



P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

# METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

---

VOLUME 32 Nomor 1, APRIL 2017

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

---

Pengaruh Waktu Deposisi Dan Temperatur Substrat  
Terhadap Pembuatan Kaca Konduktif *Fluorine-doped Tin Oxide* (FTO)

Studi *Recovery* Tembaga Dari Limbah Elektrolit Pemurnian Perak  
Menggunakan Proses Ekstraksi Pelarut-*Electrowinning*  
Dengan Mextral 5640H Sebagai Ekstraktan

Ketahanan Korosi Paduan Cu-Zn 70/30  
Setelah Proses *Thermomechanical Controlled Process* (TMCP)

Pengaruh Proses Tempering Ganda Terhadap Sifat Mekanik  
Material Baja Cor Paduan Ni-Cr-Mo

Pengaruh Suhu dan Waktu Tempering Terhadap Kekerasan, Struktur Mikro,  
dan Laju Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material  
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



**Penanggung Jawab:**  
Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

**Dewan Redaksi :**  
**Ketua Merangkap Anggota:**  
Dr. Ika Kartika, M.T, P2MM - LIPI

**Anggota :**  
Dr. Ir. Djusman Sajuti (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)  
Dr. Ir. Rudi Subagja (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)  
Dr. Ir. Florentinus Firdiyono (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)  
Dr. Ing. Andika W. Pramono, M. Sc (P2MM - LIPI, Fungsional Material)  
Dr. Nono Darsono (P2MM - LIPI, Fungsional Material)

**Mitra Bestari :**  
Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (BATAN - Ilmu Material)  
Dr. Timotius Pasang (AUT University, New Zealand - Pembentukan Logam)  
Dr. Asep Ridwan (Teknik Material – Institut Teknologi Bandung)  
Dr. Prita Dewi Basoeki, MT (Teknik Mesin – Universitas Katolik Atmajaya)

**Pelaksana Redaksi:**  
Lia Andriyah, M.Si  
M. Yunan Hasbi, S.T  
Agus Budi Prasetyo, M.T  
Arif Nurhakim, S.Sos  
Noor Hidayah, S.Ip  
Bahari, BE  
Galih Senopati, S.T  
Daniel Panghuhutan, M.Si  
Adi Noer Syahid, A.Md

**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.

# METALURGI

VOLUME 32 NOMOR 1, APRIL 2017  
P-ISSN 0126-3188  
E-ISSN 2443-3926

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

**Pengantar Redaksi.....iv**

**Abstrak.....v**

**Pengaruh Waktu Deposisi Dan Temperatur Substrat Terhadap Pembuatan Kaca Konduktif Fluorine-doped Tin Oxide (FTO)**  
Tri Arini.dkk.....1-8

**Studi Recovery Tembaga Dari Limbah Elektrolit Pemurnian Perak Menggunakan Proses Ekstraksi Pelarut-Electrowinning Dengan Mextral 5640H Sebagai Ekstraktan**  
Muhammad Wildanil Fathoni, dkk.....9-20

**Ketahanan Korosi Paduan Cu-Zn 70/30 Setelah Proses Thermomechanical Controlled Process (TMCP)**  
Eka Febrivanti, dkk.....21-28

**Pengaruh Proses Tempering Ganda Terhadap Sifat Mekanik Material Baja Cor Paduan Ni-Cr-Mo**  
Beny Bandanadjaja, dkk.....29-36

**Pengaruh Suhu dan Waktu Tempering Terhadap Kekerasan, Struktur Mikro, dan Laju Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni**  
Hadi Perdana, dkk.....37-44

**Indeks**



## PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 32 Nomor 1, April 2017 kali ini menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Tri Arini dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Waktu Deposisi Dan Temperatur Substrat Terhadap Pembuatan Kaca Konduktif Fluorine-doped Tin Oxide (FTO)*. Selanjutnya Muhammad Wildanil Fathoni menulis tentang *Studi Recovery Tembaga Dari Limbah Elektrolit Pemurnian Perak Menggunakan Proses Ekstraksi Pelarut-Electrowinning Dengan Mextral 5640H Sebagai Ekstraktan*. Eka Febrianti dan kawan-kawan menulis tentang *Ketahanan Korosi Paduan Cu-Zn 70/30 Setelah Proses Thermomechanical Controlled Process (TMCP)*. Selanjutnya Beny Bandanadjaja dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Proses Tempering Ganda Terhadap Sifat Mekanik Material Baja Cor Paduan Ni-Cr-Mo*. Terakhir yaitu Hadi Perdana dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Suhu dan Waktu Tempering Terhadap Kekerasan, Struktur Mikro, dan Laju Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni*.

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

**REDAKSI**



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

UDC (OXDCF) 536.2

Tri Arini<sup>a\*</sup>, Latifa Hanum Lalasari<sup>a</sup>, Akhmad Herman Yuwono<sup>b</sup>, F. Firdiyono<sup>a</sup>, Lia Andriyah<sup>a</sup>, Achmad Subhan<sup>c</sup> (<sup>a</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI, <sup>b</sup>Departemen Teknik Metalurgi dan Material – Universitas Indonesia, <sup>c</sup>Pusat Penelitian Fisika - LIPI)

Pengaruh Waktu Deposisi dan Temperatur Substrat Terhadap Pembuatan Kaca Konduktif FTO (*Fluorine-doped Tin Oxide*)

Metalurgi, Vol 32 No. 1 April 2017

Pembuatan FTO (*fluorine-doped tin oxide*) ini diharapkan dapat menggantikan fungsi ITO (*indium tin oxide*) karena proses pembuatan yang sederhana dan biaya yang relatif rendah. Prekursor timah klorida dengan doping flourine yang dipreparasi melalui metode *sol-gel* dengan proses pelapisan dengan teknik *spray pyrolysis* dapat dipertimbangkan sebagai suatu terobosan baru di dalam struktur *device* sel surya tersensitasi zat pewarna. Percobaan ini menggunakan bahan baku timah (II) klorida hidrat ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) sebagai prekursor dan amonium florida ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) sebagai doping dengan rasio 6 %berat dengan variasi temperatur 250, 300, 350, 400 °C dan dengan variasi waktu 5, 20, 30, dan 40 menit. Hasil percobaan menunjukkan bahwa semakin lama waktu deposisi maka akan semakin kecil nilai resistivitas kaca konduktif. Namun semakin lama waktu deposisi akan mengurangi nilai transmitansi. Pada percobaan ini menghasilkan transmitansi tinggi dan resistivitas rendah diperoleh pada variasi waktu deposisi 5 menit dengan temperatur substrat 300 °C dengan nilai resistivitas  $3,16 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$  dan nilai transmitansi 86,74%.

**Kata Kunci:** Kaca konduktif,  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , doping  $\text{NH}_4\text{F}$ , resistivitas, transmitansi

*The Influence of Deposition Time and Substrate Temperature in Manufacturing Process of FTO (Fluorine-doped Tin Oxide) Conductive Glass*

*Manufacturing FTO (fluorine-doped tin oxide) is expected to replace ITO (indium tin oxide) because the process is simple and relatively low cost. Tin chloride precursor with fluorine doping is prepared via sol-gel method with a coating process with spray pyrolysis technique can be considered as a new breakthrough in DSSC device structures. This experiment uses the raw material tin (II) chloride hydrate ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) as precursors and ammonium fluoride ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) as a doping ratio of 6% wt with variation in temperatures of 250, 300, 350, 400 °C and time resistivities of 5, 20, 30 and 40 minutes. The results showed that the longer deposition time decreasing value of conductive glass resistivity. This condition would reduce the value of transmittance. High transmittance and low resistivity obtained on the variation of deposition time 5 minutes with a substrate temperature of 300 °C with a resistivity value of  $3.16 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$  and transmittance value of 86.74%.*

**Keywords:** Conductive glass,  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , doping  $\text{NH}_4\text{F}$ , resistivity, transmittance

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

UDC (OXDCF) 348.02

Muhammad Wildanil Fathoni\* dan M. Zaki Mubarak (Program Studi Teknik Metalurgi, FTSM-ITB)

Studi *Recovery* Tembaga dari Limbah Elektrolit Pemurnian Perak Menggunakan Proses Ekstraksi Pelarut-Electrowinning dengan Mextral 5640H Sebagai Ekstraktan

Metalurgi, Vol 32 No. 1 April 2017

Penelitian mengenai *recovery* logam berharga dari limbah cair telah banyak dilakukan. Salah satu caranya adalah melalui proses ekstraksi pelarut – *electrowinning*. Dalam *paper* ini didiskusikan proses *recovery* tembaga dari limbah elektrolit *electrorefining* perak dengan proses ekstraksi pelarut, *stripping* dan *electrowinning*. Serangkaian percobaan ekstraksi pelarut tembaga dengan Mextral 5640H dilakukan terhadap dua jenis sampel larutan limbah elektrolit. Sampel pertama merupakan limbah elektrolit *electrorefining* perak dengan matriks nitrat tanpa pengolahan terlebih dahulu, sementara sampel kedua merupakan limbah elektrolit yang sudah mengalami proses pengendapan perak dengan penambahan garam klorida sehingga mempunyai matriks klorida. Percobaan ekstraksi pelarut dengan menggunakan sampel pertama tidak memberikan ekstraksi tembaga yang memadai dan tidak selektif terhadap perak, dimana dengan menggunakan konsentrasi ekstraktan 15% (v/v) ko-ekstraksi Ag mencapai 10%, sementara ekstraksi Cu hanya 32%. Percobaan ekstraksi pelarut dengan menggunakan sampel limbah elektrolit kedua mencapai ekstraksi Cu tertinggi sebesar 97% yang diperoleh pada konsentrasi ekstraktan 25% (v/v), pH kesetimbangan 2, nisbah volume organik/aqueous (O/A) 2/1 dan temperatur 25 °C. Hasil analisis menunjukkan bahwa proses ekstraksi Cu dalam larutan klorida dengan Mextral 5640H bersifat eksotermis dengan nilai  $\Delta H$  sebesar -2,97 kJ/mol. *Recovery* proses *stripping* Cu tertinggi yang diperoleh sebesar 87,1% yaitu pada konsentrasi asam sulfat 200 gpl, nisbah O/A 2/1 dan temperatur 46 °C dengan konsentrasi tembaga dalam larutan hasil *stripping* mencapai 50 gpl. Efisiensi arus proses *electrowinning* sebesar 98,7%, dengan tegangan sel 2,4 volt dan konsumsi energi listrik 2077 kWh/ton-tembaga.

**Kata Kunci:** Limbah elektrolit perak, tembaga, ekstraksi pelarut, mextral 5640H

*Study of Copper Recovery from Spent Electrolyte Silver by Solvent Extraction – Electrowinning Using Mextral 5640 H*

*Numerous investigations have been done for valuable metals recovery from liquid waste. One of the methods that has been used is solvent extraction – electrowinning. In this paper, copper recovery from spent electrolyte of silver electrorefining by solvent extraction, stripping and electrowinning is discussed. A series of copper solvent extraction experiments using Mextral 5640H were conducted on two types of spent electrolyte samples. The first sample is spent electrolyte of silver electrorefining without treatment and has nitrate matrix, while the second one is the spent electrolyte that has undergone silver deposition process by chloride salt addition, thus has a chloride matrix. The solvent extraction experiments by using the first spent electrolyte sample did not result in adequate copper extraction and was not selective to silver. By using 15% (v/v) Mextral 5640H, co-extraction of silver reached 10%, while extracted copper was only 31%. Solvent extraction tests with the second spent electrolyte sample resulted in the highest copper extraction of 97% at 25% (v/v) Mextral 5640H, equilibrium pH 2, O/A ratio 2/1 and temperature 25 °C. The analysis revealed that copper extraction in chloride solution by Mextral 5640H is an exothermic process with  $\Delta H$  value of -2.97 kJ/mole. The highest recovery of stripping process was 87.1% obtained at 200 g/L sulfuric acid, O/A ratio 2/1 and temperature 46 °C with copper concentration in aqueous solution of 50 g/L. Current efficiency of electrowinning process was 98.7%, with cell voltage of 2.4 volt and electrical energy consumption of 2077 kWh/ton of copper.*

**Keywords:** Silver spent electrolyte, copper, solvent extraction, mextral 5640H

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

UDC (OXDCF) 620.112

Eka Febriyanti<sup>a\*</sup>, Ayu Rizeki Ridhowati<sup>b</sup>, Rini Riastuti<sup>b</sup> (<sup>a</sup>Balai Besar Teknologi Kekuatan Struktur – BPPT dan <sup>b</sup>Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia)

Ketahanan Korosi Paduan Cu-Zn 70/30 Setelah Proses *Thermomechanical Controlled Process* (TMCP)

Metalurgi, Vol 32 No. 1 April 2017

Paduan Cu-Zn (70/30) banyak digunakan sebagai saluran pipa untuk menyalurkan air dalam aplikasi industri. Pada saluran pipa tersebut umumnya ditemukan ion klorida. Produk korosi yang terbentuk pada paduan Cu-Zn akibat interaksi dengan ion Cl<sup>-</sup> dapat menurunkan efisiensi kerja alat. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan metode pengembangan lebih lanjut untuk meningkatkan ketahanan korosi paduan Cu-Zn dengan TMCP (*thermomechanical control process*). Pengerjaan *warm rolling* dilakukan dengan metode bolak-balik dengan reduksi sebesar 25%, 30%, dan 35% pada suhu 300 °C. Ketahanan korosi spesimen diukur menggunakan metode polarisasi dengan 0,1 M HCl. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa dengan peningkatan reduksi dari 31,61% hingga 48,39% terjadi penurunan laju korosi dari 0,564 mm/tahun menjadi 0,426 mm/tahun.

**Kata Kunci:** Paduan Cu-Zn 70/30, TMCP, aniling, efek pengerasan, laju korosi

*Corrosion Resistance of Cu/Zn 70/30 Alloy from Thermomechanical Controlled Process (TMCP)*

*Cu-Zn alloy (70/30) alloy is widely used as water tubing in industrial application. From some references reveal that chloride ion exist along pipeline. Interaction between chloride ion and Cu-Zn alloy promote corrosion process then reduce the tube performance. The aim of this research is to improve the corrosion resistance of Cu-Zn alloy by developing TMCP (thermo mechanical controlled process). The specimens are warm rolled at 300°C with reverse rolling system at deformation 25%, 30%, and 35%. Corrosion resistance of specimen is then measured by polarisation method using 0.1 M HCl. Experimental results indicate that by increasing reduction from 31.61% to 48.39%, the corrosion rate decrease from 0.564 mm/year to 0.426 mm/year.*

**Keywords:** Cu-Zn 70/30 alloy, TMCP, annealing, hardening effect, corrosion rate

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

UDC (OXDCF) 620.112

Beny Bandanadjaja, Dewi Idamayanti (Politeknik Manufaktur Negeri, Bandung)

Pengaruh Proses Tempering Ganda Terhadap Sifat Mekanik Material Baja Cor Paduan Ni-Cr-Mo

Metalurgi, Vol 32 No. 1 April 2017

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui perbaikan sifat mekanik material baja cor paduan Cr-Ni-Mo yang telah mengalami proses tempering ganda. Ketangguhan tinggi diperlukan agar dalam aplikasinya baja mampu meredam atau menahan beban dampak atau kejutan dengan baik. Sifat mekanik baja cor pada kondisi as-cast cukup getas dengan elongasi cukup rendah. Untuk dapat meningkatkan ketangguhannya maka baja cor dapat diberikan perlakuan tambahan yaitu proses tempering setelah normalising. Namun proses tempering yang diberikan dapat pula memunculkan presipitat karbida yang bersifat getas. Oleh karenanya, tempering kedua diperlukan dengan demikian fasa getas yang terjadi dapat dihilangkan serta elongasi baja dapat semakin meningkat. Proses perlakuan panas yang diterapkan adalah proses normalising yang dilanjutkan tempering ganda dengan variasi temperatur tempering, untuk mengetahui kombinasi kekuatan dengan elongasi baja yang terbaik. Hasil yang diperoleh bahwa baja paduan Ni, Cr dan Mo dapat menghasilkan elongasi yang meningkat tanpa diikuti dengan penurunan kekuatan tarik secara signifikan. Pada kondisi as-cast material baja memiliki sifat yang sangat getas yaitu elongasi 4% dan harga dampak 15 J/cm<sup>2</sup>. Proses perlakuan panas yang menghasilkan ketangguhan terbaik dengan kombinasi kekuatan tarik dan elongasi yang tertinggi adalah proses normalising diikuti oleh tempering I dilanjutkan dengan tempering II pada temperatur 650 °C. Sifat mekanik yang dapat dicapai yaitu kekuatan tarik sebesar 68,3 MPa, kekuatan luluh sebesar 52,5 MPa dan elongasi sebesar 20%. Ketangguhan baja cor meningkat setelah tempering ganda menjadi 142 J/cm<sup>2</sup>.

**Kata Kunci:** Ketangguhan, normalising, baja paduan Ni-Cr-Mo, tempering ganda, baja cor paduan

*The Influence of Double Tempering on Mechanical Properties of Ni-Cr-Mo Cast Steel Alloy*

*This research is conducted in order to find the improvement of steel casting mechanical property, that has been treated on double tempering processes. High toughness is required in order that on the application the steel must have capability of holding the impact load or shock without fracture. Properties of steel in the as-cast condition is quite brittle, the elongation is quite low. In order to improve the toughness, the cast steel can be given additional tempering treatment after normalizing processes. The tempering process will reduce hardness and improve the elongation so that the toughness of the steel material can be increased. The second tempering is required to eliminate the brittle phase that occurs and the elongation of the steel material can be increased. The process of heat treatment which has been applied is normalizing followed with a double tempering temperature variation. The variation of tempering temperature is given to find the best combination of the mechanical properties of strength and elongation. The result showed that the heat treatment processes on Ni, Cr and Mo alloy steel material can increase its elongation without decreasing in tensile strength significantly. In the as-cast condition the steel is very brittle i.e. 4% elongation and impact value of 15 J/cm<sup>2</sup>. The heat treatment process which produces high toughness with the best combination of tensile strength and elongation is the process of normalizing followed by first and the second tempering at 650 °C. Mechanical properties result with tensile strength of 68.3 MPa, yield strength of 52.5 MPa and elongation of 20%. Material toughness is increased after double tempering around 142 J/cm<sup>2</sup>.*

**Keywords:** Toughness, double tempering, normalizing of Ni-Cr-Mo Steel Alloy, alloyed steel casting

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

UDC (OXDCF) 669.1

Hadi Perdana<sup>a</sup>, Moch. Syaiful Anwar<sup>b</sup>, Andinnie Juniarsih<sup>a</sup> dan Efendi Maburi<sup>b,\*</sup> (<sup>a</sup>Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, <sup>b</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI)

Pengaruh Suhu dan Waktu Tempering Terhadap Kekerasan, Struktur Mikro, dan Laju Korosi Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr3Mo3Ni

Metalurgi, Vol 32 No. 1 April 2017

Baja tahan karat 13Cr3Mo3Ni merupakan modifikasi dari baja tahan karat martensitik 410 untuk digunakan sebagai material sudu pada turbin uap. Tulisan ini memaparkan pengaruh suhu dan waktu tempering terhadap kekerasan, struktur mikro dan laju korosi baja karat martensitik 13Cr3Mo3Ni. Pengujian yang dilakukan adalah pengamatan struktur mikro menggunakan mikroskop optik dan SEM-EDS, uji kekerasan dengan Rockwell C dan uji korosi di dalam larutan 3,5% NaCl dengan alat Gamry G750. Secara umum kekerasan baja menurun dengan naiknya suhu tempering, kecuali pada suhu 500-650 °C terjadi peningkatan kekerasan akibat adanya *secondary hardening* dan karbida logam berukuran sub-mikron teramati sebagai penyebabnya. Peningkatan waktu tempering menjadi 6 jam mengakibatkan penurunan kekerasan dan penghilangan efek *secondary hardening*. Perbedaan suhu tempering juga menghasilkan perbedaan potensial, arus serta laju korosi baja 13Cr3Mo3Ni.

**Kata Kunci:** Baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni, tempering, secondary hardening, kekerasan, struktur mikro, laju korosi

*The Influence of Time and Temperature Tempering on Hardness, Microstructure and Corrosion Rate of 13Cr3Mo3Ni Stainless Steel*

*The 13Cr3Mo3Ni martensitic stainless steel is the modified 410 type steel for steam turbine blade application. This paper reports the effect of tempering temperature and time on hardness, microstructure and corrosion rate of the modified steel. Microstructure observation was performed using optical microscopy and SEM-EDS, hardness testing using Rockwell C hardness tester and the corrosion test in 3.5% NaCl solution using Gamry G750 instrument. In general, the hardness of the steel decreased with increasing of tempering temperature. However, the hardness increased at the tempering temperature 500-650 °C showing secondary hardening, and the metal carbides with sub-micron in sizes were observed in the microstructure. Longer tempering time of 6 h resulted in decreased hardness without secondary hardening. It can be reported also that the tempering temperature changed the potential, current and rate of corrosion of the 13Cr3Mo3Ni steel.*

**Keywords:** 13Cr3Mo3Ni Martensitic stainless steel, tempering, secondary hardening, hardness, microstructure, corrosion rate





## PENGARUH WAKTU DEPOSISI DAN TEMPERATUR SUBSTRAT TERHADAP PEMBUATAN KACA KONDUKTIF FTO (*FLUORINE-DOPED TIN OXIDE*)

Tri Arini<sup>a\*</sup>, Latifa Hanum Lalasari<sup>a</sup>, Akhmad Herman Yuwono<sup>b</sup>, F. Firdiyono<sup>a</sup>, Lia Andriyah<sup>a</sup>, Achmad Subhan<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspiptek - Serpong, Tangerang Selatan 15314

<sup>b</sup>Departemen Teknik Metalurgi dan Material – Universitas Indonesia

Kampus Baru Universitas Indonesia – Depok 16424

<sup>c</sup>Pusat Penelitian Fisika - LIPI

Kawasan Puspiptek - Serpong, Tangerang Selatan 15314

E-mail: arinistri82@gmail.com

Masuk Tanggal : 02-08-2016, revisi tanggal : 12-03-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 28-04-2017

### Intisari

Pembuatan FTO (*flourine-doped tin oxide*) ini diharapkan dapat menggantikan fungsi ITO (*indium tin oxide*) karena proses pembuatan yang sederhana dan biaya yang relatif rendah. Prekursor timah klorida dengan doping flourine yang dipreparasi melalui metode *sol-gel* dengan proses pelapisan dengan teknik *spray pyrolysis* dapat dipertimbangkan sebagai suatu terobosan baru di dalam struktur *device* sel surya tersensitasi zat pewarna. Percobaan ini menggunakan bahan baku timah (II) klorida hidrat ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) sebagai prekursor dan amonium florida ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) sebagai doping dengan rasio 6 %berat dengan variasi temperatur 250, 300, 350, 400 °C dan dengan variasi waktu 5, 20, 30, dan 40 menit. Hasil percobaan menunjukkan bahwa semakin lama waktu deposisi maka akan semakin kecil nilai resistivitas kaca konduktif. Namun semakin lama waktu deposisi akan mengurangi nilai transmitansi. Pada percobaan ini menghasilkan transmitansi tinggi dan resistivitas rendah diperoleh pada variasi waktu deposisi 5 menit dengan temperatur substrat 300 °C dengan nilai resitivitas  $3,16 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$  dan nilai transmitansi 86,74%.

**Kata Kunci:** Kaca konduktif,  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , doping  $\text{NH}_4\text{F}$ , resistivitas, transmitansi

### Abstract

*Manufacturing FTO (fluorine-doped tin oxide) is expected to replace ITO (indium tin oxide) because the process is simple and relatively low cost. Tin chloride precursor with fluorine doping is prepared via sol-gel method with a coating process with spray pyrolysis technique can be considered as a new breakthrough in DSSC device structures. This experiment uses the raw material tin (II) chloride hydrate ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) as precursors and ammonium fluoride ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) as a doping ratio of 6% wt with variation in temperatures of 250, 300, 350, 400 °C and time resistivities of 5, 20, 30 and 40 minutes. The results showed that the longer deposition time decreasing value of conductive glass resistivity. This condition would reduce the value of transmittance. High transmittance and low resistivity obtained on the variation of deposition time 5 minutes with a substrate temperature of 300 °C with a resistivity value of  $3.16 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$  and transmittance value of 86.74%.*

**Keywords:** Conductive glass,  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , doping  $\text{NH}_4\text{F}$ , resistivity, transmittance

## 1. PENDAHULUAN

Salah satu komponen terpenting dalam perangkat DSSC (*dye sensitized solar cell*) adalah TCO (*transparent conductive oxide*). TCO adalah sebuah lapisan oksida transparan konduktif. Salah satu material TCO yang

banyak di pasaran yaitu ITO (*indium tin oxide*), namun untuk membuat ITO ini membutuhkan dana yang cukup besar karena bahan bakunya sangat mahal dan juga tersedia dalam jumlah yang terbatas dan ketersediaan alat yang menunjang dalam proses pembuatannya. Oleh

karena itu, perlu diteliti material TCO lain yang dapat menjadi alternatif untuk menggantikan fungsi ITO. Salah satu oksida yang digunakan dalam pembuatan TCO selain ITO adalah FTO (*fluorine-doped tin oxide*)<sup>[1]</sup>. Semikonduktor FTO ini diharapkan dapat menggantikan fungsi ITO yang bahan bakunya sangat mahal.

Berbagai metode telah digunakan untuk menumbuhkan film SnO<sub>2</sub> baik secara fisika maupun kimia. Secara fisika, pelapisan dapat dibuat dengan metode evaporasi<sup>[2]</sup>, *electron beam evaporation*<sup>[3]</sup>, *sputtering*<sup>[4]</sup>, dan *spray pyrolysis*<sup>[5]</sup>. Sedangkan secara kimia berbagai metode deposisi dapat digunakan diantaranya metode *sol-gel*<sup>[6]</sup> dan deposisi uap kimia (CVD)<sup>[7]</sup>. Latifa dkk<sup>[8]</sup> menjelaskan bahwa rasio konsentrasi dopan/prekursor (NH<sub>4</sub> F: SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O) sebesar 10% menghasilkan larutan konduktif paling stabil dan lapisan tipis FTO yang dihasilkan dengan teknik *dip coating* mempunyai morfologi heksagonal lebih teratur dan seragam.

Mengacu pada beberapa penelitian sebelumnya<sup>[8-11]</sup> maka penelitian ini difokuskan pada pembuatan kaca konduktif FTO menggunakan kombinasi metode *sol-gel* untuk preparasi larutan konduktif dan teknik *ultrasonic spray pyrolysis* untuk deposisi film tipis FTO. Pemilihan teknik deposisi *ultrasonic spray pyrolysis* mempunyai keunggulan diantaranya merupakan metode yang sangat sederhana dan relatif hemat biaya, terutama mengenai biaya peralatan<sup>[12]</sup> selain itu tidak memerlukan kondisi vakum, hasil akhir lapisan yang seragam, dan memiliki efisiensi pelapisan yang tinggi<sup>[13]</sup>. Kombinasi metode *sol gel* dan *ultrasonic spray pyrolysis* diharapkan mampu menghasilkan kaca konduktif FTO yang transparan dengan resistivitas <10<sup>-4</sup> Ω.cm, nilai transmitansi >80 % dan struktur kristal tetragonal. Jenis prekursor dan dopan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sama dengan penelitian Latifa dkk<sup>[8]</sup> namun menggunakan metode yang berbeda yaitu menggunakan metode *ultrasonic spray pyrolysis*. Tujuan dari penelitian adalah untuk menyelidiki pengaruh waktu deposisi dan suhu substrat pada sifat TCO termasuk struktur kristal, morfologi, resistivitas dan transparansi optik.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca *slide* mikroskop sodalime, SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O (98%, Merck Ltd., Germany), NH<sub>4</sub>F (98%, Merck Ltd., Germany), aquades dan etanol (Et-OH).

Proses fabrikasi FTO diawali dengan pembersihan kaca substrat dengan menggunakan deterjen komersial, kemudian kaca substrat direndam dalam larutan NaOH : etanol dengan konsentrasi 0,5 g/ml selama 24 jam. Setelah direndam, lalu kaca substrat dibersihkan dengan *aquades* dan diultrasonikasi selama 15 menit.

Proses selanjutnya adalah pembuatan larutan konduktif timah dengan tahapan sebagai berikut: 12 gram SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam 100 ml etanol dan diaduk selama 30 menit. Di sisi lain, pembuatan larutan *doping fluoride* (F) dengan cara melarutkan bubuk NH<sub>4</sub>F (rasio konsentrasi NH<sub>4</sub>F : SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O sebesar 6 %berat) dengan *aquades*, sampai larutan homogen. Selanjutnya, larutan doping ini ditambahkan setetes demi setetes ke dalam larutan timah (prekursor) disertai pengadukan selama 30 menit supaya homogen.

Proses selanjutnya adalah proses *spray* dengan menggunakan metode *spray pyrolysis* dengan menggunakan nebulizer ultrasonik GEA Medis 402A1 dengan jarak 10 cm dan kecepatan ± 30 ml/10 menit dan kaca substrat diletakkan di atas *hot plate* dengan temperatur bervariasi yaitu 250, 300, 350 dan 400 °C pada waktu deposisi tetap 5 menit. Variasi waktu deposisi 5, 20, 30 dan 40 menit juga dilakukan dalam pembuatan FTO dengan suhu pemanasan konstan 300 °C.

Proses pengujian kaca konduktor menggunakan *scanning electron microscope - energy dispersive spectroscopy* (JEOL-JSM 6390A), x-ray difraksi / XRD (Shimadzu XRD-7000), UV-Vis spectroscopy (Thermo UV-Vis Genesys 10s) dan *four point probe* (FPP5000).

## 3. HASIL DAN DISKUSI

### A. Pengaruh Waktu Deposisi

Tabel 1 menunjukkan hasil analisis semikuantitatif lapisan tipis FTO. Dari hasil analisis semikuantitatif EDS dapat diketahui kandungan kimia dari lapisan tipis terdapat unsur-unsur seperti dalam Tabel 1, yaitu O, Cl dan Sn berasal dari larutan prekursor SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O; F berasal dari larutan dopan NH<sub>4</sub>F; sedangkan Na, Si, dan Ca berasal dari substrat kaca *slide*<sup>[14]</sup>.

