retak pada tepi. Retak tepi dimungkinkan karena temperatur logam cair yang rendah dan kecepatan rol yang tinggi<sup>[10]</sup>. Dengan ditambahkan penghalus butir akan mengurangi kemungkinan terjadinya retak panas pada proses pengecoran<sup>[4-6]</sup>. Grafik harga kekerasan pelat aluminium hasil proses *rapid solidification* ditunjukkan pada Gambar 3.



**Gambar 2.** Pelat aluminium hasil proses *rapid solidification*

Pada Gambar 3 terlihat peningkatan harga kekerasan ketika ditambahkan penghalus butir pada pelat aluminium hasil proses *rapid solidification*. Pada penambahan 0,03% penghalus butir kekerasan meningkat dari 22,96 HV menjadi 29,39 HV. Untuk penambahan 0,08 % harga kekerasannya lebih rendah dari penambahan 0,03% penghalus butir AlTiB namun masih lebih tinggi dari harga kekerasan pelat tanpa penghalus butir. Harga kekerasan pada percobaan sebelumnya adalah berkisar 21-22 HV<sup>[11]</sup>. Hal ini dimungkinkan karena perbedaan waktu ketika ditambahkan penghalus butir sampai dengan aluminium cair dituang ke dalam tundish. Penghalus butir hanya dapat bekerja sampai 40 menit ketika ditambahkan ke dalam aluminium cair<sup>[10]</sup>.

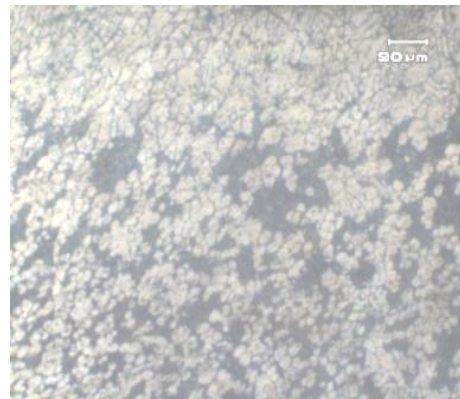


**Gambar 3.** Harga kekerasan pelat aluminium hasil proses *rapid solidification*

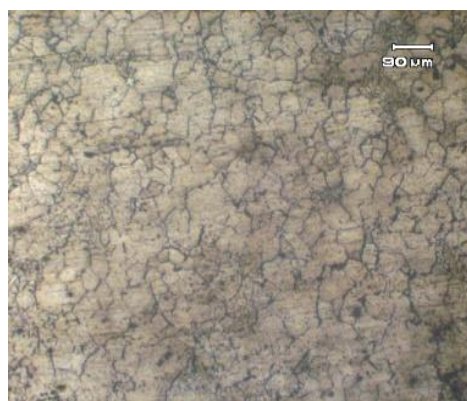
Struktur mikro pelat tipis hasil proses *rapid solidification* ditunjukkan pada Gambar 4. Struktur yang terbentuk adalah matriks  $\alpha$ -Al dengan butiran berbentuk *equiaxed*. Pada Gambar 4(a) ukuran butir rata-rata adalah berkisar 90  $\mu\text{m}$ . Dengan penambahan 0,03% AlTiB penghalus butir, besar butir pelat aluminium menjadi lebih kecil yaitu 70  $\mu\text{m}$ , dan pada penambahan AlTiB 0,08% ukuran butir menjadi 80  $\mu\text{m}$ . Seperti hasil uji keras hal ini dimungkinkan karena perbedaan waktu ketika ditambahkan penghalus butir sampai dengan aluminium cair dituang ke dalam *tundish* (*holding time*). Fenomena ini sesuai dengan penelitian MA XU Liang<sup>[12]</sup> dimana penahanan waktu (*holding time*) berpengaruh terhadap besar butir. Besar butir akan semakin halus ketika ditambahkan penghalus butir AlTiB dan ditahan dalam waktu 5, 10, 20, sampai 30 menit. Tetapi ketika ditambahkan waktunya sampai 50 menit maka butiran akan menjadi kasar. Ketika waktu tahan diperpanjang maka kinerja dari AlTiB sebagai penghalus butir akan menurun. Hal ini disebabkan karena partikel AlTiB mengalami disolusi dan agregasi<sup>[12]</sup>.



(a)



(b)



(c)

**Gambar 4.** Struktur mikro pelat hasil proses *rapid solidification* dengan penambahan penghalus butir. (a) Tanpa penghalus butir, (b) 0,03% penghalus butir, (c) 0,08 % penghalus butir. Etsa Keller's.

## KESIMPULAN

Dari penelitian penambahan penghalus butir AlTiB pada proses *rapid solidification aluminium* dapat disimpulkan penghalus butir berpengaruh terhadap besar butir aluminium. Ini dapat dilihat dari besar butir pelat aluminium yang telah ditambahkan penghalus butir 0,03 dan 0,08 %berat memiliki besar butir lebih halus yaitu 70 dan 80  $\mu\text{m}$  dibandingkan dengan pelat aluminium yang tidak ditambahkan penghalus butir yang memiliki besar butir 90  $\mu\text{m}$ . Harga kekerasan pelat aluminium juga sebanding dengan besar butirnya. Dengan penambahan 0,03 dan 0,08 %berat harga kekerasannya adalah 29,39 HV dan 24,87

HV lebih tinggi dibandingkan tanpa penghalus butir yaitu sebesar 22,96 HV. Dalam penambahan penghalus butir ada hal yang harus diperhatikan yaitu jarak waktu ketika ditambahkan penghalus butir dan ketika aluminium cair akan dicetak atau dituang dalam *tundish*. Karena ketika rentang waktu penambahan penghalus butir dan penuangan terlalu lama, pengaruh penghalus butir akan hilang.

### UCAPAN TERIMAKASIH

Kami mengucapkan terimakasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia yang telah membiayai penelitian ini melalui Program Tematik 2014. Terimakasih pula kami ucapkan kepada teknisi Lab. Metalurgi Fisik dan Manufaktur P2MM-LIPI yang telah membantu terlaksananya studi penelitian ini.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Altenpohl G Dietrich. 1999., Aluminium Technology, Applications, and Environment".Pensylvania. TMS.
- [2] T Haga, dkk. 2007., Casting of Al-Si hypereutectic aluminum alloy strip using an unequal diameter twin roll caster". *Journal of Materials Processing Technology*. : 191, 238-241.
- [3] T Haga, dkk. 2006., Aluminium alloy semisolid strip casting using an unequal diameter twin roll caster". *Journal of Achievements in material and manufacturing engineering*. : Volume 14 issue 1-2, 157-162.
- [4] Y.Zuo, dkk. 2011.,Refining grain structure and porosity of an aluminium alloy wit intensive melt shearing". *Scripta Materialia*. : 64, 209-212.
- [5] Y. Zuo, dkk. 2005., Effect of low frequency electromagnetic field on the as-cast microstructures and mechanical properties of superhigh strength aluminium alloy". *Material Science and Engineering:A*. : 408, 176-181.
- [6] Y. Zuo, dkk. 2005., Effect of low frequency electromagnetic field on casting crack during DC casting superhigh strength aluminium alloy ingots". *Material Science and Engineering:A*. : 406 (2005), 286-292.
- [7] Z Fan, dkk. 2009.,Enhanced heterogeneous nucleation in AZ91D alloy by intensive melt shearing". *Acta Materialia*. Vol.57 Issue 16, 4891-4901
- [8] Li Jian-Guo ,dkk.2006.,Performance Comparison of AlTiC and AlTiB master alloys in grain refinement of commercial and high purity aluminium". *Trans.Nonferrous Met. Soc.China* 16, 242-253.
- [9] Iwan Setyadi. 2008.,Analisis Penambahan Grain Refiner Terhadap Kualitas Produk Cor Aluminium". *Jurnal MPI*. : Vol. 2 No. 3, 284-290.
- [10] Ika Kartika dan Saefudin. 2010., Analisa Retak Pada Pelat Tipis Paduan Al-17Mg-1Si Hasil Pembekuan Cepat Dengan Twin Roll Pengecor". *Majalah Metalurgi*. : Volume 25 No 3, 155-162.
- [11] Saefudin dan Galih Senopati. 2014., Karakteristik Struktur Mikro Paduan Al-Fe-Si Pada Proses Rapid Solidification Twin Roll Menggunakan Tundish". *Prosiding Seminar Material Metalurgi 2014* : 279-283.
- [12] MA Xu-Liang, dkk. 2010., Effect of Al5Ti1B Master Alloy and Properties of AZ61 Alloy". *Trans.Nonferrous Met. Soc.China*. : 20, 397-401.





# PERGESERAN SUHU KRITIS SUPERKONDUKTOR Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O PADA MEDAN MAGNET TINGGI

Agung Imaduddin\*, Sigit Dwi Yudanto, Bintoro Siswayanti dan Hendrik

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

E-mail : \*agung@gmail.com

Masuk tanggal : 03-09-2014, revisi tanggal : 07-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-11-2014

Intisari

**PERGESERAN SUHU KRITIS SUPERKONDUKTOR Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O PADA MEDAN MAGNET TINGGI.** Pada penelitian ini dipelajari proses pembuatan pelet superkonduktor Bi-Sr-Ca-Cu-O sebagai dasar prekursor bahan pada kawat superkonduktor yang diberi doping unsur Pb untuk menggantikan Bi, dan dibuat dengan memakai metoda pencampuran basah. Sampel yang dibuat dianalisa dengan XRD (*X-ray diffractometer*), EDS (*energy dispersive spectroscopy*) dan juga hambatan jenis listrik (*resistivity*) pada suhu rendah dan pada medan magnet tinggi. Berdasarkan hasil XRD dan EDS, diketahui bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa 2212, namun terlihat juga bahwa unsur C masih banyak tersisa di dalam sampel. Dari hasil pengukuran hambatan jenis listriknya, diketahui bahwa sampel ini memiliki suhu kritis awal superkonduktor ( $T_{C\text{ onset}}$ ) sebesar 79K, dan suhu kritis akhir ( $T_{C\text{ final}}$ ) sebesar 48K. Pengukuran hambatan jenis listrik sampel terhadap suhu juga dilakukan pada medan magnet 2 dan 4 T.  $T_C$  bergeser ke suhu yang lebih rendah akibat adanya medan magnet. Pergeseran  $T_C$  juga menunjukkan bahwa sampel ini memiliki fasa 2212. Pada suhu di atas 79K terlihat sifat semikonduktor pada sampel ini, yang menunjukkan masih banyaknya unsur pengotor yang bersifat semikonduktor.

*Kata kunci: Bi-2212, Metoda padatan, Superkonduktor, BPSCCO, Hambatan jenis listrik*

Abstract

**THE SHIFT IN CRITICAL TEMPERATURE OF Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O SUPERCONDUCTORS IN HIGH MAGNETIC FIELD.** This work studied the process of making bulk Bi-Sr-Ca-Cu-O superconducting materials as the precursor material of superconducting wire, which was given Pb doping to substitute Bi. The sampel was prepared using wet mixing method. Analyzed by XRD (*X-ray diffractometer*), EDS (*energy dispersive spectroscopy*) and electrical resistivity at low temperatures and high magnetic fields. Based on the results of XRD and EDS, it is known that it formed 2212 phase, but a lot of element of C still remains in the sampel. According to the results of resistivity measurement, it shows that this sampel has initial critical temperature ( $T_{C\text{ onset}}$ ) at 79K, and final critical temperature ( $T_{C\text{ final}}$ ) at 48K. The measurements of the resistivity were also carried out on the magnetic field of 2 and 4 T.  $T_C$  shifts to lower temperatures due to the presence of a magnetic field. The shift of  $T_C$  also indicates that the sample has phase of 2212. At temperatures above 79K, visible property of semiconductor appeared, which indicates there are many impurities that are semiconductors.

*Keywords: Bi-2212, Solid state method, Superconductor, BPSCCO, The resistivity*

## PENDAHULUAN

Sejak penemuan superkonduktor tipe oksida Cu yang memiliki suhu kritis tinggi pada tahun 1986, penelitian untuk aplikasi superkonduktor menjadi semakin gencar dilakukan. Aplikasi superkonduktor suhu tinggi terutama dilakukan dalam bentuk kawat superkonduktor untuk menghasilkan medan magnet tinggi. Dalam pembuatan kawat superkonduktor perlu dilakukan pembuatan serbuk superkonduktor sebagai

prekursor bahan pada kawat superkonduktor<sup>[1]</sup>.

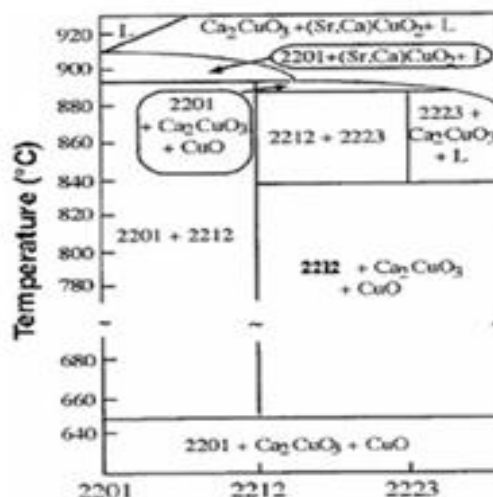
Superkonduktor merupakan bahan material yang memiliki hambatan listrik bernilai nol pada suhu dibawah suhu kritisnya, yang artinya dapat menghantarkan arus walaupun tanpa adanya sumber tegangan. Superkonduktor akan kehilangan tahanan terhadap arus listrik jika material tersebut didinginkan di

bawah temperatur tertentu disebut dengan *critical temperature* atau temperatur kritis ( $T_c$ )<sup>[1]</sup>.

Superkonduktor *BSCCO* (*bismuth - strontium - calcium - copper oxide*), memiliki 3 fasa yaitu fasa 2201, 2212, dan 2223. Suhu kritis dari fasa 2201, 2212, dan 2223 secara berturut-turut adalah 10 K, 80 K, dan 110 K<sup>[1]</sup>. Fase BSCCO-2201, 2212 maupun 2223 memiliki struktur kristal yang memiliki lapisan (*layer*) pada bidang *ab*. Elektron dari ikatan luar Cu-O mengalir pada bidang *ab* tersebut<sup>[1]</sup>.

Fasa tunggal superkonduktor fasa 2223 yang mempunyai suhu kritis sekitar 110 K merupakan fasa yang sulit dibentuk yang disebabkan range suhu pembentukan 2223 sangat pendek<sup>[2]</sup>. Hal ini dapat dilihat pada diagram fasa pada Gambar 1.

Aplikasi bahan superkonduktor dilakukan dengan membentuk bahan superkonduktor dalam bentuk kawat<sup>[4-5]</sup>. Dalam pembuatan kawat superkonduktor, penyiapan prekursor bahan superkonduktor merupakan hal yang sangat penting dilakukan. Pada penelitian ini akan dibuat *pellet* superkonduktor BSCCO dengan unsur Pb sebagai substitusi unsur Bi<sup>[6]</sup>. Pada penelitian ini akan dilakukan analisa sifat superkonduktor pada medan magnet. Sifat superkonduktor pada kawat penghasil medan magnet tinggi adalah sangat ditentukan oleh sifat penurunan suhu kritisnya. Dengan hilangnya sifat superkonduktivitas pada medan magnet akan menyebabkan berkurangnya fungsi kawat superkonduktor.



**Gambar 1.** Diagram fasa pembentukan Bi-Sr-Ca-Cu-O superkonduktor<sup>[2]</sup>

## PROSEDUR PERCOBAAN

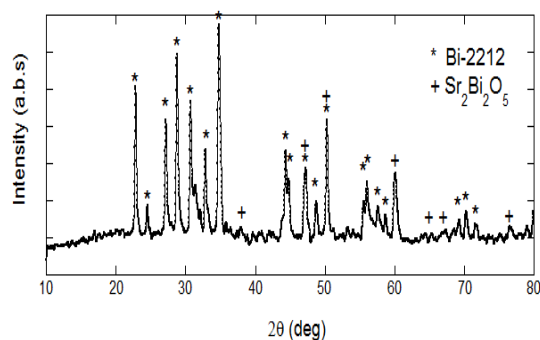
### Pembuatan Sampel Superkonduktor BPSCCO

Metoda pembuatan material superkonduktor BPSCCO ini dilakukan dengan metoda pencampuran basah. Bahan baku awal berupa serbuk Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, SrCO<sub>3</sub>, CaO dan CuO dicampur dalam ukuran stoikiometri Bi : Pb : Sr : Ca : Cu = 1,6 : 0,4 : 2 : 2 : 3<sup>[7]</sup>. Perincian metoda pembuatan sampel ini telah dilaporkan pada tulisan kami sebelumnya<sup>[8]</sup>. Setelah dilakukan pembuatan sampel material superkonduktor BPSCCO, kemudian dianalisa dengan XRD (*x-ray diffraction*) merek Rigaku, dan SEM/ EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) merek JEOL-6390A. Setelah itu sampel material superkonduktor BPSCCO dianalisa sifat superkonduktivitasnya dengan mengukur hambatan jenis listrik pada perubahan suhu dan medan magnet (merek Teslatron buatan Oxford).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

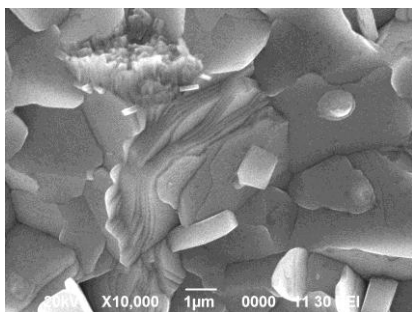
### Pengujian XRD, SEM dan EDS

Hasil analisa XRD pada superkonduktor BPSCCO dapat dilihat pada Gambar 2 di bawah ini. Tabel 1 memperlihatkan komposisi unsur yang terjadi (wilayah spot).



