



Penanggung Jawab:
Kapuslit Metalurgi – LIPI

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

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

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

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

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

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

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

METALURGI

VOLUME 28 NOMOR 1, APRIL 2013 ISSN 0216 – 3188

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

Pengantar Redaksi iii

Abstrak v

**Sifat Magnet Barium Heksaferit $BaO.6Fe_2O_3$
Hasil Sintesis dengan Metoda Kimia Basah**

Didin S. Winatapura, dkk 1

**Pengaruh Penambahan Karbon Aktif pada
Struktur Kristal dan Magnetisasi Partikel
Nano Fe_3O_4**

Siti Wardiyati dan E.Sukirman 9

**Mechanochemical Synthesis of Potassium
Magnesium Phosphate for Application as
Slow Release Fertilizer Material**

Solihin 19

**Pengaruh Pemakaian Gas Oksigen pada
Tahap Pembuatan Material Ba-Ca-Cu-O**

Agung Imaduddin, dkk 25

**Investigasi Eksperimental Perilaku Profil
Baja Ringan Berpenampang Persegi Akibat
Interaksi Beban Tekan Memusat dan
Momen Lentur**

Andi Muhdiar Kadir, dkk 33

**Pengaruh Unsur Ke-Empat Terhadap
Transformasi Fasa dan Efek Ingat Bentuk
(Shape Memory Effect) Paduan Ti-Ni-Cu**

Efendi Mabruri, dkk 49

**Sintesis dan Karakterisasi Membran
Komposit Kitosan-Hidroksi Apatit
Berikatan Silang sebagai Guided Tissue
Regeneration (GTR)**

Erizal, dkk 55

Konsep dan Aplikasi Simulator Tanur Putar

Rahardjo Binudi 65

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 28 Nomor 1, April 2013 kali ini menampilkan 8 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Didin S. Winatapura dan Kawan-kawan berjudul "*Sifat Magnet Barium Heksaferit $BaO.6Fe_2O_3$ Hasil Sintesis dengan Metoda Kimia Basah*". Selanjutnya Siti Wardiyati dan E.Sukirman tentang "*Pengaruh Penambahan Karbon Aktif pada Struktur Kristal dan Magnetisasi Partikel Nano Fe_3O_4* ". Solihin menulis tentang "*Mechanochemical Synthesis of Potassium Magnesium Phosphate for Application as Slow Release Fertilizer Material*". Agung Imaduddin dan Kawan-kawan juga menulis tentang "*Pengaruh Pemakaian Gas Oksigen pada Tahap Pembuatan Material Ba-Ca-Cu-O*". Andi Muhdiar Kadir dan Kawan-kawan menulis tentang "*Investigasi Eksperimental Perilaku Profil Baja Ringan Berpenampang Persegi Akibat Interaksi Beban Tekan Memusat dan Momen Lentur*". Efendi Mabruhi dan Kawan-kawan menulis tentang "*Pengaruh Unsur Ke-Empat Terhadap Transformasi Fasa dan Efek Ingat Bentuk (Shape Memory Effect) Paduan Ti-Ni-Cu*" dan Erizal dan Kawan-kawan juga menulis tentang "*Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Kitosan-Hidroksi Apatit Berikatan Silang sebagai Guided Tissue Regeneration (GTR)*". Berikutnya Rahardjo Binudi menulis tentang "*Konsep dan Aplikasi Simulator Tanur Putar*".

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

REDAKSI

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 546.38

Didin S. Winatapura, Sari H. Dewi, Yustinus P dan Ridwan (Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN)

Sifat Magnet Barium Heksaferit $BaO.6Fe_2O_3$ Hasil Sintesis dengan Metoda Kimia Basah

Metalurgi, Vol 28 No. 1 April 2013

Barium heksaferit, $BaO.6Fe_2O_3$ telah berhasil disintesis dengan metoda kimia basah, yaitu metoda ko-presipitasi dan mikro-emulsi. Prekursor sampel kemudian disinter pada $900\text{ }^\circ\text{C}$ dan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 jam. Pengamatan struktur bahan dilakukan dengan beberapa peralatan, seperti teknik difraktometer sinar-x (XRD), transmission electron microscope (TEM), vibrating sample magnetometer (VSM), differential thermal dan thermogravimetric analysis (DTA dan TGA). Hasil pengamatan menunjukkan bahwa koersivitas intrinsik $BaO.6Fe_2O_3$ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi diperoleh sekitar 5,36 kOe, lebih besar bila dibandingkan dengan koersivitas $BaO.6Fe_2O_3$ hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi yang hanya 3,89 kOe. Koersivitas magnet yang tinggi ini erat terkait dengan ukuran partikel $BaO.6Fe_2O_3$ yang sangat halus dengan kandungan fasa impuritas rendah. Hasil ini didukung oleh pengamatan dengan TEM yang memperlihatkan bahwa ukuran partikel $BaO.6Fe_2O_3$ hasil ko-presipitasi diperoleh antara 50 - 200 nm.

Kata kunci : Barium heksaferit, Kimia basah, Koersivitas, Impuritas, Sintering

Barium Hexaferrite $BaO.6Fe_2O_3$ Magnetic Properties Synthesized with a Wet Chemicals Method

Barium heksaferit, $BaO.6Fe_2O_3$ has been successfully synthesized by a wet chemical method, namely co-precipitation and micro-emulsion method. Precursor samples were then sintered at $900\text{ }^\circ\text{C}$ and $1000\text{ }^\circ\text{C}$ for 3 hours in air environment. Observations were conducted with some equipment, such as x-ray diffraction techniques (XRD), transmission electron microscope (TEM), vibrating sample magnetometer (VSM), thermogravimetric and differential thermal analysis (DTA and TGA). The results showed that the intrinsic coercivity of $BaO.6Fe_2O_3$ synthesized with co-precipitation method was obtained of about 5.36 kOe, larger than the coercivity of $BaO.6Fe_2O_3$ synthesized with micro-emulsion method which is only 3.89 kOe. High magnetic coercivity is closely related to particle size of $BaO.6Fe_2O_3$ was very smooth with a low content of impurity phase. This result was supported by TEM observation showing that the particle size of $BaO.6Fe_2O_3$ obtained by co-precipitation gained between 50-200 nm.

Keywords : Barium hexaferrite, Wet chemicals, Coercivity, Impurity, Sintering

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 549.7

Siti Wardiyati dan E.Sukirman (Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN)

Pengaruh Penambahan Karbon Aktif pada Struktur Kristal dan Magnetisasi Partikel Nano Fe₃O₄

Metalurgi, Vol 28 No. 1 April 2013

Pengaruh penambahan karbon aktif (C) pada struktur kristal dan magnetisasi partikel nano Fe₃O₄ sebagai bahan adsorben telah diteliti. Cuplikan partikel nano Fe₃O₄ disintesis dengan metoda ko-presipitasi. Disiapkan cuplikan Fe₃O₄ murni (FeM) dan cuplikan Fe₃O₄ dengan penambahan C, dimana perbandingan berat prekursor Fe₃O₄ terhadap C divariasikan. Variasi perbandingan berat Fe₃O₄ terhadap C adalah 1:1, 1:2 dan 1:3, selanjutnya cuplikan disebut berturut-turut FeC11, FeC12 dan FeC13. Cuplikan dikarakterisasi dengan XRD (*x-ray diffraction*), VSM (*vibrating sample magnetometer*) dan TEM (*transmission electron microscope*). Hasil analisis data difraksi sinar-x dengan metoda Rietveld menunjukkan bahwa parameter kisi Fe₃O₄ pada FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13 berturut-turut adalah $a = b = c = 8,390(3) \text{ \AA}$; $a = b = c = 8,433(4) \text{ \AA}$; $a = b = c = 8,43(1) \text{ \AA}$ dan $a = b = c = 8,434(5) \text{ \AA}$. Kurva magnetisasi dari FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13 masing-masing menampilkan sifat superparamagnetik. Harga magnetisasi, M_s cuplikan FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13 berturut-turut adalah 60, 30, 20 dan 15 emu/g. Semakin banyak C ditambahkan, parameter kisi Fe₃O₄ bertambah panjang. Ini berarti sebagian C masuk ke dalam sistem kristal Fe₃O₄ secara interstisi. Semakin banyak atom C di posisi interstisi antara Fe dan Fe, harga magnetisasi Fe₃O₄ terus menyusut. Cuplikan FeC12 memiliki ukuran kristalit magnetite terkecil atau luas permukaan yang paling besar. Sehingga memungkinkan memiliki kapasitas adsorpsi yang paling besar.

Kata kunci : Partikel nano Fe₃O₄, Struktur kristal, Magnetisasi, Penambahan karbon

Addition Effect of Active Carbon on Crystal Structure and Magnetization of Fe₃O₄ Nanoparticles

The addition effect of Carbon active (C) on crystal structure and magnetization of Fe₃O₄ nanoparticles as adsorbent have been studied. The samples of Fe₃O₄ nanoparticles have been synthesized by coprecipitation method. It were prepared Fe₃O₄ samples without and with the addition of C. The sample without C addition is called FeM, and the weight ratio of Fe₃O₄ precursors to C were varied. The Fe₃O₄ weight ratio to C is 1:1, 1:2 and 1:3, hereinafter called FeC11, FeC12 and FeC13, respectively. The samples were characterized by XRD (*x-ray diffraction*), VSM (*vibrating sample magnetometer*) and TEM (*transmission electron microscope*). The analysis results of x-ray diffraction data using the Rietveld method showed that the lattice parameters of Fe₃O₄ on FEM, FeC11, FeC12 and FeC13 are as follows: $a = b = c = 8.390 (3) \text{ \AA}$, $a = b = c = 8.433 (4) \text{ \AA}$, $a = b = c = 8.43 (1) \text{ \AA}$, and $a = b = c = 8.434 (5) \text{ \AA}$, respectively. Each magnetization curves of the FEM, FeC11, FeC12 and FeC13 show the super paramagnetic properties. The magnetization of FEM, FeC11, FeC12 and FeC13 are $M_s = 60, 30, 20$ and 15 emu/g , respectively. The more C added, the longer the Fe₃O₄ lattice parameter is. This means that some C entered into the crystal system of Fe₃O₄ as interstitial atoms. With growing number of C atoms in the interstitial positions between Fe and Fe, magnetization of Fe₃O₄ decreases. FeC12 sample has the smallest size of crystallites or the large surface area. So it may have the greatest adsorption capacity.

Keywords : Fe₃O₄ nanoparticle, Crystal structure, Magnetization, Carbon addition

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 620.18

Solihin (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Sintesis Kalium Magnesium Posfat Melalui Metoda Mekanokimia untuk Aplikasi sebagai Pupuk Slow Release

Metalurgi, Vol 28 No. 1 April 2013

Material yang bersifat slow release dapat digunakan sebagai pupuk slow release, yakni jenis baru dimana pelepasan elemennya dapat diturunkan. Salah satu pupuk slow release adalah potassium magnesium phosphate (KMgPO_4). Analisa XRD terhadap material ini menunjukkan bahwa kemurnian material ini cukup tinggi, hanya fasa KMgPO_4 yang dapat dideteksi dalam sampel material ini. Analisis FTIR menunjukkan bahwa teknik mekanokimia cukup berhasil untuk mensintesa material ini. Analisa DTA menunjukkan bahwa material ini stabil dari perubahan temperatur. Analisa morfologi menunjukkan bahwa partikel yang tergranulasi memiliki ukuran sekitar 100 mikron. Dibanding dengan pupuk biasa yang nutriennya cepat larut, nutrisi yang terlarut dari pupuk jenis slow release dapat diturunkan menjadi sekitar 32-33, 22-24, and 0,1-0,7 %, untuk masing-masing potassium, phosphate and magnesium. Hasil uji leaching menunjukkan bahwa material ini dapat digolongkan sebagai material yang bersifat slow release.

Kata kunci : Mekanokimia, Slow release, Pupuk, KMgPO_4 , Ketahanan pangan

Mechanochemical Synthesis of Potassium Magnesium Phosphate for Application as Slow Release Fertilizer Material

The slow release material can be applied as slow release fertilizer, a newly type of fertilizer in which its elemental release can be slowed down. One of slow release fertilizer materials is potassium magnesium phosphate (KMgPO_4). The XRD analysis of this materials shows that the phase purity is high; KMgPO_4 is the only phase can be found in the sample. The FTIR analysis shows that the mechanochemical synthesis can successfully be used to produce KMgPO_4 . The DTA analysis shows that this material is quite stable to temperature change. The morphology analysis shows that granulated particle size material is around 100 microns. Compared to the conventional fertilizer, the element released from this material can be decreased down to about 32-33, 22-24, and 0,1-0,7 %, for potassium, phosphate and magnesium, respectively. The result of leaching experiments has proven that this material can be classified as slow release materials.