Pada Tabel 1 memperlihatkan bahwa lama waktu deposisi berpengaruh pula pada kandungan unsur F. Hal itu mengindikasikan semakin lama proses deposisi semakin memungkinkan dopan F yang berupa gas ketika substrat dipanaskan akan mengalami dua kondisi yaitu sebagian dopan F menempel pada

substrat dan lainnya menguap ke udara. Kondisi ini berbeda dengan hasil analisa semikuantitatif EDS-SEM untuk elemen Sn pada Tabel 1. Tabel 1 terlihat bahwa lama waktu deposisi berpengaruh pula pada kenaikan komposisi akhir kandungan unsur Sn. Unsur Sn dengan berat molekul lebih besar cenderung lebih banyak menempel pada substrat dibandingkan dopan F ketika diberikan perlakuan pemanasan dan semakin lama proses deposisi. Meningkatnya rasio Sn/O menyatakan bahwa doping F sukses masuk ke dalam struktur baik sebagai pengganti oksigen atau sebagai interstitial<sup>[15]</sup>.

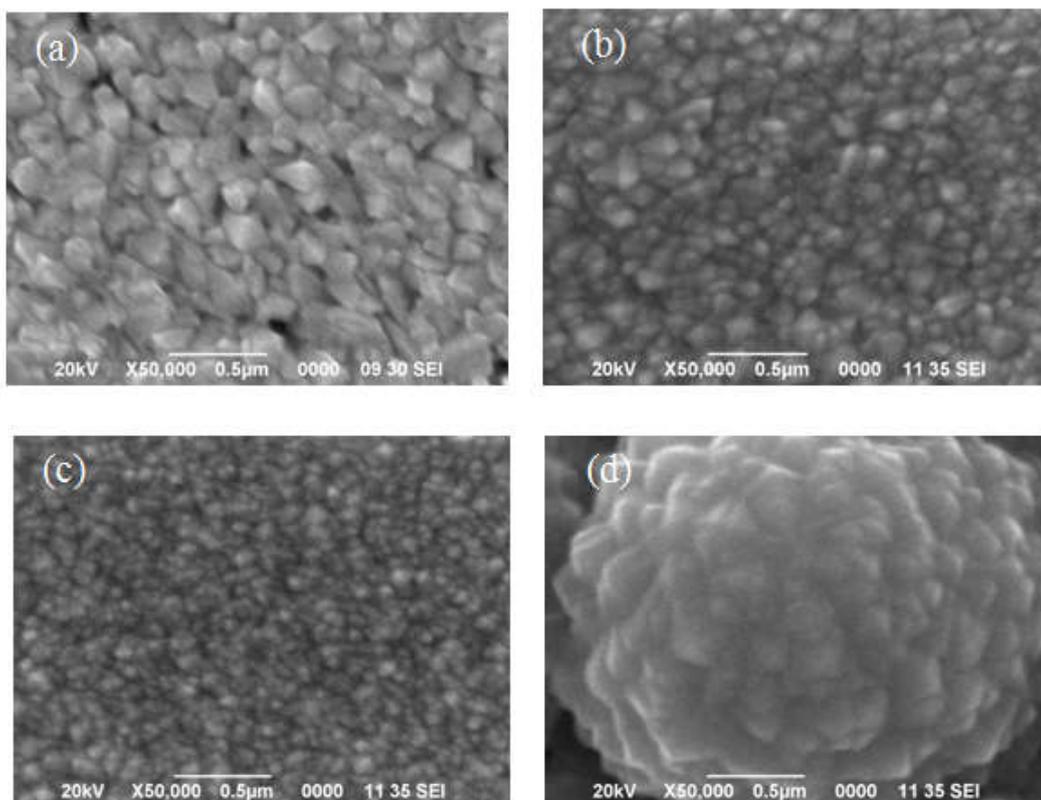
Gambar 1 memperlihatkan morfologi permukaan dari lapisan tipis FTO pada temperatur 300 °C dengan variasi waktu deposisi. Morfologi pada waktu deposisi 5 menit terlihat pada Gambar 1(a), lapisan tipis terdiri dari partikel-partikel kecil berbentuk trapesium<sup>[16]</sup> namun masih terlihat beberapa void porositas antara partikel, hal ini kemungkinan diakibatkan karena waktu deposisi berlangsung singkat, *droplet* larutan

tidak mampu terdispersi secara merata ke semua bagian permukaan kaca. Akibatnya *droplet* tersebut jatuh dalam bentuk tetesan dan kemudian diiringi dengan penguapan pelarut saat terkena temperatur tinggi 300 °C.

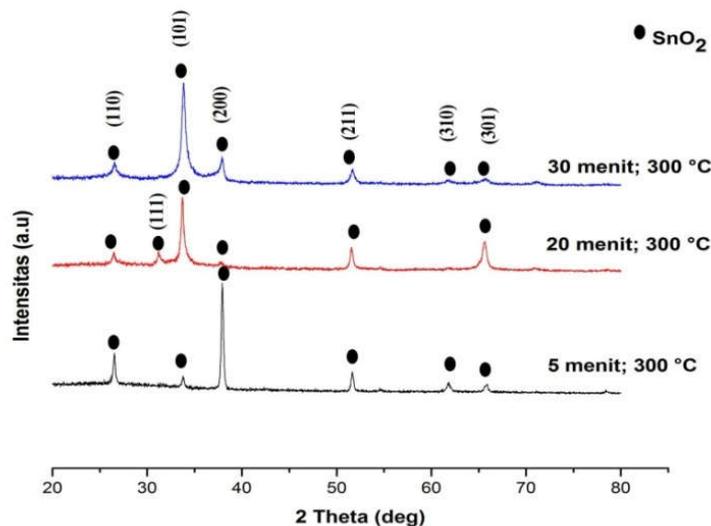
Tabel 1. Analisis semikuantitatif EDS-SEM lapisan tipis kaca konduktif pada temperatur 300 °C dengan variasi waktu deposisi

Elemen	Kadar % massa			
	5 menit	20 menit	30 menit	40 menit
O	18,67	14,40	15,88	13,22
F	0,62	0,32	0,23	0,57
Na	1,20	-	-	-
Si	15,13	-	-	-
Cl	0,57	-	-	-
Ca	3,82	-	-	-
Sn	59,98	85,29	83,89	86,21

Dengan penambahan waktu deposisi, partikel menjadi lebih kompak dan saling berhubungan di mana porositas telah berkurang secara signifikan.



Gambar 1. Hasil foto SEM lapisan tipis FTO dengan variasi waktu deposisi pada rasio doping 6% berat, temperatur 300 °C selama; (a) 5 menit; (b) 20 menit; (c) 30 menit; (d) 40 menit



Gambar 2. Pola difraksi sinar-x lapisan tipis SnO<sub>2</sub> dengan tiga variasi waktu deposisi pada temperatur 300 °C

Pola difraksi sinar-x lapisan tipis SnO<sub>2</sub> yang tumbuh di atas substrat kaca dengan variasi waktu deposisi 5, 20, 30 menit ditunjukkan pada Gambar 2. Pada gambar tersebut terlihat bahwa ketiga sampel memiliki sedikit pergerakan puncak difraksi pada sudut 2θ. Hasil pengukuran XRD tersebut menunjukkan bahwa puncak-puncak tersebut menunjukkan fasa material SnO<sub>2</sub> dengan bidang kristal (110), (101), (200), (211), (310), (301) dengan struktur kristal tetragonal sesuai dengan pola rutil SnO<sub>2</sub><sup>[17]</sup>.

Peningkatan waktu deposisi 5, 20 dan 30 menit terlihat menyebabkan adanya perubahan intensitas pada bidang kristal. Pada waktu deposisi 5 menit, *peak* (200) terlihat mempunyai intensitas tertinggi dibandingkan waktu deposisi 20 dan 30 menit. Hal ini menunjukkan fasa kristal SnO<sub>2</sub> sudah terbentuk dengan baik pada waktu deposisi selama 5 menit. Menurunnya intensitas *peak* (200) pada waktu deposisi 20 dan 30 menit menunjukkan bahwa lapisan tipis FTO yang dihasilkan mempunyai nilai transparansi yang rendah. Hasil ini didukung dengan penelitian yang dilakukan oleh G. Gordillo *et al*<sup>[18]</sup> yang menjelaskan bahwa bidang kristal (200) yang tinggi dapat menyebabkan keseimbangan optimal antara tahanan listrik dan transmitansi optik. Oleh karena itu intensitas yang tinggi pada *peak* (200) menjadi indikator keberhasilan dalam preparasi lapisan tipis FTO. Perubahan intensitas bidang kristal (101) semakin meningkat pada waktu 20 dan 30 menit. Hal ini disebabkan karena jumlah doping F yang semakin menebal pada permukaan seiring dengan penambahan waktu deposisi<sup>[19]</sup>. Kondisi ini didukung oleh hasil transmitansi pada

waktu deposisi 20 dan 30 menit semakin kecil (tidak optimal). Pada bidang kristal (111) di waktu deposisi 20 menit menunjukkan fasa material *tin dioxide* (SnO<sub>2</sub>).

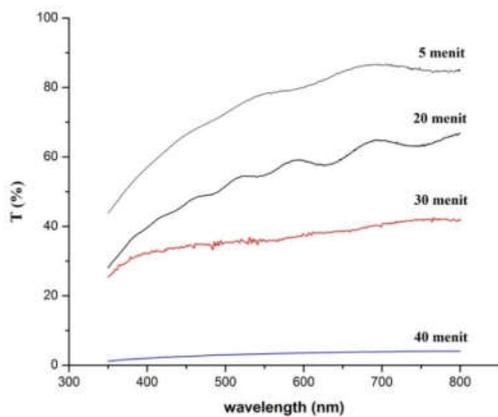
Tabel 2. Pengaruh waktu deposisi pada rasio doping 6 %berat, temperatur 300 °C dengan variasi waktu (menit)

Waktu Deposisi	Resistivitas (Ω.cm)
5 menit	$3,16 \times 10^{-4}$
20 menit	$3,83 \times 10^{-5}$
30 menit	$3,50 \times 10^{-5}$
40 menit	$8,17 \times 10^{-6}$

Dari hasil yang dapat dilihat pada Tabel 2 dapat disimpulkan bahwa lama waktu deposisi maka akan semakin kecil nilai resistivitas. Nilai resistivitas menurun secara signifikan yaitu dari  $3,16 \times 10^{-4}$  ke  $3,83 \times 10^{-5}$  (Ω.cm) pada waktu deposisi 5 menit sampai 20 menit. Hasil konduktivitas listrik ini dapat berhubungan dengan partikel dan kristal pertumbuhan struktur fase SnO<sub>2</sub> seperti yang telah dipelajari dengan SEM (Gambar 1) dan XRD (Gambar 2).

Proses *spray* pyrolisis dengan waktu deposisi 5 menit (Gambar 1(a)) telah menghasilkan partikel kecil disertai dengan kehadiran pori-pori atau rongga sebagai konsekuensi dari koneksi lengkap antara partikel tersebut. Pori-pori ini bertindak sebagai *sink* untuk jalan elektronik, dan sebagai konsekuensinya resistivitas *film* itu masih agak tinggi. Sebagai peningkatan waktu deposisi, partikel SnO<sub>2</sub> tumbuh menjadi lebih padat sehingga mengurangi porositas dan interkoneksi lebih terhubung, transfer elektronik antar partikel menjadi lebih mudah

dan resistivitas telah berkurang secara signifikan<sup>[19]</sup>.



Gambar 3. Spektrum transmitansi lapisan tipis SnO<sub>2</sub> dengan variasi waktu deposisi pada rasio doping 6 %berat, temperatur substrat 300 °C

Hasil pengamatan spektrum transmitansi lapisan tipis SnO<sub>2</sub> dengan variasi waktu deposisi ditunjukkan pada Gambar 3 dengan konsentrasi doping 6 %berat, temperatur substrat 300 °C dengan waktu deposisi 5, 20, 30 menit dan 40 menit adalah 4,06~86,74% pada daerah cahaya tampak (350-800 nm). Transmittansi tertinggi (sekitar 86,74%) diperoleh pada waktu 5 menit. Pada waktu 20, 30 dan 40 menit transmittansi menurun menjadi 67; 42,50 dan 4,06%.

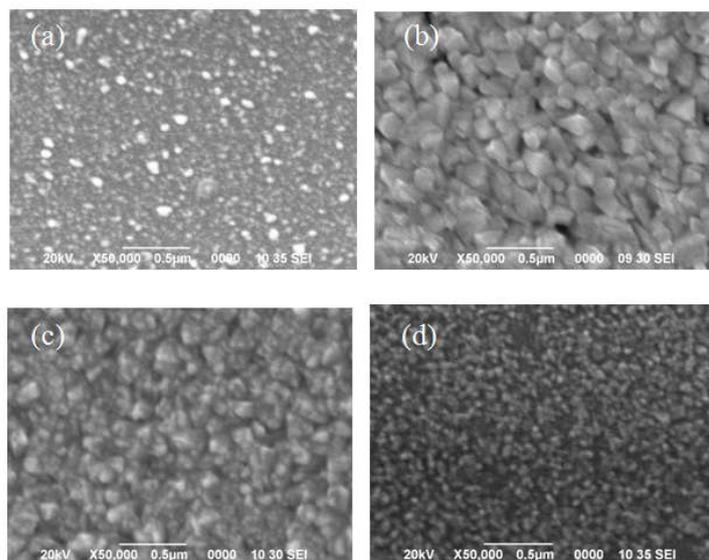
Hal ini didukung dengan nilai dari ketebalan lapisan, dimana semakin lama waktu deposisi, maka lapisan tipis akan semakin tebal. Dengan menggunakan metode *SwanopoeI*<sup>[20]</sup> didapatkan nilai ketebalan berturut-turut adalah 15,87; 20,85; 29,03 dan 54,06 μm untuk waktu deposisi 5, 20, 30 dan 40 menit.

## B. Pengaruh Temperatur Substrat

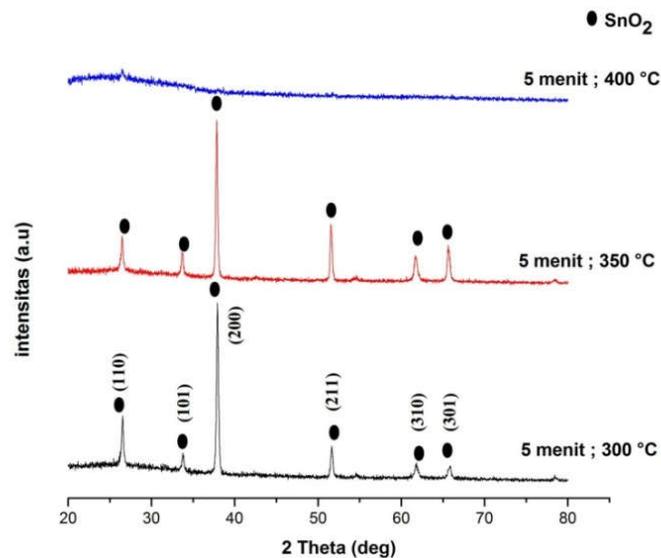
Tabel 3 menunjukkan hasil analisis semikuantitatif lapisan tipis SnO<sub>2</sub>. Dari hasil analisis semikuantitatif EDS dapat diketahui kandungan kimia dari lapisan tipis terdapat unsur-unsur seperti dalam Tabel 1, yaitu O, Cl dan Sn berasal dari larutan prekursor SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O; F berasal dari larutan dopan NH<sub>4</sub>F; sedangkan Na, Mg, Al, Si, dan Ca berasal dari substrat kaca *slide*<sup>[14]</sup>. Bila dilihat dari hasil analisis semikuantitatif EDS di atas, dapat disimpulkan, untuk waktu deposisi 5 menit, kandungan kimia dari lapisan tipis masih terdapat unsur dari kaca substrat itu sendiri, hal ini disebabkan karena waktu deposisi berlangsung singkat sehingga *droplet* larutan tidak mampu terdispersi secara merata ke semua bagian permukaan kaca.

Tabel 3. Analisis semikuantitatif EDS-SEM lapisan tipis kaca konduktif dengan variasi waktu deposisi pada rasio doping 6 %berat, dengan waktu deposisi 5 menit dan variasi temperatur (°C)

Elemen	Kadar % massa			
	250 °C	300 °C	350 °C	400 °C
O	37,27	18,67	14,06	38,67
F	-	0,62	0,26	-
Na	8,61	1,20	-	8,12
Mg	2,41	-	-	2,77
Al	1,93	-	-	-
Si	38,73	15,13	0,75	39,46
Cl	-	0,57	-	-
Ca	38,73	3,82	-	8,24
Sn	3,58	59,98	84,93	2,74



Gambar 4. Hasil foto SEM lapisan tipis FTO dengan variasi waktu deposisi pada rasio doping 6 %berat, dengan waktu deposisi 5 menit pada temperatur (°C); (a) 250; (b) 300; (c) 350; dan (d) 400



Gambar 5. Pola difraksi sinar X lapisan tipis SnO<sub>2</sub> dengan variasi temperatur substrat pada rasio doping 6%berat, waktu deposisi 5 menit

Gambar 4 memperlihatkan morfologi dari lapisan tipis FTO yang dipersiapkan dari larutan konduktif 6 %berat pada waktu deposisi 5 menit dengan variasi temperatur substrat. Pada temperatur 250 °C terlihat morfologi yang dominan adalah substrat itu sendiri. Hal ini disebabkan karena waktu yang relatif sedikit dan temperatur yang rendah sehingga tidak cukup untuk menyelesaikan reaksi kimia<sup>[21]</sup> dan larutan belum menempel secara sempurna pada permukaan.

Pada temperatur 300 °C terlihat butiran kristal tumbuh lebih besar namun masih terlihat adanya batas butir. Pada temperatur 350 °C batas butir berkurang sehingga resistivitas semakin menurun. Pada temperatur 400 °C terlihat butiran semakin mengecil dan tampak terlihat adanya poros pada permukaan kaca. Hal ini didukung oleh penelitian Yadav<sup>[21]</sup> bahwa film tumbuh pada suhu optimal dan akan menurun bila temperatur berada di atas suhu optimal. Berkurangnya ukuran partikel setelah 350 °C kemungkinan dikarenakan pada suhu substrat tersebut, ada dekomposisi termal lengkap pada tetesan *spray* sebelum mencapai substrat panas karena energi panas yang tidak cocok (lebih tinggi) dari yang dibutuhkan untuk dekomposisi sempurna dan rekristalisasi berikutnya. Dengan kata lain, hal ini dikarenakan sedikitnya prekursor yang terdeposisi di atas substrat, karena mereka telah menguap terlebih dahulu jauh sebelum mengenai substratnya.

Gambar 5 menunjukkan spektrum XRD, spektrum lapisan tipis SnO<sub>2</sub> pada temperatur substrat yang berbeda. Pada temperatur substrat 400 °C tumbuh dengan struktur amorf, hanya

bidang kristal (110) yang terlihat namun tidak tajam, sedangkan bidang kristal lainnya tidak muncul. Hal ini dikarenakan sedikitnya prekursor yang terdeposisi di atas substrat, karena mereka telah menguap terlebih dahulu jauh sebelum mengenai substratnya. Uap tersebut kemudian beraglomerasi membentuk serbuk yang memiliki daya adhesi yang sangat rendah, sehingga tidak terdeposisi di atas kaca. Namun untuk temperatur substrat 300 dan 350 °C, sampel memiliki sedikit pergerakan puncak difraksi pada sudut 2θ. Hasil pengukuran XRD menunjukkan bahwa puncak-puncak tersebut adalah fasa material SnO<sub>2</sub> dengan bidang kristal (110), (101), (200), (211), (310), (301) dengan struktur kristal tetragonal sesuai dengan pola rutil SnO<sub>2</sub><sup>[17]</sup>

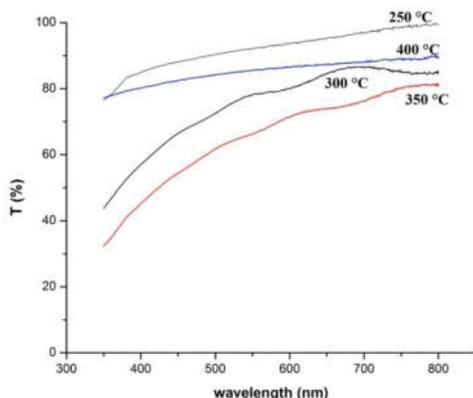
Peningkatan temperatur substrat pada suhu 300 dan 350 °C menyebabkan adanya perubahan intensitas pada bidang kristal dan intensitas bidang kristal (200) terlihat sangat dominan dibandingkan dengan intensitas bidang kristal lainnya yang mengindikasikan bahwa kualitas kristal menjadi lebih baik. Sebuah studi sebelumnya oleh G. Gordillo *et al*<sup>[18]</sup> menunjukkan bahwa (200) adalah bidang kristal yang diinginkan untuk keseimbangan optimal antara hambatan listrik dan transmisi optik. Gambar 4 memperlihatkan morfologi dari lapisan tipis FTO yang dipersiapkan dari larutan konduktif 6 %berat pada waktu deposisi 5 menit dengan variasi temperatur substrat. Pada temperatur 250 °C terlihat morfologi yang dominan adalah substrat itu sendiri. Hal ini disebabkan karena waktu yang relatif sedikit dan temperatur yang rendah sehingga tidak cukup untuk menyelesaikan reaksi kimia<sup>[21]</sup> dan

larutan belum menempel secara sempurna pada permukaan.

Tabel 4. Pengaruh waktu deposisi pada rasio doping 6 %berat, dengan waktu deposisi 5 menit dengan variasi temperatur (°C)

Temperatur substrat	Resistivitas ( $\Omega.cm$ )
250 °C	$4,10 \times 10^{-1}$
300 °C	$3,16 \times 10^{-4}$
350 °C	$5,46 \times 10^{-5}$
400 °C	$6,79 \times 10^{-2}$

Dari hasil yang dapat dilihat pada Tabel 4 dapat dilihat bahwa nilai resistivitas menurun secara signifikan dari  $4,10 \times 10^{-1}$  ke  $3,16 \times 10^{-4}(\Omega.cm)$  pada temperatur substrat 250 °C sampai 300 °C, dan turun ke  $5,46 \times 10^{-5}$  ketika temperatur substrat dinaikkan 350 °C. Namun nilai resistivitas kembali naik pada temperatur di atas 350 °C, hal ini disebabkan karena sedikit prekursor yang tertempel pada kaca karena banyak yang menguap. Pada temperatur substrat di atas 250 °C, struktur amorf berubah menjadi struktur kristal, dan kemudian penyempitan batas butir yang menghasilkan peningkatan konduktivitas. Pada temperatur substrat lebih dari 350 °C, struktur kristal berubah menjadi amorf, dan kemudian terjadi pelebaran batas butir yang menghasilkan penurunan konduktivitas<sup>[18]</sup>.



Gambar 5. Spektrum transmitansi lapisan tipis SnO<sub>2</sub> dengan variasi temperatur substrat pada rasio doping 6 %berat, waktu deposisi 5 menit

Hasil pengamatan spektrum transmitansi lapisan tipis SnO<sub>2</sub> dengan variasi waktu deposisi ditunjukkan pada Gambar 5 dengan konsentrasi doping 6 %berat, waktu deposisi 5 menit dengan temperatur substrat 250, 300, 350 dan 400 °C adalah 81,62~99,79% pada daerah cahaya tampak (350-800 nm). Transmitansi tertinggi (sekitar 86,74%) diperoleh pada temperatur substrat 250 °C. Pada temperatur substrat 300 dan 350 °C transmitansi menurun

menjadi 86,74 dan 81,62%, namun pada temperatur substrat 400 °C naik kembali menjadi 90,32%.

Hal ini didukung dengan nilai dari ketebalan lapisan, dimana semakin tinggi temperatur substrat, maka lapisan tipis akan semakin tebal. Dengan menggunakan metode *Swanopoe*<sup>[20]</sup> didapatkan nilai ketebalan lapisan berturut-turut adalah 13,80; 15,87; 53,57  $\mu m$  untuk temperatur substrat 250, 300 dan 350 °C dan ketebalan menurun menjadi 42,69  $\mu m$  pada temperatur substrat 400 °C.

#### 4. KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa *ultrasonic nebulizer* terbukti mampu menjadi alat deposisi lapisan tipis dan dapat direkomendasikan sebagai alat pembuatan lapisan tipis FTO pada skala laboratorium. Semakin lama waktu deposisi akan menambah ketebalan lapisan tipis FTO dan peningkatan temperatur substrat juga meningkatkan ketebalan lapisan tipis, sehingga tahanan listrik menurun. Namun, lapisan yang terlalu tebal menciptakan efek buruk pada transparansi optik. Oleh karena itu harus ada keseimbangan antara tahanan listrik dan transparansi optik. Hasil optimal dalam percobaan ini adalah pada variasi waktu deposisi 5 menit dan temperatur substrat 300 °C didapatkan nilai resistivitas  $3,16 \times 10^{-4} \Omega.cm$  dan nilai transmitansi 86,74%.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih atas bantuan pendanaan dari Penelitian Kompetensi Inti Tahun Anggaran 2016 Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] H. Widiyandari, A. Purwanto, E. Hidayanto, and K. Diharjo, "Fabrikasi Gelas Transparant Konduktif FTO (*Fluorine-doped Tin Oxide*) dan Aplikasinya pada Sel Surya Berbasis Dye (DSSC)," *Prosiding InSINas*, pp. 88–92, 2012.
- [2] S. Muranaka, Y. Bando, and T. Takada, "Preparation and Properties of Sb-doped SnO<sub>2</sub> Films by Reactive Evaporation," *Bulletin of the Institute for Chemical Research, Kyoto University.*, vol. 64(4), p. 1986, 1986.
- [3] K. S. Shamala, L. C. S. Murthy, and K. N. Rao, "Studies on tin oxide films prepared by electron beam evaporation and *spray* pyrolysis methods," *Bulletin of Materials*

- Science.*, vol. 27, no. 3, pp. 295–301, 2004.
- [4] J.-L. Brousseau, H. Bourque, A. Tessier, and R. M. Leblanc, “Electrical properties and topography of SnO<sub>2</sub> thin films prepared by reactive sputtering,” *Applied Surface Science.*, vol. 108, no. 3, pp. 351–358, Mar. 1997.
- [5] A. Paraskevi and N. Munkegade, “Structural and sensing properties of nanocrystalline SnO<sub>2</sub> films deposited by spray pyrolysis from a SnCl<sub>2</sub> precursor,” *Applied Physics A Material Science and Processing.*, vol. 91, pp. 667–670, 2008.
- [6] D. Ganz, A. Reich, and M. A. Aegerter, “Coatings on Glass Laser firing of transparent conducting SnO<sub>2</sub> sol–gel coatings,” *Journal of Non-Crystalline Solids.*, vol. 218, pp. 242–246, 1997.
- [7] S. C. Ray, M. K. Karanjai, and D. Dasgupta, “Preparation and study of doped and undoped tin dioxide films by the open air chemical vapour deposition technique,” *Thin Solid Films.*, vol. 307, pp. 221–227, 1997.
- [8] L. H. Lalasari, T. Arini, A. H. Yuwono, and F. Firdiyono, “Pengaruh Pencampuran dan Rasio Dopan/Prekursor dalam Pembuatan Lapisa Tipis Fluorine Doped Tin Oxide (FTO) Berbasis Timah (II) Klorida,” *Majalah Metalurgi.*, vol. 3, pp. 105–114, 2015.
- [9] D. Miao, Q. Zhao, S. Wu, Z. Wang, X. Zhang, and X. Zhao, “Effect of substrate temperature on the crystal growth orientation of SnO<sub>2</sub>:F thin films spray-deposited on glass substrates,” *Journal of Non-Crystalline Solids.*, vol. 356, no. 44–49, pp. 2557–2561, 2010.
- [10] D. Tatar and B. Duzgun, “The relationship between the doping levels and some physical properties of SnO<sub>2</sub>:F thin films spray-deposited on optical glass,” *Journal of Physics.*, vol. 79, no. 1, pp. 137–150, 2012.
- [11] D. Tatar, G. Turgut, and B. Duzgun, “Effect of substrate temperature on the crystal growth orientation and some physical properties of SnO<sub>2</sub>:F thin film deposited by spray pyrolysis technique,” *Journal of Physics.*, vol. 58, pp. 143–158, 2013.
- [12] D. Perednis, *Thin Film Deposition by Spray Pyrolysis and the Application in Solid Oxide Fuel Cells.*, no. 15190. Zurich:, pp. 1–165, 2003.
- [13] A. V. Moholkar, S. M. Pawar, K. Y. Rajpure, and C. H. Bhosale, “Effect of solvent ratio on the properties of highly oriented sprayed fluorine-doped tin oxide thin films,” *Materials Letters.*, vol. 61, pp. 3030–3036, 2007.
- [14] Chinaseniorsupplier.com, “hda 7102 microscope slides 7102 cut edges,” 2016, diakses 10 Mei 2016 .
- [15] V. Bilgin, I. Akyuz, E. Ketenci, S. Kose, and F. Atay, “Electrical , structural and surface properties of fluorine doped tin oxide films,” *Applied Surface Science.*, vol. 256, no. 22, pp. 6586–6591, 2010.
- [16] A. V. Moholkar, S. M. Pawar, K. Y. Rajpure, S. N. Almari, P. S. Patil, and C. H. Bhosale, “Solvent-dependent growth of sprayed FTO thin films with mat-like morphology,” *Solar Energy Materials and Solar Cells.*, vol. 92, pp. 1439–1444, 2008.
- [17] Z. Y. Banyamin, P. J. Kelly, G. West, and J. Boardman, “Electrical and Optical Properties of Fluorine Doped Tin Oxide Thin Films Prepared by Magnetron Sputtering,” *Coatings.*, vol. 4, pp. 732–746, 2014.
- [18] G. Gordillo, L. C. Moreno, W. de la Cruz, and P. Teheran, “Preparation and characterization of SnO<sub>2</sub> thin films deposited by spray pyrolysis from SnCl<sub>2</sub> and SnCl<sub>4</sub> precursors,” *Thin Solid Films.*, vol. 252, no. 1, pp. 61–66, 1994.
- [19] H. Zhao, Q. Liu, Y. Cai, and F. Zhang, “Effects of water on the structure and properties of F-doped SnO<sub>2</sub> films,” *Materials Letters.*, vol. 62, pp. 1294–1296, 2008.
- [20] R. Swanepoel, “Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon,” *Journal Phys. E: Sci. Instrum.*, vol. 16, no. 27, 1983.
- [21] A. A. Yadav, E. U. Masumdar, A. V. Moholkar, M. Neumann-spallart, K. Y. Rajpure, and C. H. Bhosale, “Electrical , structural and optical properties of SnO<sub>2</sub>:F thin films: Effect of the substrate temperature,” *Journal of Alloys and Compounds.*, vol. 488, pp. 350–355, 2009.