**Gambar 2.** Analisa XRD pada material superkonduktor BPSCCO

Dari hasil analisa XRD terlihat bahwa fasa 2212 sudah terbentuk, tidak terlihat adanya fasa 2223. Selain itu terlihat adanya fasa minor  $\text{Sr}_2\text{Bi}_2\text{O}_5$ . Puncak hasil XRD yang terlihat cukup tajam yang menunjukkan bahwa fasa 2212 terbentuk dengan baik (Gambar 2).



**Gambar 3.** Morfologi permukaan material superkonduktor BPSCCO berdasarkan analisa SEM<sup>(8)</sup>

Gambar 3 memperlihatkan morfologi permukaan material superkonduktor BPSCCO dengan analisa SEM. Dari morfologi permukaannya terlihat bahwa material superkonduktor BPSCCO masih belum terlihat struktur lapisannya secara menyeluruh, namun terlihat adanya bagian yang telah berbentuk lapisan yang

**Tabel 1.** Komposisi unsur pada sampel berdasarkan analisa EDS

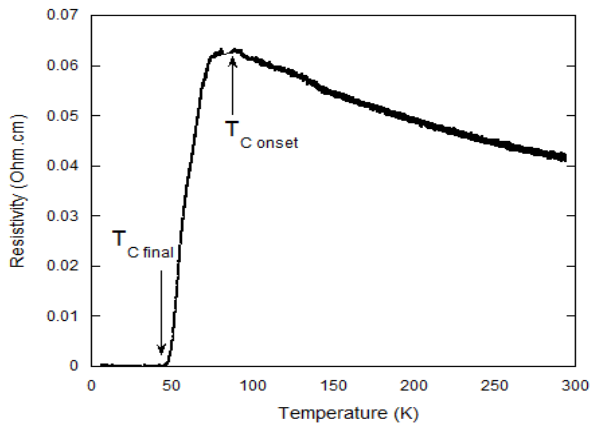
Element	Mass%	Atom%
C	0,09	19,66
O	0,09	20,47
Ca	0,09	10,45
Cu	0,32	25,51
Sr	0,16	8,84
Pb	0,24	3,26
Bi	0,25	11,81
Total	100	100

diperkirakan merupakan struktur BSCCO. Setelah itu, dilakukan analisa EDS untuk mengetahui komposisi unsur yang terjadi.

Persentase unsur Bi, Pb, Sr, Ca, dan Cu memperlihatkan komposisi yang tidak jauh berbeda dengan komposisi 2223, namun unsur C terlihat masih banyak tersisa. Unsur C tersisa cukup banyak diperkirakan akibat bahan baku dari  $\text{SrCO}_3$  yang tidak terurai menjadi SrO saat membuat material superkonduktor BPSCCO. Hal ini didukung dengan data referensi DTA yang menunjukkan bahwa bahan  $\text{SrCO}_3$  terurai menjadi SrO pada suhu sekitar  $1200^\circ\text{C}$ <sup>[3]</sup>.

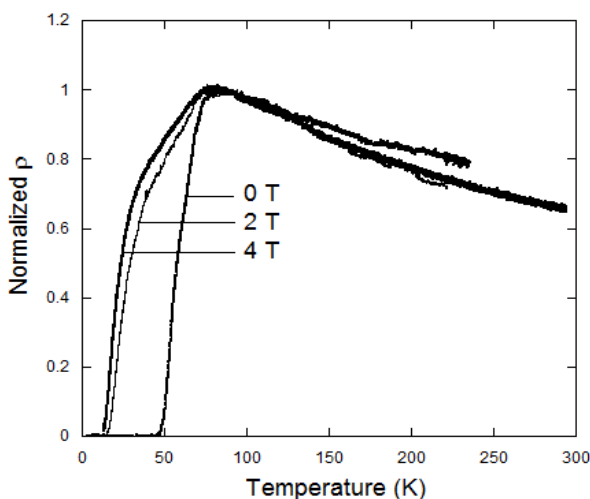
### Pengujian Resistivity

Pengujian sifat superkonduktivitas dilakukan dengan mengukur hambatan jenis listrik material superkonduktor BPSCCO memakai metoda *four point probe*. Alat Cryogenic ini memakai gas helium yang diekspan dan dimampatkan sehingga suhu gas helium turun hingga 1,5 K. Untuk menghasilkan medan magnet tinggi, dipakai kumparan kawat superkonduktor yang dapat menghasilkan medan magnet hingga 8T. Pengujian sifat superkonduktivitas dilakukan dengan mengukur hambatan listrik terhadap suhu pada material superkonduktor BPSCCO. Pengukuran hambatan listrik dilakukan dalam medan magnet 0, 2, dan 4 Tesla. Medan magnet dipakai untuk melihat sifat superkonduktor di dalam medan magnet.



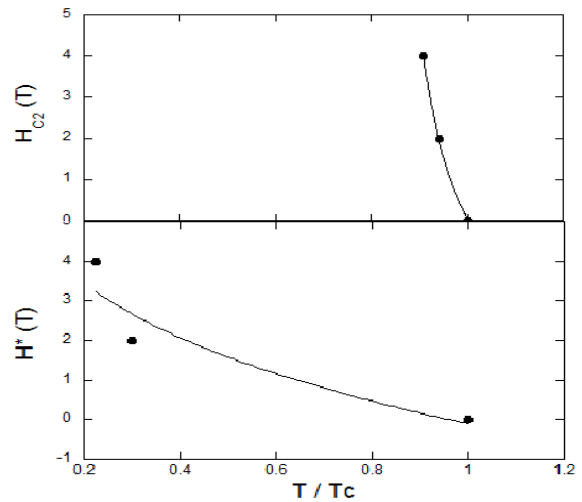
**Gambar 4.** Grafik hambatan jenis listrik terhadap suhu pada material superkonduktor BPSCCO

Pada Gambar 4 terlihat nilai hambatan jenis listrik dari material superkonduktor BPSCCO pada medan magnet nol. Terlihat  $T_C$  onset pada material superkonduktor BPSCCO terjadi sekitar suhu 79 K, dan  $T_C$  final terjadi pada suhu sekitar 48 K. Dari hasil itu diketahui bahwa material superkonduktor BPSCCO ini didominasi oleh fasa 2212<sup>[9]</sup>. Pada suhu di atas 79 K terlihat sifat hambatan jenis listrik yang berupa semikonduktor (berupa kurva eksponensial ke atas). Hal ini menunjukkan bahwa bahan superkonduktor BPSCCO masih berupa material semikonduktor.



**Gambar 5.** Hambatan jenis listrik material superkonduktor BPSCCO pada medan magnet 0, 2 dan 4 Tesla

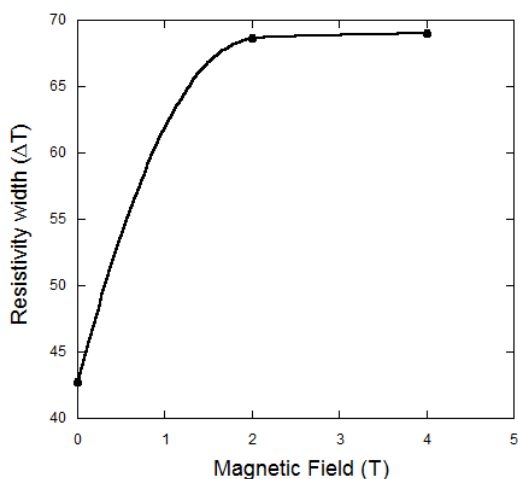
Gambar 5 menunjukkan normalisasi hasil pengukuran hambatan jenis listrik pada medan magnet 0, 2 dan 4 T pada material superkonduktor BPSCCO. Pada grafik dilakukan normalisasi nilai  $\rho$  yang dihitung dari  $\rho / \rho(79 \text{ K})$ . Akibat adanya medan magnet, baik  $T_C$  onset (titik awal terjadinya superkonduktor) maupun  $T_C$  final (Titik dimana hambatan jenis listrik mulai menjadi nol) menunjukkan pergeseran ke kanan. Pada  $T_C$  onset pergeserannya terlihat lebih kecil dibandingkan pergeseran  $T_C$  final.



**Gambar 6.** Pergeseran nilai  $T_C$  akibat medan magnet luar pada material superkonduktor BPSCCO

Gambar 6 menunjukkan plot nilai  $T_C$  onset dan  $T_C$  final akibat adanya medan magnet yang terjadi. Garis kurva hanya merupakan penuntun gambaran perubahan pada titik-titik pengukuran. Grafik dibagian atas menunjukkan pergeseran  $T_C$  onset, sedangkan grafik bagian bawah menunjukkan pergeseran  $T_C$  final. Dibandingkan  $T_C$  final,  $T_C$  onset tidak menunjukkan pergerakan yang berarti, namun dari grafik bawah (pergeseran  $T_C$  final) terlihat nilai  $T/T_C$  pada 2 dan 4 T masing-masing sekitar 0,3 dan 0,22 yang menunjukkan fasa 2212. Untuk fasa 2223, nilai  $T/T_C$  pada 2 dan 4T masing-masing sekitar 0,4 dan 0,35 (Gambar 6). Hal ini juga menunjukkan bahwa material superkonduktor BPSCCO ini memang didominasi oleh fasa 2212<sup>[10]</sup>.

Akibat penambahan medan magnet, terlihat  $T_{C\text{ onset}}$  tidak mengalami pergeseran (pada 4 Tesla sekitar 10 %) dibandingkan  $T_{C\text{ final}}$  (pada 4 Tesla sekitar 80 %). Hal ini memperlihatkan bahwa medan magnet luar mempengaruhi hambatan listrik saat kondisi material telah menjadi superkonduktor.



**Gambar 7.** Plot jarak antara  $T_{C\text{ onset}}$  dan  $T_{C\text{ final}}$  akibat adanya medan magnet pada material superkonduktor BPSCCO

Gambar 7 menunjukkan pergeseran lebar antara nilai  $T_{C\text{ final}}$  dan  $T_{C\text{ onset}}$ , atau  $\Delta T$ . Pada medan magnet 0 s/d 2 T pergeserannya terlihat besar, namun setelah di atas 2T, pergeseran  $\Delta T$ -nya semakin kecil. Hal ini menunjukkan pergeseran terjadi perubahan yang besar pada hambatan listriknya pada 2 T. Dan setelah di atas 2T, perubahan nilai hambatan jenis listriknya semakin berkurang.

## KESIMPULAN

Dari hasil pembuatan bahan superkonduktor dan analisa yang telah dilakukan maka dapat diperoleh kesimpulan bahwa dari hasil analisa XRD menunjukkan sintesa yang terbentuk adalah 2212, selain itu juga terdapat pengotor lain yakni  $\text{Sr}_2\text{Bi}_2\text{O}_5$ . Berdasarkan analisa EDS, unsur karbon masih banyak tersisa, hal ini diperkirakan dari bahan  $\text{SrCO}_3$  yang tidak terurai sempurna

menjadi SrO saat dikalsinasi<sup>[3]</sup>. Berdasarkan pengujian hambatan jenis listrik pada sampel, diketahui bahwa sampel menunjukkan sifat semikonduktor pada suhu 79 K ke atas, namun di bawah 79 K, sampel ini menunjukkan sifat superkonduktor dan mencapai hambatan jenis listrik nol pada suhu di bawah 48K. Dengan adanya medan magnet,  $T_C$  bergeser ke suhu yang lebih rendah. Pergeseran suhu  $T_C$  tersebut terhadap medan magnet bersifat kurva eksponensial. Pada medan magnet 2T dan 4T, terjadi pergeseran  $T_C$  sebesar masing-masing 70% dan 80%. Dan dari pergeseran  $T_C$  tersebut juga terlihat bahwa material superkonduktor BPSCCO ini memiliki fasa 2212.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Maeda, Hiroshi., Kazumasa Togano.1996.,,Discovery and Progress in Bi-Based Oxide High-Tc Superconductors". *Series: Applied Physics*;6.
- [2] Nilson, Andreas., Dipl-Ing.2009.,,BSCCO superconductors processed by the glass-ceramic route. Dissertation". Fakultas Teknik Mesin dari Technical University of Dresden Jerman.
- [3] Agung Imaduddin.2001.,,The Growth of  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$  Single Crystal and Its Physical properties". Doctoral Thesis, Iwate University.
- [4] Hirose, Masayuki., Yuichi Yamada, Takato Masuda, Ken-ichi Sato and Ryosuke Hata.2006.,,Study on Commercialization of High-Temperature Superconductor". *SEI Technical Review*, Number 62, 15-23
- [5] Kikuchi, Masashi., Naoki Ayai, Tomonobu Ishida, Kazuaki Tatamidani, Kazuhiko Hayashi, Shinichi Kobayashi, Eisaku Ueno, Kouhei Yamazaki, Satoru Yamade, Hideo Takaaze, Jun Fujikami and Ken-ichi Sato.2008.,,Development of New Types of BI-BSCCO Wire".

- SEI Technical Review*, Number 66, 73-80.
- [6] Frutha, V., M. Popab, A. Ianculescuc, M. Stird, S. Predaa, G. Aldica. 2004., "High-Tc phase obtained in the Pb/Sb doped Bi-Sr-Ca-Cu-O system". *Journal of the European Ceramic Society*, 24, 1827-1830.
- [7] Hatano, T., K. Aota, H. Hattorit, S. Ikeda, K. Nakamura and K. Ogawa. 1990., "Growth mechanism of high Tc phase in leaded Bi-Sr-Ca-Cu- O system". *Cryogenics Vol 30*, 611-613.
- [8] Siswayanti, Bintoro., Sigit Dwi Yudanto, Agung Imaduddin, Lusiana, Pius Sebleku. 2014., "Sintesis material Nanokristalin BPSCCO melalui metode pencampuran basah". *Prosiding Seminar Material Metalurgi 2014*, ISSN 2085-0492.
- [9] Yurchenko, I.A., A.F. Alekseev, D.O. Yurchenko, P.Badica, T.Y. Gridasova, V.V. Morozov, I. A.V. Nemirovsky, V.F. Peklun. 2003., "Intensification of synthesis and examination of technological parameters influence on the properties and structure of Bi-(Pb)-Sr-Cu-Ca-O ceramics". *Physica C* 384, 111-124.
- [10] Kaushik, S. D., and S. Patnaik. 2007., "Intergrain connectivity and resistive broadening in vortex state: a comparison between  $MgB_2$ ,  $NbSe_2$  and  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$  superconductors". *Applied Superconductivity, IEEE Transactions*:17, Issue: 2, 3016 - 3019.

# STRESS-CORROSION CRACKING IN A NICKEL-BASE ALLOY PRE-HEATER EXPANSION BELLOWS

**D. N. Adnyana**

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology  
The National Institute of Science and Technology (ISTN)  
Jl. MohKahfi II, Jagakarsa, Jakarta Selatan 12640  
E-mail: adnyanadn@yahoo.com

Masuk tanggal : 13-09-2014, revisi tanggal : 07-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-11-2014

## Intisari

**KOROSI RETAK TEGANG PADA PADUAN BERBASIS NIKEL BELLOWS EKSPANSI ALAT PEMANAS MULA.** Makalah ini menyajikan hasil analisa kerusakan pada sebuah bellows ekspansi yang pecah yang terpasang pada sebuah alat pemanas mula (alat penukar kalor). Bellows tersebut merupakan jenis bellows dengan lapisan pelat bergelombang tunggal, terdiri dari lima lilitan konvolut dan terbuat dari paduan nikel dengan spesifikasi Inconel 625. Fluida yang dialirkan di dalam alat pemanas mula pada sisi tabung atau bejana adalah uap pada suhu operasi 265 °C dan tekanan 51,0 kg/cm<sup>2</sup>g. Bellows tersebut dilaporkan pecah pada suatu kecelakaan/insiden yang terjadi setelah alat pemanas mula tersebut dioperasikan selama lebih dari lima tahun. Sejumlah benda uji disiapkan dari bellows yang pecah tersebut untuk pengujian laboratorium seperti uji makroskopik, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan, dan pengujian SEM (scanning electron microscopy) yang dilengkapi dengan analisa EDS (energy dispersive spectroscopy). Hasil analisa kerusakan yang diperoleh menunjukkan bahwa bellows ekspansi yang pecah tersebut utamanya telah mengalami retak korosi tegangan (RKT) yang disebabkan oleh efek simultan antara tegangan tarik dan unsure korosif yaitu sodium (Na) yang merupakan agen korosi kostik utama. RKT yang terjadi umumnya terkonsentrasi pada sisi atas konvolut bellows, diawali dari dinding bagian dalam lengkungan konvolut bagian luar, dan selanjutnya merambat ke arah luar dengan pola retak antar butir yang bercabang secara luas melalui batas butir austenit material bellows. Tingkat dan kondisi retak yang terjadi sangat dipengaruhi oleh tingkat tegangan lentur tarik yang terbentuk pada lengkungan konvolut, dan karenanya kebanyakan retak utama ditemukan terjadi pada bagian paling atas lengkungan konvolut, dimana daerah tersebut mengalami tegangan tarik maksimum atau tertinggi. Pada daerah dengan tegangan tarik yang lebih rendah atau tanpa tegangan tarik, pola kerusakan yang terjadi kemudian berubah menjadi pola korosi antar butiran.