Keywords : Mechanochemistry, Slow release, Fertilizer, KMgPO_4 , Food safety

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 546.7

Agung Imaduddin, Florentinus Firdiyono, Pius Sebleku, Anton Suryantoro, Franciska Pramuji Lestari (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Pengaruh Pemakaian Gas Oksigen pada Tahap Pembuatan Material Ba-Ca-Cu-O

Metalurgi, Vol 27 No. 3 Desember 2012

Sejak ditemukannya Copper-oxide superkonduktor tahun 1986 yang mempunyai suhu kritis (T_C) tinggi, perhatian dunia semakin tertuju pada bahan ini untuk menemukan superkonduktor dengan T_C yang lebih tinggi lagi. Superkonduktor jenis ini berbasis Hg merupakan superkonduktor dengan nilai T_C tertinggi diantara jenis lainnya. Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan bahan precursor berupa pencampuran bahan serbuk $BaCO_3$, $CaCO_3$ dan CuO secara manual, dan kemudian dipanaskan didalam tungku pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ dan $930\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam dengan variabel pemakaian gas oksigen dan aliran udara. Dari hasil analisa XRD (X-Ray Diffractometer) didapatkan senyawa $BaCuO_2$, dan juga berdasarkan analisa FWHM (Full Width at Half Maximum) pada peak tertinggi dan hasil analisa EDS, diketahui bahwa pemanasan pada suhu $930\text{ }^\circ\text{C}$ dan pemakaian gas oksigen dapat mengoptimalkan reaksi pembentukan $BaCuO_2$ dan meningkatkan kriticalisasenyawa $BaCuO_2$ yang terjadi.

Kata kunci : Hg-Ba-Ca-Cu-O, Ba-Ca-Cu-O, Bahan superkonduktor, Gas oksigen

Effect of Oxygen Gas Usage at the Preparation Stage of Ba-Ca-Cu-O Material

Since the discovery of Copper-oxide superconductors in 1986 which having a high critical temperature (T_C), the world's attention is increasingly focused on these materials to find superconductors with even higher T_C . Hg-based superconductors are superconductors with highest T_C value among other types. In this work, we has prepared precursor by mixing $BaCO_3$, $CaCO_3$ and CuO powder manually. , And then heated in the furnace at temperatures of $900\text{ }^\circ\text{C}$ and $930\text{ }^\circ\text{C}$ for 12 hours with the use of variable oxygen gas and air flow. Regarding to the analysis of XRD (X-Ray Diffractometer), we obtained $BaCuO_2$ compounds, and also based on analysis of FWHM (Full Width at Half Maximum) at its highest peak and the results of EDS analysis, it was known that heating at temperatures of $930\text{ }^\circ\text{C}$ and the using of oxygen gas optimizes the reaction formation of $BaCuO_2$ and improve the crystallization of $BaCuO_2$ compounds.

Keywords : Hg-Ba-Ca-Cu-O, Ba-Ca-Cu-O, Superkonduktor material, Oxygen gas

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 620.118

Andi Muhdiar Kadir¹⁾, Dedi Priadi¹⁾, Eddy S. Siradj¹⁾, Harkali Setiyono²⁾ (¹⁾Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, ²⁾B2TKS- BPPT)

Investigasi Eksperimental Perilaku Profil Baja Ringan Berpenampang Persegi Akibat Interaksi Beban Tekan Memusat dan Momen Lentur

Metalurgi, Vol 28 No. 1 April 2013

Makalah ini merupakan bagian dari program penelitian yang difokuskan pada pengembangan metode analisa kekuatan profil baja berdinging tipis berbentuk pipa kotak (*square hollow section/SHS*) akibat interaksi beban tekan memusat dan momen lentur yang didasarkan pada pendekatan teori mekanisme plastis dan elastis (*plastic mechanisms and elastic theories/cut-off strength*) dimana tingkat akurasi akan diverifikasi menggunakan hasil pendekatan eksperimental. Pada tahap pertama penelitian ini, analisa kekuatan SHS didasarkan pada desain standar yang ada yaitu British Standard (BS 5950 Part 5 1987) yang menggunakan metode langsung (*direct method*) dan metode dua kanal (*double channels method*). Pada metode eksperimental dilakukan pengujian awal yaitu pengujian material dasar dari SHS dan pengujian utama yaitu pengujian kekuatan profil baja berdinging tipis berbentuk pipa kotak akibat interaksi beban tekan memusat dan momen lentur. Data hasil uji material dasar digunakan sebagai data masukan pada analisis kekuatan profil baja berdinging tipis berbentuk pipa kotak menggunakan British Standard sedangkan hasil uji kekuatan profil baja berdinging tipis berbentuk pipa kotak dijadikan sebagai acuan dari metode analisis kekuatan yang digunakan. Hasil analisa kekuatan SHS menunjukkan bahwa hasil analisa kekuatan dengan metode *double channels* memberikan hasil yang mendekati hasil eksperimental (perbedaan sekitar 2 % sampai 7%) dibandingkan dengan metode langsung dan hal ini masih dalam batas-batas yang dapat diterima (*acceptable limits*) ± 20 %. Hasil pada tahap awal berupa hasil eksperimental dan hasil analisis kekuatan menggunakan standard desain cukup akurat dan akan digunakan sebagai pembanding dengan hasil dari metode analisa kekuatan yang dikembangkan pada tahap penelitian selanjutnya.

Kata kunci : Estimasi kekuatan, Profil pipa kotak, Kekuatan luluh, Lebar efektif, Kapasitas momen, Kekuatan lentur, Beban maksimum, Baja berdinging tipis

Behaviour Experimental Investigation of A Thin-Walled Steel Square Hollow Section Beam Affected by the Interaction of Concentrated Compressive Load and Bending Moment

This paper is a part of research program that focused in developing a strength analytical method of a thin-walled steel square pipe (Square Hollow Section/SHS) affected by the interaction of concentrated-compressive load and bending moment that its based on plastic mechanisms and elastic theories (cut-off strength), and its accuracy will then be verified by data obtain from an experimental approach. In the first stage of this research program, the strength of SHS pipe is analyzed by using of existing code design namely British Standard (BS 5950 Part 5 1987) that is implemented according to a direct method and double channels one. In the experimental method is performing preliminary test that basic material identification and main test that strength measure of SHS under interaction of concentrated-compressive load and bending moment. The data test results of basic material is used as data input in strength analytical method of a thin-walled steel square pipe by British Standard meanwhile the test results of a thin-walled steel square pipe is use as reference of strength analysis method results. The results of SHS pipe strength show that the strength estimation using the double channels method has a close value to the experimental one (scattered in between 2% up to 7%) and this is within acceptable limits of ± 20 %. This first data results of experimental and strength analysis by design code are accurate enough and it will be compare with the result of developing a strength analytical method at the next step research.

Keywords : Strength estimation, Square hollow section, Yield strength, Effective width, Moment capacity, Bending strength, Ultimate load, Cut-off strength, A thin-walled steel

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 546.7

Efendi Maburri¹⁾, Bambang Sriyono¹⁾, Bintang Adjiantoro¹⁾, D.N.Adnyana²⁾ (¹⁾Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI, ²⁾B2TKS- BPPT)

Pengaruh Unsur Ke-Empat Terhadap Transformasi Fasa dan Efek Ingat Bentuk (Shape Memory Effect) Paduan Ti-Ni-Cu

Metalurgi, Vol 28 No. 1 April 2013

Di antara paduan ingat bentuk (*shape memory alloys*), Ti-Ni-Cu merupakan paduan yang paling menarik untuk aplikasi aktuator karena memiliki respon aktuasi yang cepat akibat histeresis suhu transformasinya yang sempit. Tulisan ini memaparkan pengaruh penambahan unsur ke empat (Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo) pada paduan Ti-Ni-Cu terhadap transformasi fasa yang terjadi. Kemudian dibahas efek ingat bentuk (*Shape Memory Effect/SME*) pada paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe pada kondisi pengerjaan dingin dan kondisi anil. Hasil percobaan menunjukkan bahwa unsur ke empat dalam paduan Ti-Ni-Cu memodifikasi fasa dengan cara-cara yang berbeda, yaitu dengan menekan fasa B19'(TiNi) dan fasa B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk Fe, Co, Nb; dengan memunculkan fasa presipitat untuk Sn, Cr; dan dengan menekan fasa B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk Mo. Terkait kondisi paduan, ditunjukkan bahwa paduan dalam kondisi anil memiliki SME yang lebih besar dibandingkan pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin. Lebih jauh dapat diketahui paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki SME yang lebih rendah dari pada paduan Ti-Ni-Cu. Pengamatan struktur mikro menunjukkan bahwa fasa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki fraksi volume yang lebih kecil dan ukuran lath yang lebih besar dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu.

Kata kunci : Paduan ingat bentuk, Unsur ke empat, Titanium-nikel-tembaga-besi, Transformasi fasa, Efek ingat bentuk

The Influence of Fourth Element on Phase Transformation and Shape Memory Effect (SME) of Ti-Ni-Cu Alloys

Among the existing shape memory alloys, Ti-Ni-Cu is the most attractive alloy for actuator application because it shows quick actuation response due to its narrow transformation temperature hysteresis. This paper reports the effect of the fourth element Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo on the phase transformation of Ti-Ni-Cu alloys. In addition, the shape memory effect (SME) of the Ti-Ni-Cu and Ti-Ni-Cu-Fe alloys in both cold worked and annealed conditions is discussed. The experimental results showed that the fourth element added into the Ti-Ni-Cu alloys modified the phases presented in the alloys by different ways, i.e. by depressing both B19'(NiTi) and B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) phases for Fe, Co, Nb; by revealing precipitate phases for Sn and Cr; and by depressing B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) phase for Mo. With respect to the alloys condition, it was showed that the SME exhibited by the annealed alloys was larger than that exhibited by the cold worked alloy. Furthermore, it was found that the SME of Ti-Ni-Cu-Fe alloy was lower than that of Ti-Ni-Cu alloy. Microstructure observation showed that the martensite phase of Ti-Ni-Cu-Fe alloy was characterized by lower volume fraction and larger lath size compared to those of the Ti-Ni-Cu alloy.

Keywords : Shape memory alloys, The fourth element, Titanium-nickel-copper-iron, Phase transformation, Shape memory effect

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 620.118

Erizal, Basril A, Yessy.W, Darmawan (Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi – BATAN)

Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Kitosan- Hidroksi Apatit Berikatan Silang sebagai Guided Tissue Regeneration (GTR)

Metalurgi, Vol 28 No. 1 April 2013

Dalam kerangka mempersiapkan bahan biomaterial untuk guided tissue regeneration (GTR), telah dilakukan sintesis membran kitosan –hidroksiapatit (HA) berikatan silang dan karakterisasi sifat fisiko-kimianya. HA dengan variasi berat (2-6 g) dicampurkan dengan larutan kitosan 4%, diproses hingga berbentuk komposit membran dan di crosslink dalam larutan natrium sulfit (Na_2SO_3). Perubahan struktur kimia dan morfologi membran dikarakterisasi menggunakan fourier transform infra red (FTIR) dan scanning electron microscope (SEM). Hasil evaluasi menunjukkan membran dapat menyerap air relatif cepat (5 menit) dan tidak terjadi peningkatan penyerapan air dengan meningkatnya waktu. Meningkatnya berat HA menyebabkan meningkatnya biodegradasi membran, sebaliknya kekuatan tarik dan elongasi dari membran menurun. Hasil analisis FTIR menunjukkan membran Kitosan-HA berikatan silang. Membran Kitosan-HA selayaknya dapat dipertimbangkan untuk digunakan sebagai membran GTR (Guided Tissue Regeneration) dalam bidang periodontal.

Kata kunci : GTR, Membran, Kitosan, Hidroksi apatit, Natrium sulfit

Synthesis and Characterization of the Chitosan (Cs)-Hydroxyapatite (Ha) Crosslinked Composite Membrane for Guided Tissue Regeneration (GTR)

In the preparation of biomaterials to be useful for guided tissue regeneration (GTR), the chitosan (CS)-hydroxyapatite (HA) crosslinked membrane has been synthesized and characterization its physico-chemical. HA with varying weight (2- 6 g) was mixed with 4% CS solution and processed to composite membrane, and then crosslinking with sodium sulfite (Na_2SO_3). Chemical structure and morphology of membranes were characterized using Fourier Transform Infra Red spectrophotometer (FTIR) and Scanning Electron Microscope (SEM) The results showed that the membrane capable to absorb water relatively fast (5 min) and stable with the increase of time. With increasing of HA content, the biodegradation of membranes increase. In contrast, the tensile strength and elongation at break of membranes decrease. FTIR spectra showed a crosslinking CS-HA membrane. The CS-HA composite membrane could be considered to be used as GTR (Guided Tissue Regeneration) membrane in periodontal.