## STUDI *RECOVERY* TEMBAGA DARI LIMBAH ELEKTROLIT PEMURNIAN PERAK MENGGUNAKAN PROSES EKSTRAKSI PELARUT-*ELECTROWINNING* DENGAN MEXTRAL 5640H SEBAGAI EKSTRAKTAN

Muhammad Wildanil Fathoni\* dan M. Zaki Mubarak

Program Studi Teknik Metalurgi, FTSM-ITB

Jl. Ganesa 10, Bandung, 40312

E-mail: \*wildan.alfathoni@gmail.com

Masuk Tanggal : 18-08-2016, revisi tanggal : 13-03-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 28-04-2017

### Intisari

Penelitian mengenai *recovery* logam berharga dari limbah cair telah banyak dilakukan. Salah satu caranya adalah melalui proses ekstraksi pelarut – *electrowinning*. Dalam *paper* ini didiskusikan proses *recovery* tembaga dari limbah elektrolit *electrorefining* perak dengan proses ekstraksi pelarut, *stripping* dan *electrowinning*. Serangkaian percobaan ekstraksi pelarut tembaga dengan Mextral 5640H dilakukan terhadap dua jenis sampel larutan limbah elektrolit. Sampel pertama merupakan limbah elektrolit *electrorefining* perak dengan matriks nitrat tanpa pengolahan terlebih dahulu, sementara sampel kedua merupakan limbah elektrolit yang sudah mengalami proses pengendapan perak dengan penambahan garam klorida sehingga mempunyai matriks klorida. Percobaan ekstraksi pelarut dengan menggunakan sampel pertama tidak memberikan ekstraksi tembaga yang memadai dan tidak selektif terhadap perak, dimana dengan menggunakan konsentrasi ekstrak 15% (v/v) ko-ekstraksi Ag mencapai 10%, sementara ekstraksi Cu hanya 32%. Percobaan ekstraksi pelarut dengan menggunakan sampel limbah elektrolit kedua mencapai ekstraksi Cu tertinggi sebesar 97% yang diperoleh pada konsentrasi ekstrak 25% (v/v), pH kesetimbangan 2, nisbah volume organik/aqueous (O/A) 2/1 dan temperatur 25 °C. Hasil analisis menunjukkan bahwa proses ekstraksi Cu dalam larutan klorida dengan Mextral 5640H bersifat eksotermis dengan nilai  $\Delta H$  sebesar -2,97 kJ/mol. *Recovery* proses *stripping* Cu tertinggi yang diperoleh sebesar 87,1% yaitu pada konsentrasi asam sulfat 200 gpl, nisbah O/A 2/1 dan temperatur 46 °C dengan konsentrasi tembaga dalam larutan hasil *stripping* mencapai 50 gpl. Efisiensi arus proses *electrowinning* sebesar 98,7%, dengan tegangan sel 2,4 volt dan konsumsi energi listrik 2077 kWh/ton-tembaga.

**Kata Kunci:** Limbah elektrolit perak, tembaga, ekstraksi pelarut, mextral 5640H

### Abstract

Numerous investigations have been done for valuable metals recovery from liquid waste. One of the methods that has been used is solvent extraction – *electrowinning*. In this paper, copper recovery from spent electrolyte of silver *electrorefining* by solvent extraction, *stripping* and *electrowinning* is discussed. A series of copper solvent extraction experiments using Mextral 5640H were conducted on two types of spent electrolyte samples. The first sample is spent electrolyte of silver *electrorefining* without treatment and has nitrate matrix, while the second one is the spent electrolyte that has undergone silver deposition process by chloride salt addition, thus has a chloride matrix. The solvent extraction experiments by using the first spent electrolyte sample did not result in adequate copper extraction and was not selective to silver. By using 15% (v/v) Mextral 5640H, co-extraction of silver reached 10%, while extracted copper was only 31%. Solvent extraction tests with the second spent electrolyte sample resulted in the highest copper extraction of 97% at 25% (v/v) Mextral 5640H, equilibrium pH 2, O/A ratio 2/1 and temperature 25 °C. The analysis revealed that copper extraction in chloride solution by Mextral 5640H is an exothermic process with  $\Delta H$  value of -2,97 kJ/mole. The highest recovery of *stripping* process was 87.1% obtained at 200 g/L sulfuric acid, O/A ratio 2/1 and temperature 46 °C with copper concentration in aqueous solution of 50 g/L. Current efficiency of *electrowinning* process was 98.7%, with cell voltage of 2.4 volt and electrical energy consumption of 2077 kWh/ton of copper.

**Keywords:** Silver spent electrolyte, copper, solvent extraction, mextral 5640H

## 1. PENDAHULUAN

Dalam proses *electrorefining* perak, logam-logam yang terkandung dalam *dore* yang lebih mulia dari perak (seperti emas, platina dan palladium) tidak ikut larut dan terkumpul di kantong anoda sebagai *anode slime* (lumpur anoda). Sementara, logam-logam yang kurang mulia seperti tembaga, timbal, seng, besi dan nikel akan ikut larut dan terakumulasi di elektrolit. *Dore* adalah paduan emas-perak dan impurities yang merupakan produk peleburan hasil proses *electrowinning* dan/atau sementasi emas-perak di pabrik-pabrik pengolahan bijih emas. Untuk *base metals impurities* yang cukup mulia, khususnya tembaga, apabila kandungannya dalam *dore* cukup tinggi, maka logam ini akan terakumulasi dalam elektrolit dan kemungkinan dapat ikut mengendap bersama-sama perak sehingga kemurnian produk kristal perak menjadi turun. Untuk mencegah co-deposisi tembaga ini, apabila kandungan tembaga dalam elektrolit sudah mendekati ambang batas, larutan elektrolit harus di-*bleeding* (dikeluarkan sebagian) dari sel elektrolisis dan diganti dengan elektrolit yang baru.

Tingginya kandungan *base metal impurities* (Cu, Pb, Zn) dalam *dore* yang berasal dari perusahaan tambang tertentu (khususnya yang menerapkan Proses Merrill Crowe) menyebabkan elektrolit proses *electrorefining* perak menjadi cepat kotor dan perlu penanganan lebih baik<sup>[1]</sup>. Terdapat potensi untuk *recovery base metals*, khususnya tembaga dalam *spent electrolyte* pada pabrik *electrorefining* perak sebagai *by product*. Proses *recovery* perak ini dapat dilakukan sekaligus untuk mendaur ulang air agar dapat dipakai kembali untuk mempreparasi elektrolit pada proses berikutnya. *Recovery* tembaga dari *spent electrolyte* perak yang dilakukan juga akan menurunkan beban unit pengolahan limbah (menurunkan volume limbah dan kebutuhan NaOH untuk mempresipitasi Cu terlarut).

Salah satu cara untuk menurunkan kadar pengotor dalam elektrolit, khususnya tembaga, selain dengan pengenceran dan pengendapan dengan presipitasi kimia, adalah dengan menggunakan proses ekstraksi pelarut (SX). Ekstraksi pelarut merupakan proses pemisahan satu logam dengan logam-logam lainnya dengan memanfaatkan perbedaan sifat kelarutan logam-logam tersebut dalam pelarut organik tertentu. Proses pemisahan logam dengan ekstraksi pelarut ini dilakukan dengan mengontakkan dua fasa cair, yaitu fasa *aqueous*

yang mengandung logam-logam terlarut dan fasa organik yang saling tidak larut agar logam yang akan dipisahkan akan terdistribusi pada 2 fasa yang berbeda; salah satu logam masuk ke dalam fasa organik dan logam-logam lainnya tetap berada dalam fasa *aqueous*<sup>[2]</sup>.

Ekstraksi pelarut tembaga dalam larutan asam sulfat telah banyak dilakukan dalam skala industri yaitu pada proses ekstraksi tembaga dari bijih tembaga oksida atau sulfida sekunder (kalkosit, kovelit) dengan metode pelindian-ekstraksi pelarut-*electrowinning*<sup>[3-6]</sup>. Ekstraktan organik yang banyak digunakan pada proses ekstraksi pelarut tembaga adalah LIX 84-I dari jenis ketoxim, Acorga M5640 dari jenis aldoxim, dan LIX 984N dari jenis campuran aldoxime-ketoxime<sup>[7-8]</sup>. Ekstraktan-ekstraktan tersebut telah banyak digunakan khususnya dalam matriks sulfat dan juga telah dicoba dalam matriks klorida maupun nitrat. Dilaporkan bahwa LIX 622N dan Acorga M5640, serta *modified ketoxime*, LIX 84-I plus TDA, jauh lebih sensitif terhadap degradasi akibat keberadaan nitrat dibandingkan *non-modified reagents* seperti LIX 984N dan LIX 84-I<sup>[8]</sup>. Beberapa tahun setelah ICI meluncurkan Acorga, Kopper Chemical Industry Co. Ltd. meluncurkan seri Mextral, sesama ekstraktan berbasis aldoxime, di mana salah satu seri Mextral yang digunakan untuk ekstraksi tembaga adalah Mextral 5640H. Mextral 5640H merupakan ekstraktan yang memiliki gugus aktif sama dengan Acorga M5640, keduanya berasal dari jenis ketoxime. Sampai saat ini belum banyak penelitian mengenai ekstraktan Mextral 5640H.

Pada tulisan ini didiskusikan hasil penelitian *recovery* tembaga dari *spent electrolyte* proses *electrorefining* perak dengan ekstraksi pelarut menggunakan Mextral 5640H. Tembaga yang sudah dipisahkan ke dalam fasa organik kemudian di-*recovery* melalui proses *stripping* dan *electrowinning*.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

### A. Karakterisasi Sampel Limbah

Digunakan dua jenis sampel limbah elektrolit pemurnian perak yang diterima dari industri. Sampel pertama (selanjutnya disebut Sampel A) merupakan limbah elektrolit dengan matriks nitrat tanpa pengolahan terlebih dahulu, sementara sampel kedua (selanjutnya disebut Sampel B) merupakan limbah elektrolit yang sudah mengalami proses pengendapan perak dengan penambahan garam klorida sehingga mempunyai matriks klorida. Komposisi kimia kedua jenis sampel cairan limbah dianalisis

dengan AAS (*atomic absorption spectrophotometer*) dan hasilnya disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisa komposisi kimia larutan Sampel A dan Sampel B dengan menggunakan AAS

Senyawa	Konsentrasi (gpl)	
	Sampel A	Sampel B
Cu	19,7	20,78
Ni	0,17	0,23
Pb	1,1	1,51
Zn	2	2,22
Ag	281	0,015
Fe	0,302	0,340

Terlihat bahwa konsentrasi Ag dalam sampel larutan A jauh lebih tinggi dibandingkan konsentrasi Ag dalam sampel larutan B, sementara konsentrasi logam-logam lainnya, termasuk tembaga, tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Sebagaimana telah dikemukakan sebelumnya, sampel larutan A adalah larutan limbah “*as received*” dari proses *electrorefining* perak yang dilakukan dalam larutan nitrat, yang belum mengalami proses pengendapan perak dengan penambahan garam klorida.

### B. Persiapan Ekstraktan Organik

Ekstraktan organik yang digunakan adalah Mextral 5640H dan sebagai pengencernya (*diluent*) digunakan Escaid 110. Perbandingan antara ekstraktan dan pengencernya (v/v) menjadi salah satu variabel percobaan SX. Sebelum digunakan, dilakukan proses pemurnian larutan *diluent* untuk menghindari perubahan kejernihan larutan *aqueous* setelah proses ekstraksi. Pemurnian dilakukan dengan mengaduk Escaid 110 bersama air suling pada pH 1-2 selama ±15 menit dengan pengaduk mekanik. Selanjutnya larutan organik dan larutan *aqueous* dipisahkan berdasarkan perbedaan berat jenisnya dengan menggunakan corong pemisah.

### C. Percobaan Ekstraksi pelarut

Percobaan ekstraksi pelarut dilakukan dalam sebuah gelas kimia berukuran 250 ml. Pengadukan dilakukan dengan menggunakan pengaduk mekanik. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan NaOH 10M dan/atau HNO<sub>3</sub> 10M secara perlahan menggunakan pipet tetes hingga pH larutan mencapai nilai yang diinginkan. Pengukuran pH dilakukan secara berkala setiap penambahan asam atau basa.

Setelah dicapai pH yang diinginkan, diberikan waktu beberapa menit untuk memastikan kesetimbangan telah tercapai. Pada percobaan di atas temperatur kamar, pemanasan dilakukan dengan menggunakan sebuah *hot plate* yang dapat diatur temperaturnya. Untuk memisahkan fasa organik dan fasa *aqueous* hasil percobaan digunakan corong pemisah berukuran 125 ml.

Rangkaian percobaan SX dilakukan kepada kedua jenis sampel larutan limbah pemurnian perak. Variabel yang digunakan yaitu pH kesetimbangan, konsentrasi ekstraktan (v/v), nisbah O/A (perbandingan fasa organik dengan fasa *aqueous*), dan temperatur. Variasi pH pada sampel larutan B dilakukan pada rentang 0,1 sampai 2 dengan konsentrasi ekstraktan 25%, nisbah O/A 1/1, dan temperatur kamar (25 °C). Variasi nisbah O/A dilakukan dengan konsentrasi ekstraktan 25% dan temperatur 25 °C. Percobaan dilakukan pada dua kondisi pH yang berbeda. Kondisi pertama dilakukan dengan pengaturan pH kesetimbangan menjadi 2 dengan variasi nisbah O/A sebesar 1/2, 1/1 dan 2/1. Kondisi kedua, percobaan dilakukan pada pH dimana larutan limbah diterima dari industri (hanya dilakukan pengadukan tanpa penambahan asam atau pun basa) dengan variasi nisbah O/A 1/5, 1/2, 1/1, 2/1 dan 5/1. Selain digunakan untuk mempelajari pengaruh nisbah volume O/A terhadap ekstraksi logam, percobaan dengan variasi O/A juga digunakan untuk mengkonstruksi diagram McCabe-Thiele. Variasi konsentrasi ekstraktan dilakukan pada 15%, 20% dan 25% (v/v) dengan pH kesetimbangan 2, nisbah O/A 2/1 dan temperatur 25 °C. Variasi temperatur dilakukan pada 25, 38 dan 48 °C, dengan konsentrasi ekstraktan 25% (v/v) dan nisbah O/A 2/1.

### D. Percobaan *Stripping*

Percobaan *stripping* dilakukan dalam gelas kimia berukuran 100 ml. Percobaan dilakukan dengan cara mencampurkan larutan organik hasil ekstraksi dengan larutan *aqueous* berupa larutan tembaga sulfat dengan kadar tembaga 35 gpl. Komposisi larutan untuk *stripping* ini mengacu pada konsentrasi tembaga dalam *spent electrolyte electrowinning* Cu yang biasa digunakan di industri dan agar diperoleh larutan hasil *stripping* dengan konsentrasi Cu sekitar 50 gpl. Pemanasan dilakukan dengan menggunakan *hot plate* yang dapat diatur temperaturnya. Pengadukan dilakukan selama 20 menit dengan menggunakan pengaduk mekanik. Proses pemisahan fasa dilakukan dengan cara yang sama dengan percobaan

ekstraksi pelarut, yaitu dengan menggunakan corong pemisah berukuran 125 ml.

Fasa organik yang digunakan dalam percobaan merupakan larutan organik hasil percobaan ekstraksi dengan konsentrasi tembaga dalam fasa organik sebesar 9,99 gpl. Variabel yang digunakan pada percobaan *stripping* yaitu konsentrasi asam, nisbah O/A, dan temperatur. Variasi konsentrasi asam sulfat dilakukan pada 150 gpl, 175 gpl, 200 gpl 250 gpl dan 300 gpl dengan nisbah O/A 1/1 dan temperatur 25 °C. Variasi nisbah O/A dilakukan pada nisbah O/A 1/1; 1,5/1 dan 2/1 dengan konsentrasi asam 200 gpl dan temperatur 25 °C. Variasi temperatur dilakukan pada 25 dan 40 °C dengan konsentrasi asam 200 gpl dan nisbah O/A 2/1.

### E. Percobaan *Electrowinning*

Percobaan *electrowinning* dilakukan dalam gelas kimia 500 ml, dengan volume larutan elektrolit 400 ml. Larutan elektrolit yang digunakan memiliki konsentrasi Cu 50 gpl dan asam sulfat 140 gpl, sesuai dengan komposisi larutan hasil proses *stripping* larutan organik pada kondisi terbaik dari percobaan sebelumnya. Katoda yang digunakan adalah *stainless steel* (SS) 304 dengan anoda paduan timbal berukuran 6 cm x 10 cm. Luas permukaan aktif katoda yang digunakan untuk proses pengendapan tembaga sebesar 4,5 cm x 5 cm dan hanya satu sisi permukaan. Permukaan katoda yang tidak digunakan dilapisi *dextone auto sealer* agar tidak terjadi proses pengendapan Cu pada permukaan ini. Rapat arus yang digunakan dalam percobaan sebesar 200 A/m<sup>2</sup> yang diberikan dengan menggunakan SANFIX SP-305E DC *power supply*. Tegangan terbaca pada *rectifier* adalah 2,4 V.

## 3. HASIL DAN DISKUSI

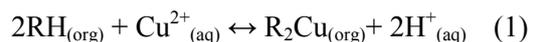
### A. Hasil Percobaan Ekstraksi Pelarut dengan Sampel Larutan A

Setelah dilakukan beberapa kali percobaan, didapatkan bahwa percobaan dengan sampel larutan A tidak bisa dilanjutkan karena terbentuk endapan saat pH-nya dinaikkan dengan penambahan NaOH. Kemungkinan endapan yang berwarna putih tersebut adalah AgOH. AgOH memiliki nilai konstanta pengendapan yang sangat rendah, yaitu sebesar  $2 \times 10^{-8}$  pada temperatur 25 °C<sup>[9]</sup>. Saat penambahan NaOH, pH lokal menjadi tinggi dan menyebabkan AgOH mengendap. Karena konsentrasi Ag dalam larutan sangat tinggi (yaitu 281 gpl), endapan yang terbentuk

menjadi sulit larut kembali meskipun pH larutan masih sangat rendah (<1). Percobaan ekstraksi pelarut dengan menggunakan sampel larutan A tidak memberikan ekstraksi tembaga yang memadai dan tidak selektif terhadap perak, dimana dengan menggunakan konsentrasi ekstraktan 15% (v/v) ko-ekstraksi Ag mencapai 10%, sementara ekstraksi Cu hanya 32%. Selain itu, percobaan dengan konsentrasi ekstraktan 25% (v/v) menyebabkan larutan organik yang terbentuk sangat kental dan terbentuk gumpalan padat. Secara umum semakin tinggi konsentrasi ekstraktan, semakin tinggi pula kekentalan dari fasa organik. Dengan tingginya massa logam perak yang ikut terekstraksi dan membentuk senyawa kompleks, kekentalan dari fasa organik pun turut meningkat. Sebagaimana dapat dilihat pada Tabel 1, konsentrasi Ag dalam sampel larutan A sangat tinggi yaitu 281 gpl sehingga menyebabkan ko-ekstraksi Ag yang berkontribusi pada kekentalan dan penggumpalan dalam fasa organik.

### B. Hasil Percobaan Ekstraksi Pelarut dengan Sampel Larutan B

Percobaan SX untuk *recovery* Cu selanjutnya difokuskan pada sampel larutan B. Ekstraksi tembaga dengan Mextral 5640H melibatkan reaksi pembentukan senyawa (*chelation*) melalui proses pertukaran kation. Saat proses ekstraksi terjadi, setiap mol kation Cu<sup>2+</sup> akan ditukar dengan ion H<sup>+</sup> sesuai dengan reaksi berikut<sup>[6]</sup>:



dimana R adalah bentuk umum senyawa organik dalam ekstraktan.

Nilai persen ekstraksi (%E) dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\%E_A = \frac{w-w_1}{w} \cdot X 100\% \quad (2)$$

dimana w adalah berat awal logam A dalam fasa *aqueous* dan w<sub>1</sub> adalah berat akhir logam A dalam fasa *aqueous*.

Selain persen ekstraksi, ditentukan juga nilai koefisien distribusi (D) yaitu perbandingan konsentrasi logam dalam fasa organik terhadap konsentrasi logam dalam fasa *aqueous*:

$$D_A = \frac{\text{konsentrasi logam A dalam fasa organik}}{\text{konsentrasi logam A dalam fasa aqueous}} = \frac{(w-w_1)/O}{w_1/A}$$

Berdasarkan harga  $D$  untuk dua logam, selanjutnya ditentukan faktor pemisahan, misalnya faktor pemisahan logam A dan logam B dihitung dengan persamaan berikut:

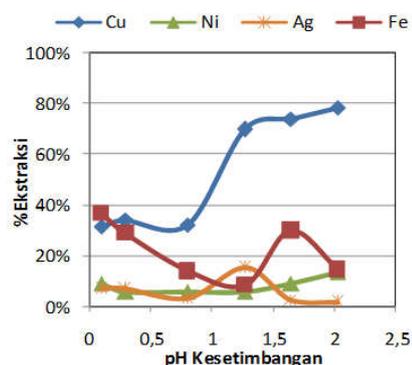
$$\beta_{A-B} = \frac{D_A}{D_B} \quad (4)$$

dengan  $D_A$  dan  $D_B$  masing-masing adalah nilai koefisien distribusi logam A dan logam B.

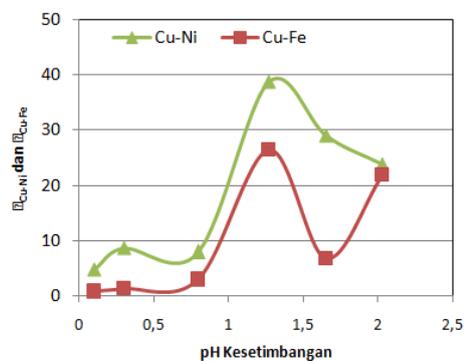
### C. Pengaruh pH Kesetimbangan terhadap Persen Ekstraksi

Profil antara persen ekstraksi logam Cu, Ni, Ag dan Fe terhadap pH kesetimbangan pada konsentrasi ekstrak 25% (v/v), nisbah O/A 1/1, temperatur 25 °C ditunjukkan pada Gambar 1. Terlihat bahwa peningkatan pH kesetimbangan meningkatkan ekstraksi tembaga, dimana persen ekstraksi Cu tertinggi diperoleh pada pH kesetimbangan 2 yaitu sebesar 78%. Hasil percobaan dan analisis menunjukkan bahwa jumlah Pb dalam fasa *aqueous* khususnya pada pH yang rendah (0,5-1,5), mengalami peningkatan sebesar 20-35% dibandingkan jumlah awalnya dalam sampel larutan limbah dan kembali mendekati jumlah asalnya pada pH 2. Hal yang sama didapatkan pada jumlah Zn pada fasa *aqueous* yang meningkat sebesar 19% dibandingkan jumlah awalnya dalam sampel larutan limbah. Peningkatan jumlah Pb dan Zn dalam larutan *aqueous* setelah SX kemungkinan karena ekstrak atau *diluents* yang digunakan mengandung Pb dan Zn. Pada rentang pH yang diuji, Pb dan Zn lebih stabil berada pada fasa *aqueous* dibandingkan pada fasa organik, sehingga Pb dan Zn yang berada pada fasa organik masuk ke fasa *aqueous* yang mengakibatkan meningkatnya konsentrasi Pb dan Zn dalam fasa *aqueous*. Bila data konsentrasi Pb dan Zn dalam larutan *aqueous* setelah SX dimasukkan ke persamaan (2) maka akan menghasilkan persen ekstraksi yang negatif. Namun demikian, karena konsentrasi kedua logam ini dalam sampel larutan limbah cukup rendah, maka peningkatan jumlah Pb dan Zn dalam larutan *raffinate* (larutan *aqueous* setelah SX) tidak akan memberikan dampak yang signifikan bila larutan *raffinate* dipakai kembali untuk preparasi elektrolit pemurnian perak. Sebagaimana diketahui, Pb dan Zn kurang mulia dibandingkan dengan Ag sehingga pada konsentrasi yang rendah tidak akan ikut terdepositasi bersama-sama dengan Ag dan menurunkan kemurnian produk.

Hasil percobaan dengan variasi pH menunjukkan ko-ekstraksi Ag dalam fasa organik pada rentang pH yang diuji cukup rendah (2-15%). Pada pH kesetimbangan 2, ko-ekstraksi Ag hanya 2%. Karena konsentrasi awal Ag dalam larutan sampel B sudah sangat rendah (yaitu 0,015 gpl), konsentrasi Ag dalam fasa organik juga sangat rendah yang tidak akan berpengaruh signifikan terhadap kemurnian Cu saat larutan organik di-*stripping* dan Cu di-*recovery* dengan elektrowinning. Logam pengotor yang cukup banyak ikut terekstraksi ke dalam fasa organik adalah Ni dan Fe. Nilai faktor pemisahan ( $\beta$ ) Cu terhadap Fe dan Ni ditunjukkan pada Gambar 2. Nilai  $\beta$  tertinggi baik  $\beta_{Cu-Ni}$  maupun  $\beta_{Cu-Fe}$  diperoleh pada pH 1,27. Meskipun nilai  $\beta_{Cu-Fe}$  cukup rendah, namun total ekstraksi Fe pada pH 2 masih di bawah 500 ppm dan lebih rendah dari ambang batas konsentrasi Fe untuk proses *electrowinning* Cu<sup>[10]</sup>. Oleh karena itu, pada percobaan selanjutnya dengan variasi nisbah O/A, konsentrasi ekstrak, dan temperatur, digunakan pH kesetimbangan 2 yang menghasilkan ekstraksi Cu tertinggi.



Gambar 1. Persen ekstraksi Cu, Ni, Ag, dan Fe sebagai fungsi pH kesetimbangan (konsentrasi ekstrak 25% (v/v), nisbah O/A 1/1, temperatur 25 °C)



Gambar 2. Grafik nilai  $\beta_{Cu-Ni}$  dan  $\beta_{Cu-Fe}$  terhadap Ph (konsentrasi ekstrak 25% (v/v), nisbah O/A 1/1, temperatur 25 °C)

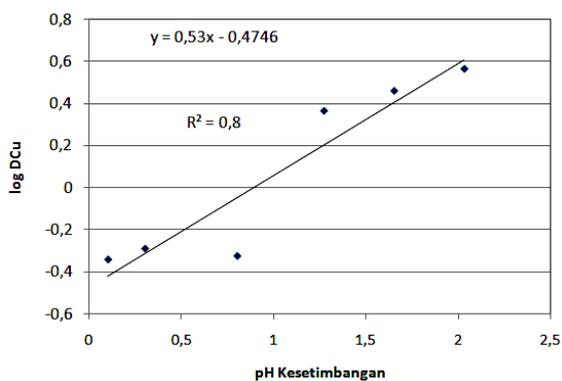
Secara umum reaksi ekstraksi pelarut kation logam  $M^{z+}$  dapat dinyatakan sebagai berikut:



dimana a menyatakan fasa aqueous, o menyatakan fasa organik,  $M^{z+}$  adalah kation logam M, HA adalah senyawa ekstraktan,  $A^-$  bentuk ion ekstraktan di dalam fasa organik,  $MA_2 \cdot (n+x)HA$  adalah senyawa kompleks yang terbentuk antara logam dengan senyawa organik, z adalah muatan ion logam yang terekstraksi, x dan n masing-masing adalah koefisien reaksi ekstraktan. Dari persamaan (5) dapat diturunkan persamaan logaritmik sebagai berikut:

$$\log D_M - (z-x) \text{pH} = \log K_E + (z+n) \log (HA_o) + x \log (A^-_o) \quad (6)$$

dimana  $D_M$  adalah koefisien distribusi logam, dan  $K_E$  adalah konstanta keseimbangan proses ekstraksi pelarut. Bila dilakukan pengaluran antara  $\log D_M$  terhadap pH kesetimbangan, maka akan diperoleh garis lurus dengan nilai gradiennya menunjukkan jumlah mol ion  $H^+$  yang dilepaskan pada saat proses ekstraksi logam. Berdasarkan hasil pengaluran  $\log D_{Cu}$  terhadap pH kesetimbangan, diperoleh garis lurus ( $R^2 = 0,877$ ) dengan gradien 0,53 seperti dapat dilihat pada Gambar 3 yang mengindikasikan bahwa jumlah mol ion  $H^+$  yang dilepas saat proses ekstraksi Cu adalah sebesar 0,53 mol per mol Cu.