**Kata kunci :** Bellows ekspansi, Alat pemanas mula, Retak korosi tegangan (RKT), Inconel 625

## Abstract

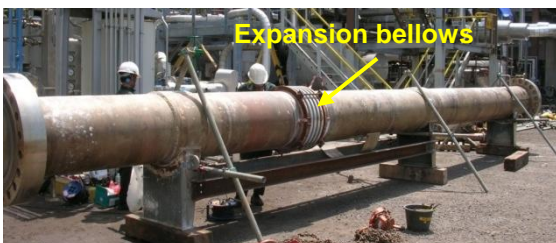
**STRESS-CORROSION CRACKING IN A NICKEL-BASE ALLOY PRE-HEATER EXPANSION BELLOWS.** This paper presents the results obtained from the failure analysis performed on a ruptured expansion bellows of a pre-heater. This bellows is a typical of single ply corrugated bellows consisting of five bellows convolutions and was made of Inconel 625, a standard specification for Ni-base alloy. The fluid circulated within the pre-heater on shell side was steam at the operating temperature and pressure of 265°C and 51.0 kg/cm<sup>2</sup>g, respectively. The bellows was reportedly ruptured during an accident occurred after the pre-heater had been in service for more than five years. A number of specimens were prepared from the ruptured bellows for laboratory examinations including macroscopic examination, chemical analysis, metallographic examination, hardness test, and SEM (scanning electron microscopy) examination equipped with EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis. Results of the failure analysis obtained showed that the ruptured expansion bellows had experienced predominantly to stress corrosion cracking (SCC) caused by the simultaneous presence of tensile stress and a corrosive agent in which sodium (Na) was found being the major caustic corroding agent. Most of the SCC occurred were concentrated on the upper or top side of the bellows convolutions and initiated from the inner wall of the outer bend convolutions and subsequently propagated outward in intergranular manner with extensive branching through the austenitic grain boundaries of the bellows material. The severity of cracking was very much affected by the level of tensile bending stresses present on the bend convolutions, and therefore most of the main crack rupture was found to take place at the peak bend convolutions where the tensile stress

was maximum or highest. In some area having less or no tensile stress, the damage pattern was predominantly altered into the intergranular corrosion.

*Keywords: Expansion bellows, Pre-heater, Stress-corrosion cracking (SCC), Inconel 625*

## INTRODUCTION

An expansion joint bellows of a pre-heater having similar construction with that shown in Fig.1 was found ruptured after the pre-heater had been in service for more than five years. The pre-heater is a typical shell and tube heat-exchanger with a cross/counter flow arrangement and was used to transfer heat from steam on the shell side to slurry in the tube side. The operating parameters of the pre-heater were as follows: operating pressure in the shell side:  $51.0 \text{ kg/cm}^2 \text{g}$  while in the tube side:  $124.0 \text{ kg/cm}^2 \text{g}$ , operating temperature in the shell side:  $265 \text{ }^\circ\text{C}$ , and the operating temperature in the tube side:  $246.4 \text{ }^\circ\text{C}$  (inlet) and  $255.7 \text{ }^\circ\text{C}$  (outlet). The pre-heater tube material is made of duplex stainless steel type 2205 (UNS S31803) [1]. The ruptured bellows which is shown in Fig.2 is a typical of single ply corrugated bellows consisting of five bellows convolutions and equipped with four reinforced rings, two end reinforced rings, two reinforced ribs and an external cover. The bellows is designed to be subjected only to axial deflection and could be either extension or compression depending on the differential expansion of pre-heater shell and tubes. The bellows material is made of Inconel 625, a standard specification for nickel-base alloy. In addition, the ruptured bellows is typical of thin wall multi-convolution bellows, having only 2.20-2.50 mm in thickness.



**Figure1.** Photograph of a pre-heater equipped with an expansion bellows



**Figure 2.** The ruptured expansion bellows showing four of its five bellows convolutions that were severely damaged due to cracking. Most of the cracks rupture occurred on the upper side or top side of the bellows convolutions

This type of bellows is likely made by applying mandrel, roll forming or hydraulic pressure internally to a tube, forming the convolutions within the corresponding dies. This forming process is usually performed at room temperature and therefore the bellows material experiencing a work hardening and hence its tensile strength, yield strength or its hardness value could increase significantly [2]. In forming high yield strength materials such as nickel-base alloy, an inter-stage anneal may be required. However, annealing is not recommended after forming except in special cases [3-4]. In radial outward forming a small thinning occurs but this is compensated by an increase in yield strength due to cold work (strain hardening). When the bellows are subsequently annealed, the increase in yield is eliminated. Generally speaking that higher yield strength is required to increase fatigue life of the bellows. The argument for annealing usually revolves about stress-corrosion cracking (SCC). However, tests have shown that the threshold of stress required for stress corrosion is very low and the normal pressure stress in an annealed bellows exceeds this level [3-4]. In



addition, the work hardening of austenitic stainless steel induced during forming of convolutions generally improves the fatigue life of an expansion joint, often to a marked degree, thus it is not normally considered beneficial to either stress relieve or anneal after forming [5-6].

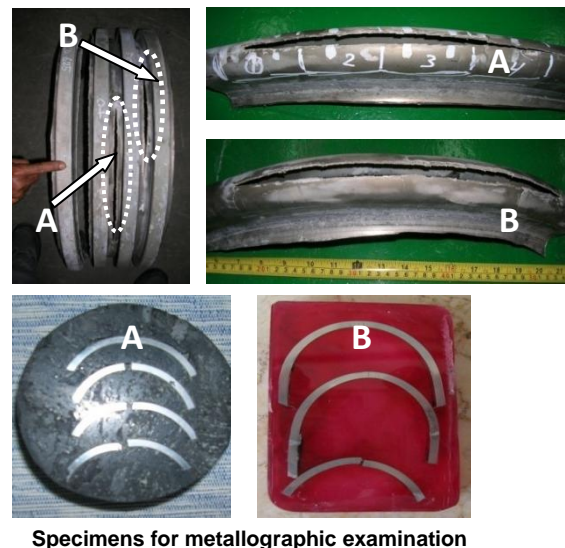
The purpose of this failure analysis has been to verify the material properties and to determine whether the material used for the expansion bellows met the specification or suitable for its operating condition, and to establish the type, cause and mode of failure of the ruptured bellows of the pre-heater, and based on the determination, some corrective or remedial action may be initiated that will prevent similar failure in the future.

## METALLURGICAL INVESTIGATION

In this failure analysis, the ruptured bellows shown in Fig.2 was dismantled from the pre-heater shell and used for laboratory examination. Two ruptured bellows convolutions (A and B) as indicated in Fig.3 were further cut away for samples preparation.

A number of laboratory examinations were then performed on the prepared samples. Macroscopic examination on fracture surfaces of the ruptured bellows convolutions was performed using a stereo microscope at various magnifications, whereas chemical analysis on the ruptured bellows material was carried out using an optical emission spectrometer. The purpose of this chemical analysis performed was to determine whether the material used for the ruptured expansion bellows met the specification or suitable for its operating condition. Specimens for metallographic examination were sectioned from the ruptured bellows convolutions at different locations and subsequently mounted using epoxy and prepared by grinding, polishing and etching, see Fig.3. The photomicrographs were obtained using an optical light

microscope at various magnifications. A hardness survey was also carried out on the same samples for the metallographic examination using Vickers hardness method at a load of 5 kg (HV5). Furthermore, examination on some fracture surfaces of the ruptured bellows convolutions was also performed using a scanning electron microscope (SEM) to determine the fracture topography and nature of the failure. This SEM examination was equipped with an EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis to detect the presence of any viable defect or corrosion by-product.



**Figure 3.** Two ruptured bellows convolutions (A and B) as indicated were cut away for samples preparation, and the as polished and etched specimens obtained are seen on the right hand side.

## RESULTS AND DISCUSSION

### Visual and Macroscopic Examination

From Figs.2 and 3, it can also be seen that four of five bellows convolutions were apparently ruptured or burst. From the four ruptured bellows convolutions, one bellows convolution as indicated in Figs. 2 and 3 is seen to have been experiencing severity of cracking as the fracture area or crack length had reached about fifty percent of the bellows circumference. By considering the difference in fracture area

or crack length of the four bellows convolutions, most likely the rupture occurred on the bellows was not at once (or at one event), but in four consecutive sequences within seconds starting from one bellows convolution, and then followed by the second and third bellows convolutions, and finally the fourth bellows convolution. Most of the crack rupture was found to form on the outer bend or radial outward convolutions, and none was found to form on the inner bend or radial inward convolutions (see also Fig.4). This may be caused by the difference in stress conditions in both side, the outer bend convolution was subjected to tensile bending stress, while the inner bend convolution was subjected to compressive bending stress. In addition, most of the crack rupture took place on the upper or top side section of the bellows convolutions. No any cracking was found in the lower or bottom side section of the bellows convolutions.

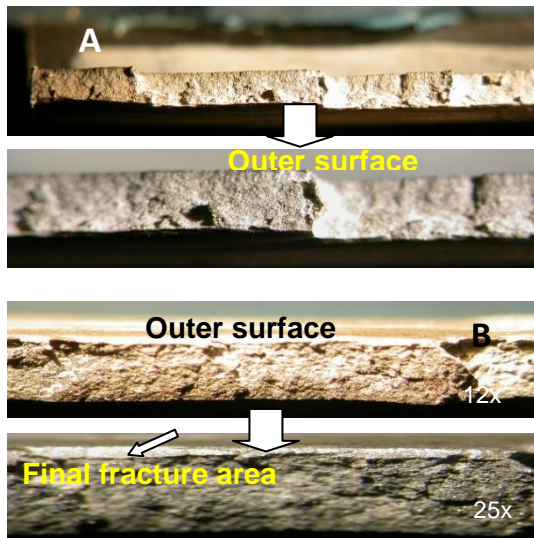
As seen in Figs.3 and 4, most of the fracture surfaces of the ruptured bellows convolutions exhibit stepwise cracking path with little or no ductility. This indicates that most of the cracks occurred on the ruptured bellows convolutions had propagated in brittle manner. In addition, the fracture surfaces shown in Fig.4 generally reveal brittle pattern with flat facets and form stepwise or jump cracking path as indication of crack propagation. It is also clearly seen that most of the cracks were originated from small pits formed on the inner surface or inner wall of the bellows convolution and propagated outward in a brittle manner. This was indicated by formation of several or multiple parallel shallow cracks with some branching. Shortly after the crack reached the outer edge or outer surface of the outer bend bellows convolution, a fast crack grew rapidly through the remaining section. The rough surface left by the fast crack near the outer surface of the bellows convolution is final fracture overload which appears in ductile manner. It can

also be seen from the fracture surfaces shown in Fig.4 that the final ductile fracture overload is much smaller than the brittle crack propagation zone. This may indicate that the fracture pattern of the ruptured bellows convolution was produced by a low nominal stress, probably much below the yield strength of the bellows material <sup>[3-4]</sup>. In addition, most of the fracture surfaces shown in Fig.4 are rough in appearance and may be containing with some corrosion product or deposits as the fracture surfaces were discolored due to reaction with the environment such as steam containing some corrosive agent <sup>[5]</sup>.

### Chemical Analysis

Results of the chemical analysis obtained from the material used for the ruptured expansion bellows in comparison with the standard material are presented in Table 1.

It can be seen that most of the elements content of the ruptured expansion bellows approximately met to the material specification of Inconel 625 or Alloy 625, except the Cr content which is relatively low in comparison with the standard material of Inconel 625<sup>[1]</sup>. It was not clearly known what impact could be caused by this low chromium content, but in general the nickel-base alloys containing high chromium would be required in order to increase their resistance to corrosion.



**Figure 4.** View of some fracture surfaces of the ruptured bellows convolutions A and B at their outer bend convolutions

Due to its low Cr content, the ruptured bellows material which was initially designed to use Inconel 625 may have reduced its corrosion resistance. Inconel 625 or Alloy 625 is a nickel-chromium-molybdenum alloy with an addition of niobium that acts with the molybdenum to stiffen the alloy's matrix and thereby provide high strength without a strengthening heat treatment. The alloy resists a wide range of severely corrosion environments and is especially resistant to pitting and crevice corrosion <sup>[1]</sup>.

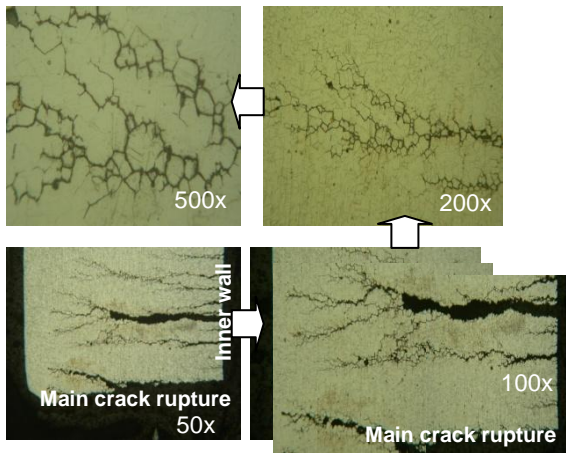
### Metallographic Examination and Analysis

Microstructures obtained from all samples of the ruptured bellows convolution A are very much similar one to the other. Some microstructures obtained from location at right hand side section around the main crack rupture are presented in Fig.5. Most of the microstructures obtained obviously exhibit multiple parallel cracks that were most likely originated from some small pits formed on the internal surface of the outer bend convolution and subsequently propagated to form extensive branching in intergranular manner through the austenitic

**Table 1.** Results of chemical analysis of the ruptured bellows material of the pre-heater in comparison with the standard material

Element	Composition, wt - %			
	Ruptured Expansion Bellows	Standard Material <sup>(1)</sup>		
		Inconel 625	Inconel 600	Alloy 625
Ni	67.900	61.0	76.0	58.0 min
Cr	15.500	21.5	15.5	20.0 – 23.0
Mo	8.210	9.0	-	8.0 – 10.0
Nb	3.200	3.6	-	3.15 – 4.15
Al	0.180	0.2	-	0.40 max
Ti	0.215	0.2	-	0.40 max
Fe	4.230	2.5	8.0	5.0 max
Mn	0.120	0.2	0.5	0.50 max
Si	0.050	0.2	0.2	0.50 max
C	< 0.002	0.05	0.08	0.10 max
S	< 0.004	-	-	-
Co	0.083	-	-	1.0 max
V	0.100	-	-	-
W	0.042	-	-	-
Zr	0.020	-	-	-
Ta	< 0.050	-	-	-
Hf	< 0.020	-	-	-
Cu	0.046	-	-	-
Mg	0.005	-	-	-

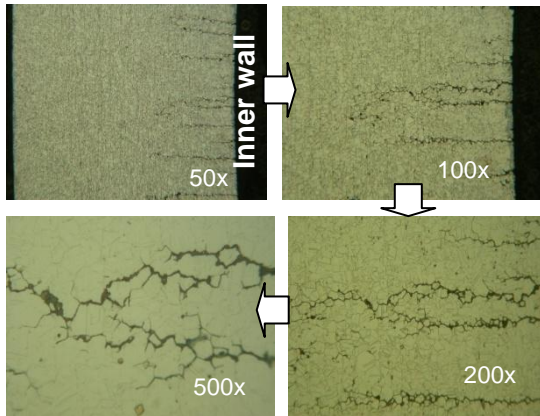
grain boundaries of the bellows material, typical of a stress-corrosion cracking (SCC)<sup>[5]</sup>. Similar microstructures shown in Fig.5 were also obtained from the other sample located at right hand section at some distance away from the main crack rupture, see Fig.6. However, the cracks that were formed at some distance away from the main crack rupture appear to be less extensive as the tensile bending stress in this area was probably lower than the bending stress formed around the main crack rupture area.



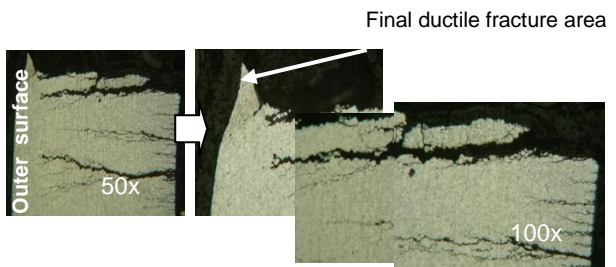
**Figure 5.** Microstructures obtained from some location of the ruptured bellows convolution A at right hand side section around the main crack rupture

Microstructures obtained from some sample located at left hand side section of the main crack rupture were also very much similar to those obtained from the right hand side section of the main crack rupture of the bellows. Most of the cracks formed around the main crack rupture were generally more extensive in comparison with the crack formed at some distance away from the main crack rupture area. The difference in crack severity as described above may be associated with the difference in stress level occurred on both area. Area subjected to a higher tensile stress level generally experienced more extensive crack compared to that area of lower tensile stress level. As also seen in Fig.7, a small portion at the final fracture area of the bellows convolution exhibits some plastically deformed microstructures with ductile appearance, although at most part of the fracture surface appeared brittle. This indicates that the SCC in bellows convolutions had propagated in brittle manner under a low nominal stress, while the final fracture area exhibits some ductile fracture overload. This may also indicate that the threshold stress for this SCC to occur was relatively low. This threshold stress is generally a function of temperature, the composition and metallurgical structure of the alloy, and the composition of the environment.

In some tests, cracking could occur at an applied stress as low as approximately 10% of the yield strength; for other metal-environment combinations, threshold stress is approximately 70% of yield strength [3-4,6].