Keywords : GTR, Membrane, Chitosan, Hydroxy apatite, Sodium sulfite

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0216 – 3188

Vol 28 No. 1 April 2013

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

UDC (OXDCF) 620

Rahardjo Binudi (Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI)

Konsep dan Aplikasi Simulator Tanur Putar

Metalurgi, Vol 28 No. 1 April 2013

Pengambilan sampel dari material untuk mengetahui kondisinya pada setiap posisi sepanjang tanur pada pengujian dalam operasi tanur putar (rotary kiln) sulit untuk dilakukan. Untuk mengatasinya telah dikembangkan konsep penggunaan simulator tanur putar dengan ukuran lebih kecil yang mengikuti prinsip fenomena perpindahan (transport phenomena) masa dan energi. Konsep penggunaan simulator tanur putar pada ukuran yang lebih kecil (percobaan laboratorium) diharapkan dapat mengamati kejadian seperti pada operasi tanur putar sebenarnya. Pengamatan hasil proses pemanasan suhu tinggi terhadap material seperti tingkat reduksi, metalisasi, bentuk dan ukuran metalisasi, jenis slag yang disebabkan oleh perubahan parameter-parameter seperti kecepatan putar, laju material masuk, temperatur operasi, laju gas pemanas dapat dipelajari lebih akurat dan lebih mudah. Simulator ini terdiri dari tiga komponen utama yaitu komponen pembakaran, komponen pemanas, dan komponen stack dan dilengkapi dengan tempat pengumpan bahan baku dan pengeluaran sampel, instrumentasi dan peralatan pengendalian

Kata kunci : Simulator, Tanur putar, Suhu tinggi, Komponen, Sampling material

The Concept and Application of Rotary Kiln Simulator

The sampling of the material to know it condition at any position along of the rotary kiln during operation is difficult to carry out. To overcome the concept for using such like small size (laboratory scale) which basis on mass and energy transport phenomena have been developed.. The concept of the use of rotary kiln simulator on the smaller size (laboratory experiments) are expected to observe the event as the actual rotary kiln operation. Observation of high temperature heating process results against such material, the level of reduction, metallized, metallized shapes and sizes, types of slag caused by changing parameters such as rotation speed, rate of incoming material, operating temperature, the rate of gas heaters can be studied more accurately and more easily . This simulator consists of three main components, namely combustion components, component heaters, and stack components and equipped with a feeder of raw materials and expenses sample, instrumentation and control equipment.

Keywords : Simulator, Rotary kiln, High temperature, Component, Material sampling

SIFAT MAGNET BARIUM HEKSAFERIT $BaO.6Fe_2O_3$ HASIL SINTESIS DENGAN METODA KIMIA BASAH

Didin S. Winatapura, Sari H. Dewi, Yustinus P dan Ridwan

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir, Badan Tenaga Nuklir Nasional

Gedung 41, Kawasan Puspiptek Serpong, 15314

E-mail : didinsw@batan.go.id

Masuk tanggal : 19-12-2012, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

SIFAT MAGNET BARIUM HEKSAFERIT $BaO.6Fe_2O_3$ HASIL SINTESIS DENGAN METODA KIMIA BASAH. Barium heksaferit, $BaO.6Fe_2O_3$ telah berhasil disintesis dengan metoda kimia basah, yaitu metoda ko-presipitasi dan *mikro-emulsi*. Prekursor sampel kemudian disinter pada $900\text{ }^\circ\text{C}$ dan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 jam. Pengamatan struktur bahan dilakukan dengan beberapa peralatan, seperti teknik difraktometer sinar-x (XRD), *transmission electron microscope* (TEM), *vibrating sample magnetometer* (VSM), *differential thermal analysis* (DTA dan TGA). Hasil pengamatan menunjukkan bahwa koersivitas intrinsik $BaO.6Fe_2O_3$ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi diperoleh sekitar 5,36 kOe, lebih besar bila dibandingkan dengan koersivitas $BaO.6Fe_2O_3$ hasil sintesis dengan metoda *mikro-emulsi* yang hanya 3,89 kOe. Koersivitas magnet yang tinggi ini erat terkait dengan ukuran partikel $BaO.6Fe_2O_3$ yang sangat halus dengan kandungan fasa impuritas rendah. Hasil ini didukung oleh pengamatan dengan TEM yang memperlihatkan bahwa ukuran partikel $BaO.6Fe_2O_3$ hasil ko-presipitasi diperoleh antara 50 - 200 nm.

Kata kunci : Barium heksaferit, Kimia basah, Koersivitas, Impuritas, Sintering

Abstract

BARIUM HEXAFERRITE $BaO.6Fe_2O_3$ MAGNETIC PROPERTIES SYNTHESIZED WITH A WET CHEMICALS METHOD. Barium heksaferit, $BaO.6Fe_2O_3$ has been successfully synthesized by a wet chemical method, namely co-precipitation and micro-emulsion method. Precursor samples were then sintered at $900\text{ }^\circ\text{C}$ and $1000\text{ }^\circ\text{C}$ for 3 hours in air environment. Observations were conducted with some equipment, such as x-ray diffraction techniques (XRD), transmission electron microscope (TEM), vibrating sample magnetometer (VSM), thermogravimetric and differential thermal analysis (DTA and TGA). The results showed that the intrinsic coercivity of $BaO.6Fe_2O_3$ synthesized with co-precipitation method was obtained of about 5.36 kOe, larger than the coercivity of $BaO.6Fe_2O_3$ synthesized with micro-emulsion method which is only 3.89 kOe. High magnetic coercivity is closely related to particle size of $BaO.6Fe_2O_3$ was very smooth with a low content of impurity phase. This result was supported by TEM observation showing that the particle size of $BaO.6Fe_2O_3$ obtained by co-precipitation gained between 50-200 nm.

Key words : Barium hexaferrite, Wet chemicals, Coercivity, Impurity, Sintering

PENDAHULUAN

Bahan magnet permanen berperan penting dalam penggunaan divais untuk penyimpan energi di dalam medan magnet statik. Ferit merupakan kelompok bahan keramik yang banyak dipakai dalam industri karena harganya relatif tidak mahal, stabilitas kimia sangat baik dan mudah dibuat. Ferit heksagonal, dengan

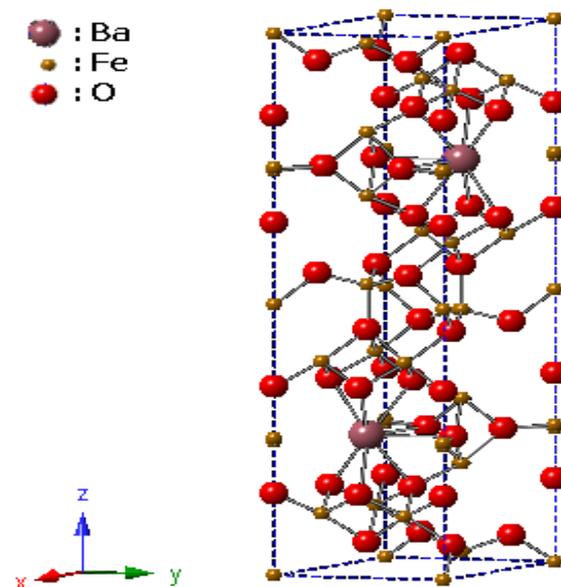
rumus kimia $MFe_{12}O_{19}$ (M = Ba, Sr dan/atau Pb) adalah bahan magnet ferit atau heksaferit tipe-M yang termasuk ke dalam kelompok senyawa magnet. Bahan magnet ferit heksagonal ini memiliki resistivitas, anisotropi magneto-kristalin dan magnetisasi tinggi, kehilangan dielektrik rendah dan stabilitas temperatur di atas temperatur Curie baik^[1].

Salah satu contoh bahan heksaferit tipe-M adalah barium (Ba) heksaferit, dengan rumus kimia $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ atau $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$. Bahan $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ini secara luas banyak digunakan dalam divais gelombang mikro (*microwave*), magnet permanen, media perekaman magnet-optik dan magnet kerapatan tinggi serta divais untuk pemakaian telekomunikasi^[2]. Barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) memiliki sel satuan heksagonal kompleks dan termasuk dalam struktur magnetoplumbit. Struktur magnetoplumbit adalah jenis $\text{A}^{2+}\text{O}1.6\text{B}_2^{3+}\text{O}_3$. Susunan ion 12 Fe^{3+} dalam sel satuan adalah sebagai berikut: dua ion dalam tempat tetrahedral (empat ion O^{2-} tetangga terdekat), sembilan ion dalam tempat oktahedral (enam ion O^{2-} tetangga terdekat) dan satu ion dalam tempat heksagonal (lima ion O^{2-} tetangga terdekat), seperti diperlihatkan pada Gambar 1^[1].

Sifat magnet heksaferit yang dihasilkan dengan metoda klasik atau konvensional melalui metode pencampuran oksida besi (Fe_2O_3) dan barium karbonat (BaCO_3) dengan proses *milling* membutuhkan temperatur kalsinasi yang tinggi. Proses *milling* bertujuan menurunkan ukuran partikel dari *multi-domain* menjadi *single-domain*, namun seringkali menghasilkan campuran yang non-homogen pada skala mikroskopis, sedangkan proses kalsinasi pada temperatur tinggi mendorong terjadinya pertumbuhan partikel, sehingga cenderung menurunkan sifat magnet bahan. Pada akhirnya, sifat magnet bahan yang optimal akan sangat sulit dicapai.

Sedangkan untuk keperluan aplikasi dalam industri, dipersyaratkan bahan magnet memiliki energi produk maksimum $(\text{BH})_{\text{maks}}$ yang optimal. Hal ini dapat dicapai apabila bahan memiliki homogenitas dan kemurnian tinggi serta ukuran serbuk yang halus dalam skala nano-meter^[3]. Berbagai metoda kimia basah telah banyak dilakukan oleh para peneliti bidang magnet untuk preparasi partikel heksaferit, seperti metoda *chemically derived citrate precursor*,

stearic acid sol-gel dan *inorganic sol-gel*^[4-6]. Metoda ko-presipitasi merupakan salah satu metoda kimia basah yang lazim dan banyak dilakukan untuk mendapatkan suatu sistem serbuk prekursor bahan heksaferit dalam skala besar dengan sifat magnetik yang optimal.



Gambar 1. Struktur kristal $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$

Pada penelitian terdahulu telah berhasil disintesis $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dan $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ heksaferit menggunakan larutan pengendap tetrametil-ammonium hidroksida, TMOH 1-M dengan larutan akhir prekursor diperoleh $\text{pH} = 12$ dan menghasilkan sifat magnet, baik koersivitas maupun remanen magnet yang tinggi^[7-8]. Dalam penelitian ini, proses sintesis dilakukan menggunakan metoda dan larutan pengendap yang sama, yaitu metoda ko-presipitasi dan larutan pengendap TMOH, namun larutan akhir prekursor diatur hingga $\text{pH} = 10$. Sebagai pembandingan juga dilakukan sintesis bahan $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ heksaferit dengan proses *mikro-emulsi* menggunakan getaran ultrasonik frekuensi tinggi, 26 kHz.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan serbuk partikel bahan $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ heksaferit yang homogen, halus berukuran nano-meter, sehingga

memiliki sifat magnet baik koersivitas maupun remanen magnet yang tinggi. Untuk mencapai tujuan tersebut dipelajari dua metoda, yaitu ko-presipitasi dan mikro-emulsi serta menggunakan *precipitating reagent* dari bahan organik, seperti tetrametil-ammonium hidroksida (TMOH) dan *cetyltrimethyl-ammonium bromide* (CTAB) dengan memperhatikan parameter yang mempengaruhinya. Hasil sintesis dengan kedua metoda tersebut kemudian dikarakterisasi menggunakan teknik XRD, VSM, TEM, DTA dan TGA.

PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan kimia yang digunakan dalam metoda sintesis ini adalah bahan serbuk nitrat berkualitas tinggi (99,5%) dari katalog Merck yaitu $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, larutan NaOH 1-M, larutan Na_2CO_3 1-M, *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB), tetrametil-ammonium hidroksida (TMOH) ($\text{C}_4\text{H}_{13}\text{NO}$) 1-M, 1-butanol ($(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OH})$) dan n-oktan.

Metoda ko-presipitasi dan mikro-emulsi dilakukan untuk preparasi prekursor Barium (Ba) heksaferit atau $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$. Sebelum sintesis, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3/\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ dengan perbandingan molar 10/1,2 dilarutkan terlebih dahulu di dalam 30 ml air de-ionisasi.

Metoda Ko-Presipitasi

Proses presipitasi prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dilakukan dengan cara menambahkan (titrasi) larutan pengendap TMOH 1-M kedalam larutan Fe/Ba nitrat secara perlahan-lahan (10 ml/menit) sambil dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* pada suhu sekitar 50°C dan dialiri tekanan udara. Titrasi dihentikan sampai larutan prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ mencapai $\text{pH}=10$, namun pengadukan terus dilakukan sampai 3 jam dan dibiarkan selama 24 jam. Selama proses presipitasi, reaksi antara logam Ba^{2+} dan Fe^{3+} hidroksida dengan TMOH $(\text{CH}_3)_4\text{NO}$ menghasilkan prekursor Ba heksaferit

dengan $38(\text{CH}_3)_4\text{N}$ dan air, yang telah diuraikan dalam makalah terdahulu^[9-10]. Larutan prekursor kemudian dipisahkan dan dicuci beberapa kali dengan air demineralisasi hingga mencapai pH normal.