Gambar 3. Pengaluran nilai  $\log D_{Cu}$  terhadap pH kesetimbangan

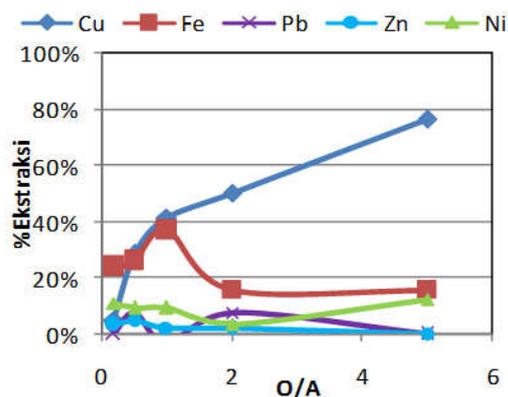
#### D. Pengaruh Nisbah Fasa terhadap Persen Ekstraksi

Percobaan dilakukan dengan variasi O/A 1/2, 1/1, dan 2/1, dengan konsentrasi ekstraktan 25% (v/v), pH 2, dan temperatur 25 °C. Hasil percobaan menunjukkan bahwa semakin tinggi nisbah volume fasa organik terhadap volume fasa aqueous (O/A), semakin tinggi pula ekstraksi tembaga yang dihasilkan. Persen

ekstraksi dan nilai koefisien distribusi untuk logam Cu, Fe, Ni, Pb dan Zn ditunjukkan pada Tabel 2. Data pada nisbah fasa 1/2 tidak dapat digunakan karena pada kondisi ini, pada fasa organik terbentuk endapan dan pada Tabel 2 diberi notasi NA (*not available*). Nilai %ekstraksi Pb negatif karena konsentrasi Pb dalam fasa aqueous lebih tinggi dibandingkan konsentrasi awal Pb dalam larutan sampel limbah sehingga bila digunakan persamaan (2), maka diperoleh persen ekstraksi dan koefisien distribusi Pb yang negatif. Pada Tabel 2, nilai persen ekstraksi dan koefisien distribusi Pb masing-masing diberikan notasi NA. Sebagaimana telah dikemukakan sebelumnya, terjadi peningkatan konsentrasi Pb dalam larutan aqueous setelah SX kemungkinan karena ekstraktan organik atau diluen (Escaid 110) yang digunakan mengandung Pb. Ekstraksi Cu tertinggi didapat pada nisbah O/A 2/1 yaitu 97%. Nilai faktor pemisahan Cu terhadap Fe dan Ni juga semakin meningkat pada nisbah fasa yang lebih tinggi.

Tabel 2. Nilai persen ekstraksi dan koefisien distribusi Cu, Fe, Ni, Pb dan Zn pada berbagai nisbah fasa (pH 2, konsentrasi ekstraktan 25% (v/v), temperatur 25 °C)

O/A	%ekstraksi					D				
	Cu	Fe	Ni	Pb	Zn	Cu	Fe	Ni	Pb	Zn
0,5	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
1	78%	13%	0%	NA	2%	3,64	0,15	0,00	NA	0,02
2	97%	7%	8%	NA	13%	19,07	0,04	0,04	NA	0,07

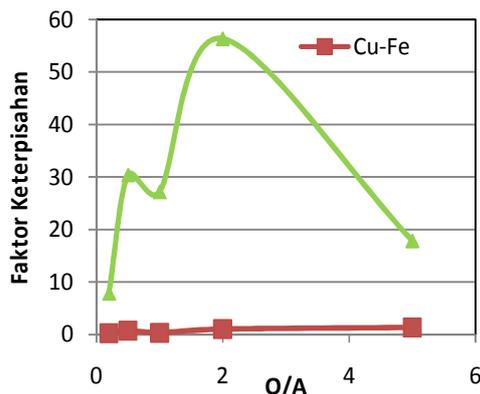


Gambar 4. Grafik persen ekstraksi Cu, Fe, Ni, Zn, dan Pb terhadap nisbah fasa pada pH ±0,8 (pH as received pada larutan sampel limbah B)

Kecenderungan yang sama ditunjukkan pada hasil percobaan SX dengan larutan limbah B yang tidak diatur pH-nya (*as received* dari industri dengan pH ±0,8) dimana semakin tinggi nisbah O/A maka semakin tinggi pula

nilai persen ekstraksi tembaga yang dihasilkan. Gambar 4 menunjukkan persen ekstraksi Cu, Fe, Ni, Pb, dan Zn pada berbagai nisbah O/A dengan pH ±0,8. Ekstraksi Cu tertinggi pada percobaan dengan variasi O/A pada pH ±0,8 yaitu 77% yang diperoleh pada nisbah O/A 5/1.

Meskipun peningkatan nisbah O/A meningkatkan ekstraksi Cu, namun dengan meningkatnya nisbah O/A kemungkinan terjadinya ko-ekstraksi logam lain juga semakin meningkat. Selain itu, nisbah O/A yang tinggi juga tidak menguntungkan karena penggunaan ekstraktan dan kebutuhan volume reaktor menjadi lebih besar. Gambar 5 menunjukkan nilai dari  $\beta_{Cu-Fe}$  dan  $\beta_{Cu-Ni}$  sebagai fungsi nisbah O/A. Nilai  $\beta_{Cu-Fe}$  tertinggi didapat pada nisbah O/A 5/1, sementara nilai  $\beta_{Cu-Ni}$  tertinggi didapat pada nisbah O/A 2/1. Berdasarkan hasil percobaan dengan variasi nisbah O/A, kondisi terbaik diperoleh pada nisbah O/A = 2/1. Oleh karena itu, percobaan selanjutnya dengan variasi konsentrasi ekstraktan dan temperatur dilakukan pada nisbah O/A = 2/1.

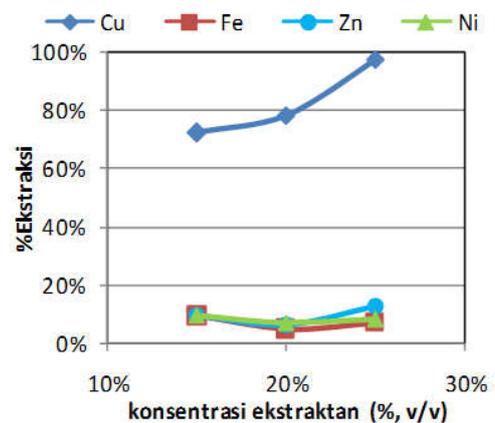


Gambar 5. Grafik  $\beta_{Cu-Fe}$  dan  $\beta_{Cu-Ni}$  terhadap nisbah O/A

### E. Pengaruh Konsentrasi Ekstraktan terhadap Persen Ekstraksi Logam

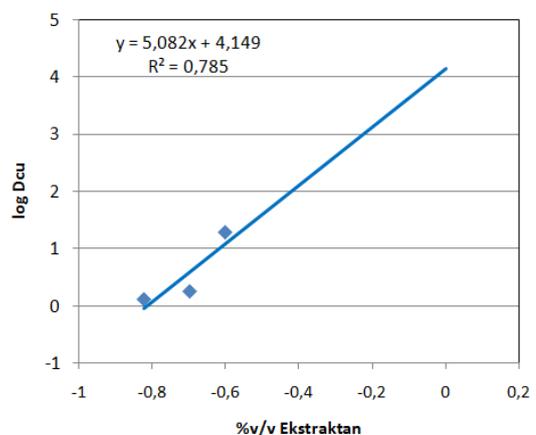
Hasil percobaan menunjukkan bahwa konsentrasi ekstraktan terbaik diperoleh pada 25% (v/v). Semakin tinggi konsentrasi ekstraktan, ekstraksi Cu yang diperoleh juga semakin tinggi. Gambar 6 menunjukkan profil persen ekstraksi Cu, Fe, Ni dan Zn sebagai fungsi konsentrasi ekstraktan pada pH 2. Ko-ekstraksi Fe dan Ni tidak terlalu dipengaruhi oleh konsentrasi ekstraktan sehingga penggunaan konsentrasi ekstraktan yang tinggi dapat digunakan. Namun demikian, konsentrasi ekstraktan yang terlalu tinggi mengakibatkan kekentalan senyawa organik meningkat yang mengurangi kemampuan alir (fluiditas)

ekstraktan selain juga konsumsi ekstraktan menjadi lebih tinggi.



Gambar 6. Persen ekstraksi Cu, Fe, Ni dan Zn sebagai fungsi konsentrasi ekstraktan (pH kesetimbangan 2)

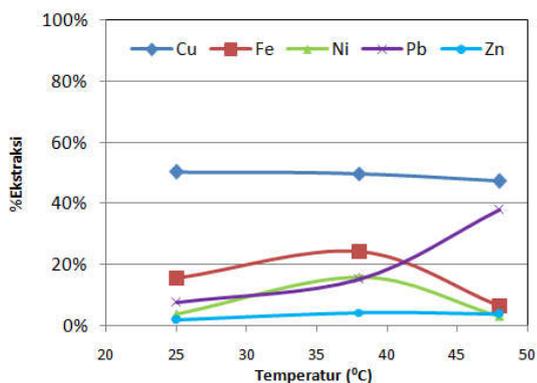
Untuk mengetahui jumlah mol ekstraktan yang bereaksi dengan satu mol ion logam tembaga, data  $\log D_{Cu}$  dialurkan terhadap  $\log$  konsentrasi ekstraktan. Hasil pengaluran tersebut ditunjukkan pada Gambar 7. Hasil pengaluran cenderung menghasilkan garis lurus dengan gradien mendekati 5. Hal ini mengindikasikan bahwa setiap 1 mol ion tembaga bereaksi dengan 5 mol ekstraktan untuk membentuk senyawa kompleks R-Cu. Jika data jumlah mol ion hidrogen yang dilepaskan (dari perhitungan sebelumnya) dan data jumlah mol ekstraktan yang bereaksi digabungkan, maka ekstraksi Cu oleh Mextral 5640H dalam larutan limbah elektrolit Ag dapat diperkirakan berlangsung melalui reaksi sebagai berikut:



Gambar 7. Pengaluran nilai  $\log D_{Cu}$  terhadap  $\log$  konsentrasi ekstraktan

## F. Pengaruh Temperatur terhadap Persen Ekstraksi Logam

Profil persen ekstraksi Cu, Fe, Ni, Pb dan Zn sebagai fungsi temperatur pada konsentrasi ekstrak 25% (v/v), nisbah O/A 2/1 pH 2 ditunjukkan pada Gambar 8. Hasil percobaan menunjukkan bahwa temperatur terbaik yang memberikan ekstraksi tembaga lebih tinggi adalah 25 °C, meskipun penurunan ekstraksi tembaga tidak terlalu signifikan terhadap peningkatan temperatur. Selain persen ekstraksi tembaga yang lebih tinggi, temperatur yang lebih rendah memberikan ko-ekstraksi pengotor yang lebih rendah.



Gambar 8. Profil persen ekstraksi Cu, Fe, Ni, Pb dan Zn sebagai fungsi temperatur (konsentrasi ekstrak 25%, nisbah O/A 2/1 pH 2)

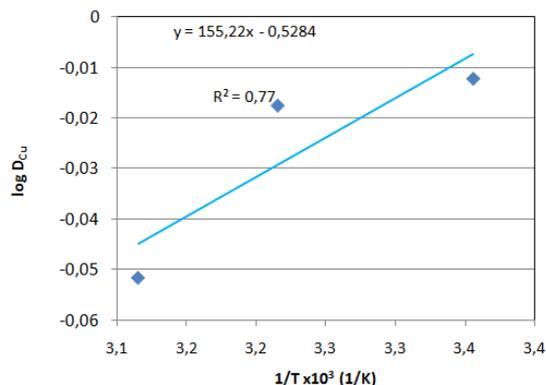
Untuk mengetahui jenis reaksi yang terjadi pada proses ekstraksi tembaga apakah bersifat eksotermis atau endotermis, dilakukan pengaluran  $\log D$  terhadap  $1/T$  (K). Hubungan tersebut didapat dari persamaan Van't Hoff sebagai berikut<sup>[11]</sup>:

$$\log K = \log D = -\frac{\Delta H^\circ}{2.303RT} + K^* \quad (8)$$

dimana R adalah konstanta gas ideal dengan nilai 8,314 J/mol.K, T temperatur dalam derajat Kelvin, sementara  $K^*$  merupakan nilai konstanta hasil penambahan  $K_1$  yang berupa nilai  $\frac{\Delta S^\circ}{R}$  dan  $K_2$  yang merupakan nilai  $\log \frac{[HA]^{(2+x)}}{[H^+]^2}$ . Pengaluran data  $\log D$  terhadap  $1/T$

(K) akan menghasilkan garis linier dengan nilai kemiringan  $-\frac{\Delta H^\circ}{2.303R}$ . Hasil pengaluran nilai  $\log D_{Cu}$  terhadap  $1/T$  ditunjukkan pada Gambar 9, dengan nilai  $R^2$  0,774 dan kemiringan garis sebesar 155,2. Berdasarkan nilai gradien pengaluran  $\log D$  terhadap  $1/T$  tersebut diperoleh nilai  $\Delta H^\circ$  ekstraksi Cu sebesar -2,97 kJ. Nilai  $\Delta H^\circ$  yang negatif ini mengindikasikan bahwa reaksi ekstraksi Cu dalam larutan klorida dengan Mextral 5640H bersifat

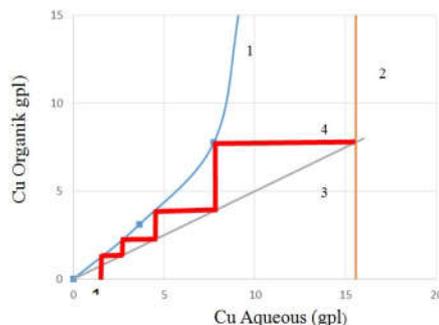
eksotermis atau melepaskan energi panas dan cenderung berlangsung lebih baik pada suhu yang lebih rendah.



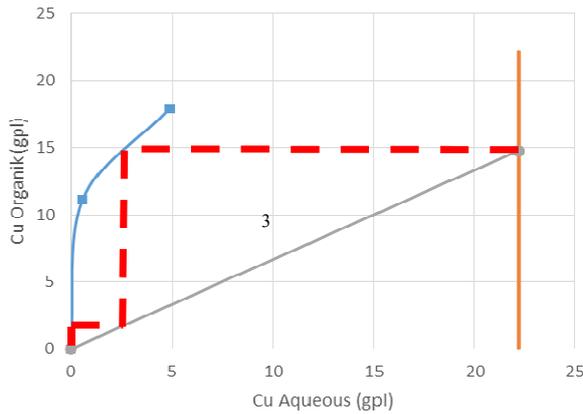
Gambar 9. Pengaluran nilai  $\log D$  terhadap  $1/T$  (konsentrasi ekstrak 25%, nisbah O/A 2/1 pH 2)

## G. Konstruksi Diagram McCabe-Thiele

Diagram McCabe-Thiele dikonstruksi untuk memprediksi jumlah tahapan ekstraksi yang dapat menghasilkan level ekstraksi yang diinginkan pada pH dan konsentrasi ekstrak tertentu. Diagram McCabe-Thiele dikonstruksi berdasarkan data percobaan dengan variasi nisbah O/A pada pH *as received* larutan limbah (yaitu 0,8) dan pada pH 2. Diagram McCabe-Thiele yang dihasilkan ditunjukkan masing-masing pada Gambar 10 dan Gambar 11. Berdasarkan konstruksi diagram McCabe-Thiele pada pH 0,8, untuk mendapatkan nilai persen ekstraksi Cu > 90% pada nisbah O/A 2/1 dan pH 0,8 diperlukan setidaknya 4 tahap ekstraksi. Sementara, untuk mendapatkan persen ekstraksi mendekati 100% pada pH 2 dapat dilakukan ekstraksi dalam 2 tahap dengan menggunakan nisbah O/A 1,5. Diagram McCabe-Thiele pada pH 2 tidak dapat dikonstruksi pada nisbah O/A  $\leq 1$  karena perpotongan garis berada di atas diagram isotermal yang dihasilkan.



Gambar 10. Diagram McCabe-Thiele ekstraksi tembaga dengan nisbah O/A 2/1 pada pH 0,8  
Keterangan: 1=Isothermal diagram, 2 = konsentrasi Cu awal di fasa aqueous, 3= kemiringan garis nisbah A/O dan 4 = tahapan ekstraksi



Gambar 11. Diagram McCabe-Thiele pada pH kesetimbangan 2 dengan nisbah O/A 1,5 pada pH 2  
Keterangan: 1 =Isothermal diagram, 2 = konsentrasi Cu awal di fasa aqueous, 3= kemiringan garis nisbah fasa A/O dan 4 = tahapan ekstraksi

### H. Hasil Percobaan Stripping

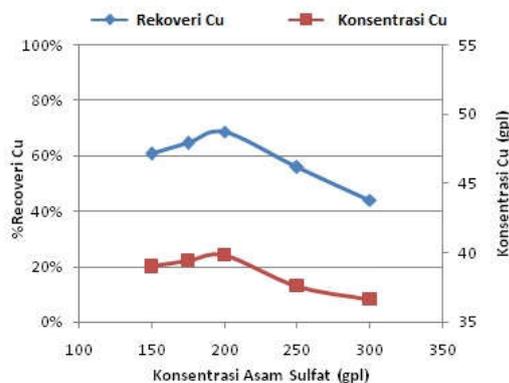
Nilai persen *recovery* Cu pada proses *stripping* dihitung dengan persamaan berikut:

$$\%recovery = \frac{W_{or} - (W'_{aq} - W_{aq})}{W_{or}} \times 100\% \quad (9)$$

dengan  $w_{or}$  adalah berat awal Cu dalam fasa organik,  $w_{aq}$  adalah berat awal Cu dalam fasa *aqueous* dan  $w'_{aq}$  adalah berat akhir Cu pada fasa *aqueous*.

### I. Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat terhadap Persen Recovery Cu pada Proses Stripping

Hasil percobaan *stripping* dengan variasi konsentrasi asam sulfat ditunjukkan pada Gambar 12, dimana peningkatan konsentrasi asam dalam larutan yang digunakan untuk proses *stripping* dari 150 gpl ke 200 gpl cenderung meningkatkan persen *recovery* Cu, sementara peningkatan konsentrasi asam sulfat dari 200 gpl hingga 300 gpl cenderung memberikan efek yang sebaliknya (menurunkan *recovery* Cu).

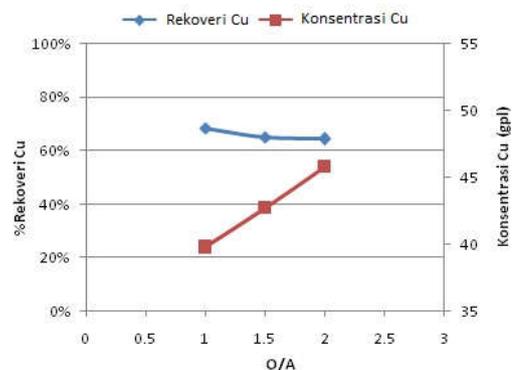


Gambar 12. Grafik persen *recovery* dan kadar tembaga pada fasa *aqueous* terhadap konsentrasi asam sulfat

Secara umum, reaksi ekstraksi Cu yaitu reaksi (1) akan berjalan ke arah kiri jika konsentrasi  $H^+$  dalam fasa *aqueous* ditingkatkan<sup>[6]</sup>. Dalam hal ini, konsentrasi Cu dalam fasa *aqueous* meningkat seiring dengan penambahan  $H^+$ . *Recovery* tertinggi yang didapat dengan menggunakan asam sulfat 200 gpl sebesar 68,57% dengan kadar Cu pada fasa *aqueous* sebesar 39,8 gpl. Pada konsentrasi asam di atas 200 gpl, *recovery* tembaga menurun karena pada konsentrasi asam yang terlalu pekat mobilitas ion  $Cu^{2+}$  dari fasa organik menuju fasa *aqueous* menjadi lebih rendah.

### J. Pengaruh Nisbah Fasa terhadap Persen Recovery Tembaga pada Proses Stripping

Hasil percobaan *stripping* dengan variasi nisbah O/A ditunjukkan pada Gambar 13. Konsentrasi Cu dalam fasa *aqueous* dapat ditingkatkan dengan meningkatkan nisbah O/A. Konsentrasi Cu pada nisbah O/A 2/1 dapat mencapai 45,8 gpl dimana diharapkan konsentrasi Cu yang masuk ke sirkuit elektrowining adalah sebesar 40 gpl. Peningkatan nisbah O/A berbanding terbalik dengan *recovery* Cu, dimana semakin tinggi nisbah O/A yang digunakan cenderung menurunkan *recovery* Cu meskipun penurunannya tidak signifikan.



Gambar 13. Grafik persen *recovery* Cu dan konsentrasi Cu pada fasa *aqueous* terhadap nisbah O/A

### K. Pengaruh Temperatur terhadap Persen Recovery Tembaga Proses Stripping

Sebagaimana telah dibahas pada sub bab sebelumnya, reaksi ekstraksi tembaga merupakan reaksi eksotermis. Karena reaksi *stripping* merupakan kebalikan dari reaksi ekstraksi, maka reaksi *stripping* merupakan reaksi endotermis yang membutuhkan panas. Salah satu cara untuk meningkatkan kinerja reaksi endotermis adalah dengan menaikkan temperatur. Berdasarkan hasil percobaan yang

diperoleh, peningkatan temperatur meningkatkan persen *recovery* Cu pada proses *stripping*. Dengan meningkatkan temperatur *stripping* dari 25 menjadi 46 °C, persen *recovery* Cu meningkat dari 65,1% menjadi 87,1% dan konsentrasi Cu dalam fasa *aqueous* meningkat dari 45,8 gpl menjadi 50,3 gpl.

#### L. Hasil Percobaan *Electrowining*

Data hasil percobaan *electrowinning* ditunjukkan pada Tabel 3. Percobaan *electrowinning* dilakukan dalam elektrolit artifisial yang komposisinya mengacu pada komposisi larutan hasil *stripping* larutan organik hasil SX Cu dari larutan dari limbah pemurnian perak pada kondisi terbaik. Berdasarkan persamaan Faraday, berat teoritik Cu yang terdepositasi di katoda dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$m = MI/nF \quad (10)$$

dimana M adalah berat atom Cu (63,5 gram/mol), I adalah arus listrik yang diberikan yaitu  $200 \text{ A/m}^2 \times (4,5 \text{ cm} \times 5 \text{ cm}) = 0,45 \text{ A}$ , t waktu elektrolisis (4 jam = 14400 s), n adalah elektron yang terlibat reaksi elektrokimia (2) dan F adalah konstanta Faraday (96485 Coulomb/mol). Berat teoritik Cu yang terdepositasi adalah sebesar 2,108 gram, sementara berat aktual deposit Cu yang diperoleh sebesar 2,08 gram, sehingga diperoleh efisiensi arus sebesar 98,7%. Efisiensi arus yang tidak mencapai 100% mengindikasikan terjadinya reaksi lain di katoda selain reduksi tembaga ( $\text{Cu}^{2+}$  menjadi Cu). Kemungkinan yang terjadi selain reduksi  $\text{Cu}^{2+}$  menjadi Cu adalah reduksi ion  $\text{H}^+$  menjadi gas  $\text{H}_2$  meskipun tidak signifikan.

Tegangan sel teoritik adalah sebesar 0,89 volt, sementara tegangan sel aktual yang terukur adalah sebesar 2,4 volt. Tegangan sel aktual yang signifikan lebih tinggi ini karena adanya over potensial evolusi oksigen di anoda, over potensial karena hambatan pada elektrolit, dan over potensial karena hambatan pada anoda, katoda dan kontak kelistrikan yang ada. Dengan tegangan sel aktual sebesar 2,4 volt dan efisiensi arus 98,7%, diperoleh konsumsi energi listrik sebesar 2,1 kWh/kg-Cu. Harga tegangan sel dan konsumsi energi listrik hasil percobaan tidak jauh berbeda dengan rata-rata konsumsi energi listrik proses *electrowining* tembaga di industri yaitu sekitar 2 kWh/kg-Cu<sup>[12]</sup>.

Tabel 3. Data hasil percobaan *electrowining*

Waktu (jam)	Arus (A)	Tegangan (V)	Temperatur (°C)
0	0,45	2,6	40
1	0,45	2,4	48
2	0,45	2,4	48
3	0,45	2,4	48
4	0,45	2,4	48
W katoda awal		187,07 gram	
W katoda akhir		189,15 gram	

## 4. KESIMPULAN

Proses ekstraksi tembaga dari limbah elektrolit *electrorefining* perak dapat dilakukan pada limbah yang telah melalui proses pengendapan perak terlebih dahulu. Kondisi terbaik ekstraksi tembaga dari *spent electrolyte* *electrorefining* perak dengan Mextral 5640H yang didapat dari hasil percobaan adalah pada pH kesetimbangan 2, nisbah O/A 2/1, konsentrasi ekstrak 25% (v/v) dan temperatur 25 °C dengan ekstraksi tembaga mencapai 97%. Kondisi terbaik proses *stripping* yang didapat dari hasil percobaan adalah pada konsentrasi asam sulfat 200 gpl, nisbah O/A 2/1 dan temperatur 46 °C dengan konsentrasi Cu dalam larutan *aqueous* hasil *stripping* mencapai 50 gpl dan *recovery* Cu 87,1%.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih sebesar-besarnya kepada Koordinator Laboratorium Metalurgi, Program Studi Teknik Material ITB yang telah memberikan kesempatan luas untuk melakukan penelitian ini, dan juga kepada para teknisi laboratorium yang telah membantu membuat percobaan yang dilakukan, sehingga penelitian ini dapat memberi hasil yang memuaskan.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Arif Tirta Aji, "Pengaruh pengotor Cu dan Au dalam proses *electrorefining* perak yang dilakukan dalam sel moebius PT. ANTAM TBK UBPP logam mulia," Tesis Magister, Program studi magister Rekayasa Pertambangan, Institut Teknologi Bandung, 2013.
- [2] Gordon M. Ritcey, "Solvent extraction principles and applications to process Metallurgy," G.M. Ritcey and Associates, Ottawa, 2006.
- [3] Schlesinger, M.E., King, M.J., Sole, K.C. and Davenport, W.G., "Extractive

- metallurgy of copper,” 5<sup>th</sup> Edition, Elsevier, 2011.
- [4] Rotuska, K. and Chmielewski, T, “Growing role of solvent extraction in copper ores processing,” *Physicochemical Problems of Mineral Processing.*, vol. 42, p. 29-36, 2008.
- [5] Gunardi Setyawan dan M. Zaki Mubarak, “Pelindian tembaga dari bijih kalkopirit dalam larutan asam sulfat dan ozon sebagai oksidator,” *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara.*, vol. 11, No. 2, Mei, 2015.
- [6] Jorgensen, G.V. II, “Copper Leaching, Solvent Extraction, and Electrowining Technology,” *Published by Society for Mining, Metallurgy, and Exploration (SME).*, Inc, 1999.
- [7] Kordosky, G.A., “Copper recovery using leach/solvent extraction/electrowinning technology: Forty years of innovation, 2.2 million tonnes of copper annually,” *The Journal of The South African Institute of Mining and Metallurgy.*, 2002.
- [8] Crane, P., Urbani, M., Dudley, K, Horner A., and Virnig, M., “Solvent extraction (SX) reagent selection for high temperature, acid, chloride and Cu PLS at Port Pirie and its impact on electrowinning (EW),” *Hydrometallurgy Conference, The Southern African Institute of Mining and Metallurgy.*, 2009.
- [9] Informasi dari <http://owl.oit.umass.edu/departments/Chemistry/appendix/ksp.html> diunduh, Januari 2017.
- [10] McKeivitt, B.R., “Removal of iron by ion exchange from copper electrowinning electrolyte solutions containing antimony and bismuth,” Master Thesis, The Faculty of Graduate Studies, The University of British Columbia., 2007.
- [11] M.Z. Mubarak and F.E. Yunita, “Solvent extraction of nickel and cobalt from ammonia-ammonium carbonate solution by using LIX 84-ICNS,” *International Journal of Non-Ferrous Metallurgy, SCR Publisher.*, vol.4, No.3, 2015.
- [12] Beukes, N.T. and Badenhorst, J, “Copper electrowinning: theoretical and practical design,” *Hydrometallurgy Conference, The Southern African Institute of Mining and Metallurgy.*, 2009.





## KETAHANAN KOROSI PADUAN Cu-Zn 70/30 SETELAH PROSES *THERMOMECHANICAL CONTROLLED PROCESS* (TMCP)

Eka Febriyanti<sup>a\*</sup>, Ayu Rizeki Ridhowati<sup>b</sup>, Rini Riastuti<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Balai Besar Teknologi Kekuatan Struktur (B2TKS), Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), Kawasan Puspiptek, Serpong, *Tangerang Selatan*, 15314

<sup>b</sup>Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok, Indonesia, 16424  
E-mail: [eka.febriyanti@bppt.go.id](mailto:eka.febriyanti@bppt.go.id)

Masuk Tanggal : 26-10-2016, revisi tanggal : 05-04-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 28-04-2017

### Intisari

Paduan Cu-Zn (70/30) banyak digunakan sebagai saluran pipa untuk menyalurkan air dalam aplikasi industri. Pada saluran pipa tersebut umumnya ditemukan ion klorida. Produk korosi yang terbentuk pada paduan Cu-Zn akibat interaksi dengan ion Cl<sup>-</sup> dapat menurunkan efisiensi kerja alat. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan metode pengembangan lebih lanjut untuk meningkatkan ketahanan korosi paduan Cu-Zn dengan TMCP (*thermomechanical control process*). Pengerjaan *warm rolling* dilakukan dengan metode bolak-balik dengan reduksi sebesar 25%, 30%, dan 35% pada suhu 300 °C. Ketahanan korosi spesimen diukur menggunakan metode polarisasi dengan 0,1 M HCl. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa dengan peningkatan reduksi dari 31,61% hingga 48,39% terjadi penurunan laju korosi dari 0,564 mm/tahun menjadi 0,426 mm/tahun.