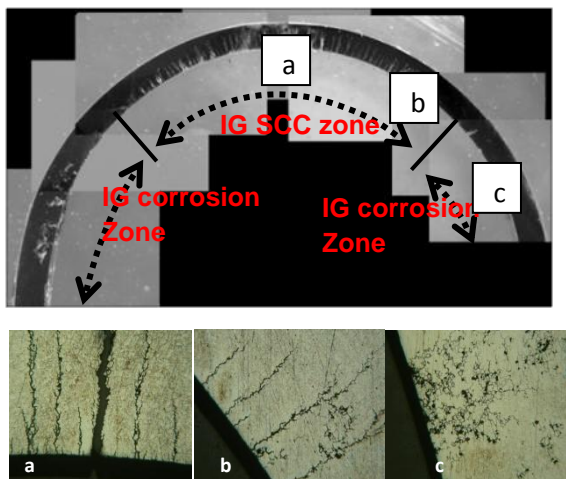
**Figure 6.** Microstructures obtained from some location of the ruptured bellows convolution A at right hand side section at some distance away from the main crack rupture area



**Figure 7.** Microstructures obtained from some location of the ruptured bellows convolution A at left hand side section around the main crack rupture area, showing some small portion of the final ductile fracture overload

In order to obtain some further confirmation on the failure type and mode that may have occurred on the ruptured bellows, other metallographic examination was also performed on some sample of the ruptured bellows convolution B and the results obtained are presented in Fig.8. Macrostructures shown in Fig.8 also clearly exhibit multiple parallel cracks propagated in intergranular manner with extensive branching especially in area of bellows convolutions that were subjected to high tensile bending stresses. On the other hand, in area of bellows convolution having less or no tensile bending stresses, formation of cracks became less significant

and the damage appeared to be predominant intergranular corrosion. The corresponding microstructures shown in Fig.8 confirm that area having higher tensile bending stresses generally exhibited an intergranular stress-corrosion cracking (IG SCC) pattern with more extensive crack branching, while area having less or lower tensile bending stresses generally exhibited a predominant intergranular corrosion (IG corrosion). The formation of these IG SCC and/or IG corrosion indicates that the ruptured bellows material which was made of Inconel 625 had been experiencing sensitization due probably to some carbides or second phase precipitation in the austenitic grain boundaries<sup>[6]</sup>. The lower Cr content found in the bellows material shown in Table 1 may have also to some extent contributed to the lowering of the corrosion resistance of the bellows material.



**Figure 8.** Macrostructures obtained from some specimen of the ruptured bellows convolution B and the corresponding microstructures at different test locations as indicated

### Hardness Test and Analysis

A hardness survey was carried out on all specimens of the ruptured bellows convolutions A and B using Vickers hardness method at a load of 5kg (HV5). The average hardness values obtained from all specimens are in the range of 324.0 to 337.2 HV or equivalent to 307.0 to 320.0 HB, or 32.5 to 34.0 HRC. According to the

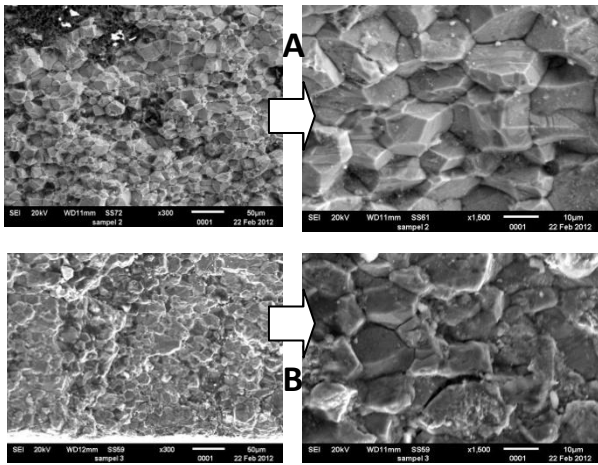
standard material of Inconel 625 in the form of annealed sheet or strip, its average hardness values are in the range of 145 - 240 HB (or 77-100 HRB), where 100 HRB  $\approx$  22.7HRC<sup>[7]</sup>. From the above comparison, it can be seen that most of the hardness values obtained from the ruptured bellows material in average are much higher than the hardness value of the standard Inconel 625 in the form of annealed sheet or strip. This indicates that the high hardness values obtained from the ruptured bellows convolutions were most likely associated with the strain hardening occurred during the forming process of the bellows at room temperature in which no any subsequent annealing process was likely performed. This strain hardening due to cold work is generally required in compensating of thinning occurred on the bellows convolutions in order to improve its fatigue life, but the resulting high hardness value may have contributed to the increased tensile residual stress and hence could promote the bellows material susceptible to SCC<sup>[2-4]</sup>.

### SEM Fractography and EDS Analysis

The SEM photofractographs obtained from fracture surfaces of the ruptured bellows convolutions A and B are presented in Fig.9. Most of the intergranular stress-corrosion cracking (IG SCC) of the ruptured bellows material have the classic rock candy appearance, typical of brittle fracture pattern. These SEM photo fractographs further confirm that the ruptured bellows material was most likely subjected to embrittlement during operation caused by grain boundary separation.

The deposits that may have been present at the fracture surfaces of the ruptured bellows convolutions were analyzed using the EDS technique, and the results obtained are presented in Fig.10. The deposits contained major elements of Ni, Cr, Fe, Mo, C and O, plus minor elements of Al, Ti, Mn and Si. In addition,

the deposits also contained some trace elements of Na, Cl and K.



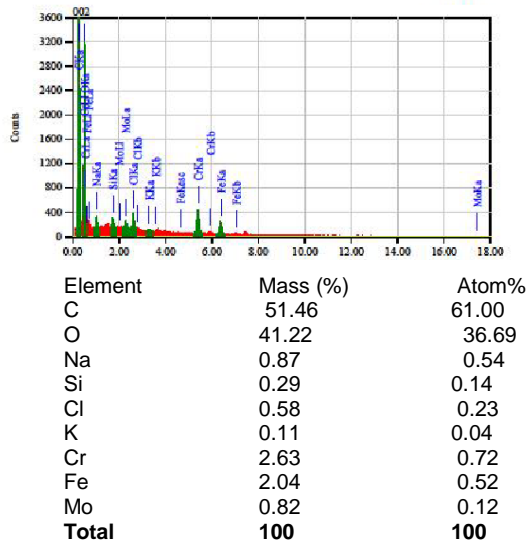
**Figure 9.** SEM photofractographs obtained from the fracture surfaces of the ruptured bellows convolutions A and B

From the results of EDS analysis obtained, it can be said that Ni, Cr, Fe, Mo, Si, Al, Ti and Mn are the base metal constituents of Inconel 625. The other deposit constituents such as Na, Cl and K may have entered into the pre-heater as trace elements in the shell side steam due to accidental carry-over of dissolved solids, or being trapped in the bellows convolutions after the pre-heater had been periodically cleaned by chemical solution containing such trace elements. Due to its disadvantage in shape and geometry of the bend curvature of bellows convolutions, a lot of fluid was probably allowed being trapped in the corrugations and therefore such trace elements could become concentrated in some particular area especially in the upper or top side of the bellows convolutions where alternating wet and dry conditions were probably present. Other possible source of the trace element present may have been likely coming from the use of any contaminated water during the hydrostatic testing [8]. From the EDS results shown in Fig.10, most likely sodium (Na) was the predominant trace element that may have caused the expansion bellows of the pre-heater susceptible to a caustic induced

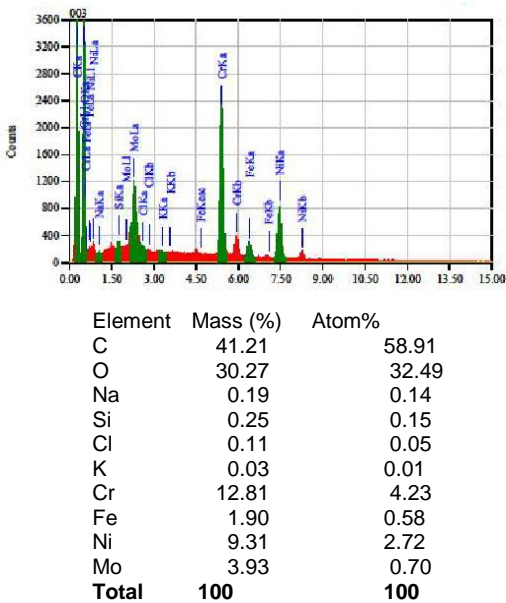
stress-corrosion cracking (SCC). The presence of Na that was responsible for SCC may have not been in large quantity or in high concentration<sup>[5,9]</sup>. The operating temperature of steam used (265 °C) in the pre-heater may have further activated the process essential to SCC. In addition, other traces of element such as Cl and K, although their presence were considered not significant, but to a limited extent they may have also contributed to the failure of the bellows convolutions. Chloride (Cl) may have influenced to the formation of corrosion pits at the sites where the SCC may have been originated, whereas potassium (K) may have participated to further increase in the caustic concentration<sup>[5]</sup>.

From the previous results obtained, it was also found that SCC was not always initiated from the corrosion pits due to the presence of chloride (Cl), but some were initiated even on smooth surface of the bellows convolution. This indicated that the environment was sufficiently corrosive and high tensile stresses were present. Moreover, the crack propagation rates may have increased dramatically as the bellows material may have been experiencing sensitization due to formation of carbides or second phase precipitation at the austenitic grain boundaries that caused the bellows material susceptible to intergranular attack<sup>[5-6]</sup>. This condition could significantly lower the grain boundary strength and the bellows material was prone to embrittlement due to grain boundary separation, especially in the presence of sodium (Na) or caustic solution in the steam of 265 °C temperature. Due to this caustic embrittlement, the threshold of stress for intergranular SCC to occur was most likely much below the yield strength of the bellows material<sup>[3-4,6]</sup>. This was supported by the fact that the remaining section of ductile final fracture area of the bellows convolution was very much smaller than the brittle crack propagation area. Other contributing factor that may also have

caused the bellows material susceptible to SCC or embrittlement was likely due to high hardness of the bellows material.



(a)



(b)

**Figures 10 (a) and (b).** EDS spectrum of elements obtained from the fracture surface deposits of the ruptured bellows convolutions A and B (continued)

## CONCLUSIONS

From the results of failure analysis obtained, a number of conclusions can be drawn as follows:

1. The material used for the ruptured expansion bellows of the pre-heater was found not completely met to the material specification of Inconel 625, although most of its alloying elements approximately close to the material specification, but the chromium content was found relatively lower compared to the standard material of Inconel 625 or Alloy 625. In addition, hardness value of the bellows material was found quite high (32.5 - 34.0 HRC), and this might be influenced by strain hardening induced during the forming of bellows convolutions with no any subsequent annealing was probably performed. This high hardness may have increased the presence of tensile residual stress which could promote the bellows material susceptible to stress corrosion cracking (SCC).
2. According to the fracture topography and mode of failure, the ruptured expansion bellows of the pre-heater had experienced predominantly to stress-corrosion cracking (SCC) caused by the simultaneous presence of tensile stresses and a corrosive agent in which sodium was found being the major caustic corroding agent. Most of the SCC occurred were initiated from the inner wall of the outer bend or radial outward convolutions and subsequently propagated outward in intergranular manner with extensive branching through the austenitic grain boundaries of the bellows material. The severity of cracking was very much affected by the level of tensile bending stress present on the bend convolutions, and therefore most of the main crack rupture was found to take place at the peak bend convolutions where the tensile stress was maximum or highest. In some area having less or no tensile stress, the damage pattern was predominantly altered into the intergranular corrosion.

3. Susceptibility to caustic embrittlement in caustic solutions is a function of caustic strength, metal temperatures, stress levels and metal microstructures, and all of these factors were likely in favor to the acceleration of SCC failure for the bellows during its operation.
4. In addition to sodium (Na) as a major trace element, other trace elements Cl and K in relatively lower amount were also identified at the fracture surface deposits of the ruptured bellows convolutions. Both sodium (Na) and potassium (K) were likely responsible in increasing caustic concentration, while chloride (Cl) was likely the cause for formation of some corrosion pits on the internal wall of the outer bend convolutions.
5. Other contributing factor that may also have caused to rapid failure of the bellows was likely due to its disadvantage in shape and geometry of the bend curvature of bellows convolutions allowing a lot of fluid being trapped in the corrugations and therefore traces of caustic could become concentrated in that particular area especially on the upper or top side of the bellows convolutions and resulted in caustic embrittlement thereon.

## ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express his gratitude to the head and members of the Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology of the National Institute of Science and Technology (ISTN) for their support and encouragement in publishing this work.

## REFERENCES

- [1] Guide to Engineered Materials. 2001. *Advanced Materials and Processes*, (Materials Park, Ohio:

- ASM International, December*, p. 96, p. 127 and p.131.
- [2] Faraji, Gh.,M. MosaviMashhadi, V. Norouzifard.2009.,,Evaluation of Effective Parameters in Metal Bellows Forming Process".*J. Mat. Processing Tech.* 209: p. 3431 – 3437.
- [3] Vadlamani,R. A.,S. T. Revankar, J. R. Riznic. 2012.,,Stress Corrosion Cracking Models and Mechanisms for Inconel 600, Part 2: Crack Growth". *Int. J. Adv. Eng. Appl*, vol. 5, Iss. 6, pp 1 – 17.
- [4] Vadlamani, R. A.,S. T. Revankar, J. R. Riznic. 2012.,,Stress Corrosion Cracking Models and Mechanisms for Inconel 600, Part 1: SCC Mechanism and Crack Initiation".*Int. J. Adv. Eng. Appl*, vol. 5, Iss. 5, pp 64 – 72.
- [5] API RP 571 (First Edition, December 2003),,Caustic Stress Corrosion Cracking (Caustic Embrittlement)".p. 4 - 138 to 4 - 143.
- [6] Failure Analysis and Prevention.1998.,,*Metals Handbook Vol. 11*, Materials Park, Ohio: ASM International. p. 2671-2673.
- [7] Special Metals". (<http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20alloy%20625.pdf>, diakses 2 September 2014)
- [8] Solving Heat Exchanger Problems". (<http://www.chemengservices.com/exchanger-problems.html>, diakses 2 September 2014)
- [9] S. J. Hahn.1994.,,Caustic - Induced Stress-Corrosion Cracking of a Flue Gas Expansion Joint", *Handbook of Case Histories in Failure Analysis*, (ASM International), vol. 2, p 153 - 155.



# PENGARUH TEMPERATUR DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP PERUBAHAN FASA TiO<sub>2</sub>

**Rudi Subagja\*, Ahmad Royani, Ariyo Suharyanto,  
Lia Andriyah dan Nadia Chrisayu Natasha**  
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI  
Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan  
E-mail : \*rudi.subagja@lipi.go.id

Masuk tanggal : 13-09-2014, revisi tanggal : 07-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-11-2014

## Intisari

### **PENGARUH TEMPERATUR DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP PERUBAHAN FASA TiO<sub>2</sub>.**

Dalam makalah ini disampaikan hasil kegiatan penelitian kalsinasi TiO<sub>2</sub> untuk membuat bahan fotokatalis TiO<sub>2</sub>, dimana bahan TiO<sub>2</sub> yang digunakan merupakan hasil dari proses pengolahan ilmenit melalui jalur proses dekomposisi dengan NaOH, pelarutan titan dari kalsin hasil proses dekomposisi ke dalam larutan asam sulfat, dan pengendapan TiO<sub>2</sub>. Proses kalsinasi TiO<sub>2</sub> dilakukan pada temperatur 300°C sampai dengan 1000°C pada selang waktu 0,5 jam sampai dengan 3 Jam. Kalsin TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan kemudian dianalisis fasanya dengan menggunakan alat difraksi sinar-x (XRD) dan diuji sifat fotokatalitiknya untuk menguraikan zat warna *methyl orange* dan zat warna yang terkandung dalam limbah industri tekstil. Dari hasil percobaan kalsinasi TiO<sub>2</sub> dapat dilihat bahwa fasa anatase cenderung terbentuk pada temperatur lebih rendah dari 600°C. Kenaikan temperatur kalsinasi dari 300 °C menjadi 1000°C cenderung memperkecil terbentuknya fasa anatase, dan kalsin TiO<sub>2</sub> yang dipanaskan pada temperatur lebih rendah dari 600°C mempunyai sifat fotokatalitik yang baik dalam menghilangkan zat warna *methyl orange*.

*Kata kunci: Ilmenit, Kalsinasi, TiO<sub>2</sub>, Anatase, Fotokatalitik*

## Abstract

**EFFECT OF TEMPERATURE AND CALCINATION TIME OF CHANGES IN TiO<sub>2</sub> PHASE.** *In present work, the calcinations experiments to make TiO<sub>2</sub> catalytic material were carried out at laboratory scale. The raw material TiO<sub>2</sub> used for experiments were prepared by ilmenite decomposition with NaOH followed with titanium dissolution from those decomposed material into the aqueous sulfuric acid solutions, and precipitation of TiO<sub>2</sub> from the solutions. The calcinations experiments were carried out at temperature 300°C up to 1000°C for 0.5 hours until 3 hours. The calcine from experimets were analyzed with X-Ray diffraction method and their photocatalytic properties were applied to decompose the methyl orange and dyes materials generated from textile industries. From the result of calcinations experiments, it was observed that anatase was formed at calcinations temperature lower than 600°C. The increase of calcinations temperature from 300°C to 1000°C decreased the X ray intensities of anatase, and TiO<sub>2</sub> material heated to the temperature lower than 600°C has a better photocatalytic properties in destroying methyl orange.*

*Keyword: Ilmenite, Calcination, TiO<sub>2</sub>, Anatase, Photocatalytic*

## PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumberdaya mineral ilmenit yang dapat dibuat menjadi TiO<sub>2</sub>, namun sampai dengan saat ini belum dimanfaatkan secara optimal. Disisi lain kebutuhan Indonesia akan TiO<sub>2</sub> terutama untuk pigmen terus meningkat dan sampai dengan saat ini bahan tersebut masih harus diimport dalam jumlah yang cukup besar

dari berbagai negara. Oleh karena itu apabila ilmenit Indonesia dapat dimanfaatkan menjadi TiO<sub>2</sub> maka akan memberikan dampak positif bagi peningkatan nilai tambah ilmenit Indonesia dan pembangunan nasional. Permasalahannya adalah bagaimana untuk

dapat membuat TiO<sub>2</sub> dari ilmenit Indonesia.