Proses Mikro-Emulsi

Proses mikro-emulsi yang dilakukan dalam penelitian ini menggunakan bantuan getaran ultrasonik untuk menghasilkan mikro-emulsi dilakukan dengan cara menambahkan 30 ml larutan Fe dan Ba nitrat, ke dalam campuran 8 gr CTAB, 10 ml (1-butanol) dan 90 ml (n-oktan)^[9] secara perlahan-lahan (10 ml/menit) sambil dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* sambil digetarkan dengan ultrasonik frekuensi tinggi, $f = 26 \text{ kHz}$ (*Sonic-vibra cell*) selama 60 menit dan menghasilkan emulsi.

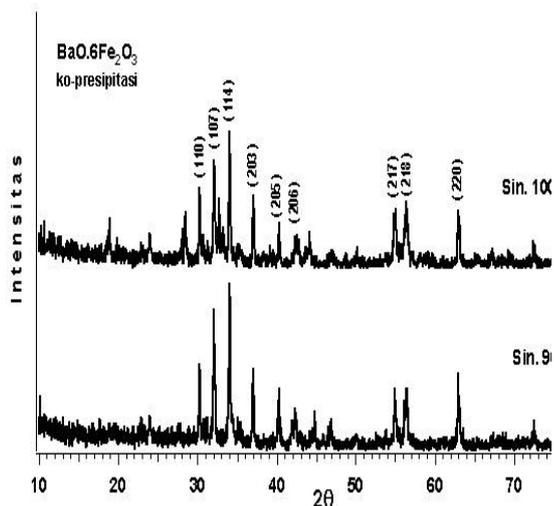
Prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ hasil proses mikro-emulsi ini dititrasi dengan larutan pengendap yang terdiri dari campuran larutan NaOH dan Na_2CO_3 masing-masing 1-M dengan perbandingan 5:1, ke dalam emulsi secara perlahan-lahan (10 ml/menit) sambil dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* sambil digetarkan dengan ultrasonik frekuensi tinggi, $f = 26 \text{ kHz}$, hingga larutan prekursor mencapai $\text{pH} = 10$. Untuk mencegah peningkatan suhu yang tinggi, proses *mikro-emulsi* dilakukan dilingkungan suhu es sehingga rentang suhu prekursor berkisar antara $40-60^\circ\text{C}$. Prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ hasil proses kemudian dicuci di dalam campuran air suling dan etanol (1:1) hingga prekursor mencapai pH netral.

Prekursor hasil sintesis dengan metoda *mikro-emulsi* dan ko-presipitasi dikeringkan dan diikuti dengan proses *sintering* pada temperatur 900°C dan 1000°C selama 3 jam, dengan kenaikan/penurunan temperatur 10°C /menit. Cuplikan hasil preparasi dengan metoda ko-presipitasi diberi nama KP-900 dan KP-1000, sedang cuplikan hasil preparasi dengan metoda mikro-emulsi

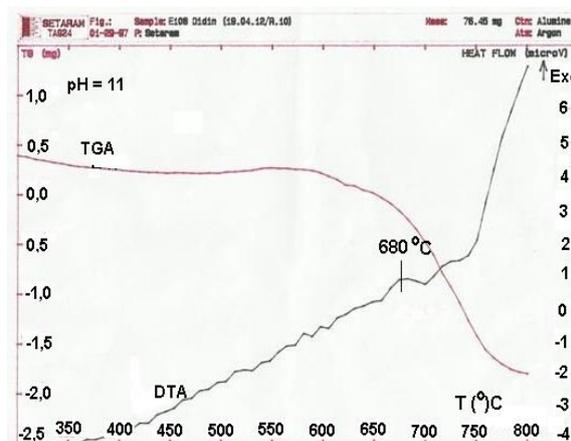
diberi nama ME-900 dan ME-1000. Beberapa peralatan yang digunakan untuk karakterisasi adalah teknik XRD (Philips – tipe PW 1710), VSM (Oxford 1,2T), DTA/TGA dan TEM (JEOL- JM 4600).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 2, dapat dilihat pola difraksi sinar-x serbuk BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi setelah *sintering* 900 °C dan 1000 °C. Berdasarkan pola difraksi sinar-x BaO.6Fe₂O₃ heksaferit pada Gambar 2 menunjukkan bahwa pola difraksi yang tajam mencerminkan bahan telah membentuk kristal dengan sempurna dan memperlihatkan pola difraksi *single phase*. Hal ini dicirikan oleh adanya bidang kristal (110), (107), (114), (203), (205), (206), (217), (218) dan (220) masing-masing terletak pada sudut 2θ ≈ 30, 32, 34, 37, 40, 42, 55, 57 dan 63°.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-x BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi setelah *sintering* 900 °C dan 1000 °C selama 3 jam



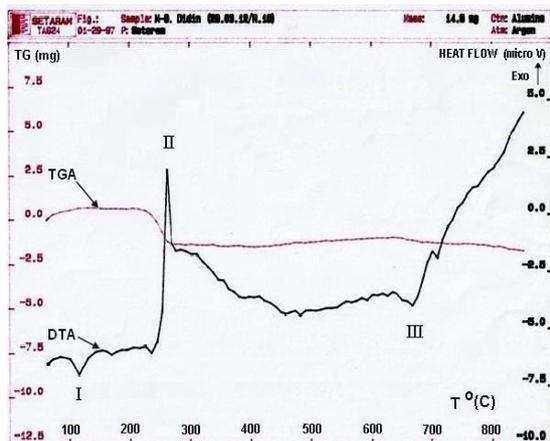
Gambar 3. Kurva DTA/TGA dari prekursor BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi

Untuk menentukan stabilitas termal bahan BaO.6Fe₂O₃ heksaferit, telah dilakukan pengukuran dengan DTA/TGA, seperti dapat dilihat pada Gambar 3. Dari data kurva TGA pada Gambar 3, terlihat *weight loss* (pengurangan berat) yang cukup signifikan mulai dari temperatur 600 sampai 800 °C, namun setelah kurva terlihat mendatar. Hal ini dicirikan oleh kurva DTA sebagai puncak eksotermik pada temperatur sekitar 680 °C yang menunjukkan proses konversi dari prekursor menjadi fasa Ba heksaferit. Penurunan kurva TGA pada kondisi ini disebabkan oleh terjadinya proses pelepasan energi (eksoterm) yang cukup signifikan dengan menurunkan berat sampel hingga hampir 2 mg. Di atas temperatur 800 °C tampak kurva TGA memperlihatkan garis hampir lurus yang memperlihatkan stabilitas termal bahan baik.

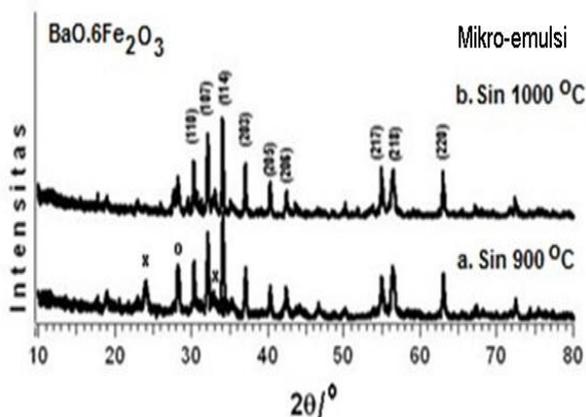
Kurva DTA/TGA dari prekursor BaO.6Fe₂O₃ yang disintesis dengan metoda mikro-emulsi menggunakan pelarut organik, seperti CTAB sebagai surfaktan, 1-butanol sebagai ko-surfaktan dan n-oktan sebagai *continous oil phase* ditunjukkan pada Gambar 4. Berdasarkan plot kurva TGA pada Gambar 4, terlihat kandungan pelarut organik masih tersisa di dalam prekursor meskipun telah dilakukan pemisahan dan pencucian. Hal ini ditunjukkan oleh puncak eksotermik pada

puncak 253°. Puncak eksotermik pada puncak 253° tersebut mencirikan terurainya sisa-sisa pelarut organik, diikuti proses pelepasan panas yang disertai dengan penurunan berat sampel sekitar 1 mg.

Penurunan berat kedua pada kurva TGA terjadi cukup rendah hanya sekitar 0,25 mg, berawal dari temperatur sekitar 650 °C sampai temperatur lebih tinggi dari 800 °C, lihat Gambar 4. Pada kondisi penurunan berat kedua ini sangat erat terkait dengan proses transisi fasa dari prekursor ke fasa Ba heksaferit, yang ditandai oleh plot kurva DTA dengan sebuah puncak endotermik pada temperatur 670 °C. Penurunan berat ini merupakan proses penyerapan panas untuk mengubah prekursor menjadi fasa Ba heksaferit.



Gambar 4. Kurva DTA/TGA dari prekursor BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi



Gambar 5. Pola difraksi sinar-x BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi setelah *sintering* 900 °C dan 1000 °C selama 3 jam

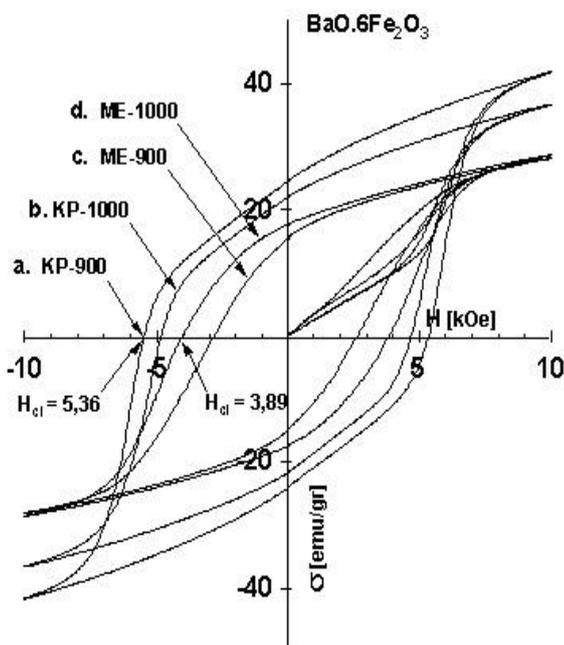
Pada Gambar 5 dapat dilihat pola difraksi sinar-x BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi setelah *sintering* 900 °C dan 1000 °C. Dari data pola difraksi sinar-x pada Gambar 5 profil a, tampak jelas bahwa selain fasa BaO.6Fe₂O₃ heksaferit, juga terbentuk fasa impuritas non-magnetik pada sudut 2θ = 23 dan 33°, yaitu fasa hematite α-Fe₂O₃ (tanda x) dan 2θ = 28°, yaitu fasa mono-ferit BaFe₂O₄ (tanda o). Kandungan impuritas-non magnetik sedikit berkurang dengan kenaikan temperatur *sintering* 1000 °C. Ini menunjukkan bahwa pada temperatur *sintering* 1000 °C fasa BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi lebih murni. Dari hasil pengujian ini menunjukkan bahwa bahan BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi pada temperature 900 °C telah memiliki stabilitas termal baik, sedangkan BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan mikro-emulsi memiliki stabilitas termal yang baik pada temperatur 1000 °C.

BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi memperlihatkan pola difraksi *single phase* setelah *sintering* 900 °C, lihat Gambar 2. Koersivitas magnet bahan yang tinggi dapat dicapai jika kristalit yang diperoleh sangat halus mendekati *domain* tunggal (*single domain*). Hal ini diperlihatkan oleh hasil pengukuran sifat magnet BaO.6Fe₂O₃ heksaferit yang disintesis dengan metoda ko-presipitasi menggunakan VSM, lihat Gambar 6 profil a dan b.

Sebaliknya, BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi masih memiliki kandungan fasa impuritas non-magnetik yang tinggi, lihat Gambar 5. Fasa impuritas non-magnetik, seperti α-Fe₂O₃ dan BaFe₂O₄ merupakan fasa *intermediate* yang bersifat anti-feromagnetik. Kandungan fasa impuritas non-magnetik di dalam bahan heksaferit dalam jumlah cukup besar dapat menyusutkan sifat magnet baik koersivitas maupun magnet remanen, sehingga sifat bahan yang optimal akan sulit dicapai. Hal

ini dapat dilihat dari kurva histerisis hasil pengukuran dengan VSM pada Gambar 6 profil c dan d.

Gambar 6 menunjukkan kurva histerisis bahan magnet BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi dan mikro-emulsi setelah *sintering* 900 °C dan 1000 °C . Berdasarkan kurva histerisis pada Gambar 5 profil a terlihat bahwa koersivitas magnet BaO.6Fe₂O₃ setelah *sintering* 900 °C dicapai H_{ci} ≈ 5,36 kOe, sedikit lebih besar bila dibandingkan dengan hasil yang telah dicapai sebelumnya^[7]. Lebih seksama perhatikan Gambar 6 profil b, tampak bahwa koersivitas magnet cenderung turun dengan kenaikan temperatur *sintering* 1000 °C menjadi H_{ci} ≈ 4,72 kOe. Turunnya koersivitas magnet tersebut terkait erat dengan proses pertumbuhan partikel^[11-12].