**Kata Kunci:** Paduan Cu-Zn 70/30, TMCP, aniling, efek pengerasan, laju korosi

### Abstract

*Cu-Zn alloy (70/30) alloy is widely used as water tubing in industrial application. From some references reveal that chloride ion exist along pipeline. Interaction between chloride ion and Cu-Zn alloy promote corrosion process then reduce the tube performance. The aim of this research is to improve the corrosion resistance of Cu-Zn alloy by developing TMCP (thermo mechanical controlled process). The specimens are warm rolled at 300 °C with reverse rolling system at deformation 25%, 30%, and 35%. Corrosion resistance of specimen is then measured by polarisation method using 0.1 M HCl. Experimental results indicate that by increasing reduction from 31.61% to 48.39%, the corrosion rate decrease from 0.564 mm/year to 0.426 mm/year.*

**Keywords:** Cu-Zn 70/30 alloy, TMCP, annealing, hardening effect, corrosion rate

## 1. PENDAHULUAN

Paduan Cu-Zn banyak diaplikasikan dalam berbagai industri<sup>[1]</sup> dikarenakan memiliki sifat-sifat yang unggul seperti ketahanan korosi dalam lingkungan atmosfer, konduktivitas panas, dan konduktivitas listrik serta mampu mesin yang baik. Beberapa contoh penggunaan paduan Cu-Zn misalnya digunakan pada sistem pemanasan dan pendinginan, konduktor listrik, saluran pipa, peralatan industri perairan, aplikasi di lingkungan air laut, pipa penukar panas (*heat exchanger*), dan sistem penyerapan *refrigerator*<sup>[2]</sup>. Namun, tembaga dan paduannya memiliki kelemahan yaitu logam-logam tersebut dapat secara mudah bereaksi, terlarut,

dan terkorosi dalam kondisi air laut, khususnya, di dalam larutan yang mengandung ion-ion klorida dan bromida sehingga mendorong terjadinya pelarutan pada tembaga dan paduannya<sup>[3]</sup>. Misalnya paduan Cu-Zn yang digunakan untuk aplikasi saluran pipa dan penyaluran air. Pada saluran pipa tersebut biasanya ditemukan ion klorida yang mendorong terjadinya proses korosi<sup>[4]</sup>.

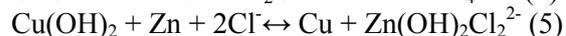
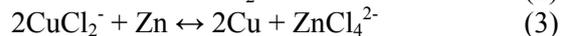
Produk korosi yang dihasilkan memiliki efek negatif pada *heat transfer* sehingga menyebabkan terjadinya penurunan efisiensi dalam alat pemanas dan pendingin. Penurunan efisiensi menyebabkan terjadinya pengurangan sifat mekanis dan ketahanan korosi dari paduan

Cu-Zn sebagai pipa penyalur. Sifat mekanis suatu material erat kaitannya dengan proses perlakuan terhadap logam atau material tersebut yang bertujuan untuk mengubah struktur mikro dari material itu sendiri.

Selain sifat mekanis, ketahanan korosi paduan Cu-Zn dalam lingkungan yang kaya akan ion klorida perlu diperhatikan. Ion klorida merupakan ion agresif bagi paduan Cu-Zn disebabkan karena kecenderungan ion klorida untuk membentuk lapisan tidak stabil ( $\text{CuCl}$ ) dan ion klorida kompleks yang terlarut ( $\text{CuCl}_2^-$  dan  $\text{CuCl}_3^{2-}$ ) apabila bereaksi dengan paduan Cu-Zn. Oleh karena itu, jumlah kandungan ion klorida dapat mengakibatkan korosi pada paduan Cu-Zn meskipun dalam jumlah yang sangat kecil.

John. W. Bond<sup>[5]</sup> menyebutkan bahwa kuningan dan paduannya mengalami pelarutan secara elektrokimia dalam lingkungan air laut dimana reaksinya melibatkan ion klorida yang memungkinkan untuk terjadi pembentukan senyawa kompleks klor. Selain itu, penelitian ini juga menunjukkan bahwa proses korosi pada paduan kuningan dalam media HCl dimulai dari -1,0 V vs SCE, yang dilanjutkan dengan pembentukan ion  $\text{ZnO}/\text{Zn}(\text{OH})_2$  dan ion *zinc*. Selain itu, menurut John W. Bond, pelarutan tembaga dapat dicegah hingga pembentukan  $\text{CuCl}$  potensial. Puncak yang diteliti pada potensial yang sangat negatif, yaitu di sekitar -1,3 V, yang berkaitan dengan pembentukan  $\text{ZnO}/\text{Zn}(\text{OH})_2$ . Namun, puncak ini pada potensial yang sangat negatif belum banyak dipelajari.

John. W. Bond<sup>[5]</sup> juga telah mendemonstrasikan pelarutan *zinc* yang terjadi dengan polarisasi anodik bahkan dalam daerah pasif. Secara aktual, John. W. Bond<sup>[5]</sup> menunjukkan bahwa lapisan pasif yang terbentuk pada paduan kuningan Cu-Zn dalam media klorida terdiri atas film yang memiliki komposisi  $\text{ZnO} \cdot x\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}_2\text{O} + \text{CuO}/\text{Cu}(\text{OH})_2 + \text{CuCl}$ . Selama polarisasi anodik, pelarutan lapisan *film* muncul di atas potensial tertentu, yang dikenal sebagai potensial kerusakan (*breakdown pasivation*),  $E_b$ , yang bergeser secara negatif sebanding dengan peningkatan konsentrasi klorida. Oleh karena itu, John W. Bond<sup>[5]</sup> berkesimpulan bahwa paduan kuningan kurang tahan terhadap korosi dibandingkan tembaga murni. Kerusakan pasivasi pada paduan kuningan berkaitan dengan pembentukan senyawa terlarut, yaitu pembentukan senyawa kompleks seperti kloro atau oksida. Reaksinya adalah sebagai berikut:<sup>[5]</sup>



Dari hasil pengamatan dan penelitian yang dilakukan oleh John W. Bond tersebut<sup>[5]</sup> dapat disimpulkan bahwa korosi pada paduan kuningan dalam lingkungan klorida dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti komposisi paduan; konsentrasi klorida; kehadiran anion agresif lainnya, misalnya  $\text{I}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{Br}^-$ , dan  $\text{SO}_4^{2-}$  dan juga suhu, pH, dan cahaya, serta kehadiran mikroorganisme yang ikut serta mempengaruhi ketahanan korosi kuningan pada media agresif<sup>[5]</sup>.

Untuk menurunkan ketahanan korosi paduan Cu-Zn 70/30 khususnya pada aplikasi perpipaan maka salah satunya dilakukan proses penghalusan butir. Selain untuk meningkatkan sifat kekuatan dan ketahanan aus<sup>[6]</sup> maka untuk meningkatkan ketahanan material logam terhadap proses korosi dapat dilakukan proses penghalusan butir dengan TMCP (*thermo mechanical controlled process*)<sup>[6]</sup>. TMCP merupakan proses deformasi material dengan pengontrolan ataupun perekrayaan proses perlakuan panas dan struktur mikro guna menghasilkan produk dengan sifat-sifat mekanis yang lebih baik lagi.

Argade, G.R., dkk<sup>[7]</sup> menunjukkan bahwa arah perkembangan hubungan antara ukuran butir material yang bertanggung jawab terhadap respon dari korosi. Selain itu, Argade G.R., dkk juga menyatakan adanya efek ukuran butir terhadap sifat korosi pada berbagai variasi sistem logam dan pengaruh penghalusan butir terhadap peningkatan dan penurunan ketahanan korosi.

Salah satu jenis TMCP yang sedang dikembangkan ialah TMCP menggunakan metode *warm rolling* yang dilakukan pada rentang suhu TMCP ialah  $0,35T_m < T_m < 0,5T_m$ <sup>[8]</sup>. Material yang mengalami *warm working* akan mengalami pengerasan regangan (*strain hardening*) dan rekristalisasi sebagian<sup>[9]</sup>. Dengan mengatur kondisi proses seperti suhu pada *furnace* dan % deformasi pada mesin rol ketika proses *warm rolling*, maka akan dihasilkan butir yang halus. Semakin halusnya butir, maka batas butir yang terbentuk akan banyak sehingga pergerakan dislokasi akan terhambat.

Pada penelitian yang dilakukan Eka Febriyanti<sup>[10]</sup>, TMCP pada suhu *warm rolling* 300, 400, dan 500 °C dengan media pendingin udara dan metode rol bolak-balik sebanyak dua kali *pass* disimpulkan bahwa semakin besarnya % deformasi, maka butir semakin halus. Selain itu, nilai kekerasan dan kekuatan tarik maksimum dan kekuatan luluh pun cenderung menunjukkan peningkatan.

Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mempelajari evolusi struktur mikro termasuk proses penghalusan butir ketika TMCP pada paduan Cu-Zn (70/30) dengan metode *double pass reversible rolling* pada suhu *warm rolling* serta pengaruhnya terhadap ketahanan korosi material paduan tersebut.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

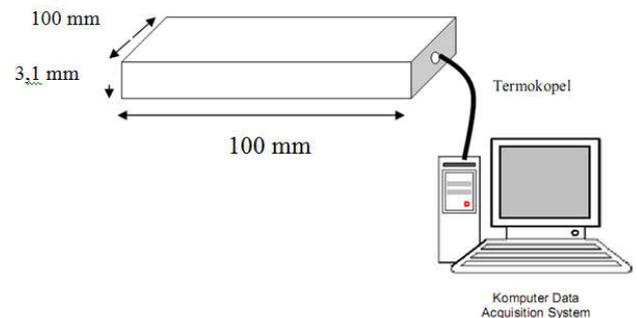
Paduan Cu-Zn yang digunakan merupakan klasifikasi paduan Cu-Zn 70/30 dengan komposisi paduan hasil OES (*optical emission spectroscopy*) seperti yang terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi sampel paduan Cu-Zn 70/30

Unsur	Penelitian (%berat)	Spesifikasi ASTM B36M-13 <sup>[11]</sup> (%berat)
Cu	69,5	69,5-72
Zn	30,7	sisia
Fe	0,026	~ maks. 0,05
Sn	0,0062	~ maks. 0,03
Al	< 0,002	~ maks. 0,03
Ni	-	~ maks. 0,2
As	< 0,001	~ maks. 0,02
Pb	< 0,005	~ maks. 0,05
Si	< 0,005	~ maks. 0,01
Mn	0,0052	~ maks. 0,04
P	< 0,003	~ maks. 0,05
Sb	-	~ maks. 0,01
Bi	-	~ maks. 0,04

Sampel paduan Cu-Zn 70/30 yang awalnya berdimensi 100 mm x 100 mm x 31 mm lalu dipotong menjadi pelat berdimensi 100 mm x 50 mm x 31 mm. Pada salah satu ujung sampel paduan Cu-Zn 70/30 dibor untuk membuat lubang sebesar 25 mm yang digunakan sebagai penjepit kawat *thermocouple* di mana kawat termokopel berfungsi sebagai alat untuk mengukur suhu. Kawat *thermocouple* tipe K yang dimasukkan ke lubang harus terjepit dengan baik, karena pada saat *rolling*, kawat juga akan ikut terdeformasi. Jika penjepitan kurang sempurna, maka kawat akan terlepas dan data suhu pada proses *rolling* tidak dapat diambil. Sedangkan pengukuran suhu dilakukan dengan menggunakan data

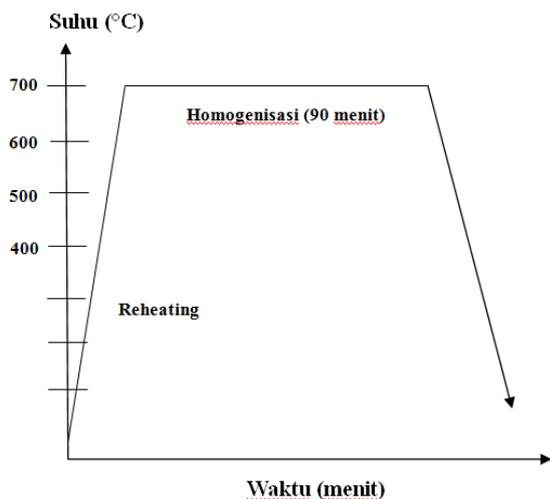
*acquisition system* yang dihubungkan dengan komputer seperti yang ditampilkan pada Gambar 1.



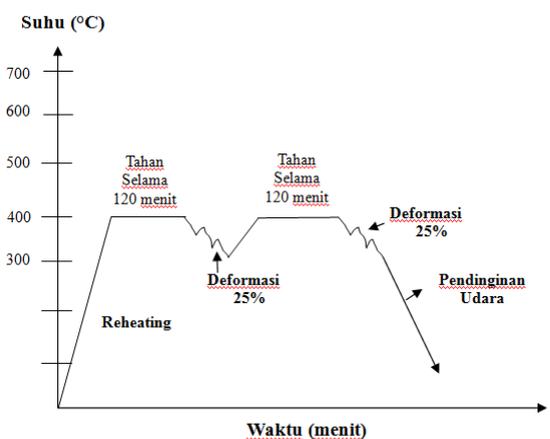
Gambar 1. Contoh rangkaian pengujian *warm rolling*<sup>[10]</sup>

Paduan Cu-Zn 70/30 yang digunakan ada 4 yaitu A adalah sampel paduan Cu-Zn 70/30 awal yang tidak mengalami proses deformasi namun mengalami proses pemanasan awal pada suhu 700 °C selama 90 menit lalu didinginkan lama di dalam tungku seperti yang diilustrasikan dengan Gambar 2. Sedangkan B merupakan sampel paduan Cu-Zn 70/30 yang telah dilakukan diberikan perlakuan panas berupa proses homogenisasi seperti yang telah diberikan pada sampel paduan A lalu dilanjutkan pemanasan pada suhu 300 °C kemudian dideformasi sebesar 25% reduksi, selanjutnya dipanaskan pada suhu 300 °C selama 120 menit setelah itu dideformasi sebesar 25% reduksi lalu didinginkan dengan media udara yang diilustrasikan dengan Gambar 3.

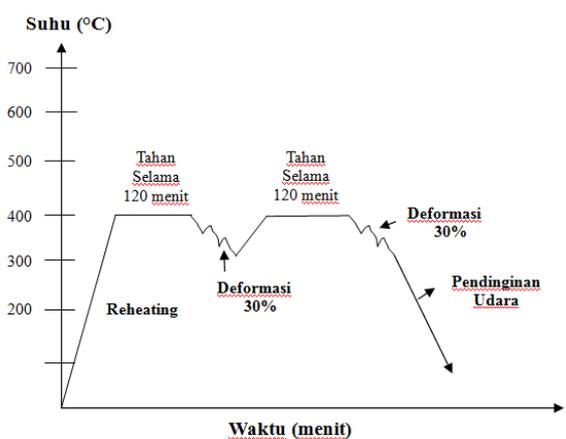
Untuk sampel paduan C dipanaskan hingga suhu 700 °C selama 90 menit lalu dilanjutkan pemanasan pada suhu 300 °C kemudian dideformasi sebesar 30% reduksi selanjutnya dipanaskan pada suhu 300 °C selama 120 menit setelah itu dideformasi sebesar 30% reduksi lalu didinginkan dengan media udara yang diilustrasikan dengan Gambar 4. Pada sampel paduan D dipanaskan hingga suhu 700 °C selama 90 menit lalu dilanjutkan pemanasan pada suhu 300 °C kemudian dideformasi sebesar 35% reduksi selanjutnya dipanaskan pada suhu 300 °C selama 120 menit setelah itu dideformasi sebesar 35% reduksi lalu didinginkan dengan media udara yang diilustrasikan dengan Gambar 5.



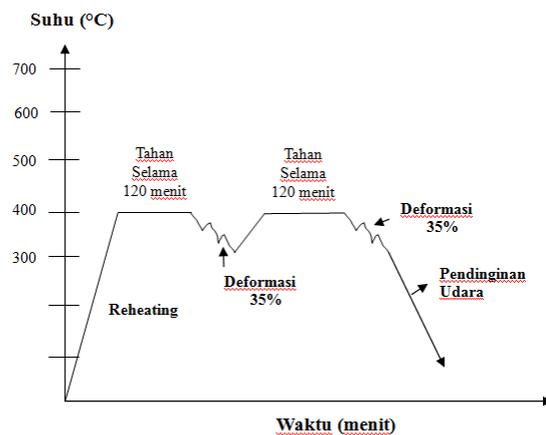
Gambar 2. Diagram tahapan homogenisasi untuk paduan Cu-Zn 70/30 pada suhu 700 °C selama 90 menit



Gambar 3. Diagram tahapan rolling pada paduan Cu-Zn 70/30 dengan suhu proses 300 °C menggunakan metode *double pass reversible* dengan deformasi teoritis 25%+25%



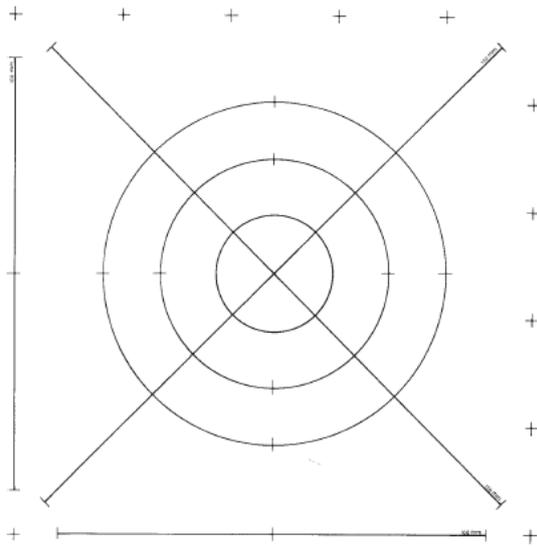
Gambar 4. Diagram tahapan percobaan rolling untuk paduan Cu-Zn 70/30 pada suhu 300 °C dengan metode *double pass reversible* dengan deformasi teoritis 30%+30%



Gambar 5. Diagram tahapan percobaan rolling paduan Cu-Zn 70/30 pada suhu 300 °C dengan metode *double pass reversible* dengan deformasi teoritis 35%+35%

Proses *warm rolling* dilanjutkan dengan pengamatan struktur mikro. Pengamatan struktur mikro bertujuan untuk melihat struktur mikro material paduan Cu-Zn 70/30. Dalam pengamatan ini digunakan standar ASTM E3 – 01<sup>[12]</sup> “*standard guide for preparation for metallographic specimens*”. Pertama-tama sampel dipotong untuk mempermudah proses pengujian metalografi. Lalu sampel dipasang pada blok polimer untuk memudahkan dalam proses pengampelasan dan pemolesan. Kemudian sampel diampelas dengan kertas amplas dimulai dari grit #80, #200, #400, #600, #800, #1000, #1200, #1500 (dalam *mesh*). Selanjutnya sampel dipoles dengan ditambahkan pasta kovac sampai mengkilap. Setelah itu sampel dietsa dengan zat etsa ferric klorida atau FeCl<sub>3</sub> 10% yang terdiri atas 10gr FeCl<sub>3</sub> dan 100 ml alkohol 96%. Terakhir sampel diamati dengan mikroskop optik dengan perbesaran 100x, 200x, dan 500x.

Setelah dilakukan proses pengamatan struktur mikro lalu dilakukan perhitungan besar butir menggunakan standar ASTM E112<sup>[13]</sup> “*standard test method for determining average grain size*”. Pada penelitian ini, digunakan metode Heyn seperti yang diilustrasikan dengan Gambar 6. Pertama-tama, dibuat 3 lingkaran yang memiliki diameter masing-masing sebesar 79,58 mm,; 53,05 mm, dan 26,53 mm dimana ketiga lingkaran tersebut digabung menjadi satu dengan panjang total ketiga garis lingkaran tersebut 500 mm. Kemudian perpotongan garis ketiga lingkaran dengan batas butir antara satu butir dijumlah dengan mengabaikan butir *twins*.



Gambar 6. Pengukuran batas butir *equiaxed* dengan metode Heyn<sup>[13]</sup>

Selanjutnya, banyaknya batas butir yang berpotongan (P) dengan ketiga lingkaran tersebut dihitung dan dimasukkan ke rumus berikut<sup>[13]</sup>:

$$P_L = (P \times M) / L_T \quad (8)$$

$$L_3 = 1 / P_L \quad (9)$$

$$G = [-6.643 \log(L_3) - 3.2877] \quad (10)$$

dimana:

P = jumlah titik potong (P) batas butir dari total garis yang dalam hal ini berbentuk lingkaran

$P_L$  = jumlah titik potong per satuan panjang

M = perbesaran (jika 200x, nilai M=200)

$L_T$  = panjang garis total (500 mm)

$L_3$  = panjang garis perpotongan (mm)

Setelah itu dilakukan pengujian korosi menggunakan metode polarisasi dengan instrumen potensiostat yang dilengkapi dengan *software* Nova 1.10 untuk melakukan analisa seperti yang terlihat pada Gambar 7. Selain itu, juga dilakukan pengujian elektrokimia pada sistem sel dengan kapasitas 100 ml yang terdiri dari 3 elektroda, yaitu grafit sebagai *counter electrode* (CE), Ag/AgCl sebagai *reference electrode*, dan sampel paduan Cu-Zn (70/30) sebagai elektroda kerja.

Pengujian linear polarisasi dilakukan dengan *scanning rate* 0,001 mVs<sup>-1</sup>, dengan rentang potensial -350 mV hingga +300 mV dari nilai OCP. Nilai *open circuit potential* (OCP) ditentukan setelah 300 detik, agar didapatkan nilai potensial yang relatif stabil. Nilai rapat arus korosi dan potensial korosi akan didapatkan dari hasil ekstrapolasi Tafel

pada kurva polarisasi. Pengujian polarisasi dilaksanakan sesuai dengan standar ASTM G3.

Pengujian laju korosi dengan metode polarisasi bertujuan untuk mengetahui pengaruh ukuran butir hasil dari proses deformasi terhadap laju korosi. Pada pengujian ini, digunakan larutan korosif 0,1M HCl. Ion klorida merupakan ion yang sangat agresif terhadap paduan Cu-Zn, dikarenakan kecenderungan ion klorida untuk membentuk lapisan pasif yang tidak stabil (CuCl) dan senyawa klorida kompleks yang dapat terlarut (CuCl<sup>2-</sup> dan CuCl<sup>3-</sup>). Sehingga, dengan penambahan sedikit ion klorida dapat menyebabkan korosi pada paduan Cu-Zn<sup>[5]</sup>.



Gambar 7. Alat uji korosi metode polarisasi AUTOLAB

### 3. HASIL DAN DISKUSI

Ukuran diameter butir paduan Cu-Zn akan berubah setelah dilakukan pengerjaan *rolling* pada suhu 300 °C. Hal ini ditunjukkan oleh hasil perhitungan butir paduan Cu-Zn 70/30 dengan menggunakan metode *Intercept Heyn* sesuai dengan standar ASTM E112<sup>[13]</sup> yang hasilnya dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengukuran besar butir paduan Cu-Zn 70/30

Paduan Cu-Zn 70/30	Deskripsi Pengujian	G (ASTM)	Besar Butir (µm)
A	Homogenisasi 700 °C selama 90 menit	4,6	73,05
B	300 °C + deformasi 31,61%	5,15	50,53
C	300 °C + deformasi 41,93%	6,85	33,56
D	300 °C + deformasi 48,39%	7,77	24,41

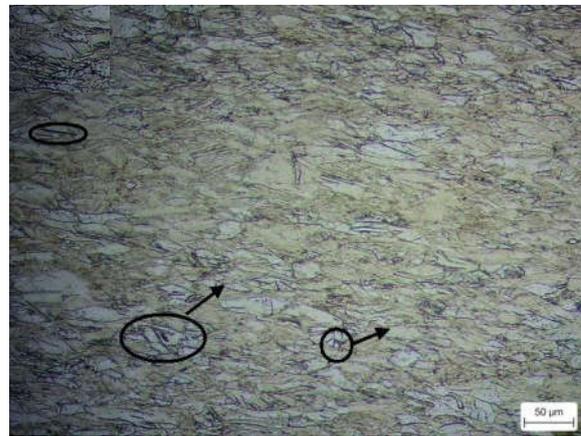
Selanjutnya dilakukan pengujian laju korosi dengan metode polarisasi yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh ukuran butir hasil dari proses deformasi terhadap laju korosi. Pada pengujian ini, digunakan larutan korosif 0,1M HCl. Pada Tabel 2 terlihat bahwa dengan

meningkatnya % reduksi yang diberikan pada proses *warm rolling* mengakibatkan butir yang terbentuk berukuran kecil atau semakin halus. Melalui perlakuan *rolling* pada suhu 300 °C pada material, butir paduan Cu-Zn 70/30 yang awalnya berbentuk *equiaxed* akan memipih karena mengalami elongasi yang menghasilkan pengerasan regang (*strain hardening*) pada struktur mikro paduan Cu-Zn. Sedangkan struktur mikro untuk reduksi 48,39% dapat dilihat pada Gambar 8. Gambar 8 menunjukkan adanya butiran sangat pipih dan butir kecil (*nuclei*) akibat perlakuan *warm rolling* pada deformasi 48,39%. Kehadiran butir kecil (*nuclei*) merupakan indikasi telah terjadi rekristalisasi dinamis. Rekristalisasi dinamis merupakan kombinasi antara proses deformasi plastis dan pemanasan. Ketika proses rekristalisasi dinamis, saat material mengalami deformasi, terjadi regangan di dalam material, dan apabila regangan tersebut adalah regangan kritis ( $\epsilon_0$ ) maka akan tersedia cukup energi untuk terbentuk nuklei pada batas butir yang terdeformasi<sup>[14]</sup>. Selanjutnya dilakukan pengujian laju korosi dengan metode polarisasi yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh ukuran butir hasil dari proses deformasi terhadap laju korosi. Pada pengujian ini, digunakan larutan korosif 0,1M HCl.

Pada Tabel 3 terlihat dengan semakin meningkatnya persentase deformasi yang diberikan, maka rapat arus korosi (*I<sub>corr</sub>*) akan menurun. Hal ini mengindikasikan terjadinya penurunan laju korosi atau dengan kata lain terjadi peningkatan ketahanan korosi pada paduan Cu-Zn 70/30.

Sumit, Gosh, dkk<sup>[15]</sup> yang melakukan proses TMCP pada Nb-Ti-stabilized *IF steel* dengan metode *controlled rolling* yang bertujuan untuk meningkatkan ketahanan korosi melalui penghalusan butir menunjukkan bahwa tegangan

pasivasi pada baja yang dilakukan *controlled rolling* lebih tinggi dibandingkan pada baja yang hanya dilakukan *homogenized annealed*. Hal ini disebabkan karena adanya pengurangan ukuran butir yang meningkatkan area batas butir. Penurunan ukuran butir menurunkan ion korosif per sel *galvanic*. Oleh karena itu, ketahanan korosi pada *IF steel* semakin meningkat.



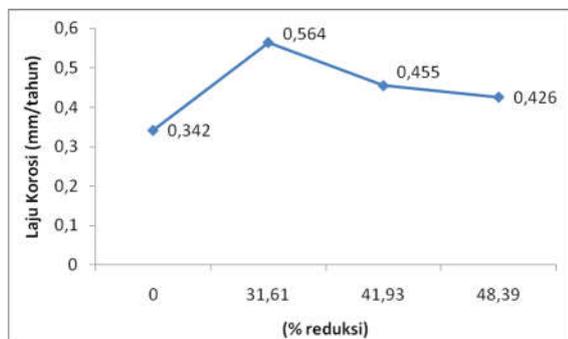
Gambar 8. Foto struktur mikro paduan Cu-Zn 70/30 yang dilakukan deformasi *warm rolling* pada reduksi 48,39%. Etsa : FeCl<sub>3</sub> 10%

Selain itu, Hai Li, dkk<sup>[16]</sup> yang melakukan proses TMCP terbaru pada paduan Al-Mg-Si-Cu (paduan Al seri 6061) dengan metode *pre-aging-rolling* dan *re-aging* yang bertujuan untuk meningkatkan kekuatan tarik dan ketahanan korosi batas butir menunjukkan bahwa pada paduan Al seri 6061 yang dilakukan TMCP tidak menunjukkan kerentanan ketahanan korosi batas butir akibat adanya pembentukan butir kecil, area batas butir yang besar, *small angle grain boundary*, distribusi *grain boundary precipitates* yang diskontinu, dan presipitasi matriks yang cukup terlarut selama proses TMCP.

Tabel 3. Hasil uji korosi polarisasi dengan *scan rate* 0,01 mV/detik

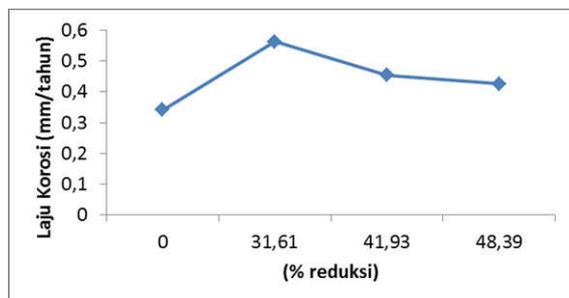
Paduan Cu-Zn 70/30	Deskripsi Pengujian	ba (mV/dec.)	bc (mV/dec.)	<i>E<sub>corr</sub></i> (mV)	<i>I<sub>corr</sub></i> (mA)	<i>Corrosion rate</i> (mm/tahun)
A	Homogenisasi 700 °C selama 90 menit	383,1	67,76	-101,33	20,03	0,342
B	300 °C + deformasi 31,61%	314,32	76,95	-96,59	33,05	0,564
C	300 °C + deformasi 41,93%	368,36	75,01	-99,16	26,63	0,455
D	300 °C + deformasi 48,39%	395,17	72,22	-102,06	23,39	0,426

Penelitian *thermomechanical treatment* yang dilakukan oleh Abishek Telang, dkk<sup>[17]</sup> pada paduan INCONEL 600 dengan metode *rolling* dan *annealing* berulang yang bertujuan untuk memodifikasi *grain boundary character distribution* (GBCD) serta pengaruhnya terhadap presipitasi karbida, sensitisasi, korosi batas butir, dan korosi retak tegang juga menunjukkan penurunan presipitasi karbida dan derajat sensitisasi/pengurangan krom secara signifikan di batas butir pada paduan INCONEL 600 yang dilakukan *thermomechanical treatment* dibandingkan dengan paduan INCONEL 600 yang hanya dilakukan anil saja. Hal tersebut disebabkan karena adanya indikasi terbentuknya jaringan *high angle grain boundary* yang tersusun secara acak dan diskontinu mengurangi terbentuknya presipitasi krom karbida dan pengurangan Cr dibandingkan dengan paduan INCONEL 600 yang hanya dilakukan anil saja.