Disamping untuk membuat pigmen, TiO<sub>2</sub> juga dapat digunakan sebagai bahan fotokatalis<sup>[1-2]</sup>, sehingga pemanfaatan titanium dioksida akan semakin penting bila dikaitkan dengan pengembangan energi terbarukan dan masalah lingkungan. Penggunaan TiO<sub>2</sub> sebagai bahan fotokatalis untuk mengatasi masalah lingkungan dan energi terbarukan telah berkembang dengan pesat, seiring dengan meningkatnya kebutuhan akan energi dan keinginan untuk menciptakan lingkungan yang lebih sehat. Penelitian terkait bahan fotokatalitik titanium dioksida telah dipelajari oleh beberapa peneliti terdahulu<sup>[1-8]</sup>, dimana dari hasil – hasil penelitian tersebut memperlihatkan bahwa titanium dioksida telah terbukti menjadi material yang efisien dengan sifat-sifat yang unggul dalam beberapa aplikasi fotokatalis. Hasil – hasil penelitian lainnya tentang sifat fotokatalitik TiO<sub>2</sub> memperlihatkan bahwa sifat fotokatalitik TiO<sub>2</sub> dapat ditingkatkan dengan cara menambahkan unsur-unsur Fe<sup>[9]</sup>, Pt<sup>[10]</sup>, Cd<sup>[11]</sup>, N<sup>[12]</sup> sebagai dopan, dan penggunaan Fe sebagai dopan menjadi menarik karena unsur Fe merupakan salah satu unsur penyusun ilmenit.

Untuk mendapatkan TiO<sub>2</sub> sebagai bahan fotokatalis dari ilmenit Indonesia, melalui kegiatan kompetitif LIPI dari tahun 2012 sampai dengan tahun 2014, penulis telah melakukan serangkaian kegiatan penelitian, dimana sebagian dari hasil kegiatan penelitian tersebut dapat dilihat dalam beberapa literatur<sup>[13-15]</sup>, dan dari hasil penelitian tersebut ilmenit dapat dibuat menjadi TiO<sub>2</sub> melalui tahapan proses dekomposisi dengan basa, pelarutan asam dan hidrolisis.

Untuk mendapatkan TiO<sub>2</sub> yang mempunyai sifat fotokatalitik, pada tulisan ini, TiO<sub>2</sub> yang telah dihasilkan dari proses hidrolisis dirubah sifatnya dengan cara kalsinasi, sehingga diperoleh TiO<sub>2</sub> yang mempunyai sifat fotokatalitik. Beberapa literatur menjelaskan bahwa TiO<sub>2</sub>

mempunyai 3 struktur yang berbeda yaitu: anatase, rutil, dan brookite. Dari ketiga struktur tersebut TiO<sub>2</sub> yang memiliki struktur anatase mempunyai sifat fotokatalitik yang paling baik<sup>[16-17]</sup>. Oleh karena itu pada penelitian ini, proses kalsinasi diarahkan untuk mempelajari pengaruh temperatur dan waktu terhadap perubahan fasa TiO<sub>2</sub> dan mempelajari sifat fotokatalitiknya untuk menguraikan zat warna.

## PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan baku TiO<sub>2</sub> yang digunakan pada percobaan ini diperoleh dari hasil proses hidrolisis larutan TiOSO<sub>4</sub>, dimana larutan TiOSO<sub>4</sub> yang digunakan adalah hasil proses pelarutan ilmenit yang telah mengalami proses dekomposisi dengan NaOH yang kemudian dilarutkan ke dalam larutan asam sulfat. Komposisi kimia TiO<sub>2</sub> yang digunakan pada percobaan ini diperlihatkan pada Tabel 1. Dari data pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa dalam TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan dari proses hidrolisis larutan TiOSO<sub>4</sub> masih terdapat senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 2,64 % dan SnO<sub>2</sub> sebesar 1,26 %.

**Tabel 1.** Komposisi kimia TiO<sub>2</sub>

Senyawa	% Berat
TiO <sub>2</sub>	96,1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,64
SnO <sub>2</sub>	1,26

## Peralatan Percobaan

Peralatan yang digunakan untuk mempelajari pengaruh temperatur dan waktu terhadap perubahan fasa TiO<sub>2</sub> adalah tungku *muffle* yang dapat dioperasikan sampai 1500 °C dan dilengkapi dengan alat pengendali temperatur.

Prosedur percobaan kalsinasi dilakukan dengan cara meletakkan TiO<sub>2</sub> dalam cawan yang terbuat dari alumina, kemudian memasukkan cawan alumina tersebut ke dalam tungku dan tungku dipanaskan sampai dengan temperatur yang dikehendaki. Setelah temperatur yang

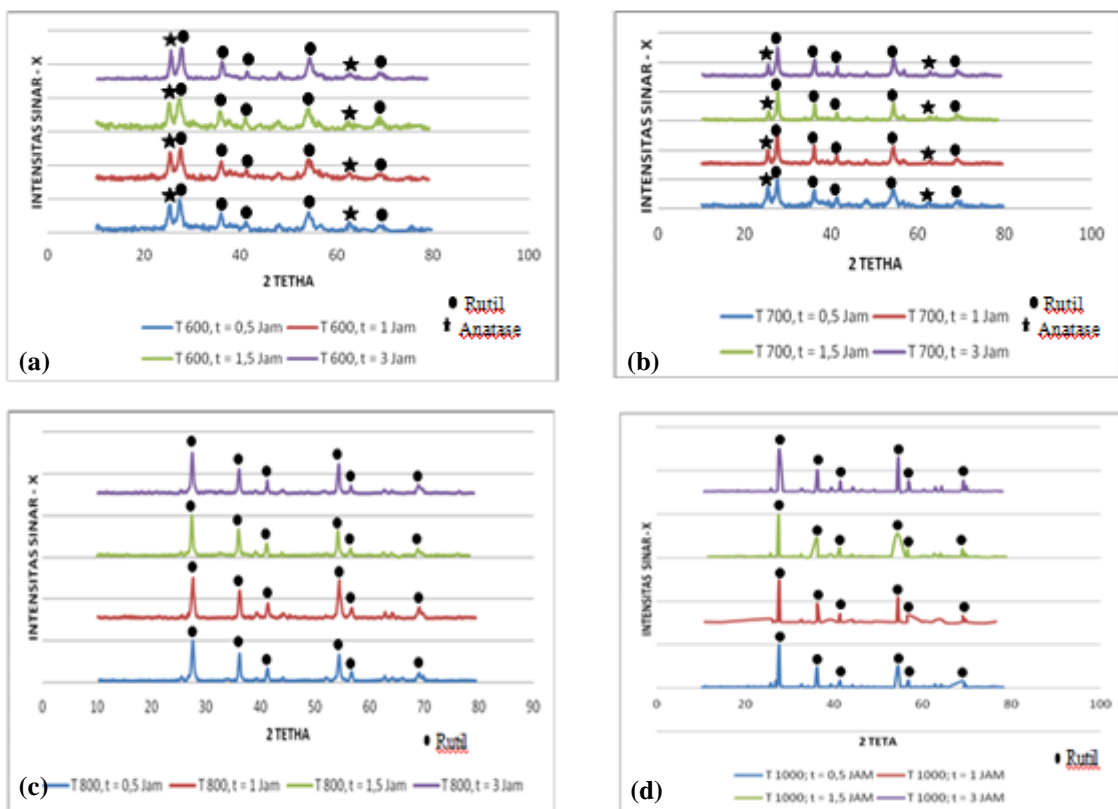
dikehendaki tercapai, cawan beserta  $\text{TiO}_2$  yang terkandung di dalamnya ditahan dalam tungku sampai perioda waktu tertentu, kemudian dikeluarkan dari tungku untuk selanjutnya didinginkan. Setelah dingin, kalsin kemudian dianalisis dengan alat difraksi sinar-X (XRD) untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dalam  $\text{TiO}_2$ .

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Waktu Kalsinasi

Pengaruh waktu kalsinasi terhadap pembentukan fasa anatase dipelajari pada temperatur 600, 700, 800 dan 1000°C, sedangkan waktu kalsinasi divariasikan dari 0,5 jam sampai dengan 3 jam, hasilnya diperlihatkan pada Gambar 1. Dari hasil percobaan pada Gambar 1 dapat dilihat

bahwa fasa anatase sudah mulai terbentuk pada temperatur kalsinasi 600°C selama 0,5 jam dan cenderung konstan dengan berkembangnya waktu kalsinasi dari 0,5 jam menjadi 3 jam. Fasa anatase ini diduga sudah mulai terbentuk pada temperatur yang lebih rendah dari 600°C sebagaimana dikemukakan oleh Indarto Kaltim dan Rustiadi Purawiadi yang telah melakukan percobaan kalsinasi titan hidroksida untuk menghasilkan pigmen  $\text{TiO}_2$ , dimana hasil percobaannya memperlihatkan bahwa fasa anatase sudah mulai terbentuk pada temperatur 100°C namun bentuk kristalnya belum sempurna dan puncak intensitas fasa anatase mulai nampak tajam pada temperatur kalsinasi 600°C [18].



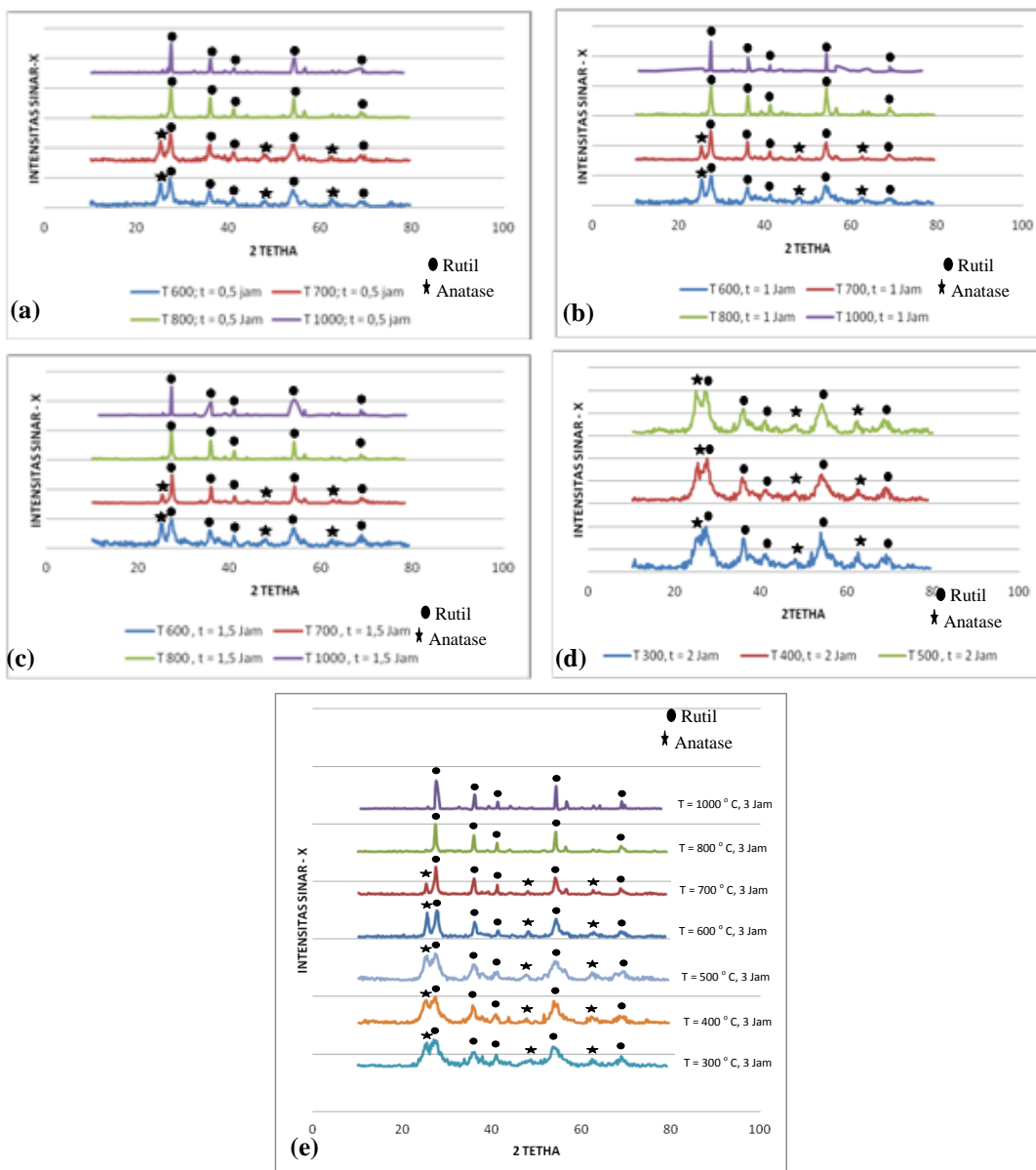
**Gambar 1.** Pengaruh waktu kalsinasi terhadap pembentukan fasa anatase pada; (a)  $T = 600^\circ\text{C}$ , (b)  $T = 700^\circ\text{C}$ , (c)  $T = 800^\circ\text{C}$ , (d)  $T = 1000^\circ\text{C}$

Untuk temperatur kalsinasi 800°C dan 1000°C, data hasil percobaan pada Gambar 1(c) dan Gambar 1(d) memperlihatkan bahwa fasa anatase yang terbentuk sangat kecil, dan waktu kalsinasi tidak berpengaruh terhadap pembentukan fasa anatase, dimana fasa yang dominan muncul pada kalsinasi hasil proses kalsinasi adalah TiO<sub>2</sub> dalam bentuk rutil.

### Pengaruh Temperatur Kalsinasi

Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap pembentukan fasa anatase dipelajari untuk waktu kalsinasi 0,5 jam sampai dengan 3 jam, sedangkan temperatur kalsinasi divariasikan dari 300°C sampai dengan 1000°C. Hasilnya diperlihatkan pada Gambar 2.

Dari hasil percobaan pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa fasa anatase lebih mudah terbentuk pada temperatur rendah, sedangkan bila temperatur kalsinasi dinaikkan maka fasa anatase akan cenderung berubah menjadi rutil.



**Gambar 2.** Pengaruh temperatur terhadap pembentukan fasa anatase untuk waktu kalsinasi; (a) 0,5 jam, (b) 1 jam, (c) 1,5 jam, (d) 2 jam dan (e) 3 jam

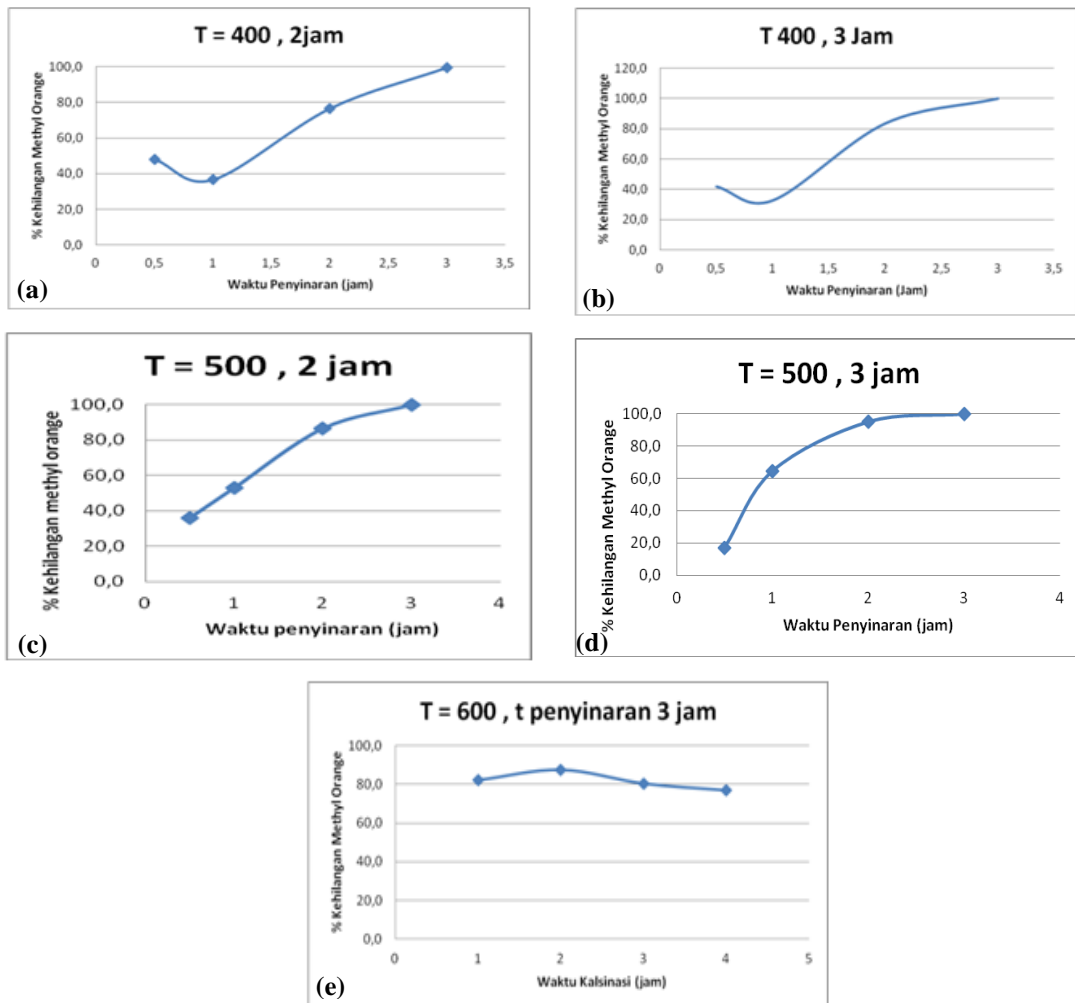
Untuk proses kalsinasi yang dilakukan selama 3 jam, data hasil percobaan pada Gambar 2(e) memperlihatkan bahwa kenaikan temperatur kalsinasi dari 300°C menjadi 1000°C menyebabkan fasa anatase yang terbentuk akan cenderung berubah menjadi fasa rutil. Kecenderungan yang sama juga dijumpai untuk waktu kalsinasi 0,5 ; 1 ; 1,5 dan 2 jam dimana bila temperatur kalsinasi dinaikkan maka fasa anatase akan cenderung berubah menjadi fasa rutil.