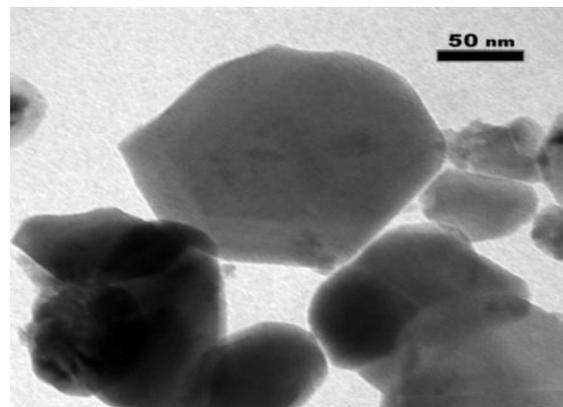


Gambar 6. Kurva histeresis magnet BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi (profil a dan b) dan metoda mikro-emulsi (profil c dan d), setelah *sintering* 900 °C dan 1000 °C selama 3 jam

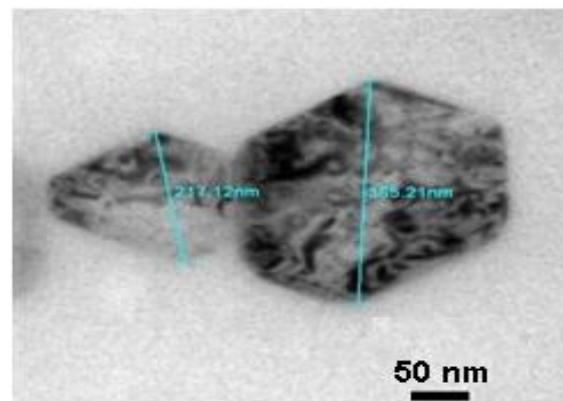
Sebaliknya, koersivitas magnet BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi setelah *sintering* 900 °C hanya diperoleh H_{ci} ≈ 2,66 kOe dan H_{ci} ≈ 3,89 kOe setelah

sintering 1000 °C , lihat Gambar 6 profil c dan d. Dengan demikian tampak jelas bahwa koersivitas magnet BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi lebih tinggi bila dibandingkan dengan BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi.

Pada Gambar 7 diperlihatkan morfologi BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi dan mikro-emulsi setelah *sintering* 900 °C . Dari hasil pengamatan dengan TEM pada Gambar 7, menunjukkan bahwa ukuran partikel BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi dengan larutan TMOH, setelah *sintering* 900 °C antara 50 – 200 nm, sedangkan partikel BaO.6Fe₂O₃ yang diperoleh dengan metoda mikro-emulsi berukuran antara 200-400 nm.



a



b

Gambar 7. Bright field image TEM partikel BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda a). ko-presipitasi dan b). mikro-emulsi setelah *sintering* 900 °C dan 1000 °C selama 3 jam

Tabel 1. Sifat magnet BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi mikro-emulsi hasil pengukuran dengan VSM

Sintering (°C)	Sintesis			Fasa Organik	H _{ci} (kOe)	σ _r (emu/g)
	Metoda	Reagen pengendap	pH			
900	Ko-presipitasi	TMOH	10	-	5,36	23,96
1000					4,72	21,58
	Mikro-emulsi	NaOH-Na ₂ CO ₃	10	CTAB		
900				1-butanol	2,66	14,84
1000				n-oktan	3,89	17,41

Berdasarkan hasil pengamatan dengan TEM pada Gambar 7a memperlihatkan bahwa partikel BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi menggunakan *precipitating reagent* TMOH memperoleh ukuran partikel relatif lebih kecil, bila dibandingkan dengan ukuran partikel hasil dari metoda mikro-emulsi menggunakan campuran reagen pengendap NaOH dan Na₂CO₃ pada Gambar 7b.

Rendahnya sifat magnetik bahan BaO.6Fe₂O₃ heksaferit hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi antara lain terkait erat dengan ukuran partikel dan kandungan fasa impuritas non-magnetik yang tinggi. Fasa impuritas non-magnetik merupakan fasa yang bersifat anti-feromagnetik yang dapat menurunkan sifat magnetik baik koersivitas maupun remanen magnet bahan sifat magnetik yang optimal sulit untuk dicapai. Berdasarkan hasil penelitian ini tampak jelas bahwa koersivitas magnet sangat bergantung pada ukuran partikel. Semakin halus ukuran partikel bahan, maka koersivitas magnet yang diperoleh akan semakin tinggi^[13], seperti ditunjukkan dari hasil pengamatan dengan TEM pada Gambar 7.

KESIMPULAN

Bahan magnet Barium (Ba) heksaferit dengan rumus kimia BaO.6Fe₂O₃ telah berhasil disintesis dengan metoda ko-presipitasi dan metoda mikro-emulsi masing-masing menggunakan reagen

pengendap TMOH dan NaOH/Na₂CO₃. Hasil pengukuran dengan VSM menunjukkan bahwa bahan BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda ko-presipitasi memiliki sifat magnet yang tinggi, dengan H_{ci} ≈ 5,36 kOe dan σ_r ≈ 23,96. Hasil yang diperoleh ini lebih tinggi bila dibandingkan dengan sifat magnetik bahan BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi yang hanya H_{ci} ≈ 3,89 kOe dan σ_r ≈ 17,41emu/gr. Sifat magnetik yang tinggi ini terkait erat dengan ukuran partikel yang sangat halus sekitar 50-200 nm, sedangkan rendahnya sifat magnet BaO.6Fe₂O₃ hasil sintesis dengan metoda mikro-emulsi disebabkan oleh karena ukuran partikel lebih besar dari 200 nm dan masih tingginya kandungan fasa impuritas non-magnetik seperti fasa *intermediate* monoforit (BaFe₂O₄) dan fasa *hematite* (α-Fe₂O₃) yang bersifat anti-feromagnetik, sehingga sifat bahan magnet yang optimal sulit dicapai.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala PTBIN – BATAN beserta seluruh staf Bag. TU, Ka. BKAN – PTBIN, sdr. Eko Y, Dra. Mujamilah M.Sc dan Sugik S. serta rekan-rekan peneliti BKAN yang telah membantu kelancaran proyek penelitian ini. Penelitian ini didanai atas kerjasama antara Proyek Insentif Riset dari Kementrian Negara Riset dan Teknologi dengan BATAN Tahun 2011.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Mohsen Q. 2010. „Factor Affecting the Synthesis and Formation of Single Phase Barium Hexaferrite by a Technique of Oxalate Precursor”. *American Journal of Applied Science*: 7 , 914-921.
- [2] Hsing I. Hsiang and Ren-Qian Yao. 2007. „Hexagonal Ferrite Powder Synthesis Using Chemical Co-precipitation”. *Materials Chemistry and Physics*.: 104, 1-4.

- [3] Doroftei C, Rezlescu E, Popa P. D and Rezlescu N. 2006. „The Influence of the Technological Factors on Strontium Hexaferrites with Lanthanum Substitution Prepared by Self-combustion Method”. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.*: 8, 1023 – 1027.
- [4] Huang J, Zhuang H and Lie W. 2003. „Synthesis and Magnetic Properties of Nanocrystalline BaCaFe₁₂O₁₉ Prepared by Citrate Sol-gel Method”. *J. Magn. Magn. Mater.*: 256, 290.
- [5] Sudakar C, Subhanna G. N and Kutty T. R. N. 2004. „Nanoparticle Composite Having Structural Intergrowths and Spinel Ferrites Prepared by Sol-gel-to-Crystalite Conversion and Their Magnetic Properties”. *J. Magn. Magn. Mater.*: 268, 75-88.
- [6] Zhang H, Li L, Zhou J and Yue Z. 2001. *Crystallographic and Magnetic Properties of Sr-Ba Hexaferrite Prepared by Sol-gel Method*, *J. Eur. Ceram. Soc.*: 21, 149.
- [7] Ridwan dan Didin S. Winatapura. 2012. „Karakterisasi SrO.6Fe₂O₃ Koersivitas Tinggi Hasil Sintesis dengan Metoda Kimia Basah”. *Jurnal Sains Materi Indonesia.*: 13, 141-145.
- [8] Didin S. W, Deswita, M. Toifur dan Ridwan. 2012. *Pengaruh pH Prekursor Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Magnet Barium Heksaferit, BaO.6Fe₂O₃*, Dipresentasikan pada Pertemuan Ilmiah Iptek Bahan, Serpong.
- [9] Didin S. W, E. Sukirman dan Ridwan. 2011. „Magnetisasi dan Koersivitas BaFe₁₂O₁₉ Hasil Sintesis dengan Metoda Ko-presipitasi”. *Jurnal Sains Materi Indonesia.*: 13, 39-43.
- [10] Popa P. D, Rezlescu E, Doroftei C, , and Rezlescu N. 2005.„Influence of Calcium on Properties of Strontium and Barium Ferrites for Magentic Media Prepared by Combustion” *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.*: 7, 1553 - 1556
- [11] Jotania R. B, Khomane R. B, Cauhan C. C dan Kulkarni B. B. 2009. *Physical and Magnetic Properties of Barium Calcium Hexaferrite Nanoparticles Synthesized by Water-in-oil-Reverese Micelle and Co-precipitation Techniques*. *J. Sci. Res.*: 1, 1-13.
- [12] Drmota A, Žnidarsic A dan Kosaka. 2010.„Synthesis of Strontium Hexaferrite nanoparticle Prepared Using Co-precipitation Method and Microemulsion Processing”. *Journal of Physics.*: Conference Series 200, 082005.
- [13] Janasi S. R, Rodrigues D, Emura E and Landgraf F. J. G. 2001. *Barium Ferrite Powder Obtained by Co-precipitation*. *Phys. Stat. Sol (a)*: 185, page 478-485.

RIWAYAT PENULIS

Didin Sahidin Winatapura, Lulus Sarjana Universitas Padjadjaran - Bandung tahun 1987. Bekerja sebagai peneliti di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN.

PENGARUH PENAMBAHAN KARBON AKTIF PADA STRUKTUR KRISTAL DAN MAGNETISASI PARTIKEL NANO Fe₃O₄

Siti Wardiyati dan E.Sukirman
BKAN, PTBIN-BATAN

Gedung 41, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan 15314
E-mail : siti-war@batan.go.id

Masuk tanggal : 19-12-2012, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

PENGARUH PENAMBAHAN KARBON AKTIF PADA STRUKTUR KRISTAL DAN MAGNETISASI PARTIKEL NANO Fe₃O₄. Pengaruh penambahan karbon aktif (C) pada struktur kristal dan magnetisasi partikel nano Fe₃O₄ sebagai bahan adsorben telah diteliti. Cuplikan partikel nano Fe₃O₄ disintesis dengan metoda ko-presipitasi. Disiapkan cuplikan Fe₃O₄ murni (FeM) dan cuplikan Fe₃O₄ dengan penambahan C, dimana perbandingan berat prekursor Fe₃O₄ terhadap C divariasikan. Variasi perbandingan berat Fe₃O₄ terhadap C adalah 1:1, 1:2 dan 1:3, selanjutnya cuplikan disebut berturut-turut FeC11, FeC12 dan FeC13. Cuplikan dikarakterisasi dengan XRD (*x-ray diffraction*), VSM (*vibrating sample magnetometer*) dan TEM (*transmission electron microscope*). Hasil analisis data difraksi sinar-x dengan metoda Rietveld menunjukkan bahwa parameter kisi Fe₃O₄ pada FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13 berturut-turut adalah $a = b = c = 8,390(3) \text{ \AA}$; $a = b = c = 8,433(4) \text{ \AA}$; $a = b = c = 8,43(1) \text{ \AA}$ dan $a = b = c = 8,434(5) \text{ \AA}$. Kurva magnetisasi dari FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13 masing-masing menampilkan sifat superparamagnetik. Harga magnetisasi, M_s cuplikan FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13 berturut-turut adalah 60, 30, 20 dan 15 emu/g. Semakin banyak C ditambahkan, parameter kisi Fe₃O₄ bertambah panjang. Ini berarti sebagian C masuk ke dalam sistem kristal Fe₃O₄ secara interstisi. Semakin banyak atom C di posisi interstisi antara Fe dan Fe, harga magnetisasi Fe₃O₄ terus menyusut. Cuplikan FeC12 memiliki ukuran kristalit magnetite terkecil atau luas permukaan yang paling besar. Sehingga memungkinkan memiliki kapasitas adsorpsi yang paling besar.