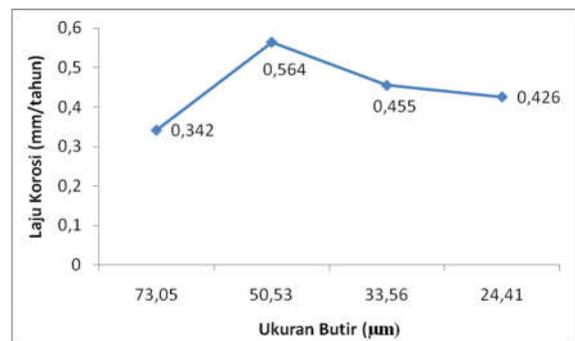
Gambar 9. Hubungan % reduksi dengan laju korosi polarisasi pada material paduan Cu-Zn 70/30

Hasil pemeriksaan uji polarisasi pada Gambar 10 dapat dilihat bahwa perbandingan kurva polarisasi pada besaran deformasi berbeda, dimana dengan meningkatnya % reduksi, maka besar rapat arus ( $\text{mA}/\text{cm}^2$ ) cenderung menurun. Pada deformasi actual 48,94%, kurva polarisasi menunjukkan rapat arus terkecil dibandingkan dengan % deformasi actual lainnya.



Gambar 10. Hubungan % reduksi dengan laju korosi polarisasi

Hal ini membuktikan bahwa deformasi aktual 48,39% memiliki laju korosi terendah dan ketahanan korosi terbaik dibandingkan dengan deformasi actual lainnya. Sedangkan dari hasil pengujian korosi pada Gambar 11 terlihat pengaruh ukuran butir terhadap laju korosi paduan Cu-Zn 70/30. Dari grafik tersebut terlihat bahwa laju korosi cenderung menurun dengan menurunnya ukuran butir. Menurut Ralston<sup>[19]</sup>, semakin halus ukuran butir yang dimiliki oleh material, maka laju korosi akan menurun dikarenakan jumlah batas butir yang semakin banyak sehingga menyebabkan aktifitas elektron di sekitar batas butir semakin meningkat dan lapisan pasif akan lebih mudah terbentuk dibandingkan material dengan butir berukuran kasar. Lapisan pasif yang lebih mudah terbentuk akibat meningkatnya jumlah batas butir cenderung menghambat terjadinya reaksi korosi pada material, sehingga laju korosi secara keseluruhan menurun.



Gambar 11. Hubungan ukuran butir ( $\mu\text{m}$ ) dengan laju korosi polarisasi (mm/tahun) pada material paduan Cu-Zn 70/30

#### 4. KESIMPULAN

Ketahanan korosi pada paduan Cu-Zn 70/30 ketika proses *warm rolling* pada suhu  $300\text{ }^\circ\text{C}$  berhubungan dengan menurunnya ukuran butir yang menghasilkan *internal stress* dan jumlah batas butir yang semakin meningkat, dimana dengan semakin kecil diameter rata-rata butir mencapai  $24,41\ \mu\text{m}$  maka nilai laju korosi menurun mencapai  $0,426\ \text{mm}/\text{tahun}$ . Menurunnya laju korosi disebabkan karena aktifitas elektron di sekitar batas butir yang semakin meningkat sehingga mempercepat terbentuknya lapisan pasif yang menghambat laju korosi. Paduan Cu-Zn 70/30 dengan % reduksi actual terbesar yaitu sebesar 48,39% memiliki laju korosi terendah yakni sebesar  $0,426\ \text{mm}/\text{tahun}$ .

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih sebesar-besarnya kepada Koordinator Laboratorium Metalurgi, Program Studi Teknik Material ITB yang telah memberikan kesempatan luas untuk melakukan penelitian ini, dan juga kepada para teknisi laboratorium yang telah membantu membuat percobaan yang dilakukan, sehingga penelitian ini dapat memberi hasil yang memuaskan.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Hongqiang Fan, Shuying Li, Zongchang Zhao, Hua Wang, Zhicong Shi, Lin Zhang, "Inhibition of Brass Corrosion in Sodium Chloride Solutions by Self-Assembled Silane Films," *Corrosion Science.*, vol. 53, hal.4273-4281, 2011.
- [2] Joseph Raj Xavier, Rajendran Nallaiyan, S. Nanjundan, "Electrochemical Adsorption Properties and Inhibition of Brass Corrosion in Natural Seawater by Thiadiazole Derivatives : Experimental and Theoretical Investigation," *Industry Engineering Chemistry.*, vol. 51, hal. 30-42, 2012.
- [3] H. Ma, S. Chen, L. Niu, S. Zhao, S. Li, D. Li, "Inhibition of Copper Corrosion by Several Shifts Bases in Aerated Halide Solutions," *J. Appl. Electrochem.*, vol. 32, hal. 65-72, 2002.
- [4] M.M Al-Abdallah, A.K. Maayta, M.A Al-Qudah, and N.A.F. Al-Rawashdeh, "Corrosion Behavior of Copper in Chloride Media," *The Open Corrosion Journal.*, vol. 2, hal.71-76, 2009.
- [5] W. Bond John., dan Elaine Lieu, "Electrochemical Behaviour of Brass in Chloride Solution Concentration Found in Eccrine Fingerprint Sweat," *Applied Surface Science.*, vol. 313, hal. 455-461, 2014.
- [6] K.D. Ralston, D. Fabijanic, N. Birbilis, "Effect of Grain Size on Corrosion of High Purity Aluminum," *Electrochimica Acta.*, vol. 56, hal. 1729-1736, 2011.
- [7] Gaurav Argade, Rajiv S. Mishra, Sushanta Panigrahi, "Effect of Grain Size on The Corrosion Resistance of Wrought Magnesium Alloy Containing Neodymium," *Corrosion Science.*, vol.58, hal. 145-151, 2012.
- [8] S. Frechard, A. Redjaimia, E. Lach, A. Lichtenberger, "Mechanical Behaviour of Nitrogen-Alloyed Austenitic Stainless Steel Hardened by Warm Rolling," *Materials Science and Engineering A.*, vol. 415, hal.219-224, 2006.
- [9] Kozasu, I., "Constitution and Properties of Steels," *Materials Science and Technology VCH.*, vol.7, 1993.
- [10] Eka Febriyanti, Dedi Priadi, Rini Riastuti, "Pengaruh Anneal Hardening dan % Reduksi Warm Rolling terhadap Sifat Mekanik Paduan Cu-Zn 70/30," *Majalah Metalurgi.*, vol.31, Issue 1, hal.33-42, 2016.
- [11] ASTM B36M-13, "Standard Specification for Brass Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar," ASTM, 2003.
- [12] ASTM E3-01, "Standard Guide for Preparation for Metallographic Specimens," ASTM, 2003.
- [13] ASTM E112, "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," ASTM, 2003.
- [14] William D.Callister Jr., "An Introduction : Material Science and Engineering," John Wiley & Son Inc., 2007.
- [15] Sumit Ghosh, Ajay Kumar Singh, Suhrit Mula, Prasenjit Chanda, Vinay V. Mahashabde, T.K. Roy, "Mechanical properties, formability, and corrosion resistance of thermomechanically controlled processed Ti-Nb stabilized IF steel," *Material Science and Engineering A.*, vol. 684, hal. 22-36, 2017.
- [16] Hai Li, Mao Qingzhong, Zhixio Wang, Fenfen Miao, Bijun Fang, Renguo Song, Ziqiao Zheng, "Simultaneously enhancing the tensile properties and intergranular corrosion resistance of Al-Mg-Si-Cu alloy by a thermomechanical treatment," *Material Science and Engineering A.*, vol. 617, hal. 165-174, 2014.
- [17] Abishek Telang, Amninder S. Gill, Mukul Kumar, Sebastien Teyseyre, Dong Qian, Seetha R. Mannava, Vijay K. Vasudevan, "Iterative thermomechanical processing of alloy 600 for improved resistance to corrosion and stress corrosion cracking," *Acta Materialia.*, vol.113, hal. 180-193, 2016.



## PENGARUH PROSES TEMPERING GANDA TERHADAP SIFAT MEKANIK MATERIAL BAJA COR PADUAN Ni-Cr-Mo

Beny Bandanadjaja<sup>\*</sup>, Dewi Idamayanti

<sup>\*</sup> Politeknik Manufaktur Negeri Bandung  
Jl Kanayakan No. 21 – Dago, Bandung, Indonesia – 40135  
E-mail: benybj@yahoo.com

Masuk Tanggal : 02-02-2017, revisi tanggal : 10-04-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 28-04-2017

### Intisari

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui perbaikan sifat mekanik material baja cor paduan Cr-Ni-Mo yang telah mengalami proses tempering ganda. Ketangguhan tinggi diperlukan agar dalam aplikasinya baja mampu meredam atau menahan beban impak atau kejut dengan baik. Sifat mekanik baja cor pada kondisi *as-cast* cukup getas dengan elongasi cukup rendah. Untuk dapat meningkatkan ketangguhannya maka baja cor dapat diberikan perlakuan tambahan yaitu proses tempering setelah normalising. Namun proses tempering yang diberikan dapat pula memunculkan presipitat karbida yang bersifat getas. Oleh karenanya, tempering kedua diperlukan dengan demikian fasa getas yang terjadi dapat dihilangkan serta elongasi baja dapat semakin meningkat. Proses perlakuan panas yang diterapkan adalah proses normalising yang dilanjutkan tempering ganda dengan variasi temperatur tempering, untuk mengetahui kombinasi kekuatan dengan elongasi baja yang terbaik. Pada kondisi *as-cast* material baja memiliki sifat yang sangat getas yaitu elongasi 4% dan harga impak 15 J/cm<sup>2</sup>. Proses perlakuan panas yang menghasilkan ketangguhan terbaik dengan kombinasi kekuatan tarik dan elongasi yang tertinggi adalah proses normalising diikuti oleh tempering I dilanjutkan dengan tempering II pada temperatur 650 °C. Sifat mekanik yang dapat dicapai yaitu kekuatan tarik sebesar 68,3 MPa, kekuatan luluh sebesar 52,5 MPa dan elongasi sebesar 20%. Ketangguhan baja cor meningkat setelah tempering ganda menjadi 142 J/Cm<sup>2</sup>.

**Kata Kunci:** Ketangguhan, normalising, baja paduan Ni-Cr-Mo, tempering ganda, baja cor paduan

### Abstract

*This research is conducted in order to find the improvement of steel casting mechanical property, that has been treated on double tempering processes. The required of steel casting in applications are resisted to impact loading or shock without fracture. Properties of steel in the as-cast condition is quite brittle, the elongation is quite low. In order to improve the toughness, the cast steel can be given additional tempering treatment after normalizing processes. The tempering process will reduce hardness and improve the elongation so that the toughness of the steel material can be increased. The second tempering is required to eliminate the brittle phase that occurs and the elongation of the steel material can be increased. The process of heat treatment which has been applied is normalizing followed with a double tempering with various temperatures. The result showed that the heat treatment processes on Ni, Cr and Mo alloy steel material can increase its elongation without decreasing in tensile strength significantly. In the as-cast condition the steel is very brittle i.e. 4% elongation and impact value of 15 J/Cm<sup>2</sup>. The heat treatment process which produces high toughness with the best combination of tensile strength and elongation is the process of normalizing followed by first and the second tempering at 650 °C. Mechanical properties result with tensile strength of 68.3 MPa, yield strength of 52.5 MPa and elongation of 20 %. Material toughness is increased after double tempering around 142 J/Cm<sup>2</sup>.*

**Keywords:** Toughness, double tempering, normalizing of Ni-Cr-Mo Steel Alloy, alloyed steel casting

### 1. PENDAHULUAN

Ketangguhan logam merupakan kemampuan logam untuk menyerap energi dan berdeformasi plastis tanpa mengalami patah. Sifat ketangguhan secara teoritis merupakan

kombinasi antara kekuatan tarik dan elongasi, yang dapat diwakili oleh integral atau luas area dari kurva tegangan-regangan. Luas area tersebut merupakan representasi dari energi deformasi per unit volume sebelum terjadinya

patah. Secara matematis diberikan melalui persamaan (1) sebagai berikut<sup>[1]</sup>:

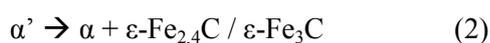
$$\frac{\text{energy}}{\text{volume}} = \int_0^{\epsilon_f} \sigma d\epsilon \quad (1)$$

Dengan:  $\epsilon$  adalah regangan,  $\epsilon_f$  adalah regangan saat patah dan  $\sigma$  adalah tegangan.

Baja yang memiliki kekuatan tinggi dengan elongasi yang tinggi tentu akan memiliki ketangguhan yang cukup baik. Baja cor dalam kondisi *as-cast* memiliki sifat getas. Hal ini karena baja cor *as-cast* memiliki struktur *widmanstatten*. Struktur *widmanstatten* merupakan struktur yang terbentuk pada baja selama proses pendinginan. Struktur ini berbentuk kasar dan tajam sehingga mengakibatkan baja menjadi getas<sup>[2]</sup>.

Z. Hu<sup>[3]</sup> menyatakan baja cor mengalami segregasi makro dan terjadi pembentukan karbida karena tidak larut dalam austenit, yang mengakibatkan baja menjadi getas. Untuk mengatasi hal tersebut maka baja cor sebaiknya diberikan proses perlakuan panas berupa normalising. Proses normalising akan memberikan struktur yang lebih halus sehingga elongasi meningkat. Normalising pada baja paduan Ni-Cr-Mo dapat menghasilkan fasa perlit, martensit dan kadang bainit<sup>[4]</sup>. Kombinasi fasa tersebut akan menghasilkan kekuatan yang cukup tinggi, untuk dapat memperoleh ketangguhan yang lebih tinggi maka dilanjutkan dengan proses tempering setelah normalising, yang akan berakibat pada penurunan kekuatan namun elongasi meningkat.

Thomson<sup>[5]</sup> menyatakan pada baja paduan Ni-Cr-Mo sesuai standar AISI 4340, saat diberikan proses tempering setelah normalising dapat mengalami pembentukan presipitasi fasa karbida besi transisi. Pembentukan fasa karbida besi tersebut berasal dari keluarnya karbon dari martensit yang sebelumnya terlarut secara supersaturasi dalam fasa martensit. Proses tempering menghasilkan transformasi fasa, yang menghasilkan karbida, seperti diilustrasikan dalam reaksi (2) berikut<sup>[6]</sup>:



Dengan  $\alpha'$  adalah martensit,  $\alpha$  adalah ferit,  $\epsilon\text{-Fe}_{2,4}\text{C}$  dan  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{C}$  adalah karbida. Pembentukan karbida  $\epsilon\text{-Fe}_{2,4}\text{C}$  atau karbida  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{C}$  tergantung tinggi/rendahnya temperatur temperingnya<sup>[6]</sup>. Saha<sup>[7]</sup> menyatakan berdifusinya karbon keluar dari fasa martensit inilah yang menurunkan kekuatan dan

kekerasan martensit. Dengan demikian ketangguhan material dapat meningkat.

Penambahan paduan Ni-Cr-Mo pada baja akan menurunkan temperatur. Ms. Stevens and Haynes<sup>[8]</sup> menyatakan persamaan yang menunjukkan awal pembentukan martensit (*martensite start*) sebagai berikut:

$$M_s = 561 - 474C - 33Mn - 17Ni - 17Cr - 21Mo \quad (3)$$

Dalam persamaan (3) di atas dapat dilihat bahwa penambahan unsur Ni, Cr dan Mo akan menurunkan Ms. Dengan penurunan Ms maka ada potensi untuk terbentuknya austenit sisa pada struktur mikro baja cor paduan Ni-Cr-Mo. Austenit sisa inilah yang kemudian akan bertransformasi menjadi martensit akibat adanya pengaruh proses tempering awal<sup>[9]</sup>.

Proses tempering setelah normalising dapat dilakukan dalam beberapa tahap, untuk mengembalikan keuletan. Dalam penelitian ini dilakukan proses tempering ganda setelah normalising. Tujuannya adalah untuk meningkatkan keuletan baja tanpa menurunkan kekuatannya secara signifikan. Dengan demikian dapat diperoleh kombinasi kekuatan dan elongasi baja yang cukup tinggi, sehingga menghasilkan baja dengan ketangguhan yang lebih tinggi dibandingkan dengan proses normalising saja.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Langkah penelitian dilakukan dengan membuat baja cor paduan Ni-Cr-Mo standar komposisi AISI 4340<sup>[10]</sup>. Hasil pengecoran diuji dengan menggunakan OES (*optical emission spectroscopy*) sebagaimana ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil uji komposisi baja cor paduan Ni-Cr-Mo sesuai standar komposisi AISI 4340

No	Unsur	Standar	Pemeriksaan
		AISI 4340 <sup>[10]</sup> [%]	OES [%]
1	C	0,37-0,44	0,38
2	Si	0,20-0,35	0,21
3	Mn	0,70-0,90	0,70
4	P	≤ 0,02	0,02
5	S	≤ 0,015	0,01
6	Cr	0,70-0,95	0,82
7	Ni	1,65-2,0	1,85
8	Mo	0,30-0,40	0,32

Hasil pengujian menunjukkan komposisi baja cor sesuai standar AISI 4340. Paduan Ni, Cr dan Mo di dalamnya bertujuan

meningkatkan sifat mekanik baja AISI 4340 yang termasuk kelompok baja kekuatan tinggi.

Baja cor NiCrMo dibuat dalam bentuk Y block standar ASTM E8, seperti ditunjukkan dalam Gambar 1. Y block dipotong dalam bentuk kotak, silinder untuk uji tarik dan berupa sampel uji impak. Jumlahnya sesuai dengan variasi yang diperlukan.



Gambar 1. Y block dari baja cor

Tabel 2. Penomoran sampel baja cor NiCrMo

No. Baja cor NiCrMo	Perlakuan Panas (T = °C)
1	As-Cast
2	Normalising
3	Normalising - Tempering 650
4	Normalising - Tempering 650 - Tempering 250
5	Normalising - Tempering 650 - Tempering 450
6	Normalising - Tempering 650 - Tempering 650

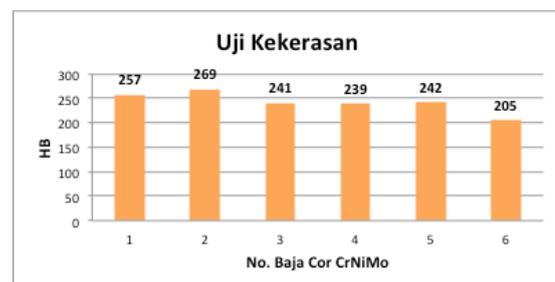
Selanjutnya untuk proses perlakuan panas dilakukan proses normalising pada temperatur 890 °C, ditahan 2 jam, pendinginan udara bebas dan dilanjutkan dengan tempering pertama pada temperatur 650 °C, ditahan 2 jam, pendinginan udara bebas. Parameter yang divariasikan pada temperatur tempering kedua, yaitu 250, 450 dan 650 °C. Penomoran baja cor NiCrMo ditunjukkan pada Tabel 2.

Baja cor NiCrMo kemudian diuji tarik sesuai standar ASTM E 8M, uji kekerasan metode Rockwell C standar ASTM E18, dikonversi kedalam HB dengan standar ASTM E140, struktur mikro dan impak standar ASTM E23. Hasilnya dianalisis dan diperoleh simpulannya.

### 3. HASIL DAN DISKUSI

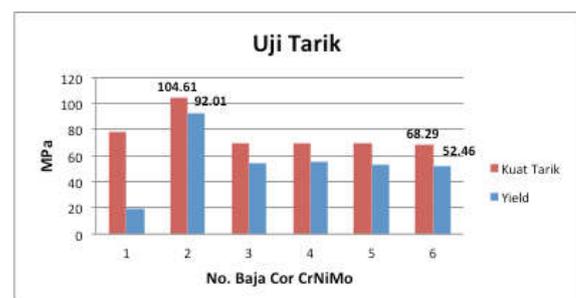
Hasil uji kekerasan ditunjukkan pada grafik Gambar 2. Kekerasan hasil *as-cast* sebesar 257 HB. Setelah normalising terjadi peningkatan kekerasan menjadi 269 HB. Baja cor NiCrMo

nomor 3 adalah baja cor yang mengalami proses normalising dan tempering 650 °C, kekerasan mengalami penurunan menjadi 241 HB. Baja cor NiCrMo dengan nomor 4, 5 dan 6 merupakan hasil proses normalising - tempering 650 °C dan tempering kedua bervariasi nilainya. Hasilnya menunjukkan kekerasan pada tempering kedua dengan temperatur 250 °C dan 450 °C nilainya tidak signifikan berubah dibandingkan baja cor NiCrMo no. 3. Baja cor NiCrMo no. 6 dengan temperatur tempering kedua sebesar 650 °C memiliki kekerasan yang lebih rendah menjadi 205 HB. Perubahan nilai kekerasan menunjukkan adanya perubahan sifat kekuatan tarik dan juga struktur mikronya.

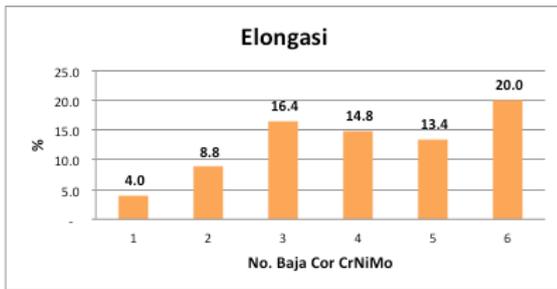


Gambar 2. Hasil uji kekerasan pada baja cor setelah perlakuan panas sesuai Tabel 2

Selanjutnya akan dilihat korelasi perubahan kekerasan dengan hasil uji tarik dan struktur mikro berikut ini. Gambar 3 menunjukkan hasil uji tarik baja cor NiCrMo. Dapat dilihat bahwa baja cor NiCrMo no. 1 *as-cast* dan baja cor NiCrMo no. 2 hasil normalising menunjukkan terjadi peningkatan kekuatan tarik dan kekuatan luluhnya. Jika dilihat elongasi yang terjadi pada Gambar 4, maka peningkatan kekuatan justru diikuti dengan peningkatan elongasi dari 4% menjadi 8,8 %. Peningkatan kekuatan diiringi dengan peningkatan elongasi terjadi karena proses normalising yang memberikan efek menghilangkan struktur *widmanstatten* yang kasar dan menghasilkan butir struktur yang lebih halus [11].

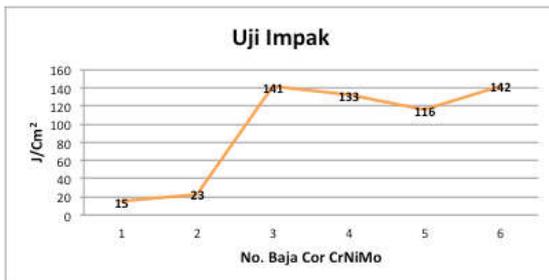


Gambar 3. Hasil uji tarik baja cor CrNiMo setelah proses perlakuan panas sesuai Tabel 2



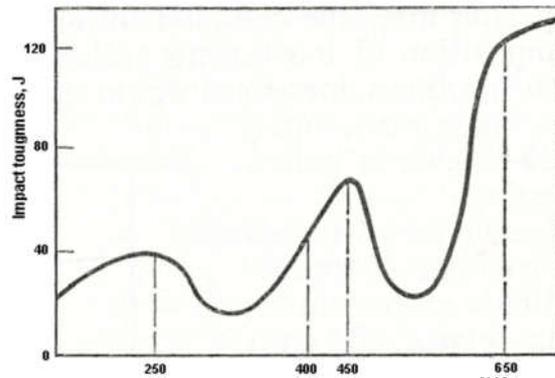
Gambar 4. Nilai elongasi pada baja cor hasil proses perlakuan panas sesuai Tabel 2

Proses tempering pada baja cor NiCrMo no. 3 (normalising dan tempering pada  $T = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) nampak menghasilkan penurunan kekuatan baja dari 104 MPa menjadi 69 MPa atau 66 % dari nilai awalnya. Namun elongasi yang terjadi meningkat 186% dari 8,8% menjadi 16,4 %. Penurunan kekuatan tarik yang diikuti kenaikan elongasi tinggi menghasilkan baja yang tangguh. Pada Gambar 5 terlihat bahwa baja cor NiCrMo no. 3 memiliki harga impact yang signifikan meningkat dibandingkan baja cor NiCrMo no. 2 (normalising).



Gambar 5. Hasil uji impak pada baja cor setelah proses perlakuan panas sesuai Tabel 2

Tempering kedua yang diberikan pada baja cor NiCrMo no. 4 (normalising dan tempering pada  $T = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), no. 5 (normalising dan tempering pada  $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) dan no. 6 (normalising dan tempering pada  $T = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) menunjukkan hasil kekuatan tarik yang relatif tetap dengan nilai berkisar di 69 MPa. Baja cor NiCrMo no. 4 dan no. 5 keduanya menunjukkan penurunan harga impact. Penurunan harga impact tersebut terkait dengan terjadinya fenomena *temper embrittlement*. Baja paduan Cr-Ni dapat mengalami fenomena *temper embrittlement* [12], dimana peristiwa terjadinya presipitasi karbida pada batas butir. Untuk mengatasi hal tersebut, baja paduan Cr dan Ni diikuti dengan penambahan unsur molibdenum yang akan sangat membantu mengurangi fenomena tersebut. *Temper embrittlement* dapat terjadi pada rentang temperatur 250-400  $^{\circ}\text{C}$  dan 450-650  $^{\circ}\text{C}$  seperti ditunjukkan pada Gambar 6 [12].



Gambar 6. Temperatur *temper embrittlement* [12]

Hasil yang cukup baik diperoleh pada baja cor NiCrMo no. 6 dengan tempering kedua di temperatur 650  $^{\circ}\text{C}$ . Kekuatan tarik relatif sama dengan baja cor NiCrMo no. 3, 4 dan 5 sebesar 68 MPa. Namun elongasinya masih meningkat sampai 20 %. Hasil uji impaknya juga menunjukkan peningkatan harga impact.

Tabel 3. Ketangguhan material baja cor setelah perlakuan panas (luas area di bawah kurva uji tarik)

No baja cor NiCrMo	Nilai Ketangguhan (J/m <sup>3</sup> )
1	22.723.920,78
2	82.044.512,04
3	99.758.785,27
4	89.856.722,48
5	80.750.405,69
6	118.851.962,72

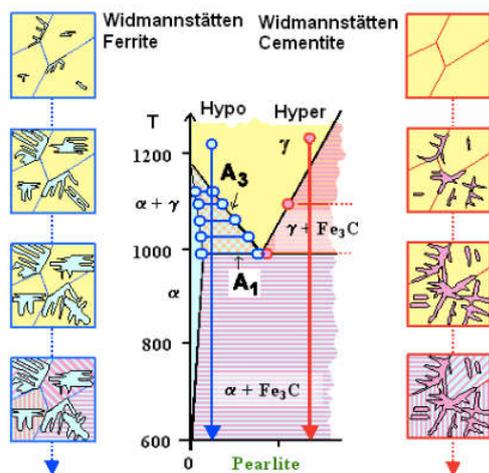
Perhitungan ketangguhan baja dari hasil uji tarik mengacu pada persamaan (1) bahwa ketangguhan merupakan integral atau luas area di bawah kurva uji tarik. Ketangguhan merupakan energi deformasi per unit volume sebelum terjadinya patah, dengan demikian satuannya adalah Joule/m<sup>3</sup>. Tabel 3 menunjukkan hasil perhitungan luas area di bawah kurva uji tarik. Dari hasil perhitungan terlihat bahwa baja cor NiCrMo no. 6 memiliki nilai yang paling tinggi yaitu sebesar 118 x 10<sup>6</sup> J/m<sup>3</sup>. Nilai tersebut tercapai karena baja cor NiCrMo no. 6 memiliki nilai elongasi yang cukup tinggi. Walaupun kuat tariknya lebih rendah dari baja cor NiCrMo lain namun dari hasil perhitungan luas area di bawah kurva masih tetap paling besar. Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa elongasi berperan penting dalam peningkatan ketangguhan baja.

Gambar 7 menunjukkan struktur mikro *as-cast* baja cor paduan Ni-Cr-Mo. Struktur *widmanstatten* ferit nampak berwarna terang, tumbuh dari batas butir *prior austenite*. Struktur ini kasar dan getas, terbukti dari hasil

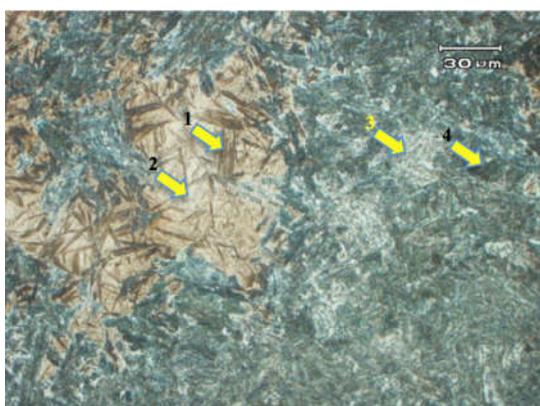
uji tarik sifat elongasinya juga rendah sebesar 4% (Gambar 8)<sup>[8]</sup>. Gambar 9 menunjukkan struktur mikro baja cor no. 2 hasil normalising dengan struktur yang terbentuk martensit dan austenit sisa bercampur dengan bainit dan perlit. Kekerasan, kekuatan dan elongasi baja meningkat, menunjukkan bahwa struktur getas *widmanstatten* ferit sudah hilang dan butir struktur lebih halus.