Hasil penelitian ini sejalan dengan hasil penelitian Indarto Katim dan Rustiadi<sup>[18]</sup> yang telah melakukan percobaan kalsinasi titanium hidroksida untuk mendapatkan pigmen TiO<sub>2</sub>, dimana dari hasil penelitiannya diketahui bahwa fasa anatase

dan rutil sudah mulai terbentuk pada saat titanium hidroksida dipanaskan pada temperatur 100°C namun intensitas fasanya belum sempurna. Intensitas fasa anatase nampak jelas pada proses kalsinasi pada temperatur 500°C dan kenaikan temperatur dari 500°C menjadi 1000°C cenderung akan meningkatkan fasa rutil.

### Uji Sifat Fotokatalis Bahan TiO<sub>2</sub>

Uji sifat fotokatalis bahan TiO<sub>2</sub> hasil proses kalsinasi dilakukan dengan cara menggunakan bahan fotokatalis TiO<sub>2</sub> tersebut untuk menguraikan *methyl orange*. Hasilnya diperlihatkan pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Pengaruh waktu kalsinasi terhadap % Penghilangan *Methyl orange* untuk proses penyinaran yang menggunakan kalsin hasil proses kalsinasi pada; (a) T = 400 °C, t penyinaran = 2 jam, (b) T = 400 °C, t penyinaran = 3 jam, (c) T = 500 °C, t penyinaran = 2 jam, (d) T = 500 °C, t penyinaran = 3 jam dan (e) T = 600 °C, t penyinaran = 3 jam

Dari data hasil percobaan pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa proses penguraian bahan pewarna *methyl orange* akan berjalan dengan lebih baik apabila menggunakan kalsin hasil proses kalsinasi pada temperatur 400°C sampai dengan 500 °C sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 3(a) sampai dengan 3(d) dimana persen penguraian *methyl orange* mencapai 100 % pada waktu penyinaran 2 sampai 3 jam bila digunakan kalsin hasil proses kalsinasi pada temperatur 500°C selama 2 jam dan persen penguraian *methyl orange* mencapai 100% pada waktu penyinaran 3 jam bila digunakan kalsin hasil proses kalsinasi pada temperatur 400°C.

Untuk proses yang menggunakan kalsin hasil proses kalsinasi pada 600°C, % *methyl orange* yang dapat diuraikan hanya mencapai sekitar 80% sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 3(e). Rendahnya % penghilangan bahan *methyl orange* pada proses penghilangan bahan *methyl orange* yang menggunakan kalsin hasil kalsinasi pada 600°C disebabkan oleh karena jumlah fasa anatase yang terkandung dalam kalsin hasil proses kalsinasi pada 600°C relatif lebih kecil bila dibandingkan dengan jumlah kalsin yang terkandung pada kalsin hasil proses kalsinasi pada temperatur 400°C sampai dengan 500 °C sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 2 dimana intensitas difraksi sinar-x fasa anatase untuk proses pada temperatur sama dengan atau lebih rendah dari 500°C mempunyai intensitas yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan intensitas difraksi sinar-x fasa anatase untuk proses pada temperatur 600°C.

Akan tetapi pada proses penghilangan *methyl orange* yang menggunakan kalsin hasil kalsinasi pada temperatur 600°C sebagaimana diperlihatkan oleh Gambar 3(e) dapat dilihat bahwa bila digunakan kalsin hasil proses kalsinasi pada temperatur 600°C selama 1 jam maka jumlah *methyl orange* yang dapat diuraikan adalah sekitar 80%, dan kenaikan waktu kalsinasi dari 1 jam sampai 4 jam memberikan pengaruh yang

kecil terhadap proses penguraian *methyl orange*, dalam hal ini untuk waktu penguraian 2,3 atau 4 jam jumlah *methyl orange* yang dapat diuraikan sedikit berkurang.

Hal ini terkait erat dengan proses pembentukan fasa anatase sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 1(a) dimana kenaikan waktu kalsinasi menyebabkan jumlah fasa anatase yang terbentuk mengalami sedikit penurunan.

Hasil percobaan ini memberi petunjuk bahwa kondisi optimal untuk proses kalsinasi adalah pada temperatur 500°C selama 3 jam, karena pada temperatur ini intensitas fasa anatase yang terbentuk relatif lebih tinggi bila dibandingkan dengan temperatur kalsinasi lainnya dan kemampuan kalsin TiO<sub>2</sub> untuk menghilangkan *methyl orange* mencapai > 95 % pada proses penyinaran yang relatif pendek yaitu selama 2 jam.

### **Uji coba penggunaan TiO<sub>2</sub> untuk menghilangkan zat warna tekstil**

Industri tekstil merupakan salah satu industri yang berkembang di Indonesia. Perkembangan industri tekstil berbanding lurus dengan bertambahnya limbah cair yang merupakan masalah serius bagi lingkungan. Salah satu limbah cair yang dihasilkan dari industri tekstil adalah limbah zat warna. Limbah zat warna yang dihasilkan dari industri tekstil umumnya merupakan senyawa organik *non-biodegradable*, yang dapat mencemari lingkungan perairan. Zat warna tekstil umumnya sulit terdegradasi dan mempunyai resistensi terhadap lingkungan seperti derajat keasaman, temperatur dan mikroba.

Untuk menghilangkan zat warna tekstil tersebut, pada penelitian ini TiO<sub>2</sub> hasil proses kalsinasi dicoba untuk diaplikasikan guna menguraikan zat warna tekstil dengan cara menambahkan 0,1 gram anatase TiO<sub>2</sub> kedalam limbah tekstil, kemudian diaduk dan disinari sinar ultra violet (UV) dengan

daya 50 watt selama 30, 60, 90 dan 180 menit.



**Gambar 4.** Perubahan zat warna tekstil setelah ditambahkan 0,1 gram  $\text{TiO}_2$  dan disinari sinar ultra violet selama 0,5 jam sampai 3 jam

Larutan limbah yang telah disinari ultra violet kemudian dianalisa dengan menggunakan uv vis. Hasilnya diperlihatkan pada Gambar 4.

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa warna larutan limbah tekstil berubah dengan bertambahnya waktu penyinaran dari larutan awal berwarna orange menjadi larutan tidak berwarna setelah disinari sinar ultra violet untuk waktu penyinaran 2 sampai 3 jam, hal ini mengindikasikan bahwa penambahan bahan foto katalis  $\text{TiO}_2$  untuk menguraikan limbah zat warna dari pabrik tekstil berjalan efektif. Hasil pengukuran lebih lanjut dengan menggunakan alat UV memperlihatkan bahwa 100% zat warna yang ada dalam limbah tekstil dapat dihilangkan setelah larutan disinari dengan sinar ultra violet selama 3 jam, sedangkan untuk waktu penyinaran 2 jam hanya sekitar 97 % zat warna yang dapat dihilangkan.

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dilakukan percobaan kalsinasi  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh dari hasil percobaan pengolahan ilmenit, untuk mendapatkan  $\text{TiO}_2$  yang mempunyai fasa anatase kemudian dilanjutkan dengan uji coba pemakaian  $\text{TiO}_2$  hasil proses kalsinasi untuk menghilangkan zat warna

*methyl orange*. Dari hasil percobaan tersebut dapat disimpulkan sebagai berikut:

- Fasa anatase cenderung terbentuk pada proses kalsinasi  $\text{TiO}_2$  yang dilakukan pada temperatur lebih rendah dari  $600^\circ\text{C}$ .
- Kenaikan temperatur kalsinasi dari  $300^\circ\text{C}$  menjadi  $1000^\circ\text{C}$  menyebabkan intensitas fasa anatase yang terbentuk cenderung makin kecil.
- Peningkatan waktu kalsinasi cenderung menyebabkan berkurangnya intensitas fasa anatase yang terbentuk cenderung makin kecil.
- Hasil uji sifat fotokatalis  $\text{TiO}_2$  memperlihatkan bahwa kalsin yang dipanaskan pada temperatur  $400^\circ\text{C}$  sampai dengan  $500^\circ\text{C}$  dapat menghilangkan 100% zat warna *methyl orange*. Kenaikan waktu kalsinasi di atas  $500^\circ\text{C}$  cenderung akan menurunkan kemampuan untuk menghilangkan zat warna *methyl orange*.
- Kondisi optimal proses kalsinasi untuk mendapatkan kalsin yang mempunyai kemampuan menghilangkan zat warna *methyl orange* dicapai pada temperatur  $500^\circ\text{C}$ .
- Kalsin  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan dari hasil proses pengolahan ilmenit dapat digunakan sebagai bahan fotokatalis untuk menghilangkan zat warna yang terkandung dalam limbah Industri tekstil.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Fujishima, K. Honda. 1972., „Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode”, *Nature* 238, 37-38.
- [2] A. Fujishima, K. Kohayakawa, K. Honda. 1975., „Hydrogen production under sunlight with an electrochemical photocell”, *J. Electrochem. Soc.* 122, 1487-1489.
- [3] Fujishima, T.N. Rao, D.A. Tryk, 2000. „Titanium dioxide photolysis”,

- J. Photochem. Photobiol. C: Photochem. Rev.* 1 (1), 1-21.
- [4] I.K. Konstantinou, T.A. Albanis. 2004. „TiO<sub>2</sub> assisted photocatalytic of azo dyes in aqueous solution: kinetic and mechanistic investigations”, *Appl. Catal. B: Environ.* 49 (1), 1.
- [5] J.Arona, O. Gonzalez Diaz, M. Miranda saracho, J.M Dona Radnquet, J.A Herrera Mellen, J. Perez. 2002. „Maleic acid photocatalytic degradation using Fe-TiO<sub>2</sub> catalyst, dependence of the degradation mechanism on the Fe catalyst content”, *Appl. Catal. B: Environ.* 36 (2), 113-124.
- [6] B. O'Regan, M. Grätzel. 1991. „Low cost high efficiency solar based on dye sensitized colloidal TiO<sub>2</sub> film”, *Nature* 353, 737-740.
- [7] C.J. Barbé, F. Arendse, P. Comte, M. Jirousek, F. Lenzmann, V. Shklover, M. Grätzel. 1997. „Anocrystalline Titanium Oxide Electrodes for Photovoltaic Applications”, *J. Am. Ceram. Soc.* 80 (12), 3157-3171.
- [8] Shengqin Wang, Zi-Xiang Lin, Wei-Han Wang, Chien Lin Kuo, Kuo Chu Hwang, Chien-Chong Hong. 2014. „Self-regenerating photocatalytic sensor based on dielectrophoretically assembled TiO<sub>2</sub> nanowires for chemical vapor sensing”, *Sens. Actuator B: Chem.* 194 (1-9), 1-9
- [9] Teruhisa Ohno, Zenta Miyamoto, Kazumoto Nishijima, Hidekazu Kanemitsu, Feng Xueyuan. 2006. „Sensitization of photocatalytic activity of S- or N-doped TiO<sub>2</sub> particles by adsorbing Fe<sup>3+</sup> cations”, *Applied Catalysis A: General* 302, 62-68
- [10] Gratian R. Bamwenda 1, Susumu Tsubota, Toshiko Nakamura, Masatake Haruta. 1995. „Photoassisted hydrogen production from a water-ethanol solution: a comparison of activities of Au-TiO<sub>2</sub> and Pt-TiO<sub>2</sub>”, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 89, 177-189.
- [11] Yao Jun Zhang, Wei Yan, Yan Pei Wu, Zhen Huan Wang. 2008. „Synthesis of TiO<sub>2</sub> nanotubes coupled with CdS nanoparticles and production of hydrogen by photocatalytic water decomposition”, *Materials Letters.*
- [12] Jiaqing Geng, Dong Yang, Juhong Zhu, Daimei Chen, Zhongyi Jiang. 2008. „Nitrogen-doped TiO<sub>2</sub> nanotubes with enhanced photocatalytic activity synthesized by a facile wet chemistry method”, *Materials Research Bulletin.*
- [13] Rudi Subagja, A. Royani, Puguh Prasetyo. 2012. „Pengaruh penambahan NaOH, Temperatur dan waktu terhadap pembentukan fasa Natrium titanat dan Natrium ferite pada proses kalsinasi Ilmenit Bangka”, *Metalurgi*, vol.27, no.3, Desember, hal. 241-249.
- [14] Rudi Subagja, Lia Andriyah and Latifa Hanum Lalasari. 2013. „Decomposition of Ilmenite from Bangka Island Indonesia with KOH solution”, *Asian Transaction on basic and applied sciences* vol. 03, issue 02, May, hal 59-64.
- [15] Rudi Subagja, Lia Andriyah and Latifa Hanum Lalasari. 2013. „Titanium Dissolution from Indonesian Ilmenite”, *International Journal of basic and applied sciences* Vo. 13 no. 04, hal.97-103.
- [16] A.M. Luís, M.C. Neves, M.H. Mendon, O.C. Monteiro. 2011. „Influence of calcination parameters on the TiO<sub>2</sub> photocatalytic properties”, *Materials Chemistry and Physics* 125, 20-25.



- [17] B. Mahltig, E. Gutmann, D.C. Meyer. 2011. „Solvothermal preparation of nanocrystalline anatase containing  $\text{TiO}_2$  and  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  coating agents for application of photocatalytic treatments”, *Materials Chemistry and Physics*, 127, 285–291.
- [18] Indarto Katim dan Rustiadi Purawardi. 1995. „Proses kalsinasi titan hidroksida untuk menghasilkan pigmen  $\text{TiO}_2$  Rutil”, *Metalurgi*, jilid 10, No. 1, Juni, hal 14 – 17.



# INVESTIGASI KOROSI BAJA TULANGAN BETON SIRIP DENGAN PROTEKSI KATODIK ARUS TANDING MENGGUNAKAN ANODA MMO-Ti MORTAR KONDUKTIF

M. Syaiful Anwar\*, Arini Nikitasari, Efendi Mabruri,  
Sundjono dan Harsisto

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI  
Gedung 470, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang Selatan  
E-mail: \*moch026@lipi.go.id

Masuk tanggal : 22-09-2014, revisi tanggal : 20-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

## Intisari

**INVESTIGASI KOROSI BAJA TULANGAN BETON SIRIP DENGAN PROTEKSI KATODIK ARUS TANDING MENGGUNAKAN ANODA MMO-Ti MORTAR KONDUKTIF.** Pada penelitian ini proteksi katodik arus tanding/arus proteksi dengan menggunakan anoda *mixed metal oxide-titanium* (MMO-Ti) beton konduktif telah dilakukan terhadap baja tulangan beton baru yang terendam di dalam air laut pada variasi arus proteksi. Tujuan penelitian ini adalah untuk investigasi kinerja arus proteksi untuk mengurangi agresifitas lingkungan di sekitar beton bertulang baru dan untuk mengevaluasi beton bertulang baru setelah diaplikasikan arus proteksi. Proteksi katodik ini bervariasi dilakukan pada arus proteksi 100, 150 dan 200 mA/m<sup>2</sup> dari luas penampang baja tulangan. Standar NACE SP0290 digunakan sebagai kriteria standar proteksi katodik ini. Beberapa pengujian untuk melihat pengaruh arus proteksi pada saat catu daya dihidupkan dan dimatikan terhadap sifat korosi baja tulangan beton adalah *open circuit potential* (OCP) pada saat catu daya dihidupkan selama 3 menit dan kemudian dimatikan selama 4 jam, *tafel polarisasi* untuk mencatat potensial korosi, hambatan polarisasi, laju korosi pada saat awal dan setelah diaplikasikan arus proteksi dan *cyclic polarisasi* untuk mengetahui kerentanan baja tulangan beton terhadap korosi *pitting*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proteksi katodik yang diaplikasikan telah memenuhi kriteria dari standar NACE SP0290. Potensial korosi baja tulangan beton yang ditentukan setelah 4 jam dari arus proteksi dimatikan menghasilkan nilai potensial terendah/paling negatif dan nilai laju korosi lebih rendah dari pada benda uji tanpa arus proteksi (PPC 1) selama 30 hari perendaman dan tanpa terjadinya korosi sumuran (*pitting*).

*Kata kunci: Proteksi katodik, Arus proteksi, MMO-Ti, Mortar konduktif, Potensial korosi, Laju korosi, Sumuran, Tafel, Cyclic polarization*

## Abstract

**INVESTIGATION OF CORROSION OF REINFORCED CONCRETE WITH IMPRESS CURRENT CATHODIC PROTECTION USING MMO-Ti CONDUCTIVE MORTAR ANODE.** In this study, impressed current cathodic protection using MMO-Ti conductive concrete anode was conducted in the new reinforced bar (rebar) concrete submerged in the seawater on the various protecting current. The aim of this study was to investigate performance of protecting current to reduce aggressive environment in the interface of new rebar concrete and also to evaluate new rebar concrete after application of protecting current. This technique was conducted on the various protecting current of 100, 150 and 200 mA/m<sup>2</sup> by surface area of rebar. NACE SP0290 was used as standard criteria of cathodic protection. Examinations were carried to observe the influent of protecting current at power supply 'on' and 'off' that was obtained before and after cathodic protection, such as open circuit potential (OCP) at switch 'on' up to 3 minutes and then switch 'off' up to 4 hours, *tafel polarisation* to record corrosion potential, polarisation resistant, corrosion rate at initial and after application of protecting current. Cyclic polarisation test was performed to know susceptibility of pitting corrosion on the rebar concrete. The result showed that this technique have been successfully applied and have been meet standard criteria of NACE SP0290. Their corrosion potential of rebar concrete obtained after 4 hours of switch 'off' lower as well as corrosion rate compared to sample without protecting current (PPC 1) during 30 days submerged in the seawater. Pitting corrosion not found in the all of samples.