Kata kunci : Partikel nano Fe₃O₄, Struktur kristal, Magnetisasi, Penambahan karbon

Abstract

ADDITION EFFECT OF ACTIVE CARBON ON CRYSTAL STRUCTURE AND MAGNETIZATION OF Fe₃O₄ NANOPARTICLES. The addition effect of Carbon active (C) on crystal structure and magnetization of Fe₃O₄ nanoparticles as adsorbent have been studied. The samples of Fe₃O₄ nanoparticles have been synthesized by coprecipitation method. It were prepared Fe₃O₄ samples without and with the addition of C. The sample without C addition is called FeM, and the weight ratio of Fe₃O₄ precursors to C were varied. The Fe₃O₄ weight ratio to C is 1:1, 1:2 and 1:3, hereinafter called FeC11, FeC12 and FeC13, respectively. The samples were characterized by XRD (*x-ray diffraction*), VSM (*vibrating sample magnetometer*) and TEM (*transmission electron microscope*). The analysis results of x-ray diffraction data using the Rietveld method showed that the lattice parameters of Fe₃O₄ on FEM, FeC11, FeC12 and FeC13 are as follows: $a = b = c = 8.390 (3) \text{ \AA}$, $a = b = c = 8.433 (4) \text{ \AA}$, $a = b = c = 8.43 (1) \text{ \AA}$, and $a = b = c = 8.434 (5) \text{ \AA}$, respectively. Each magnetization curves of the FEM, FeC11, FeC12 and FeC13 show the super paramagnetic properties. The magnetization of FEM, FeC11, FeC12 and FeC13 are $M_s = 60, 30, 20$ and 15 emu/g , respectively. The more C added, the longer the Fe₃O₄ lattice parameter is. This means that some C entered into the crystal system of Fe₃O₄ as interstitial atoms. With growing number of C atoms in the interstitial positions between Fe and Fe, magnetization of Fe₃O₄ decreases. FeC12 sample has the smallest size of crystallites or the large surface area. So it may have the greatest adsorption capacity.

Keywords : Fe₃O₄ nanoparticle, Crystal structure, Magnetization, Carbon addition

PENDAHULUAN

Seiring dengan kemajuan teknologi nano di bidang kedokteran, elektronika dan proses produksi, tidak ketinggalan pula teknologi nano dalam bidang penanganan limbah. Ada beberapa cara penanganan limbah, salah satu diantaranya adalah teknologi separasi. Pada teknologi separasi diperlukan bahan absorben atau penyerap. Bahan penyerap yang umum digunakan pada proses pengolahan limbah adalah arang aktif, resin, zeolit, bentonit dan lain sebagainya. Ukuran bahan penyerap akan berpengaruh terhadap efisiensi penyerapan, semakin kecil ukuran, efisiensi penyerapan semakin meningkat^[1-2]. Oleh karena itu diperlukan proses penyerapan dengan bahan penyerap yang berukuran nano. Dewasa ini mulai dikembangkan bahan penyerap berukuran nano dengan tujuan untuk meningkatkan daya serap dari bahan tersebut sehingga diperoleh hasil yang optimal. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan studi tentang adsorpsi ion logam berat Pb^{2+} dan Ni^{2+} oleh nanopartikel γ - Fe_2O_3/Fe_3O_4 . Dari penelitian tersebut diperoleh hasil bahwa 50 ml larutan Pb dengan konsentrasi Pb 100 mg/L hampir 100 % diserap oleh 100 mg Fe_3O_4 , sedangkan untuk logam Ni pada kondisi yang sama, hanya dicapai efisiensi penyerapan sebesar 12,25%^[3]. Berdasarkan hasil penyerapan ion Ni oleh Fe_3O_4 yang masih sangat rendah, maka dilakukan penelitian lanjutan untuk meningkatkan daya serap Fe_3O_4 terhadap ion Ni dengan cara pembentukan komposit Fe_3O_4 dengan karbon aktif.

Digunakan karbon aktif sebagai bahan pembentuk komposit dikarenakan karbon aktif memiliki pori-pori yang sangat banyak sehingga luas permukaan besar, volume mikropori dan kapasitas adsorpsi sangat besar, serta laju kinetika adsorpsi sangat cepat. Bahan karbon aktif ini mudah diperoleh karena bahan ini dapat diproduksi dari berbagai bahan yang mengandung karbon, misalnya buangan pertanian seperti tempurung kelapa, bijih

kopi, kulit buah-buahan, serbuk gergaji, batu bara, tulang dan lain sebagainya^[4-5]. Pada pembuatan komposit Fe_3O_4 dengan karbon aktif dilakukan variasi perbandingan antara Fe_3O_4 dengan karbon aktif. Dari perbandingan yang diuji diperoleh perbandingan optimum antara Fe_3O_4 dengan karbon aktif dicapai pada perbandingan 1:2. Dengan pembentukan komposit tersebut diperoleh kenaikan efisiensi penyerapan Ni dari 12 % menjadi 78 %^[6]. Untuk mengetahui fenomena fisis apa yang terjadi pada komposit Fe_3O_4/C , sehingga bahan tersebut mengalami kenaikan daya serap yang cukup signifikan, maka dilakukan analisis hasil karakterisasi. Ada 3 jenis hasil karakterisasi yang dibahas yaitu XRD (*x-ray diffraction*), VSM (*vibrating sample magnetometer*) dan TEM (*transmission electron microscope*). Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan atom C pada pembentukan komposit Fe_3O_4 -karbon aktif terhadap struktur kristal dan sifat magnetisasinya.

PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan yang digunakan untuk pembuatan komposit Fe_3O_4 /karbon aktif adalah Fe_3O_4 , karbon aktif, $FeCl_3$ dan $FeCl_2$ yang direaksikan dengan NaOH. Bahan Fe_3O_4 , $FeCl_3$ dan $FeCl_2$ diperoleh dari Merck, sedangkan karbon aktif diperoleh dari Sigma Aldrich berupa serbuk dengan ukuran lebih kecil dari 100 μm . Bahan lain yang digunakan adalah gas nitrogen yang berfungsi untuk mencegah terjadinya oksidasi komposit Fe_3O_4 -karbon aktif yang dihasilkan, etanol, dan air de-mineral. Alat yang digunakan untuk pembentukan komposit Fe_3O_4 -karbon aktif adalah pengaduk *over head stirrer*, pompa peristaltik dan peralatan umum laboratorium.

Ditimbang karbon aktif sebanyak 0,5; 10,0; dan 15,0 gr, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker yang berukuran 1000 ml. Ke dalam gelas beker ditambahkan 500 ml air de-mineral dan diaduk sambil

dipanaskan hingga suhu 70 °C. Ke dalam gelas beker, kemudian dimasukkan FeCl₃.6H₂O dan FeCl₂.4H₂O berturut-turut sebanyak 6,75 dan 5,00 gr. Temperatur larutan dijaga tetap pada 70 °C. Selanjutnya dengan menggunakan pompa peristaltik, ditambahkan larutan basa sebanyak 200 ml secara perlahan-lahan (laju penambahan, 5 ml/menit). Larutan basa ini terdiri dari campuran NaOH (5N) dengan NH₄OH (10%), yang berfungsi sebagai reaktan.

Setelah kurang lebih 30 menit dari penambahan NaOH terakhir, reaksi pembentukan Fe₃O₄ sempurna. Hal ini terlihat dengan terbentuknya endapan berwarna hitam. Selanjutnya, endapan tersebut segera dipisahkan dan dicuci dengan air berulang kali hingga endapan menjadi netral dan pencucian terakhir dilakukan dengan ethanol.

Dalam penelitian ini, disiapkan cuplikan Fe₃O₄ murni (FeM) dan cuplikan Fe₃O₄ dengan penambahan C, dimana perbandingan berat prekursor Fe₃O₄ terhadap C divariasi. Variasi perbandingan berat Fe₃O₄ terhadap C adalah 1:1, 1:2 dan 1:3, selanjutnya cuplikan disebut berturut-turut FeC11, FeC12 dan FeC13. Selanjutnya komposit hasil sintesis dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu maksimal 70 °C. Cuplikan dikarakterisasi dengan XRD, VSM dan TEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi menggunakan XRD ditunjukkan pada Gambar 1. Dari data karakterisasi untuk masing komposit yaitu FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13 yang ditunjukkan pada Gambar 1 dianalisis dengan metoda Rietveld^[7]. Di dalam cuplikan FeM hanya ada fasa Fe₃O₄ (magnetit), sedangkan di dalam cuplikan FeC11, FeC12 dan FeC13 masing-masing ada dua fasa, yakni fasa magnetit dan karbon. Magnetit memiliki grup ruang Fd3m, No. 227 dan koordinat fraksi atom ditunjukkan pada Tabel 1^[8]. Fasa karbon

memiliki grup ruang P63/mmc, No. 194 dan koordinat fraksi atom ditunjukkan pada Tabel 2^[8]. Analisis data dilakukan dengan memasukan dua jenis *input*, yakni intensitas hasil observasi dan parameter yang dihaluskan. Parameter yang dihaluskan terdiri dari parameter global dan parameter yang bergantung fasa. Parameter global terdiri dari parameter untuk mengoreksi titik nol detektor (*Z*) dan parameter untuk menghitung cacahan latar belakang (*b*₁, *b*₂, *b*₃, ...*b*₁₂). Parameter yang bergantung fasa terdiri dari faktor skala (*s*), parameter orientasi *preferred* (*p*₁, *p*₂), parameter FWHM (*U*, *V*, *W*), parameter asimetris (*A*), parameter kisi (*a*, *b*, *c*, *α*, *β*, *γ*), koordinat fraksi (*x*_{*j*}, *y*_{*j*}, *z*_{*j*}), faktor hunian (*g*_{*j*}), parameter suhu *overall* (*Q*_{*j*}) dan parameter suhu isotropik (*B*_{*j*}).

Tabel 1. Parameter struktur (*g*_{*j*}, *x*_{*j*}, *y*_{*j*}, *z*_{*j*}) dari Fe₃O₄

Atom	Faktor hunian atom <i>g_j</i>	Koordinat fraksi atom		
		<i>x_j</i>	<i>y_j</i>	<i>z_j</i>
Fe ³⁺ (A)	1,0	0,0	0,0	0,0
Fe ³⁺ (B)	0,5	0,625	0,625	0,625
Fe ²⁺ (B)	0,5	0,625	0,625	0,625
O ²⁻	1,0	0,375	0,375	0,375

Tabel 2. Parameter struktur (*g*_{*j*}, *x*_{*j*}, *y*_{*j*}, *z*_{*j*}) dari C

Atom	Faktor hunian atom <i>g_j</i>	Koordinat fraksi atom		
		<i>x_j</i>	<i>y_j</i>	<i>z_j</i>
C(1)	1,0	0,0	0,0	0,25
C(2)	1,0	0,333	0,667	0,25

Penghalusan (*refinement*) parameter dilakukan secara berurutan sebagai berikut: parameter cacahan latar belakang, parameter FWHM, parameter kisi, faktor skala beserta parameter orientasi *preferred* dan kemudian seluruh parameter. Penghalusan (*refinement*) pola difraksi sinar-x dari keempat cuplikan dilakukan masing-masing sebanyak 20 iterasi. Hasil analisis ditunjukkan pada Gambar 1 dan Tabel 3.

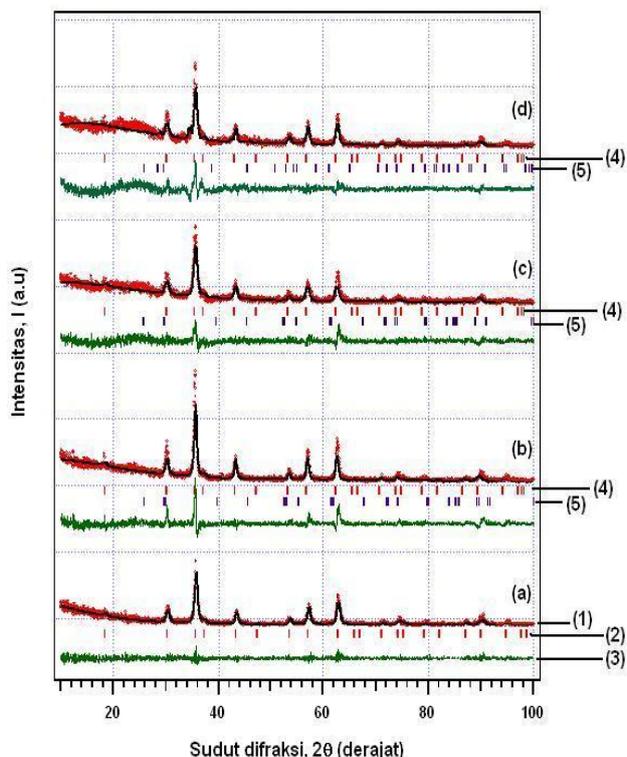
Gambar 1a adalah profil pola difraksi hasil penghalusan pada cuplikan magnetite murni (FeM). Profil hasil observasi

ditunjukkan dengan data titik-titik (*dotted line*) dan profil hasil kalkulasi digambarkan dengan garis malar (*solid line*); garis-garis pendek vertikal menunjukkan posisi puncak-puncak Bragg. Di bawah garis-garis pendek vertikal adalah profil deviasi antara harga intensitas hasil observasi dan kalkulasi.