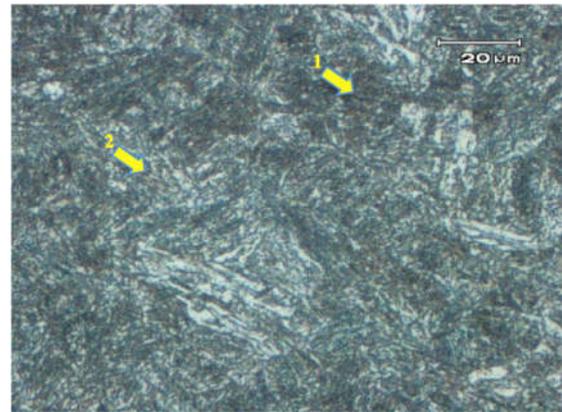
Gambar 7. Foto struktur mikro baja *as-cast* (no. 1), struktur yang terbentuk *widmanstatten* ferit. Etsa Nital 5%



Gambar 8. Pembentukan *widmanstatten* ferit<sup>[8]</sup>

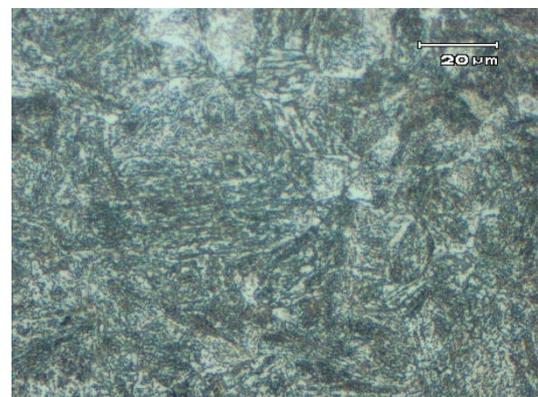


Gambar 9. Struktur mikro baja cor no. 2, struktur yang terbentuk martensit, austenit sisa, bainit dan perlit. Etsa Nital 5%

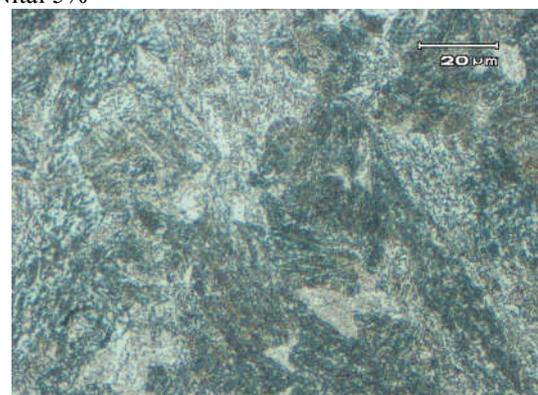


Gambar 10. Struktur mikro baja cor no. 6, struktur yang terbentuk martensit temper dan bainit. Etsa Nital 5%

Gambar 10 menunjukkan struktur mikro baja cor NiCrMo no. 3 hasil proses normalising yang diikuti dengan tempering pada temperatur 650 °C. Struktur martensit yang nampak pada baja cor NiCrMo no. 2 hasil normalising sudah tidak nampak lagi. Struktur yang terjadi adalah martensit temper dan bainit (Gambar 10). Hilangnya martensit menghasilkan peningkatan elongasi serta harga impact secara signifikan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 dan 5.



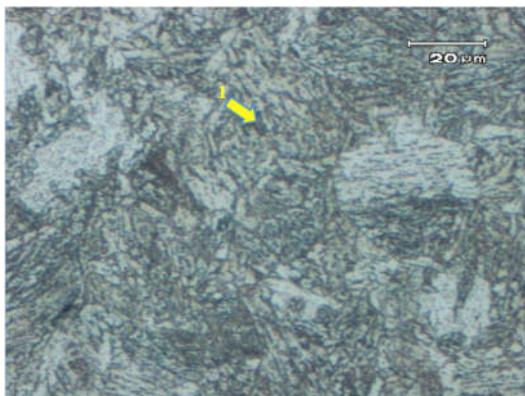
Gambar 11. Struktur mikro baja cor no. 4, struktur yang terbentuk martensit temper dan bainit. Etsa Nital 5%



Gambar 12. Struktur mikro baja cor no. 5, struktur yang terbentuk martensit temper dan bainit. Etsa Nital 5%

Gambar 11 dan 12 menunjukkan struktur mikro baja cor NiCrMo no. 4 dan no. 5 dengan tempering kedua pada temperatur 250 dan 450 °C. Struktur yang terbentuk secara sekilas tidak banyak berbeda dengan struktur mikro baja cor NiCrMo no. 3 (Gambar 10). Namun dari hasil uji tarik dan impak menunjukkan penurunan elongasi dan harga impaknya, ini mengindikasikan adanya pembentukan presipitat karbida di batas butir yang mengakibatkan baja menjadi getas<sup>[12]</sup>.

Gambar 13 menunjukkan struktur mikro baja cor NiCrMo no. 6 yang telah mengalami proses normalising, tempering I dan tempering II pada temperatur 650 °C. Struktur yang terbentuk nampak berbeda dibandingkan baja cor NiCrMo no. 3, 4 dan 5 yaitu struktur lebih nampak didominasi oleh bainit. Hasil uji tarik menghasilkan elongasi tertinggi sebesar 20 %. Hal ini menunjukkan bahwa struktur getas seperti martensit dan karbida jumlahnya minim atau tidak ada. Baja cor NiCrMo no. 6 ini memberikan kombinasi kekuatan dan elongasi yang terbaik dibandingkan dengan baja cor NiCrMo yang mendapatkan perlakuan panas lainnya.



Gambar 13. Struktur mikro baja cor no. 6, struktur yang terbentuk bainit. Etsa Nital 5%

#### 4. KESIMPULAN

Baja cor NiCrMo dengan proses perlakuan panas normalising dilanjutkan dengan tempering I dan tempering II pada 650 °C menghasilkan kombinasi kekuatan dan elongasi terbaik. Kekuatan tarik yang dihasilkan sebesar 68,3 MPa, kekuatan luluh sebesar 52,5 MPa dan elongasi 20%. Harga impak yang dicapai sebesar 142 J/Cm<sup>2</sup>. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa proses tempering ganda setelah normalising terbukti dapat meningkatkan ketangguhan baja paduan Ni-Cr-Modari kondisi *as-cast* sebesar 15 J/cm<sup>2</sup>

menjadi 142 J/cm<sup>2</sup> atau secara signifikan meningkat sebesar  $142/15 \times 100 \% = 946 \%$ .

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih kepada Jurusan Teknik Pengecoran Logam, Politeknik Manufaktur Negeri Bandung yang telah menyediakan fasilitas peralatan dan bahan untuk mendukung terlaksananya kegiatan penelitian.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] "Toughness", *En.wikipedia.org*[Online]. Available:<https://en.wikipedia.org/wiki/Toughness>, diakses 25 Januari 2017.
- [2] "Widmanstätten Structures", *Tf.unikel.de*, 2017. [Online]. Available: [http://www.tf.unikel.de/matwis/amat/iss/kap\\_8/illustr/s8\\_4\\_2.html](http://www.tf.unikel.de/matwis/amat/iss/kap_8/illustr/s8_4_2.html), diakses 25 Januari 2017.
- [3] Z. Hu and Y. Yang, "Effects of Normalizing and Tempering Temperature on Mechanical Properties and Microstructure of Low Alloy Wear Resistant Steel Casting," *Advanced Materials Research.*, vol. 602-604, pp. 294-299, 2012.
- [4] "Tempering (metallurgy)", *En.wikipedia.org*. [Online]. Available: [https://en.wikipedia.org/wiki/Tempering\\_\(metallurgy\)#Normalized\\_steel](https://en.wikipedia.org/wiki/Tempering_(metallurgy)#Normalized_steel), diakses 25 Januari 2017.
- [5] S. Thompson, "Structural characteristics of transition-iron-carbide precipitates formed during the first stage of tempering in 4340 steel", *Materials Characterization*, vol. 106, pp. 452-462, 2015.
- [6] D. Porter, K. Easterling and M. Sherif, *Phase transformations in metals and alloys*, 1st ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2009.
- [7] D. Saha, E. Biro, A. Gerlich and Y. Zhou, "Effects of tempering mode on the structural changes of martensite", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 673, pp. 467-475, 2016.
- [8] R. Smallman and R. Bishop, *Modern physical metallurgy and materials*

- engineering, 1st ed. Oxford: Butterworth Heinemann, 1999.
- [9] L. Samuels and L. Samuels, Light microscopy of carbon steels, 1st ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 1999.
- [10] ASM Handbook, Volume 1, 1st ed. Materials Park: A S M International, 1990.
- [11] K. Thelning, Steel and its heat treatment, 1st ed. London: Bofors Handbook, 1984.
- [12] “Temper Embrittlement,” Totalmateria.com, 2017. [Online]. Available:<http://www.totalmateria.com/articles/Art102.htm> , diakses 25 Januari 2017.





## PENGARUH SUHU DAN WAKTU TEMPERING TERHADAP KEKERASAN, STRUKTUR MIKRO, DAN LAJU KOROSI BAJA TAHAN KARAT MARTENSITIK 13Cr3Mo3Ni

Hadi Perdana<sup>a</sup>, Moch. Syaiful Anwar<sup>b</sup>, Andinnie Juniarsih<sup>a</sup> dan Efendi Mabruhi<sup>b,\*</sup>

<sup>a</sup>Teknik Metalurgi, FT. UNTIRTA, Jl. Jenderal Sudirman Km 03 Cilegon, Banten 42435 Indonesia

<sup>b</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material-LIPI, Kawasan PUSPIPTEK, Tangerang Selatan, Banten 15314 Indonesia

\*Email: [effe004@lipi.go.id](mailto:effe004@lipi.go.id)

Masuk Tanggal : 16-02-2017, revisi tanggal : 16-04-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 28-04-2017

### Intisari

Baja tahan karat 13Cr3Mo3Ni merupakan modifikasi dari baja tahan karat martensitik 410 untuk digunakan sebagai material sudu pada turbin uap. Tulisan ini memaparkan pengaruh suhu dan waktu tempering terhadap kekerasan, struktur mikro dan laju korosi baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni. Pengujian yang dilakukan adalah pengamatan struktur mikro menggunakan mikroskop optik dan SEM-EDS, uji kekerasan dengan Rockwell C dan uji korosi di dalam larutan 3,5% NaCl dengan alat Gamry G750. Secara umum kekerasan baja menurun dengan naiknya suhu tempering, kecuali pada suhu 500-650 °C terjadi peningkatan kekerasan akibat adanya *secondary hardening* dan karbida logam berukuran sub-mikron teramati sebagai penyebabnya. Peningkatan waktu tempering menjadi 6 jam mengakibatkan penurunan kekerasan dan penghilangan efek *secondary hardening*. Perbedaan suhu tempering juga menghasilkan perbedaan potensial, arus serta laju korosi baja 13Cr3Mo3Ni.

**Kata Kunci:** Baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni, tempering, secondary hardening, kekerasan, struktur mikro, laju korosi

### Abstract

The 13Cr3Mo3Ni martensitic stainless steel is the modified 410 type steel for steam turbine blade application. This paper reports the effect of tempering temperature and time on hardness, microstructure and corrosion rate of the modified steel. Microstructure observation was performed using optical microscopy and SEM-EDS, hardness testing using Rockwell C hardness tester and the corrosion test in 3.5% NaCl solution using Gamry G750 instrument. In general, the hardness of the steel decreased with increasing of tempering temperature. However, the hardness increased at the tempering temperature 500-650 °C showing secondary hardening, and the metal carbides with sub-micron in sizes were observed in the microstructure. Longer tempering time of 6 h resulted in decreased hardness without secondary hardening. It can be reported also that the tempering temperature changed the potential, current and rate of corrosion of the 13Cr3Mo3Ni steel.

**Keywords:** 13Cr3Mo3Ni Martensitic stainless steel, tempering, secondary hardening, hardness, microstructure, corrosion rate

## 1. PENDAHULUAN

Salah satu cara untuk memperoleh energi listrik adalah dengan mengubah energi mekanik uap menjadi energi listrik seperti terjadi pada Pembangkit Listrik Tenaga Uap atau PLTU. Turbin adalah kunci pada pembangkit listrik tenaga uap, terutama pada bagian sudu turbin. Komponen sudu turbin berfungsi memutar poros turbin yang kemudian menghasilkan

energi listrik<sup>[1]</sup>. Pada umumnya material yang digunakan sudu turbin uap tekanan rendah adalah baja tahan karat martensitik 410 tipe 13 Cr, yang memiliki sifat mekanik dan ketahanan korosi yang memadai<sup>[2]</sup>. Sudu turbin bekerja dengan putaran yang tinggi serta lingkungan yang korosif yang menyebabkan mudah terjadi kegagalan pada sudu turbin. Kegagalan utama pada sudu turbin biasanya terjadi akibat

kombinasi mekanik dengan korosi sumuran yang mengakibatkan terjadinya korosi retak tegang (*stress corrosion cracking*). Salah satu solusi yang bisa dilakukan untuk menganggulangi hal tersebut adalah dengan meningkatkan ketahanan korosi sumuran dan sifat mekaniknya.

Salah satu cara meningkatkan ketahanan korosi dan sifat mekanik baja tahan karat 13Cr adalah dengan perlakuan panas dan penambahan unsur paduan. Pada penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Maburri dkk<sup>[1,3]</sup>, telah dilakukan proses penambahan unsur Mo dan Ni untuk meningkatkan ketahanan korosi sumuran dari baja tahan karat tipe 13Cr yang dikembangkan menjadi 13Cr3Mo3Ni.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk melihat kekerasan, struktur mikro dan laju korosi baja karat martensitik 13Cr3Mo3Ni setelah dilakukan perlakuan panas dengan suhu dan waktu tempering yang bervariasi.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

Sampel baja dibuat dengan tungku induksi dan dicetak menjadi ingot. Ingot baja kemudian ditempa panas (*hot forging*) pada suhu 1200 °C. Sampel dipanaskan kembali untuk aniling pada suhu 800 °C selama 4 jam dan didinginkan di dalam tungku. Setelah itu, dilakukan proses pemotongan sampel dengan panjang 10 mm, lebar 10 mm dan tebal 5 mm. Kemudian, sampel-sampel tersebut dilakukan proses austenisasi pada suhu 1050 °C selama 1 jam dan didinginkan cepat di dalam oli. Tabel 1 menunjukkan komposisi kimia baja tahan karat 410 dan baja tahan karat 13Cr3Mo3Ni.

Tabel 1. Komposisi kimia baja tahan karat yang dipersiapkan pada percobaan ini

Unsur	Jenis Baja	
	410	13Cr3Mo3Ni
C	0,03	0,10
S	0,0012	0,005
P	0,0162	0,002
Mn	0,34	0,61
Si	0,68	0,24
Cr	12,8	12,73
Mo	0,002	2,52
Ni	0,155	2,93
Fe	Bal	Bal.

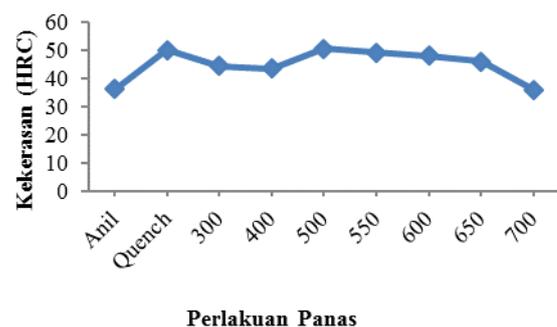
Masing-masing sampel yang telah diaustenisasi selanjutnya dilakukan proses tempering pada suhu 300, 400, 500, 550, 600, 650 dan 700 °C dengan waktu tahan 1, 3 dan 6 jam dan didinginkan di udara. Keseluruhan sampel dilakukan uji kekerasan menggunakan

Rockwell C, analisis metalografi menggunakan mikroskop optik (OM) dan SEM. Sampel dengan waktu tempering 1 jam direndam di dalam larutan 3,5% NaCl untuk dilakukan analisis laju korosi dengan menggunakan alat Gamry G750 series.

## 3. HASIL DAN DISKUSI

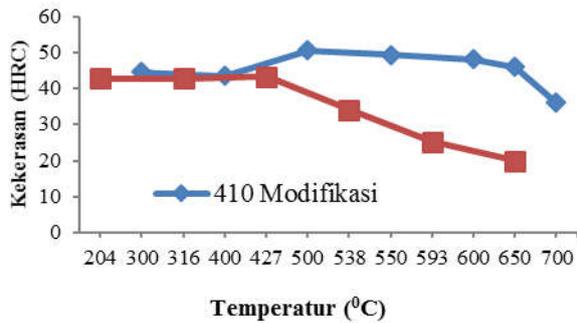
### A. Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu Tempering terhadap Kekerasan Baja Tahan Karat 13Cr3Mo3Ni

Pada Gambar 1 menunjukkan kekerasan baja 13Cr3Mo3Ni setelah tempering selama 1 jam lebih rendah daripada kekerasan baja setelah *quenching*. Pada suhu tempering 300 dan 400 °C diperoleh nilai kekerasan sebesar 44,53 dan 43,56 HRC. Akan tetapi pada tempering 500 °C terjadi kenaikan nilai kekerasan yang cukup tinggi yaitu menjadi sebesar 50,6 HRC. Fenomena ini disebut sebagai *secondary hardening* yang umumnya terjadi pada suhu tempering antara 400-600 °C. Adanya penambahan unsur kromium dan molibdenum menyebabkan terbentuknya karbida-logam ( $M_7C_3$ ) di dalam martensit *lath* sehingga kekerasannya menjadi tinggi<sup>[5-8]</sup>. Pada suhu tempering 700 °C terjadi penurunan kekerasan mendekati nilai kekerasan baja tahan karat pada saat setelah dilakukan proses aniling. Hal ini kemungkinan disebabkan peningkatan relaksasi struktur martensit menjadi martensit temper dan pembesaran ukuran karbida (*coarsening*).



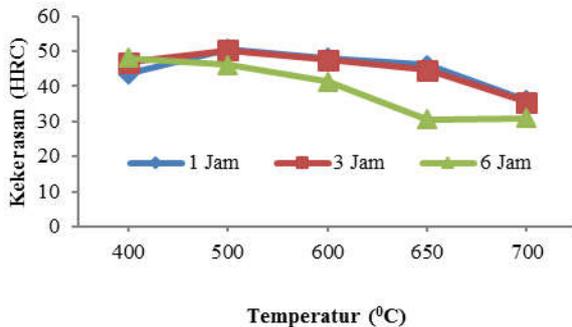
Gambar 1. Pengaruh suhu tempering terhadap kekerasan baja 13Cr3Mo3Ni

Gambar 2 menunjukkan perbandingan nilai kekerasan antara baja 13Cr3Mo3Ni dengan baja standar 410 kondisi ASTM A276 (austenisasi 955 °C waktu 1 jam)<sup>[9-10]</sup>. Pada gambar tersebut terlihat bahwa perbedaan nilai kekerasan yang cukup besar antara baja standar 410 dan baja 410 modifikasi (13Cr3Mo3Ni).



Gambar 2. Perbandingan kekerasan baja 13Cr3Mo3Ni dengan baja standar 410<sup>[10-11]</sup>

Pada baja standar 410 memiliki nilai kekerasan terbesar 43 HRC sedangkan pada baja 13Cr3Mo3Ni memiliki nilai kekerasan terbesar 50,15 HRC. Selain itu baja 13Cr3Mo3Ni dapat mempertahankan kekerasan yang tinggi sampai suhu tempering 650 °C. Sedangkan baja standar 410 dapat mempertahankan kekerasan yang tinggi sampai suhu tempering 450 °C. Hal ini disebabkan kemungkinan adanya senyawa karbida (Cr, Fe, Mo)<sub>23</sub>C<sub>6</sub> yang terbentuk di dalam baja 13Cr3Mo3Ni sehingga nilai kekerasannya tetap tinggi meskipun beroperasi pada suhu tinggi.



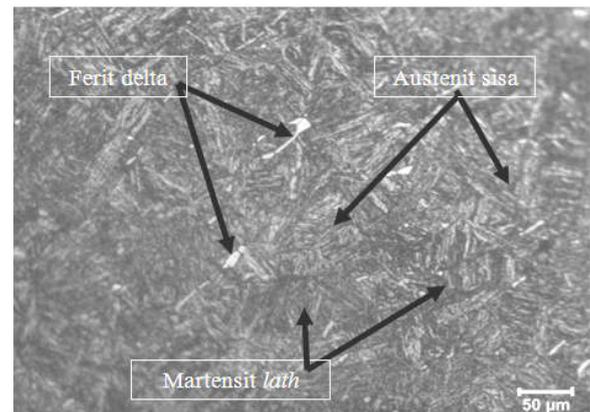
Gambar 3. Kekerasan baja 13Cr3Mo3Ni pada berbagai waktu tempering

Gambar 3 menunjukkan pengaruh variasi waktu tempering terhadap nilai kekerasan baja 13Cr3Mo3Ni. Pada gambar tersebut terlihat bahwa kurva tempering pada waktu 1 jam dengan kurva waktu 3 jam tidak terjadi perbedaan nilai kekerasan yang signifikan. Pada suhu tempering 500 °C antara waktu 1 jam dan waktu 3 jam juga terjadi *secondary hardening* yang memiliki nilai kekerasan sebesar 50,15 dan 50,26 HRC. Akan tetapi terjadi perbedaan yang signifikan antara kurva tempering dengan waktu 1 jam terhadap kurva tempering dengan waktu 6 jam. Pada baja dengan waktu tempering 6 jam, kekerasan menurun cukup signifikan dan selain itu terlihat bahwa fenomena *secondary hardening* tidak

terjadi. Secara umum pengaruh dari waktu tahan pada proses tempering adalah semakin besar waktu yang digunakan pada proses tempering maka akan semakin rendah nilai kekerasan logam yang didapat<sup>[5]</sup>. Lamanya waktu untuk proses tempering pada baja tahan karat 410 modifikasi dapat menyebabkan dekomposisi fasa martensit menjadi ferit dan karbida.

#### a. Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu Tahan Tempering terhadap Struktur Mikro Baja Tahan Karat 13Cr3Mo3Ni

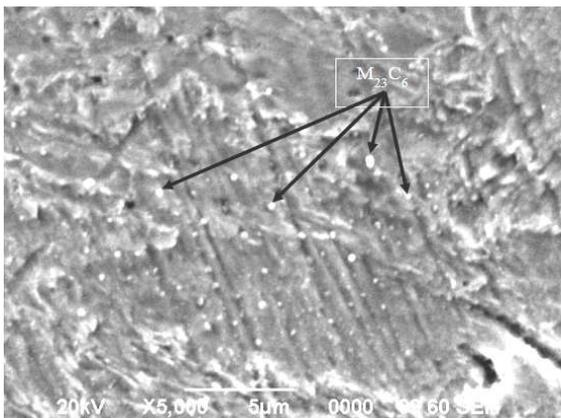
Pada umumnya struktur mikro yang terbentuk setelah proses tempering adalah fasa martensit berbentuk bilah (*lath*), ferit, karbida logam, austenit sisa, dan ferit delta<sup>[1,11]</sup>. Proses tempering bertujuan untuk meningkatkan keuletan sebagai akibatnya kekerasan turun namun diimbangi dengan pembentukan karbida logam, sehingga merubah fasa martensit menjadi martensit temper berbentuk *lath* (karbida+ferit)<sup>[5]</sup>.



Gambar 4. Struktur mikro baja 13Cr3Mo3Ni yang ditemper pada 400 °C selama 1 jam. Etsa Kalling's

Baja 13Cr3Mo3Ni setelah proses tempering menunjukkan struktur mikro yang terbentuk terdiri dari fasa martensit *lath*, austenit sisa, ferit delta dan karbida logam, yang dapat dilihat pada Gambar 4 untuk struktur mikro baja 13Cr3Mo3Ni setelah tempering pada suhu 400 °C selama 1 jam. Gambar tersebut menunjukkan pada struktur mikro tersebut terlihat cukup banyak fasa martensit *lath* yang terbentuk dan masih terdapat sedikit austenit sisa, juga terbentuk sedikit delta ferit. Adanya fasa austenit sisa yang tidak bertransformasi akan berada berbatasan dengan martensit *lath*<sup>[1]</sup>. Hasil struktur mikro yang sama juga ditemukan pada penelitian yang dilakukan oleh Renanto de Mendoco dkk<sup>[14]</sup>.

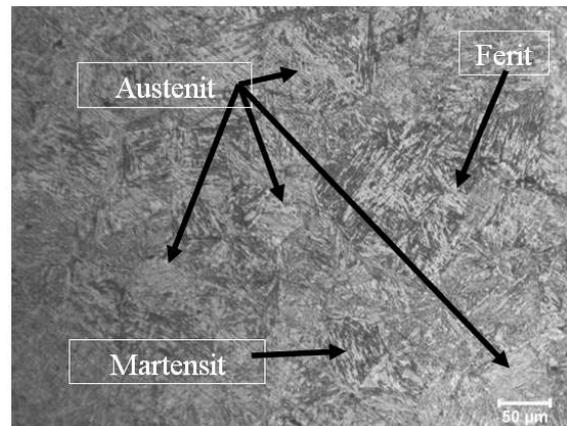
Proses tempering dengan suhu 500 °C juga menunjukkan adanya fasa martensit *lath*, ferit delta, austenit sisa dan karbida logam  $M_7C_3$ . Selain itu pada proses tempering 500 °C terbentuk karbida logam  $M_{23}C_6$  yang dapat dilihat pada Gambar 5. Dari gambar tersebut terlihat bahwa karbida logam berbentuk butiran-butiran kecil berwarna terang yang terdistribusi merata pada fasa martensit *lath* dan austenit sisa. Sebagian fasa karbida logam juga terbentuk di dalam pulau fasa ferit delta. Karbida yang terbentuk pada saat tempering pada suhu tinggi merupakan  $M_{23}C_6$  yang telah dibuktikan pada penelitian sebelumnya<sup>[1,11]</sup>. Karbida logam  $M_{23}C_6$  pada baja tahan karat martensitik biasanya mulai terbentuk pada suhu diatas 500 °C telah dilaporkan sebelumnya<sup>[1]</sup>. Pada suhu tempering yang rendah sekitar 300 °C, karbida yang terbentuk berupa  $M_3C$  yang tidak stabil<sup>[7]</sup>. Karbida logam  $M_3C$  akan bertransformasi menjadi karbida logam  $M_7C_3$  dan  $M_{23}C_6$  yang lebih stabil pada suhu proses tempering yang lebih tinggi<sup>[7]</sup>.



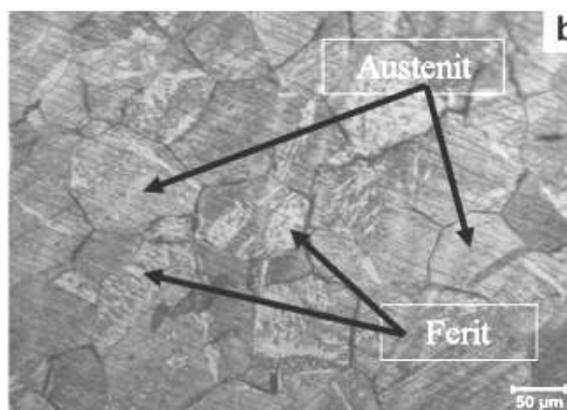
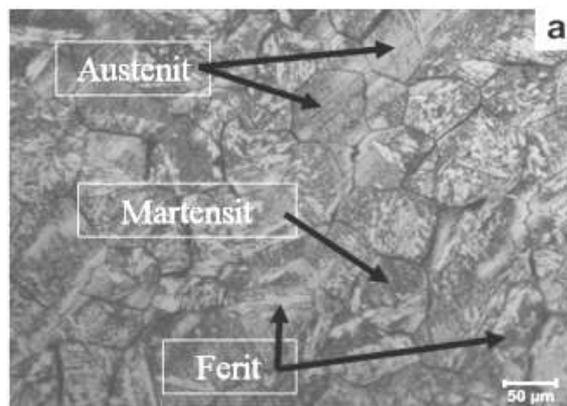
Gambar 5. Foto SEM baja 13Cr3Mo3Ni yang ditemper pada 500 °C yang menunjukkan karbida logam. Etsa Kalling's

Proses tempering dengan suhu 600 °C juga menunjukkan adanya fasa martensit *lath*, sedikit ferit, austenit sisa dan sedikit karbida logam. Akan tetapi fasa austenit yang ada pada suhu tempering 600 °C ini terlihat cukup banyak bila dibandingkan dengan proses tempering pada suhu 400 °C (Gambar 4). Peningkatan jumlah fasa austenit pada tempering dengan suhu 600 °C dapat dilihat pada Gambar 6. Calliari, dkk<sup>[11]</sup> dalam penelitiannya menyatakan bahwa fasa austenit akan bertambah pada suhu tempering 500-600 °C. Hal ini dapat terjadi karena karbida logam yang sudah terbentuk pada suhu tempering 400-500 °C bertransformasi kembali menjadi fasa austenit sehingga menyebabkan fasa austenit pada suhu 600 °C bertambah.

Selain itu fasa ferit yang terbentuk dari transformasi martensit menjadi martensit temper akibat proses tempering sudah mulai terlihat.



Gambar 6. Foto struktur mikro baja 13Cr3Mo3Ni dengan OM yang ditemper pada 600 °C selama 1 jam. Etsa Kalling's

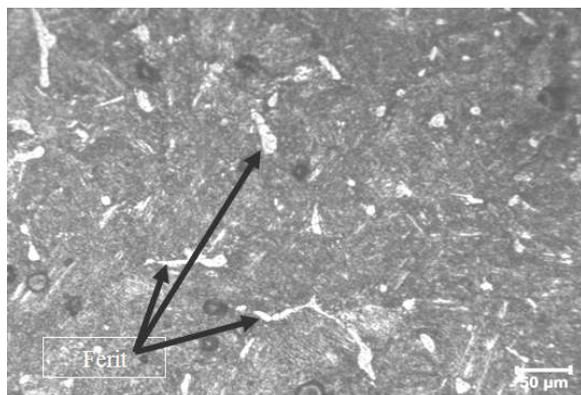


Gambar 7. Foto struktur mikro baja 13Cr3Mo3Ni dengan OM yang ditemper pada (a) 650 °C dan (b) 700 °C selama 1 jam. Etsa Kalling's

Struktur mikro pada suhu tempering 650 dan 700 °C menunjukkan fasa martensit yang berkurang sebagian. Martensit bertransformasi menjadi ferit dan karbida yang terbentuk pada batas butir sehingga terlihat dengan jelas batas antar butir. Dari Gambar 7 tersebut terlihat dengan jelas bahwa telah terjadi pembesaran

ukuran butir pada struktur mikro baja yang dilakukan tempering pada suhu 650-700 °C. Tingkat dekomposisi martensit dan ukuran butir yang lebih besar pada baja dengan tempering 700 °C menyebabkan penurunan kekerasan yang cukup signifikan.