*Keywords: Cathodic protection, Protecting current, MMO-Ti, Conductive mortar, Corrosion potential, Corrosion current, Pitting, Tafel, Cyclic polarisation*

## PENDAHULUAN

Korosi pada tulangan beton merupakan penyebab dari kerusakan struktur beton. Penyebab kerusakan tersebut meliputi masuknya garam ke dalam beton dan karbonasi beton. Salah satu kondisi yang rentan sekali terhadap serangan korosi tersebut terjadi pada struktur beton yang terekspos di daerah marine. Korosi merupakan proses elektrokimia dan salah satu teknologi yang telah teruji mampu untuk mengendalikan korosi tersebut adalah proteksi katodik<sup>[1]</sup>.

Secara prinsip, teknik proteksi katodik ini dapat menurunkan nilai potensial baja tulangan beton ke arah lebih negatif daripada potensial korosinya ( $E_{COR}$ ), mengurangi perbedaan potensial antara daerah anodik dan katodik sehingga dapat menurunkan laju korosi sampai pada nilai terkecil. Hal ini dapat dicapai dengan cara memberikan arus searah (DC) kepada baja tulangan beton. Proteksi katodik yang memakai Arus DC dari catu daya dinamakan *impressed current cathodic protection* (ICCP) dimana logam yang lebih nobel daripada baja tulangan digunakan sebagai anoda sedangkan arus DC yang diperoleh dari logam yang lebih aktif dari baja tulangan dinamakan anoda korban<sup>[2]</sup>.

Arus atau elektron yang mengalir menuju baja tulangan akan meningkatkan reaksi katodik dan memindahkan ion klorida yang ada di sekitar baja tulangan. Reaksi katodik ini menghasilkan ion-ion hidroksil yang berasal dari oksigen dan air. Kemudian ion-ion tersebut berpindah melalui selimut beton menuju ke anoda untuk dioksidasi menjadi oksigen dan elektron. Elektron mengalir ke sumber arus dan menutup rangkaian listrik sehingga sirkulasi arus tersebut cenderung meningkatkan reaksi katodik daripada reaksi anodik. Rapat arus yang relatif moderat dapat digunakan untuk mengembalikan kondisi pasifasi baja tulangan beton tersebut<sup>[3]</sup>.

Proteksi katodik untuk menghambat proses korosi pada struktur beton pertama kali digunakan oleh Stratfull dengan menginstalasi sistem proteksi katodik aspal-kokas di atas dek jembatan *Sly Park* di California<sup>[4]</sup>. Kemudian bermunculan berbagai jenis anoda seperti sistem anoda yang diselipkan di dalam bahan konduktif, anoda titanium katalis yang ditanam ke beton konduktif, lapisan polimer konduktif, sistem anoda pita titanium dan anoda semprot termal seng yang digunakan sebagai sistem proteksi katodik pada dek jembatan<sup>[5]</sup>. Batang polimer konduktif, pita seng, niobium yang terlapis oleh platina tertanam di dalam pasta konduktif dan batang grafit telah dicoba pada pilar jembatan *Burlington Bay Skyway* oleh penelitian dan pengembangan cabang Departemen Perhubungan dan Komunikasi Ontario selama tahun 1982-1983<sup>[6]</sup>. Kessler dan Powers telah menggunakan anoda karet konduktif untuk melindungi tiang pancang beton bertulang di lingkungan kelautan<sup>[7]</sup>.

Dari sekian anoda yang telah dikembangkan masing-masing mempunyai kelebihan dan kekurangan. Pada penelitian saat ini, sistem anoda yang digunakan terdiri dari mortar konduktif yang mengandung serat karbon sebagai anoda sekunder sedangkan MMO-Ti ditanam di mortar konduktif sebagai anoda primer. Proteksi katodik ICCP yang menggunakan sistem anoda tersebut pada rapat arus yang relatif moderat diaplikasikan pada benda uji beton bertulang yang terendam di air laut yang diambil dari kawasan wisata bahari. Tujuan penelitian ini adalah untuk menyigi kinerja arus proteksi untuk mengurangi agresifitas lingkungan di sekitar beton bertulang baru dan untuk mengevaluasi beton bertulang baru setelah diaplikasikan arus proteksi.

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Preparasi benda uji

Benda uji berupa beton bertulang berbentuk tabung yang memiliki diameter

60 mm dan tinggi 250 mm. Pembuatan beton bertulang dilakukan dengan cara mencampurkan semen PPC (*portland pozzolan cement*), pasir yang berukuran kurang dari 4,76 mm (mesh 4) dan air pada perbandingan masing-masing 1:3:0,8. Komposisi kimia semen PPC ditampilkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Komposisi kimia semen PPC

Senyawa Oksida	Hasil (%berat)
CaO	59,07
SiO <sub>2</sub>	23,61
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,97
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,78
MgO	1,51
SO <sub>2</sub>	1,52
Na <sub>2</sub> O	0,58
K <sub>2</sub> O	0,76
LOI	1,72

Baja ulir SNI 07-2052-2002 yang memiliki diameter 19 mm dan panjang 250 mm digunakan sebagai tulangan beton dimana lapisan luar daripada baja ini dibersihkan dengan cara mensikat dengan sikat non-korosif di dalam larutan 500 ml HCl + 3,5 g *hexaminetetramine*. Komposisi kimia baja ulir ditampilkan pada Tabel 2.

Campuran beton yang telah merata tersebut dituang/dicor ke dalam cetakan dengan menempatkan baja tulangan sirip pada tengah-tengah cetakan sedalam 230 mm sehingga luas area yang terekspos oleh beton 140 cm<sup>2</sup>. Setelah 1 hari, cetakan tersebut dibongkar dan dilakukan proses *curing* selama 28 hari di dalam air kapur jenuh. Kemudian proses pelapisan sistem anoda pada beton bertulang dilakukan setelah proses *curing* selesai sehingga didapatkan selimut beton 28 mm.

**Tabel 2.** Komposisi kimia baja tulangan sirip

Unsur	Hasil (%berat)
C	0,32
Mn	0,52
Si	0,19
S	0,01
Cu	0,2
Ni	0,05
Cr	0,22
Mo	0,009
P	0,006
Fe	Bal.

Sistem anoda yang digunakan pada penelitian ini adalah mortar konduktif sebagai anoda sekunder dan MMO-Ti (*mix metal oxide-titanium*) sebagai anoda primer yang tertanam di dalam mortar konduktif. Mortar konduktif terdiri dari semen, pasir dan air pada perbandingan masing-masing 1:1:0,5 dan serat karbon dengan panjang 6 mm yang berbentuk *chopped* sebanyak 1 vol.%. MMO-Ti memiliki coating MMO dengan tebal 39 – 47  $\mu$ m dan komposisi kimianya terdiri dari Ir 0,15; Ta 1,26 dan Ti 98,59 % massa. Beton bertulang yang telah terlapis oleh sistem anoda tersebut kemudian digunakan sebagai benda uji pada penelitian ini.

## Pengujian

Sebelum dilakukan pengujian, bagian sisi atas dan bawah benda uji tersebut ditutup dengan resin epoksi. Pengujian dilakukan pada kondisi benda uji direndam di dalam air laut sedalam 50% dari tinggi benda uji selama 30 hari. Sifat fisik dan kimia air laut yang digunakan pada penelitian ini ditampilkan pada Tabel 3.

Pada awal pengujian, benda uji diukur potensial korosi awal ( $E_{Corr}$ ), hambatan polarisasi awal ( $R_p$ ) dan laju korosi awal ( $K_{Corr}$ ). Kemudian benda uji dikenakan proteksi katodik dengan cara mengalirkan arus DC yang berasal dari catu daya sebesar 100, 150 dan 200 mA/m<sup>2</sup> dari luas area baja tulangan yang terekspos oleh beton selama 30 menit. Benda uji (baja tulangan) dihubungkan pada negatif *port* dan sistem anoda dihubungkan pada positif *port* dan

multimeter Keithley 197A digunakan untuk memonitoring arus yang mengalir ke baja tulangan beton.

**Tabel 3.** Hasil uji air laut

No.	Parameter	Satuan	Hasil uji
<b>A. Physical</b>			
1.	Total Suspended Solids (TSS)	mg/l	22,0
<b>B. Chemical</b>			
1.	pH	-	7,2
2.	Salinitas	‰	28,5
3.	Chloride (Cl)	mg/l	15070,7
4.	COD	mg/l	404,9
5.	BOD	mg/l	109
6.	Magnesium (Mg)	mg/l	5,3
7.	Sulphate (SO <sub>4</sub> )	mg/l	445
8.	Dissolved Oxygen (DO)	mg/l	12,0
9.	Nitrate (NO <sub>3</sub> -N)	mg/l	14
10.	Sodium (Na)	mg/l	5,2

Untuk mengetahui proteksi katodik yang dilakukan telah sesuai dengan kriteria standar NACE SP0290<sup>[8]</sup> maka arus DC yang dikenakan tadi dimatikan sehingga didapatkan potensial natural selama 4 jam. Jika selisih antara potensial natural ( $E_{\text{natural}}$ ) dan potensial saat arus DC dimatikan ( $E_{\text{CP off}}$ ) sama dengan atau lebih besar daripada 100 mV maka proteksi katodik yang dilakukan pada beton bertulang telah memenuhi kriteria dari standar tersebut. Setelah itu, potensial ( $E_{\text{Corr}}$ ) dan laju korosi ( $K_{\text{Corr}}$ ) diukur setiap hari dalam 30 hari yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari proses proteksi katodik yang telah dilakukan tersebut. Setelah 30 hari pengujian, benda uji dilakukan juga pengukuran *pitting* potensial ( $E_{\text{pit}}$ ) untuk mengetahui kerentanan terhadap korosi *pitting*.

Susunan sirkuit uji elektrokimia sebagai berikut benda uji sebagai elektroda kerja, grafit sebagai elektroda lawan dan SCE (*saturated colomel electrode*) sebagai elektroda referensi. Semua parameter korosi seperti  $E_{\text{Corr}}$ ,  $R_p$  dan  $K_{\text{Corr}}$  didapatkan dengan menggunakan metode *Tafel* pada range potensial dari -200

sampai +200 mV dari OCP (*open circuit potential*) dengan laju pembacaan 1,5 mV/s,  $E_{\text{natural}}$  dan  $E_{\text{CP off}}$  didapatkan dengan cara mencatat potensial dalam fungsi waktu dan  $E_{\text{pit}}$  didapatkan dengan menggunakan metode *cyclic polarisation*. *Cyclic polarisation* dilakukan pada range potensial antara -200 mV sampai +1500 mV dari OCP pada laju pembacaan maju 5 mV/s dan laju pembacaan mundur 2,5 mV/s. Setelah mencapai nilai potensial +1500 mV, polarisasi mundur dilakukan untuk menemukan potensial *pitting* ( $E_{\text{pit}}$ ) dan potensial repasifikasi. Alat *Gamry Instruments* Seri G750 digunakan untuk mendapatkan semua parameter korosi tersebut.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 4 menunjukkan benda uji yang direndam sebagian di air laut yang akan diaplikasikan pada berbagai variasi arus proteksi. Pada tabel tersebut juga menyajikan potensial korosi ( $E_{\text{corr}}$ ) awal, hambatan polarisasi ( $R_p$ ) awal dan laju korosi ( $K_{\text{corr}}$ ) awal. Potensial korosi awal bervariasi antara -200,3 sampai -321,7 mV (SCE).

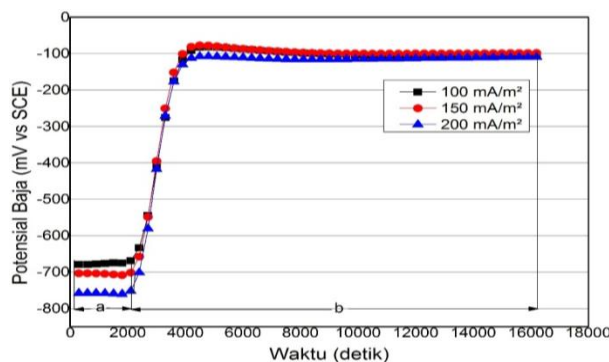
**Tabel 4.** Potensial korosi awal ( $E_{\text{Corr}}$ ), hambatan polarisasi awal ( $R_p$ ) dan laju korosi awal ( $K_{\text{Corr}}$ ) untuk benda uji yang direndam sebagian di air laut

Benda Uji	Arus Proteksi (mA/m <sup>2</sup> )	$E_{\text{corr}}$ (mV vs. SCE)	$R_p$ ( $\Omega\text{m}^2$ )	$K_{\text{corr}}$ ( $\mu\text{m}/\text{tahun}$ )
PPC1	0	-200,3	36827	8,22E-04
PPC2	100	-321,7	45,3	0,67
PPC3	150	-292,1	55,7	0,54
PPC4	200	-295,8	52	0,58

Hambatan polarisasi awal didapatkan dari persamaan *Stern-Geary*,  $R_p = B/I_{\text{corr}}$ , dimana konstanta *Stern-Geary*,  $B$  sama dengan 26 mV untuk logam baja aktif dan arus korosi ( $I_{\text{corr}}$ ) diperoleh dari hasil *tafel* polarisasi. Hambatan polarisasi awal bervariasi antara 52 sampai 36827  $\Omega\text{m}^2$ . Laju korosi awal bervariasi antara 8,22E-04 sampai 0,67  $\mu\text{m}/\text{tahun}$ .

Semakin tinggi hambatan polarisasi yang dimiliki benda uji maka semakin rendah laju korosinya. Hal tersebut ditemukan pada benda uji PPC 1 yang memiliki nilai hambatan polarisasi paling tinggi sebesar  $36827 \Omega m^2$  dan laju korosi paling kecil sebesar  $8,22E-04 \mu m/tahun$ . Pada benda uji PPC 2 memiliki nilai hambatan polarisasi paling kecil sebesar  $45,3 \Omega m^2$  dan laju korosi paling tinggi sebesar  $0,67 \mu m/tahun$ . Hal tersebut menunjukkan bahwa telah terjadi intrusi klorida yang berasal dari air laut menuju beton bertulang namun sedikit.

Gambar 1 menunjukkan aplikasi dari kriteria 100 mV polarisasi. Ketika baja tulangan beton tidak terproteksi katodik maka dinamakan potensial korosi awal ( $E_{corr}$ ) yang ditampilkan pada Tabel 4. Ketika proteksi katodik diaplikasikan selama 30 menit pada variasi arus proteksi maka potensial baja tulangan bergeser ke arah katodik atau bergeser ke arah potensial yang lebih negatif dari potensial korosi awal, yang diasumsikan dengan nilai  $E_{CP\ on}$  pada Gambar 1(a). Setelah arus proteksi dari catu daya dimatikan, potensial baja tulangan kemudian meningkat secara tiba-tiba yang dinamakan *instant off potential* ( $E_{CP\ off}$ ). Peningkatan tersebut disebabkan karena adanya pengaruh dari resistivitas beton<sup>[9]</sup>. Kemudian, peningkatan asimtotik potensial baja tulangan terlihat sampai kondisi stabil yang dinamakan potensial natural ( $E_{natural}$ ) pada Gambar 1(b).



**Gambar 1.** Aplikasi dari kriteria 100 mV polarisasi dimana Potensial Baja Tulangan saat: (a)  $E_{CP\ on}$  selama 30 menit, (b)  $E_{CP\ off}$  dan  $E_{natural}$  4 jam pada variasi arus proteksi

Gambar 1 juga menunjukkan bahwa semakin tinggi arus proteksi yang diaplikasikan maka semakin negatif pergeseran potensial baja tulangan beton. Aplikasi arus proteksi 100, 150 dan 200  $mA/m^2$  didapatkan  $E_{CP\ off}$  sebesar -668,9; -701,8 dan -752,3 mV. Tidak seperti kasus baja dalam air laut, potensial baja tulangan dalam beton tidak perlu ditekan sampai lebih rendah dari potensial ‘proteksi’ (-850 mV vs CSE) karena efek yang menguntungkan dari selimut beton seperti alkalinitasnya<sup>[3]</sup>.

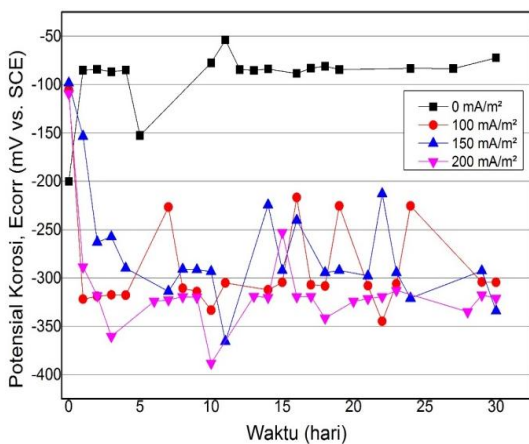
$E_{natural}$  didapatkan selama 4 jam sebesar -105,5; -98,4 dan -109,3 mV. Menurut Bennet dan Turk<sup>[10]</sup> dan Pedferri<sup>[11]</sup>, periode 4 jam dibutuhkan untuk mencapai stabilisasi  $E_{natural}$ . Selisih antara  $E_{natural}$  dan  $E_{CP\ off}$  merupakan nilai dari depolarisasi baja tulangan di dalam beton yang ditampilkan pada Tabel 5. Pada Tabel 5 juga menunjukkan bahwa nilai polarisasi semakin tinggi dengan semakin tingginya arus proteksi yang diaplikasikan pada baja tulangan beton. Nilai polarisasi yang didapatkan pada semua benda uji lebih besar dari 100 mV sehingga telah memenuhi kriteria dari NACE SP0290.