Hampir seluruh profil pola difraksi hasil kalkulasi berimpit dengan profil hasil observasi. Parameter kisi dan koordinat fraksi atom dapat dihaluskan hingga ketelitian tiga angka di belakang koma. Faktor hunian atom, jika dihaluskan harganya menjadi lebih besar dari 1,0. Oleh karena itu, parameter ini dibuat tetap pada harga maksimum, yakni untuk $\text{Fe}^{3+}(\text{A})$, $\text{Fe}^{3+}(\text{B})$, $\text{Fe}^{2+}(\text{B})$, dan O^{2-} berturut-turut adalah 1,0; 0,5; 0,5; dan 1,0. *The goodness of fitting*, yang biasa disebut faktor S dari cuplikan FeM adalah 1,057; faktor S ini lebih kecil dari harga standar yang disyaratkan, yakni $S = 1,3$.

Keterangan Gambar 1 :

- (1) Profil hasil observasi ditunjukkan dengan data titik-titik (*dotted line*), tampak profil dengan warna merah dan profil hasil kalkulasi digambarkan dengan garis malar (*solid line*), tampak profil dengan warna hitam.
- (2) Garis-garis pendek vertikal menunjukkan posisi puncak-puncak Bragg untuk fasa Fe_3O_4 .
- (3) Profil deviasi (selisih) antara harga intensitas hasil observasi dan kalkulasi.
- (4) Garis-garis pendek vertikal menunjukkan posisi puncak-puncak Bragg untuk fasa Fe_3O_4 .
- (5) Garis-garis pendek vertikal menunjukkan posisi puncak-puncak Bragg untuk fasa C.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-x dari cuplikan (a) FeM, (b) FeC11, (c) FeC12 dan (d) FeC13 hasil analisis dengan metode Rietveld

Gambar 1b, 1c, dan 1d berturut-turut adalah profil pola difraksi hasil penghalusan pada cuplikan FeC11, FeC12, dan FeC13. Tampak bahwa kualitas *fitting* pada ketiga gambar tersebut, tidak sebaik pada Gambar 1a. Ini menunjukkan bahwa penambahan karbon telah menyebabkan distorsi kisi kristal magnetit. Dimana, atom-atom karbon (jari-jari, $r = 0,071$ nm), dimungkinkan memasuki celah-celah antara atom-atom besi (jari-jari, $r = 0,124$ nm), sehingga keteraturan jangkauan panjang (*long-range order*) dari atom-atom besi di dalam sistem kristal magnetit terganggu. Jika atom-atom penghambur tidak tersusun teratur dan periodik, maka sinar-sinar yang dihamburkan olehnya akan memiliki hubungan fasa yang acak (*random*) satu sama lain. Dengan kata lain beda fasa diantara setiap sinar yang terhambur kemungkinan berada diantara $0-1\lambda$. Sehingga tidak terjadi interferensi konstruktif ataupun destruktif, melainkan hanya merupakan penjumlahan intensitas-intensitas sinar terhambur pada arah

tersebut. Oleh karena itu intensitas observasi pada ketiga cuplikan tidak sepenuhnya cocok (*fit*) dengan intensitas hasil kalkulasi, dimana kalkulasi intensitas didasarkan pada kondisi ideal.

Tabel 3. Parameter kisi (a, b, c), faktor suhu (Q_i), kerapatan kristal (ρ), volume kristal (V), faktor hunian atom (g_j) dan faktor R dari fasa Fe_3O_4 pada cuplikan FeM, FeC11, FeC12 dan FeC13

Parameter struktur	FeM	FeC11	FeC12	FeC13
$a = b = c$ (Å)	8,390(3)	8,433(4)	8,43(1)	8,434(5)
Q_i (Å ²)	0,5(5)	0(1)	0(1)	0(1)
$Fe^{3+}(A) : g_i$	1,0	1,0	1,0	1,0
$Fe^{3+}(B) : g_i$	0,5	0,5	0,5	0,5
$Fe^{2+}(B) : g_i$	0,5	0,5	0,5	0,5
$O^{2-} : g_i$	1,0	1,0	1,0	1,0
$Fe^{3+}(A) : x_i$	0,0	0,0	0,0	0,0
y_i	0,0	0,0	0,0	0,0
z_i	0,0	0,0	0,0	0,0
$Fe^{3+}(B) : x_i$	0,620(4)	0,631(8)	0,615(7)	0,637(5)
y_i	0,622(6)	0,621(1)	0,61(1)	0,626(9)
z_i	0,609(7)	0,62(2)	0,62(2)	0,62(1)
$Fe^{2+}(B) : x_i$	0,620(4)	0,631(8)	0,615(7)	0,637(5)
y_i	0,622(6)	0,621(1)	0,61(1)	0,626(9)
z_i	0,609(7)	0,62(2)	0,62(2)	0,62(1)
$O^{2-} : x_i$	0,375(4)	0,375(7)	0,37(1)	0,37(1)
y_i	0,379(9)	0,38(2)	0,38(2)	0,37(3)
z_i	0,36(1)	0,38(3)	0,38(3)	0,35(3)
V (Å ³)	590,761	599,729	600,100	600,104
D (nm)	13	16	11	14

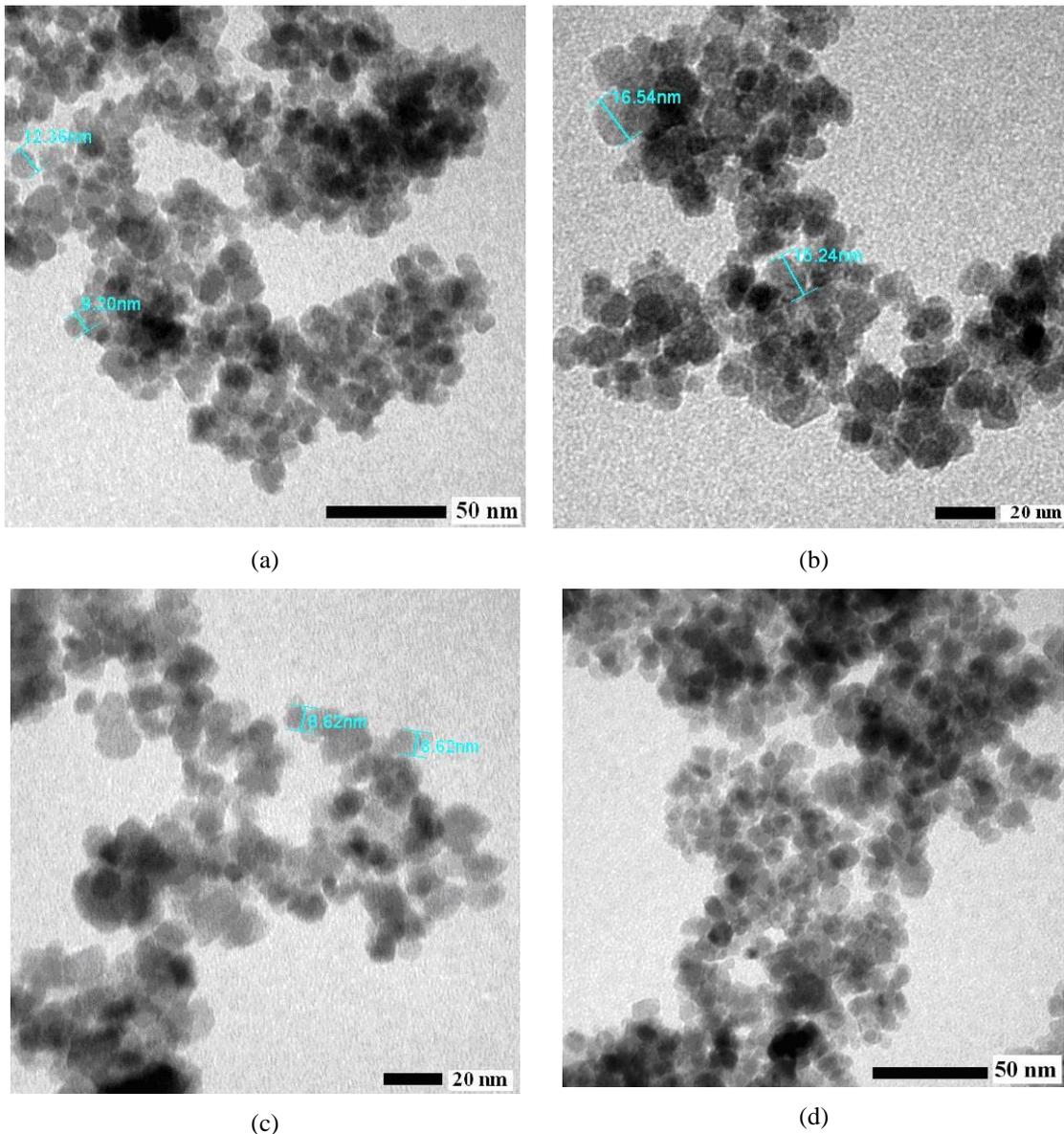
Tampak pada Tabel 3 bahwa parameter kisi fasa magnetite pada cuplikan FeC11, FeC12 dan FeC13 lebih besar dibandingkan parameter kisi fasa tersebut pada FeM. Semakin banyak C ditambahkan, volume kristal fasa Fe_3O_4 meningkat, dengan meningkatnya penambahan karbon. Ini merupakan bukti sederhana bahwa atom-atom karbon telah masuk ke dalam sistem kristal magnetite secara interstisi.

Ukuran kristalit magnetite, D dihitung dengan rumus Scherrer^[9], $D = (K \cdot \lambda) / (B \cdot \cos \theta)$, dimana $K = 0,98$ adalah konstanta Scherrer, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ adalah panjang gelombang sinar-x dan B adalah lebar setengah tinggi puncak Bragg, θ . Tampak pada Tabel 3, bahwa D pada keempat cuplikan berorde 10^1 nm, dan

FeC12 memiliki ukuran kristalit terkecil, yakni $D = 11$ nm. Bahwa ukuran kristalit fasa berorde sama pada keempat cuplikan, dapat dilihat secara kasat mata dari lebar puncak-puncak Bragg pada Gambar 1a, 1b, 1c dan 1c. Dimana, lebar puncak-puncak Bragg yang bersesuaian pada keempat gambar tidak menampakkan adanya perbedaan yang signifikan. Dari data ini dapat disimpulkan bahwa ukuran kristalit tidak bergantung pada penambahan karbon. Namun, cuplikan FeC12 memiliki ukuran kristalit terkecil atau luas permukaan yang paling besar. Oleh karena itu, cuplikan FeC12 akan memiliki kapasitas adsorpsi yang paling besar.

Bentuk dan ukuran butir kristalit hasil foto TEM pada keempat cuplikan ditunjukkan pada Gambar 2. Keempat gambar masing-masing menampilkan kristalit-kristalit yang tidak seragam, namun bentuk kristalit rata-rata bulat. Butir-butir kristalit pada cuplikan FeM dan FeC13 dipotret dengan mengacu pada skala panjang 50 nm, hasil pemotretan berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 2a dan 2d. Tampak bahwa ukuran kristalit pada kedua gambar tersebut identik berkisar antara 5-15 nm. Sedangkan, Gambar 2b dan 2c berturut-turut adalah butir-butir kristalit pada cuplikan FeC11 dan FeC12 hasil pemotretan dengan mengacu pada skala panjang 20 nm. Secara domian ukuran butir kristalit pada FeC11 dan FeC12 berturut-turut adalah sekitar 16 dan 10 nm.

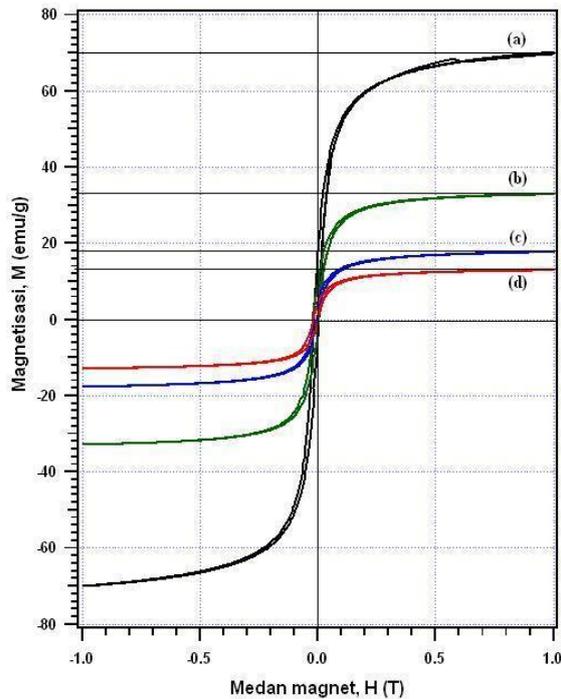
Keempat kurva magnetisasi pada Gambar 3 menampilkan sifat superparamagnetik atau *soft ferromagnetic*. Cuplikan FeM menampilkan harga $M_s \approx 70$ emu/g (Gambar 3a). Jadi, harga M_s cuplikan partikel nano-magnetite adalah 75% dari M_s *bulk magnetite* (93 emu/g). Hasil penelitian sebelumnya^[10], mendapatkan harga M_s cuplikan partikel *nano-magnetite* sebesar 80% dari M_s *bulk magnetite*.