Struktur mikro pada tempering dengan waktu tahan 6 jam juga menunjukkan perbedaan yang tidak berbeda jauh terhadap tempering dengan waktu tahan 1 jam dan 3 jam. Perbedaan yang terlihat antara struktur mikro pada tempering dengan waktu tahan 6 jam dengan suhu tempering 1 dan 3 jam hanya pada tidak terlihatnya batas butir. Pada keseluruhan proses tempering dengan waktu tahan 6 jam tidak terlihat batas butir yang jelas. Selain itu pada struktur mikro dengan suhu tempering 700 °C dan waktu tahan 6 jam, fasa martensit *lath* tidak terlihat dan terlihatnya fasa ferit delta berukuran cukup besar yang menyebabkan turunnya nilai kekerasan baja. Gambar dari struktur mikro pada suhu tempering 700 °C dan waktu tahan 6 jam dapat dilihat pada Gambar 8. Gambar tersebut menunjukkan tidak terlihat martensit *lath* yang terbentuk, akan tetapi ferit delta dan karbida logam yang terbentuk terlihat cukup banyak. Jadi pengaruh waktu tahan terhadap struktur mikro yang terbentuk pada sampel baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni sangat signifikan terutama pada waktu tahan 6 jam.

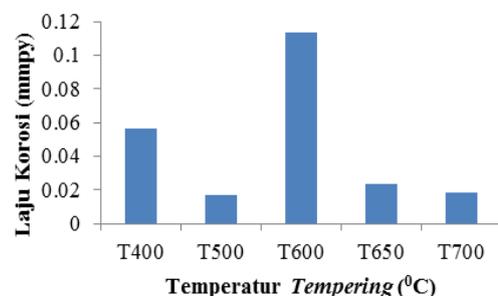


Gambar 8. Foto struktur mikro baja 13Cr3Mo3Ni dengan OM setelah tempering pada suhu 700 °C selama 6 jam. Etsa Kalling's

### b. Pengaruh Suhu *Tempering* terhadap Laju Korosi Baja Tahan Karat 13Cr3Mo3Ni

Gambar 9 menunjukkan bahwa nilai laju korosi terendah ada pada suhu tempering 500 °C dengan nilai sebesar 0,01717 mmpy. Dari data tersebut menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu tempering yang digunakan maka laju korosi yang dihasilkan akan semakin rendah dan ketahanan korosi akan meningkat.

Akan tetapi pada suhu tempering 600 °C nilai laju korosi bertambah, hal ini dikarenakan presipitasi karbida pada batas butir menyebabkan meningkatnya laju korosi dari 13Cr3Mo3Ni. Selain itu, Prifiarni Siska, dkk.<sup>[12]</sup> di dalam penelitiannya menyatakan bahwa laju korosi pada material yang sama akan menurun pada proses tempering pada suhu 500-600 °C. Presipitasi dari karbida pada batas butir dan menipisnya lapisan pasif kromium dapat mempengaruhi penurunan ketahanan korosi baja. Ketika baja tahan karat kontak langsung dengan lingkungan yang mengandung air, maka terbentuk lapisan pasif kromium oksida (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang akan memberikan ketahanan korosi yang lebih baik. Akan tetapi, lapisan pasif kromium oksida dapat terserang langsung di lokasi-lokasi tertentu yang disebabkan oleh lemahnya lapisan pasif di material yang heterogen seperti presipitat, inklusi, dan segregasi. Alasan lainnya disebabkan oleh akumulasi ion klorida yang terdapat di permukaan yang heterogen<sup>[13,15]</sup>. Peningkatan suhu tempering dapat menurunkan tegangan sisa dan meningkatkan ketahanan korosi baja. Hal ini dikarenakan meningkatnya kandungan unsur kromium yang terlarut dalam matriks. Penelitian yang dilakukan oleh *nickel development institute* menyatakan bahwa kelarutan karbida di dalam matriks baja tahan karat diharapkan dapat meningkatkan karbida logam Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> dan Mo<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, sehingga ketahanan korosi akan meningkat<sup>[16]</sup>. Standar laju korosi untuk baja tahan karat 13Cr harus di bawah 0,025 mmpy. Laju korosi pada baja 13Cr3Mo3Ni didapatkan nilai terendah ada pada suhu tempering 500 °C dengan nilai sebesar 0,01717 mmpy. Oleh karena itu terbukti bahwa pengaruh tempering dapat menurunkan nilai laju korosi yang akan dihasilkan.



Gambar 9. Pengaruh suhu tempering terhadap laju korosi baja 13Cr3Mo3Ni

## D. KESIMPULAN

Telah dilakukan penelitian pengaruh suhu dan waktu tempering terhadap kekerasan, struktur mikro dan laju korosi baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni. Fasa yang terbentuk dari berbagai variasi suhu dan waktu pada proses tempering adalah fasa martensitik *lath*, austenit, ferit delta, ferit dan senyawa karbida logam. Secara umum kekerasan baja menurun dengan naiknya suhu tempering. Akan tetapi dapat diamati adanya efek *secondary hardening* akibat presipitasi karbida logam saat proses tempering pada suhu 500-650 °C yang mengakibatkan meningkatnya kekerasan pada rentang suhu tersebut. Peningkatan suhu tempering dari 1 menjadi 3 jam relatif tidak merubah kekerasan. Penurunan kekerasan secara signifikan terjadi pada waktu tempering selama 6 jam. Pada selang parameter yang dilakukan pada penelitian ini, baja dengan suhu tempering 500 °C selama 1 jam dan 3 jam memiliki kekerasan yang paling tinggi masing-masing sebesar 50,15 dan 50,26 HRC. Sedangkan baja dengan suhu tempering 650 dan 700 °C dengan waktu masing-masing 6 jam memiliki kekerasan terendah masing-masing sebesar 30,56 dan 30,9 HRC. Laju korosi baja 13Cr3Mo3Ni cenderung rendah di bawah 0,025 mmpy pada suhu tempering tinggi kecuali pada suhu tempering 600 °C sebesar 0,14 mmpy.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah mendanai penelitian ini melalui kegiatan Kompetensi Inti pada Tahun Anggaran 2016.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Efendi Maburri, M. Syaful Anwar, Siska Prifiharni, Toni Bambang R., Bintang Adjiantoro, "Pengaruh Mo dan Ni terhadap struktur mikro dan kekerasan baja tahan karat martensitik 13Cr," *Majalah Metalurgi.*, 3, 133-140, 2015.
- [2] Kelly, J. *Chapter 2 Stainless Steels*. Mechanical Engineers Handbook: Materials and Mechanical Design, Volume 1, Third Edition. Michigan.
- [3] Efendi Maburri, M. Syaful Anwar, Siska Prifiharni, Toni Bambang R., Bintang Adjiantoro, "Tensile properties of the modified 13Cr martensitic stainless steel," *AIP Conference Proceeding.*, 1725, pp. 020039, 2016.

- [4] ASM International Handbook Committee. Properties and Selection Irons, Steels, and High-Performance Alloys. ASM Metals Handbook, Vol 01. United States of America 1993.
- [5] ASM International Handbook Committee. Heat Treating. ASM Metals Handbook, vol 04. United States of America 1991.
- [6] B. Qin, Z.Y. Wang, Q.S. Sun, "Effect of tempering temperature on properties of 00Cr16Ni5Mo stainless steel," *Material Characterization.*, 59, 1096-1100, 2008.
- [7] A. Nasery Isfahany, H. Saghafian, G. Borhani, "The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI 420 martensitic stainless steel," *Journal of Alloys and Compounds.*, 509(9), 3931-3936, 2010.
- [8] ASM International Handbook Committee. Metallography and Microstructure. ASM Metals Handbook, vol 09, United States of America 2004.
- [9] ASTM International. Standard Specification for Stainless Steel Bars and Shapes. Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States 2005.
- [10] <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=970> Nilai Kekerasan 410 tanpa paduan. Diakses 09 Agustus 2016.
- [11] I. Calliari, M. Zanesco, M. Dabala, K. Brunelli, E. Ramous, "Investigation of microstructure and properties of a Ni-Mo martensitic stainless steel," *Material and Design.*, 29, pp. 246-290, 2008.
- [12] Siska Prifirhani, M. Syaful Anwar, Efendi Maburri, "Perlakuan panas terhadap struktur mikro dan ketahanan korosi baja tahan karat 13Cr-1Mo," *Widyariset.*, vol.2 No.1, pp. 9-16, 2016.
- [13] Barlow, Lilian D., "The effect of austenitising and tempering parameters on the microstructure and hardness of martensitic stainless steel AISI 420," *Built Environment.*, vol. 21, pp. 1327-1336, 2012.
- [14] Mendonça, Renato de & Mariano, Neide Aparecida, "Tempering effect on the localized corrosion of 13Cr4Ni0,02C and 13Cr1Ni0,15C steels in a synthetic marine environment," *Rem: Revista Escola de Mina.s.*, vol. 68(2), pp. 201-206, 2015.
- [15] Amit Kumar Singh, G. Madhusudhan Reddy, K. Srinivas Rao, "Pitting corrosion resistance and bond strength of stainless steel overlay by friction surfacing on high

- strength low alloy steel,” *Defence Technology.*, 11(3), 299-307, 2015.
- [16] Nickel Development Institute. High Temperatur Characteristics of Stainless Steel. A Designers Handbook Series N 9004. American Iron And Steel Institute.



## INDEKS PENULIS

### **A**

Achmad Subhan, 1  
Akhmad Herman Yuwono, 1  
Andinnie Juniarsih, 37  
Ayu Rizeki Ridhowati, 21

### **B**

Beny Bandanadjaja, 116

### **D**

Dewi Idamayanti, 116

### **E**

Efendi Mabruri, 37  
Eka Febriyanti, 21

### **F**

F. Firdiyono, 1

### **H**

Hadi Perdana, 37

### **L**

Latifa Hanum Lalasari, 1  
Lia Andriyah, 1

### **M**

M. Zaki Mubarok, 9  
Moch. Syaiful Anwar, 37  
Muhammad Wildanil Fathoni, 9

### **R**

Rini Riastuti, 21

### **T**

Tri Arini, 1

## INDEKS KATA

### A

Aniling, 21

### B

Baja paduan Ni-Cr-Mo, 29

Baja cor paduan, 29

Baja tahan karat martensitik 13Cr3Mo3Ni, 37

### D

Doping  $\text{NH}_4\text{F}$ , 1

### E

Efek pengerasan, 21

Ekstraksi Pelarut, 9

### K

Kaca konduktif, 1

Kekerasan, 37

Kekuatan tarik, 138

Ketangguhan, 29

### L

Laju korosi, 21, 37

Limbah elektrolit perak, 9

### M

Mextral 5640H, 9

### N

Normalising, 29

### P

Paduan Cu-Zn 70/30,21

### R

Resistivitas, 1

### S

$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 1

*Secondary hardening*, 37

Struktur mikro, 37

### T

TMCP, 21

Tempering, 37

Tempering ganda, 29

## 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 11 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 16 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 sub judul ditulis dengan huruf kapital pada setiap awal kata (TNR font 11 **Bold**), ditebalkan tanpa penomoran urutan sub judul, misalnya :

### **PENDAHULUAN (SMALL CAPS)**

#### **A. Perangkat Lunak (TNR)**

**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 tebal.  
Contoh :  
**Keywords** : kata kunci terdiri dari 3 sampai 5 kata atau frasa dipisahkan dengan koma  
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 9 dengan spasi 1. Kata tabel ditulis tebal. Akhir keterangan tidak diberi tanda titik .

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

Penulisan keterangan gambar ditulis di bawah gambar, rata kiri dengan TNR 9 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 dijelaskan dalam bentuk **NARASI**

11. Penggunaan singkatan atau tanda-tanda diusahakan untu 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 menggunakan standard **IEEE** sebagai berikut :

- [1] J. W. Park, D. H. Kwak, S. H. Yoon, and S. C. Choi, “Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted CaMnO<sub>3</sub> at high temperature,” *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 550–555, 2009.
- [2] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, and J. X. Zhang, “First principle investigation of electronic structure of CaMnO<sub>3</sub> thermoelectric compound oxide,” *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 2, pp. 542–545, 2011.
- [3] J. W. Fergus, “Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 3, pp. 525–540, 2012.
- [4] D. Prakash, R. D. Purohit, M. Syambabu, and P. K. Sinha, “Development of High Temperature Thermoelectric Materials and Fabrication of Devices,” no. 320, pp. 17–25, 2011.
- [5] P. Phaga, a. Vora-Ud, and T. Seetawan, “Invention of Low Cost Thermoelectric Generators,” *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 1050–1053, 2012.
- [6] K. R. Poeppelmeier, M. E. Leonowicz, J. C. Scanlon, J. M. Longo, and W. B. Yelon, “Structure determination of CaMnO<sub>3</sub> and CaMnO<sub>2.5</sub> by X-ray and neutron methods,” *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, “High-temperature phase transition of CaMnO<sub>3-δ</sub>,” *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.



14. Ucapan terimakasih **WAJIB DICANTUMKAN** dan ditulis dengan huruf kapital TNR font 12 dan ditebalkan. Isi dari ucapan terimakasih ditulis dengan TNR 11 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
16. disebabkan oleh format atau cara penyajian.
17. Penulis bertanggung jawab penuh atas kebenaran naskahnya.
18. Setiap penerbitan tidak ada dua kali atau lebih penulis utama yang sama. Apabila ada, salah satu naskahnya penulis utama tersebut ditempatkan pada penulis kedua.

Tangerang Selatan, Juli 2015  
Redaksi Majalah Metalurgi

**TULIS JUDUL BAHASA INDONESIA**  
**TULIS JUDUL BAHASA INGGRIS**  
**Penulis Pertama<sup>a,\*</sup>, Penulis Kedua<sup>a, b</sup>, Penulis Ketiga<sup>b</sup>**

<sup>a</sup>Institusi Penulis Pertama

Alamat Institusi, Kota, Negara Kode Pos

<sup>b</sup>Institusi Penulis Kedua

Alamat Institusi, Kota, Negara

---

**Intisari**

Tulis intisari disini

**Kata Kunci:** kata kunci terdiri dari 3 sampai 5 kata atau frasa dipisahkan dengan koma.

**Abstract**

Write your abstract here.

**Keywords:** keywords contain three to five words/phrases separated with coma.

---

**1. PENDAHULUAN**

Gaya selingkung ini dibuat sebagai panduan penulis membuat naskah. Panduan ini tersedia secara on-line di *panduan penulis*. <http://ejournalmaterialmetalurgi.com/index.php/metalurgi/about/submissions#authorGuidelines>. Penulis diperbolehkan untuk memodifikasi panduan ini untuk tujuan penyerahan naskah.

**2. TATA KELOLA NASKAH**

Penulis yang berminat menyumbangkan hasil karyanya untuk dimuat di dalam majalah Metalurgi, diharuskan mengirim naskah asli dalam bentuk final dalam bentuk (*doc, docx*), disertai dengan pernyataan bahwa naskah tersebut belum pernah diterbitkan atau sedang menunggu penerbitannya dalam media tertulis manapun. Naskah ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa inggris dan diserahkan melalui online. Penulis diharuskan untuk log-in untuk dapat menyerahkan naskah. Registrasi online tidak dipungut biaya.

**A. Perangkat Lunak Word**

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. Naskah terdiri dari tidak lebih dari 2.000 kata dan naskah tidak lebih dari 10 halaman termasuk

gambar dan tabel. Naskah ditulis dengan menggunakan perangkat lunak Microsoft Office (.doc/docx) atau Open Office (.odt). Naskah disiapkan dengan menggunakan dokumen A4 (21cm x 29.7 cm) menggunakan 2.5 cm untuk batas dalam dan 2 cm untuk batas atas, bawah dan luar. Tidak perlu untuk membuat nomor, karena akan diatur kembali dalam proses pra cetak.

**B. Format Penulisan**

Judul dan intisari ditulis dalam satu kolom sedangkan tulisan utama ditulis dengan menggunakan 2 kolom. Judul tidak lebih dari 15 kata, *Title case, small caps, centerd, bold*, tipe *Times new Roman*, font ukuran 16 dan spasi tunggal.

Abstrak ditulis sebanyak dengan menggunakan font 10 TNR, Spasi tunggal, tidak lebih dari 300 kata. Kata kunci dibuat *justified*, 10 TNR, spasi tunggal. Tulisan utama ditulis dengan menggunakan 1 kolom, baris pertama indent 5 mm. Teks utama dibuat dalam 2 kolom dengan margin dalam 1 cm, *justified*, 11 TNR, dan spasi tunggal.

**C. Heading Section**

*Heading section* dibuat 4 tingkatan. Level 5 tidak diperkenankan.

### 1. Kepala Seksi 1

Heading level 1 ditulis dalam *title case, small caps, left aligned, bold, 14 TNR, single spaced, and Roman numbered* diakhiri oleh titik.

### 2. Heading Level 2

Heading 2 ditulis dalam *title case, left aligned, bold, 11 TNR, single spaced, Capital numbered* diakhiri oleh titik.

### 3. Heading Level 3

Heading 3: ditulis dalam *title case, left aligned, italic, 11 TNR, single spaced, numbered by number* diikuti oleh titik.

#### 1. Heading level 4

Heading 4 tidak direkomendasikan, bila diperlukan format sebagai berikut: *sentence case, left indent 5 mm, hanging indent 5 mm, italic, 11 TNR, single spaced, numbered* dengan titik.

#### 2. Heading Level 5

Level 5 tidak diperkenankan.

## 3. STRUKTUR PENULISAN

Naskah harus dimulai dengan judul, abstrak, kata kunci, dan teks utama terdiri atas, Pendahuluan, Prosedur Percobaan, Hasil dan Pembahasan, dan Kesimpulan; dan diikuti oleh Ucapan Terima Kasih dan Daftar Pustaka. Dalam bahasa Inggris teks terdiri atas: *Introduction, Method/Material, Result and Discussion, and Conclusion; followed by acknowledgement and References.*

### D. Judul

Judul naskah harus padat dan informatif. Hindari singkatan dan formula jika memungkinkan. Judul dapat mengungkapkan kebenaran ilmiah dengan bahasa ilmiah yang logis atau memiliki landasan berpikir yang masuk akal dan betul. Nama penulis tidak perlu untuk mengikutsertakan jabatan.

### E. Intisari

Abstrak ditulis dengan menggunakan font 10 TNR, Spasi tunggal, tidak lebih dari 300 kata. Intisari dibuat padat, *factual*, dan harus menggambarkan secara umum isi dari naskah. Hindari daftar pustaka dalam pembuatan intisari. Terkadang intisari ditampilkan tersendiri oleh karena itu harus dapat berdiri sendiri. Hindari singkatan yang tidak umum, akan tetapi jika diperlukan maka singkatan tersebut harus didefinisikan terlebih dahulu.

### F. Kata Kunci

Kata kunci harus menghindari kata umum dan makna jamak dapat disandingkan dengan singkatan: hanya singkatan yang sudah umum

dan diterima yang dapat ditampilkan. Kata kunci digunakan dalam proses indeks.

## G. Pendahuluan

Memberikan pernyataan mengenai tujuan dari aktivitas/pekerjaan dan memberikan latar belakang yang relevan dengan aktivitas/pekerjaan yang dinyatakan dalam naskah. Pendahuluan menjelaskan bagaimana penulis menyelesaikan masalah dan menjelaskan secara jelas tujuan dari kajian yang dilakukan. Pendahuluan harus diawali dengan satu gejala/topik/bidang/subjek yang menjadi perhatian. Pendahuluan juga harus menyatakan pentingnya penelitian disertai informasi awal sebagai pendukung.

## H. Prosedur Percobaan

Penggunaan metode ilmiah sesuai dengan jenis penelitian (*eksploratif, deskriptif, korelasional, dan eksplanatori*) yang dilaksanakan dan dijelaskan secara argumentatif. Penggunaan metode penelitian kualitatif, konsep, model, informan, proses iterasi, teknik sintesis *pla data* yang digunakan bersifat informatif secara ilmiah.

## I. Hasil dan Diskusi

Hasil berupa data primer temuan (*bentuk kata dan angka*) disajikan secara sistematis dan informatif (*tabel, gambar, dan narasi*) serta dapat dipertanggungjawabkan dan absah. Hasil ditafsirkan, dibandingkan, dikontraskan dengan hasil lain yang sejenis, atau kontribusi penulis terlihat secara nyata.

## J. Kesimpulan

Keterbatasan temuan/kesimpulan dinyatakan dengan lugas. Kesimpulan telah menjawab pernyataan penelitian. Terdapat pernyataan bahwa kesimpulan penelitian bersifat final atau sementara.

## K. Ucapan Terima Kasih

Apabila penelitian/pengkajian/tinjauan ilmiah didanai oleh sponsor, maka pihak sponsor harus mengizinkan publikasi ilmiah serta telah diberikan pengakuan.

## 4. PERSIAPAN NASKAH

### L. Gambar

Gambar sebisa mungkin dalam format *grayscale* dan jika disajikan dalam warna, harus dapat dibaca ketika dicetak dalam *grayscale*. Penyajian gambar dalam warna harus

merupakan gambar dengan kualitas minimum 300 dpi dengan tipe warna RGB.

Caption dalam bentuk nomor (numbered) dengan ukuran huruf 9 TNR dan spasi tunggal. Judul gambar menggambarkan secara jelas gambar yang diberikan.

Usahakan teks didalam gambar seminimum mungkin akan tetapi jelaskan semua simbol dan singkatan yang digunakan dalam teks atau catatan tersendiri. Semua huruf dan simbol harus dapat dibaca dengan jelas dan mempunyai ukuran proporsional. Ukuran normal huruf atau simbol dalam gambar normal 7 pt dan tidak lebih kecil dai 6 pt. Gambar harus dijelaskan dengan jelas dalam paragraf berikutnya.

Untuk tujuan editing, gambar dengan kualitas tinggi sangat diperlukan (>300 dpi). Usahakan dalam pembahasan gambar tidak memberikan pernyataan “gambar diatas” atau “gambar dibawah” hal ini dikarenakan dalam proses editing tata letak akan diatur kemudian.

Tabel 1. Table Caption

Parameter	Unit
Massa, $m_s$	1 (kg)
Reducer, $c$	1,81(Ns/m) <sup>a</sup>
Stiffness, $k_s$	22.739,57(N/m) <sup>b</sup>

<sup>a</sup>footnote<sup>b</sup>footnote

#### N. Rumus, Persamaan Matematika dan Reaksi Kimia

Persamaan matematika, rumus, dan reaksi kimia harus dapat ditulis dengan jelas, dibuat urut dengan nomor, diikuti oleh informasi yang diperlukan dan menjelaskan persamaan, rumus, atau reaksi kimia tersebut. Persamaan matematika, rumus dan reaksi kimia disajikan terpisah dari teks.

$$f(x) = a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} \left( a_n + b_n \sin \frac{n\pi x}{L} \right) \quad (1)$$

dimana  $f(x)$  merupakan notasi penjelasan,  $a_0$  merupakan notasi penjelasan, dan seterusnya.

#### O. Pembuatan Daftar Pustaka

Pembuatan referensi direkomendasikan menggunakan software pengelolaan daftar pustaka seperti Endnote atau Mendelay dalam bentuk IEEE style. Daftar pustaka disajikan diakhir naskah dan diberikan penomoran sesuai dengan urutan kemunculan dalam teks. Penulis harus memastikan setiap daftar pustaka yang erdapat pada daftar pustaka dan teks muncul. Nama penulis dapat diacu dengan memastikan bahwa tetap dicantumkan dalam daftar pustaka. Wikipedia, personal blog, atau laman non ilmiah

Diharapkan tidak membuat kotak pada gambar dikecualikan untuk grafik.

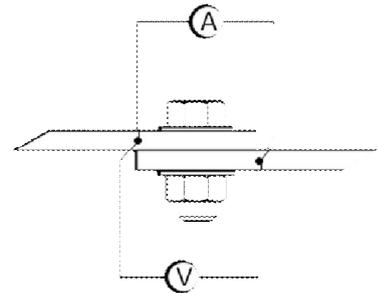


Figure 1. Figure caption

#### M. Tabel

Nomor tabel disajikan berurutan sesuai dengan urutan penampilan di teks. Hindari garis batas samping. Letakan catatan kaki dibawah setelah tabel dibuat. Pastikan bahwa tabel dan data yang disajikan tidak merupakan duplikasi dari hasil yang telah disajikan pada artikel lain.

tidak diijinkan untuk ditampilkan dalam naskah. Daftar pustaka utama harus 80% daru terbitan 5 tahun kebelakang. Dengan mengutamakan keterbaruan.

Ada dua macam tipe daftar pustaka yaitu elektronik dan non elektronik. Beberapa contoh format tepat untuk beberapa jenis daftar pustaka:

- *Buku*: Penulis, *Judul*, edisi, editor, Kota, negara: Penerbit, tahun, halaman. [1]
- *Bagian buku*: Penulis, “Judul”, dalam *Buku*, edisi, editor, Kota, Negara: Penerbit, tahun, Halaman. [2]
- *Terbitan berkala*: Penulis, “Judul”, *Journal, volume (issue)*, pages, month, year. [3], [4], [5]
- *Prosiding*: Penulis, “Judul”, dalam *Proceeding*, tahun, halaman. [6]
- *Tulisan yang tidak diterbitkan*: Penulis, “Judul”, disajikan dalam Judul seminar/, Kota, Negara, Tahun. [7]
- *Paten atau standar*: Pengarang, “Judul”, nomor paten, bulan/hari, tahun. [8]
- *Laporan Teknis*: Pengarang, “Judul”, Perusahaan, Kota, negara, Laporan Teknis, Bulan, tahun. [9]

Tiga jenis informasi yang dibutuhkan untuk melengkapi daftar pustaka

Three pieces of information are required to complete each reference from electronics sources: 1) protocol or service; 2) location where the item is to be found; and 3) item to be retrieved. Sample of correct formats for electronics source references are as follows:

- *Book*: Author. (year, month day). *Title*. (edition) [Type of medium]. *volume (issue)*. Available: site/path/file. [10]
- *Periodical*: Author. (year, month). *Title*. *Journal*. [Type of medium]. *volume (issue)*, pages. Available: site/path/file. [11]
- *Papers presented at conferences*: Author. (year, month). *Title*. Presented at Conference title. [Type of Medium]. Available: site/path/file. [12]
- *Reports and handbooks*: Author. (year, month). *Title*. Company. City, State or Country. [Type of Medium]. Available: site/path/file. [13]

#### P. Header, Footer, and Hyperlink

Catatan kaki dan dan nomor akan dihilangkan. Semua hypertext links dan section

#### REFERENCES (STANDARD IEEE)

- [1] J. W. Park, D. H. Kwak, S. H. Yoon, and S. C. Choi, "Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted  $\text{CaMnO}_3$  at high temperature," *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 550–555, 2009.
- [2] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, and J. X. Zhang, "First principle investigation of electronic structure of  $\text{CaMnO}_3$  thermoelectric compound oxide," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 2, pp. 542–545, 2011.
- [3] J. W. Fergus, "Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 3, pp. 525–540, 2012.
- [4] D. Prakash, R. D. Purohit, M. Syambabu, and P. K. Sinha, "Development of High Temperature Thermoelectric Materials and Fabrication of Devices," no. 320, pp. 17–25, 2011.
- [5] P. Phaga, a. Vora-Ud, and T. Seetawan, "Invention of Low Cost Thermoelectric Generators," *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 1050–1053, 2012.
- [6] K. R. Poepelmeier, M. E. Leonowicz, J. C. Scanlon, J. M. Longo, and W. B. Yelon, "Structure determination of  $\text{CaMnO}_3$  and  $\text{CaMnO}_{2.5}$  by X-ray and

bookmarks akan dihilangkan. Jika akan mengacu pada alamat internet maka alamat tersebut harus di tulis lengkap.

#### 5. KESIMPULAN

Panduan penulis ini merupakan versi pertama dari template penulisan untuk penyerahan naskah dalam jurnal Metalurgi. Penulis tidak perlu untuk merubah format dan style tata letak naskah yang telah ditetapkan. Untuk lebih lanjut penulis dapat melihat laman jurnal metalurgi di [www.ejurnalmaterialmetalurgi.com](http://www.ejurnalmaterialmetalurgi.com) atau dapat menghubungi sekretariat di [majalah.metalurgi@mail.lipi.go.id](mailto:majalah.metalurgi@mail.lipi.go.id)

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Panduan untuk daftar pustaka merupakan modifikasi dari Internasional Standards Organization (ISO) documentation system and American Psychological Association (APA) style dan IEEE transaction, Jurnal. Template ini juga mengacu pada panduan yang dibuat oleh Journal MEV.

- neutron methods," *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, "High-temperature phase transition of  $\text{CaMnO}_{3-\delta}$ ," *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.
- [8] N. Pandey, "Studies on dielectric behaviour of an oxygen ion conducting ceramic -  $\text{CaMnO}_3$ ," *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, vol. 15, no. April, pp. 191–195, 2008.
- [9] H. . and J. M. L. Horowitz, "PHASE RELATIONS IN THE Ca-Mn-O SYSTEM," *Mat. Res. Bull.*, vol. 13, pp. 1359–1369, 1978.
- [11] W. R. R. and a. M. B. Brezny, "ACTIVITY-COMPOSITION RELATIONS IN  $\text{CaO-MnO}$  SOLID SOLUTIONS AT 1 100- 1300°C," *Mat. Res. Bull.*, vol. 5, no. 68, pp. 481–488, 1970.
- [12] Suharno, A. Purwanto, A. Fajar, B. Kurniawan, H. Mugihardjo, and W. A. Adi, "PENENTUAN STRUKTUR MAGNETIK  $\text{CaMnO}_3$  DENGAN DIFRAKSI NEUTRON," *J. Sains Mater. Indones.*, pp. 202–205, 2006.

- [13] I. Halikia, L. Zoumpoulakis, E. Christodoulou, and D. Prattis, "Kinetic study of the thermal decomposition of calcium carbonate by isothermal methods of analysis," vol. 1, no. 2, pp. 89–102, 2001.
- [14] L. Biernacki and S. Pokrzywnicki, "The thermal decomposition of manganese carbonate Thermogravimetry and exoemission of electrons," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 55, pp. 227–232, 1999.
- [15] K. Qian, Z. Qian, Q. Hua, Z. Jiang, and W. Huang, "Author 's personal copy Structure – activity relationship of CuO / MnO<sub>2</sub> catalysts in CO oxidation."

↑Jika memungkinkan kolom dibuat sama ↑