**Tabel 5.** Hasil uji yang dibandingkan dengan kriteria 100 mV polarisasi dari NACE SP0290

Benda Uji	Arus Proteksi ( $mA/m^2$ )	$E_{natural}$ 4 jam (mV vs. SCE)	$E_{CP\ off}$ (mV vs. SCE)	Polarisasi (mV)	Kriteria dari NACE
PPC 2	100	-105,5	-668,9	563,4	Ya
PPC 3	150	-98,4	-701,8	603,4	Ya
PPC 4	200	-109,3	-752,3	643	Ya

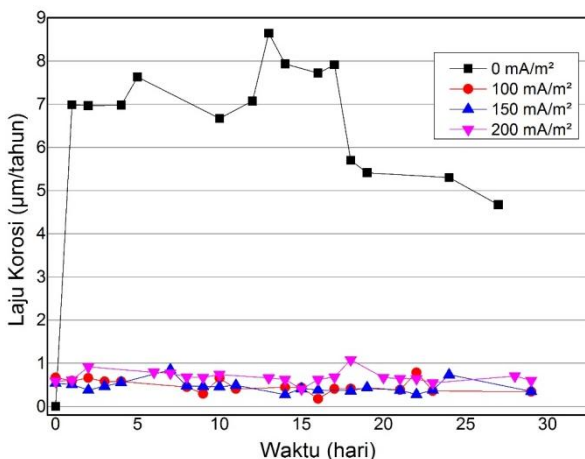
Gambar 2 menampilkan potensial korosi baja tulangan beton yang ditentukan setelah 4 jam dari arus proteksi dimatikan. Pada gambar tersebut menunjukkan bahwa saat 4 jam setelah arus proteksi dimatikan, potensial korosi benda uji tanpa diaplikasikan arus proteksi memiliki nilai lebih negatif (-200 mV vs SCE) daripada potensial korosi benda uji pada variasi arus proteksi. Kemudian pada hari berikutnya sampai hari ke 30, potensial korosi benda uji tanpa arus proteksi memiliki nilai rata-

rata lebih besar dari -100 mV sedangkan benda uji pada variasi arus proteksi memiliki nilai potensial korosi lebih negatif. Nilai potensial terendah/paling negatif sebesar -388,3 mV vs SCE ditemukan pada benda uji PPC 4 pada hari ke 10. Perubahan potensial korosi terhadap waktu, baik nilai pergeseran potensial lebih positif maupun nilai pergeseran potensial lebih negatif pada masing-masing benda uji, tidak dapat didefinisikan sebagai tingkat keparahan proses korosi yang terjadi<sup>[12]</sup>.



**Gambar 2.** Potensial korosi baja tulangan beton yang ditentukan 4 jam setelah aplikasi arus proteksi

Nilai laju korosi digunakan untuk mengetahui tingkat keparahan proses korosi secara kuantitatif yang ditampilkan pada Gambar 3.

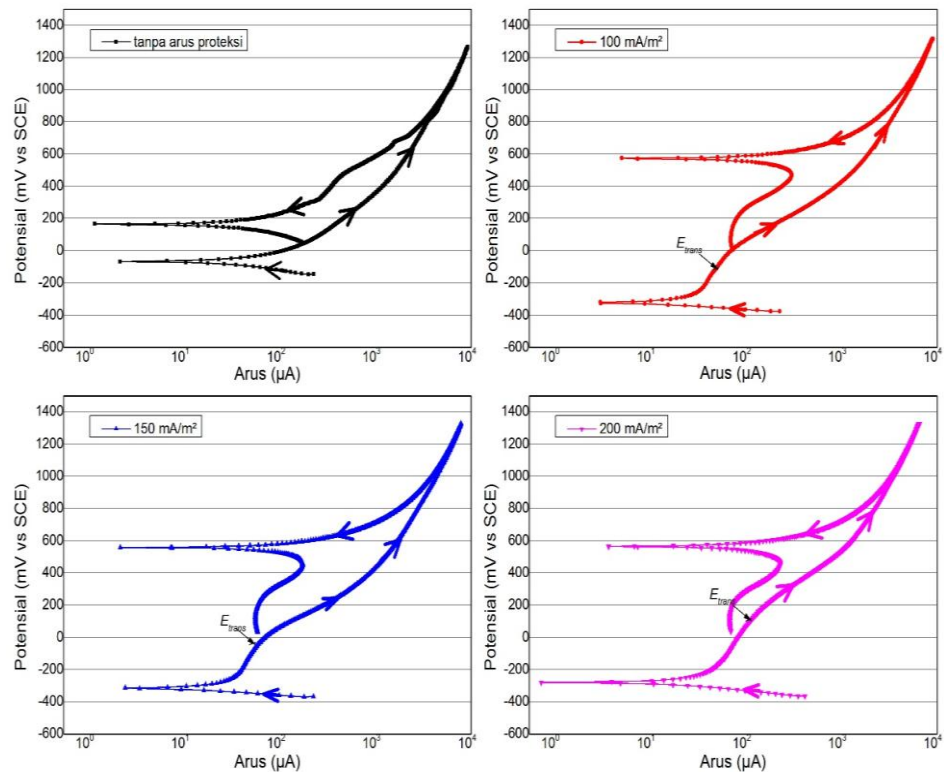


**Gambar 3.** Laju korosi baja tulangan beton yang ditentukan 4 jam setelah aplikasi arus proteksi

Pada gambar tersebut nilai laju korosi tertinggi ditemukan pada sampel uji PPC 1 tanpa arus proteksi pada hari ke 13 sebesar  $8,64 \mu\text{m}/\text{tahun}$  sedangkan nilai laju korosi terendah ditemukan pada sampel uji PPC 2 setelah diaplikasikan arus proteksi  $100 \text{ mA}/\text{m}^2$  pada hari ke 16 sebesar  $0,18 \mu\text{m}/\text{tahun}$ . Gambar tersebut juga menunjukkan bahwa pada saat awal benda uji diekspos di dalam air laut, benda uji PPC 1 tanpa diaplikasikan arus proteksi memiliki nilai laju korosi lebih rendah daripada benda uji yang akan diaplikasikan arus proteksi. Namun, benda uji PPC 2 – PPC 4 yang telah diaplikasikan arus proteksi, pada hari berikutnya menghasilkan nilai laju korosi lebih rendah daripada benda uji tanpa arus proteksi. Hal tersebut mengindikasikan bahwa adanya pengaruh protektif dari aplikasi arus proteksi selama 30 menit dimana arus proteksi tersebut mampu menghambat laju korosi akibat agresifitas air laut yang mengandung parameter fisik dan kimia sesuai Tabel 3. Menurut L. Coppola et al<sup>[13]</sup>, baja tulangan beton yang terendam di dalam air laut mempunyai nilai resistivitas listrik rendah dan laju korosi pada baja tulangan beton diakibatkan oleh difusi dari oksigen terlarut melalui selimut beton yang basah.

Adanya ion klorida ( $\text{Cl}$ ), sulphate ( $\text{SO}_4$ ) dan nitrate ( $\text{NO}_3\text{-N}$ ) di dalam kandungan air laut (Tabel 3) dapat mengakibatkan kerentanan baja tulangan beton terhadap serangan korosi lokal terutama korosi sumuran (*pitting*)<sup>[14]</sup>.





**Gambar 4.** Cyclic polarisation baja tulangan beton pada variasi arus proteksi yang diambil setelah hari ke 30

Namun, setelah dilakukan uji *cyclic polarisation* yang disajikan pada Gambar 4, menunjukkan bahwa benda uji tanpa dan setelah aplikasi arus proteksi tidak ditemukan adanya daerah pasif ketika semua benda uji tersebut terendam di dalam air laut. Semua benda uji tersebut juga menunjukkan polarisasi mundur berada diatas polarisasi maju dan tidak menunjukkan adanya potensial pitting ketika arus mencapai lebih dari 7 mA. Pada benda uji yang telah diaplikasikan arus proteksi menunjukkan adanya potensial transpasif ( $E_{trans}$ ) sebesar -109,8 mV, -66,4 mV dan 145 mV untuk benda uji PPC 2, PPC 3 dan PPC 4. Di atas  $E_{trans}$  ini arus dapat meningkat karena pelarutan lapisan pasif tanpa terjadinya korosi sumuran. Hal tersebut mengindikasikan bahwa adanya selimut beton sebesar 28 mm yang dimiliki pada semua benda uji yang terendam di dalam air laut dapat menghambat penetrasi klorida menuju ke baja tulangan beton selama 30 hari perendaman.

Dari hasil penelitian pada proteksi katodik arus tanding pada baja tulangan beton baru menggunakan anoda MMO-Ti beton konduktif dapat disimpulkan bahwa:

1. Aplikasi proteksi katodik arus tanding pada baja tulangan beton pada variasi arus proteksi menghasilkan pergeseran potensial yang lebih negatif daripada potensial korosi alaminya. Semakin tinggi arus proteksi yang diaplikasikan maka semakin negatif pergeseran potensial baja tulangan beton yang diperoleh.
2. Pergeseran potensial menuju ke arah lebih positif daripada potensial korosi awal setelah arus proteksi dimatikan dan dipantau selama 4 jam menjadikan bukti bahwa proteksi katodik tersebut berjalan dengan baik.
3. Nilai polarisasi yang didapatkan pada semua benda uji lebih besar dari 100 mV sehingga telah memenuhi kriteria dari NACE SP0290.

4. Potensial korosi baja tulangan beton yang ditentukan setelah 4 jam dari arus proteksi dimatikan menghasilkan nilai potensial terendah/paling negatif sebesar -388,3 mV vs SCE ditemukan pada benda uji PPC 4 pada hari ke 10.
5. Laju korosi baja tulangan beton yang ditentukan setelah 4 jam dari arus proteksi dimatikan menghasilkan nilai laju korosi lebih rendah daripada nilai laju korosi pada benda uji tanpa arus proteksi selama 30 hari perendaman.
6. Selama 30 hari perendaman, semua benda uji tidak ditemukan adanya korosi *pitting*.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis dengan tulus mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah membiayai penelitian ini melalui kegiatan Tematik 2014.

### REFERENSI

- [1] Xu, Jing., Wu Yao.2009.,,Current distribution in reinforced concrete cathodic protection system with conductive mortar overlay anode". *Constr. Build. Mater.* 23 . hal. 220–2226.
- [2] Yehia, Sherif., dan Joshua Host. 2010.,,Conductive Concrete for Cathodic Protection of Bridge Decks". *ACI Materials Journal*, V. 107, No. 6.
- [3] Polder R.B. 2005.,,Electrochemical techniques for corrosion protection and maintenance". Corrosion in reinforced concrete structures, edited by Hans Böhni.Woodhead Publishing Ltd. England.
- [4] R.F. Stratfull.1974.,,Experimental cathodic protection of a bridge deck". *Mater Perform* 1974;13, hal. 24–36.
- [5] WJ, Ellis., Colson Robert E.1980.,,Cathodic protection of concrete bridge structures". Final report NCHRP project, hal. 12–19 September.
- [6] H.C, Schell., Manning D.G.1985.,,Evaluating the performance of cathodic protection systems on reinforced concrete bridge substructures". *Mater Perform* 1985;24:18–25.
- [7] RJ, Kessler., Powers RG.1989.,,Conductive rubber as an impressed current anode". *Mater Perform* 1989;28:24–7.
- [8] NACE SP0290, "Impressed Current Cathodic Protection of Reinforcing Steel in Atmospherically Exposed Concrete Structure". NACE International, Houston, TX, 2007, 15
- [9] Araujo, A., Z. Panossian, Z. Lourenço.2013.,,Cathodic protection for concrete structures". *Ibracon Structures and Materials Journal*. Volume 6, Number 2 hal. 178-193, ISSN 1983-4195.
- [10] Bennett, J. Turk T.1994.,,Technical alert: criteria for the cathodic protection of reinforced concrete bridge elements". Washington: SHRP. 14p. (SHRP-S-359).
- [11] Pedferri, P.1996.,,Cathodic protection and cathodic prevention". *Construction and Building Materials*, Oxford, v.10, n. 5, hal. 391-402.
- [12] Groysman, A.2010.,,Corrosion for Everybody". Springer Dordrecht Heidelberg London New York. ISBN 978-90-481-3476-2.
- [13] Coppola, L., R. Fratesi, S. Monosi, P. Zaffaroni, and M. Colleparidi.1996.,,Corrosion of Reinforcing Steel in Concrete Structures Submerged in Seawater". *American Concrete Institute*. Volume 163, hal. 127-150.

- [14] Zapp, Philip E., John W. Van Zee. Electrochemical Studies of Nitrate-Induced Pitting in Carbon Steel. the National Technical Information Service, U.S. Department of Commerce, 5285 Port Royal Road, Springfield, VA. WSRC-MS-98-00865.



# Indeks Penulis

## A

Agung Imaduddin 229  
Agus Budi Prasetyo 179  
Ahmad Royani 245  
Arini Nikitasari 255  
Ariyo Suharyanto 191, 197, 245

## B

Bintoro Siswayanti 229

## D

D.N. Adnyana 235

## E

Edy Priyanto Utomo 225  
Efendi mabruri 225, 255  
Eko Sulistiyono 191, 197

## F

F.Firdiyono 191, 197

## G

Galih Senopati 223

## H

Harsisto 255  
Hendrik 229

## I

I Nyoman Gede P.A 225  
Indira Matahari 179  
Iwan Dwi Antoro 205

## L

Lia Andriyah 245

## M

M. Syaiful Anwar 255

## N

Nadia Chrisayu Natasha 245

## P

Puguh Prasetyo 179

## R

Rudi Subagja 245

## S

Saefudin 223  
Sigit Dwi Yudanto 229  
Soesaptri Oediyani 205  
Sundjono 255

## Y

Yopy Henpristian 205



# Indeks

## A

Alat pemanas mula 235  
AlTiB 223, 224, 225, 226, 227  
Anatase 247, 248, 249, 250, 251,  
252, 253, 255  
Arus Proteksi 257, 258, 260, 261, 262,  
263, 264  
Asam sulfat 247, 248

## B

Bellows ekspansi 235  
Bi-2212 229  
BPSCCO 229, 230, 231, 232, 233, 234

## C

Calcination 245, 255  
Cyclic polarization 257

## D

Diffraction 184, 189, 191, 193  
Dilution 197  
Dimpel 215, 220, 221  
Dissolution 191, 205, 209, 245

## E

Elongasi 215, 218, 219, 220  
Elongation 215  
Equal channel angular pressing  
(ECAP) 215, 221, 222

## F

Fasa 180, 183, 184, 194, 200, 205  
Fotokatalitik 247, 248  
FeNi spons 208, 209, 210, 211, 212,  
213, 214

## H

Hambatan jenis listrik 229, 231,  
232, 233  
Hydrochloride acid 197

## I

Ilmenit 192, 193, 198, 247, 248,  
254, 255  
Inconel 625 235, 236, 238, 239, 241,  
242, 243

## K

Kalsinasi 185, 247, 248, 249, 250,  
251, 252, 253, 254, 255

## L

Laju korosi 257, 258, 259, 260, 261,  
262, 264  
Limonit 205, 206, 207, 208, 209,  
210, 211  
Limonite 205, 206

## M

Metoda padatan 229  
Mineral sekunder 191, 192  
MMO-Ti 257, 258, 259, 263  
Mortar konduktif 257, 258, 259

## N

NaOH solution 191

## P

Pelarutan 247, 248, 263  
Pengendapan 247  
Penghalus butir 223, 224, 225, 226,  
227  
Percentage of Fe metal 205, 206  
Percentage of Ni 206  
Persen Fe metal 205, 206, 211, 212

Persen Ni 205, 212  
Potensial Korosi 257, 258, 259, 260,  
261, 262, 263, 264  
Proteksi Katodik 257, 258, 259, 260,  
261, 263

## R

Rapid solidification 223, 224, 225, 226,  
227  
Rare earth 191, 197  
Rare earth elements 191  
Reduction 188, 197, 205  
Reduksi 192, 197, 198, 199, 200,  
201, 202, 203, 205, 206,  
207, 208, 209, 210, 211,  
212  
Retak korosi tegangan (RKT) 235

## S

Secondary minerals 191  
Sulphate acid 197  
Sumuran 257, 262, 263  
Superkonduktor 229, 230, 231, 232,  
233

## T

Tafel 257, 260  
TiO<sub>2</sub> 247, 248, 249, 250, 251, 252, 253,  
254, 255





# LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA PUSAT PENELITIAN METALURGI

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

## PANDUAN BAGI PENULIS

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



## PANDUAN BAGI PENULIS

diberi tanda titik .

**Contoh : Tabel 1.** Harga kekerasan baja SS 316L

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

**Contoh : Gambar 1.** Struktur mikro baja SS 316L

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

10. Kesimpulan berisi secara singkat dan jelas tentang :

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

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

12. Kutipan atau Sitasi

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

**Contoh:** Struktur mikro baja SS 316L<sup>[2]</sup>.

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

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

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

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

**2. Buku dengan tiga pengarang atau lebih**

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

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

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

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

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



**LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA**  
**PUSAT PENELITIAN METALURGI**

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

**PANDUAN BAGI PENULIS**

*Indonesia* Jakarta : Balai Pustaka.

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

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

**6. Artikel dari bunga rampai**

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

**7. Bahan yang belum dipublikasikan atau tidak diterbitkan**

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

**8. Bahan yang belum dipublikasikan atau tidak diterbitkan**

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

**9. Tulisan Bersumber dari Internet**

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

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

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

16. Penulis bertanggung jawab penuh atas kebenaran naskahnya.

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

Serpong, April 2012  
Redaksi Majalah Metalurgi