Gambar 2. Butir-butir kristalit hasil pemotretan dengan TEM pada cuplikan (a) FeM, (b) FeC11, (c) FeC12, dan (d) FeC13, dimana strip (garis tebal) menunjukkan skala panjang 50 nm

Pada saat FeM ditambah C dengan perbandingan berat Fe_3O_4 : C = 1:1, 1:2, dan 1:3, maka berdasarkan perbedaan persen berat, M_s cuplikan FeC11, FeC12 dan FeC13 akan turun berturut-turut menjadi $\approx 35,0$; 23,3; dan 17,5 emu/g. Namun data eksperimen menunjukkan harga M_s pada cuplikan FeC11, FeC12 dan FeC13 lebih kecil, yakni berturut-turut adalah 33 emu/g (Gambar 3b), 18 emu/g

(Gambar 3c), dan 13 emu/g (Gambar 3d). Hal ini terjadi akibat interaksi magnetik antara Fe dan Fe sudah melemah karena ada atom C di posisi interstisi antara Fe dan Fe. Semakin banyak C yang ditambahkan, lebih banyak lagi C yang masuk diantara atom Fe. Sehingga interaksi magnetik antara Fe lebih lemah lagi.

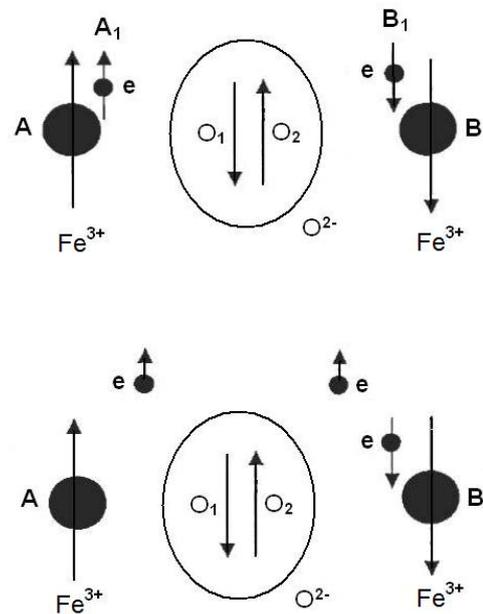


Gambar 3. Kurva magnetisasi dari cuplikan (a) FeM, (b) FeC11, (c) FeC12 dan (d) FeC13

Munculnya interaksi magnetik diantara atom Fe diterangkan dengan suatu teori yang disebut interaksi pertukaran yang tidak langsung (*super exchange interaction*)^[11-12]. Ion-ion Fe positif yang membawa momen magnetik, berada pada jarak pisah terlalu jauh untuk dijangkau oleh *exchange forces* yang langsung. Oleh karena itu mereka beraksi secara tidak langsung melalui anion tetangga O^{2-} (ion negatif). Fe dalam Fe_3O_4 memiliki valensi tercampur +3 dan +2, maka interaksi pertukaran yang mungkin adalah : $Fe^{3+} - O^{2-} - Fe^{3+}$, $Fe^{2+} - O^{2-} - Fe^{2+}$ dan $Fe^{3+} - O^{2-} - Fe^{2+}$.

Untuk memahami fenomena interaksi pertukaran dalam Fe_3O_4 , dimisalkan dua ion Fe^{3+} dipisahkan oleh sebuah anion oksigen seperti ditunjukkan pada Gambar 4. Ion Fe^{3+} yang pertama dan elektron e berturut-turut diberi label A dan A_1 . Ion Fe^{3+} yang kedua dan elektron e berturut-turut diberi label B dan B_1 . *Spin* elektron oksigen yang dekat ke A dan B berturut-turut diberi label O_1 dan O_2 . Jika ada dua *spin* (S_1 dan S_2) yang berinteraksi, maka ada energi pertukaran antara kedua vektor *spin* tersebut adalah $E_{ex} = -2J_{ex}S_1.S_2$,

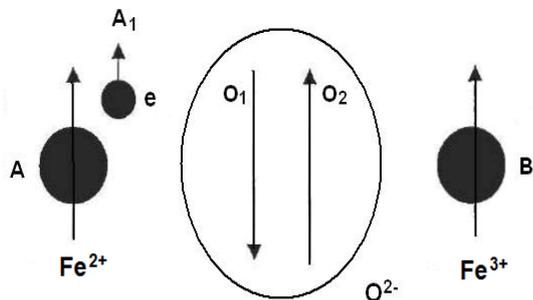
dimana J_{ex} adalah integral pertukaran terkait dengan probabilitas pertukaran dari dua elektron diantara dua atom. Karena interaksi pertukaran antara kedua atom bertanda negatif, maka *spin* oksigen O_1 menjadi anti paralel dengan A_1 dan *spin* oksigen O_2 anti paralel dengan *spin* oksigen O_1 . Juga karena interaksi pertukaran negatif, *spin* B_1 menjadi anti paralel dengan *spin* oksigen O_2 . Dalam proses konduksi, elektron e dari A akan mengganti elektron O_2 dan elektron O_2 akan melompat ke ion besi B dalam keadaan arah *spin* tetap ke atas (*up*). Namun berdasarkan kaidah Hund, *spin* elektron konduksi e harus paralel dengan *spin* lokal B_1 . Itulah sebabnya kenapa senyawa Fe_3O_4 bersifat antiferromagnetik atau ferrimagnetik.



Gambar 4. Ilustrasi fenomena pertukaran antara ion Fe^{3+} dan Fe^{3+} melalui anion O^{2-}

Untuk memahami fenomena interaksi pertukaran $Fe^{3+} - O^{2-} - Fe^{2+}$, dimisalkan ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} berturut-turut berada di sebelah kiri dan kanan atom oksigen. *Spin* elektron e pada Fe^{2+} dan Fe^{3+} memiliki arah sama seperti ditunjukkan pada Gambar 5. Menurut kaidah Hund, semua *spin* Fe^{2+} harus memiliki arah yang sama untuk meminimumkan gaya tolak menolak Coulomb. Sekarang elektron e (A_1) dari

Fe^{2+} (A) melompat dan menggantikan elektron O_2 yang memiliki *spin* dalam arah yang sama dan kemudian elektron O_2 melompat ke ion Fe^{3+} (B). Sehingga ion Fe^{2+} (A) menjadi Fe^{3+} (A) dan ion Fe^{3+} (B) menjadi Fe^{2+} (B).



Gambar 5. Pertukaran elektron e antara ion Fe^{2+} dan Fe^{3+}

Jadi ada perpindahan elektron dari Fe^{2+} ke Fe^{3+} melalui oksigen dan sebaliknya dari Fe^{3+} ke Fe^{2+} melalui oksigen dan *spin* elektron tetap dalam arah sejajar. Jadi, jelas bahwa jika ada atom lain (atom interstisi) selain oksigen yang masuk menempati posisi diantara Fe-Fe, maka interaksi magnetiknya akan terdegradasi, dimana dalam kasus ini ada atom interstisi, yakni C.

KESIMPULAN

Partikel nano Fe_3O_4 (magnetit) telah berhasil disintesis dengan metode ko-presipitasi. Penambahan karbon aktif (C) menyebabkan C masuk ke dalam sistem kristal magnetit secara interstisi, sehingga volume kristal fasa Fe_3O_4 meningkat. Penambahan C pada magnetit juga berpengaruh pada magnetisasinya. Semakin banyak C ditambahkan, maka harga magnetisasi Fe_3O_4 terus menyusut, akibat interaksi magnetik antara Fe dan Fe melemah. Melemahnya interaksi magnetik antara Fe dan Fe adalah karena semakin banyak atom C di posisi interstisi antara kedua atom besi tersebut. Dalam penelitian ini juga telah berhasil dikonfirmasi bahwa cuplikan yang memiliki ukuran kristalit terkecil atau luas permukaan yang paling

besar akan memiliki kapasitas adsorpsi yang paling besar.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih yang pertama kepada Kepala Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir, Bapak Drs. Gunawan, M.Sc., Kepala BKAN, Bapak Drs. Saeful Yusuf, MT, yang telah membantu menyediakan fasilitas litbang. Kepada Bpk. Iman Kuntoro, DR. Setyo Purwanto dan Ibu Mujamilah terimakasih atas bantuannya. Penelitian ini dibiayai dari dana DIPA 2010 Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Mohammad Ajmal, Afsar M. Sulaiman and Akhtar H.Khan. 1993., „Surface Entrapment Of Toxic Metals From Electroplating Waste And Their Possible Recovery”. *Journal Water, Air, & Soil Pollution.*: 68 (3-4), 485-492.
- [2] Ria Wijayanti. 2009., „Arang Aktif Dari Ampas Tebu Sebagai Adsorben Pada Pemurnian Minyak”. Skripsi, Sarjana Sains pada Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Alam: Institut Pertanian Bogor.
- [3] Siti Wardiyati, Grace TJ. Sulung BudiI, dan Ridwan. 2010., „Adsorpsi Ion Pb^{2+} dan Ni^{2+} Oleh $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Fe}_3\text{O}_4$ ”. *Journal Sains Materi.*: 11(2), 83-87.
- [4] Mantinez. ML, Moiraghi L, Agnese M., Guzman C., 2003., „Making and Same Properties of Activated Carbon Produced from Agricultural Industrial Residues from Argentina”. *Journal Argentine Chemical Society.*: 91(4/6), 103-108.
- [5] Steve Kvech and Erika Tull, 1998., „Activated Carbon, Water treatment primer, Enviromental Information Management”. Civil Engineering Dept: Virginia Tech.

- [6] Siti Wardiyati, Adel Fisli, dan Ridwan., 2011.,,Penyerapan Logam Ni Dalam Larutan Oleh Nanokomposit Fe₃O₄-Karbon Aktif''. *Journal Sains Materi.*: 12(3), 224-228.
- [7] Fujio Izumi, 1989. *Rigaku J.6*: 1, 10
- [8] D. Chateigner, X. Chen, M. Ciriotti, R.T. Downs, S. Gražulis, A. Le Bail, L. Lutterotti, Y. Matsushita, P. Moeck, M.Q. Olozabal, H. Rajan, A. F. T. Yokochi.2012.,,Crystallography Open Database''. <http://www.Crystallography.net>, diakses October 2012.
- [9] K. Sambasiva Rao, B. Tilak, K.CH. Varada Rajulu, P. Murali Krishna., 2010. *Relaxor behavior of (Na_{0.5}Bi_{0.5})TiO₃ ceramic with simultaneous substitution of Ba²⁺ and Zr⁴⁺*. *Optoelectronics and Advanced Materials - Rapid Communications*: 4(5), 671-680.
- [10] Y.F. Shen, J. Tang, Z.H. Nie, Y.D. Wang, Y. Ren, L. Zuo, 2009. *Tailoring Size and Structural Distortion of Fe₃O₄ Nanoparticles for The purification of Contaminated Water*, *Bioresource Technology* 100, 4139-4146.
- [11] O. Raita, M.N. Grecu, X. Filip, A. Darabont, D. Gavre, J. Blasco, L.V. Giurgi. 2003.,,Effects of In doping investigated by ESR in colossal magnetoresistive manganite La_{2/3}Ca_{1/3}MnO₃''. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.*: 5(1), 289-292.
- [12] B.D. Cullity, 1972. *Introduction to Magnetic Materials*, Addison Wesley. London: Publishing Company.

RIWAYAT PENULIS

Siti Wardiyati, Bekerja sebagai peneliti di BKAN - Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN.

MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS OF POTASSIUM MAGNESIUM PHOSPHATE FOR APPLICATION AS SLOW RELEASE FERTILIZER MATERIAL

Solihin

Indonesian Institute of Science Research Center for Metallurgy
Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan 15314
E-mail : solihin@lipi.go.id

Masuk tanggal : 04-02-2013, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

SINTESIS KALIUM MAGNESIUM POSFAT MELALUI METODA MEKANOKIMIA UNTUK APLIKASI SEBAGAI PUPUK SLOW RELEASE. Material yang bersifat slow release dapat digunakan sebagai pupuk slow release, yakni jenis baru dimana pelepasan elemennya dapat diturunkan. Salah satu pupuk slow release adalah potassium magnesium phosphate (KMgPO_4). Analisa XRD terhadap material ini menunjukkan bahwa kemurnian material ini cukup tinggi, hanya fasa KMgPO_4 yang dapat dideteksi dalam sampel material ini. Analisis FTIR menunjukkan bahwa teknik mekanokimia cukup berhasil untuk mensintesa material ini. Analisa DTA menunjukkan bahwa material ini stabil dari perubahan temperatur. Analisa morfologi menunjukkan bahwa partikel yang tergranulasi memiliki ukuran sekitar 100 mikron. Dibanding dengan pupuk biasa yang nutriennya cepat larut, nutrisi yang terlarut dari pupuk jenis slow release dapat diturunkan menjadi sekitar 32-33, 22-24, and 0,1-0,7 %, untuk masing-masing potassium, phosphate and magnesium. Hasil uji leaching menunjukkan bahwa material ini dapat digolongkan sebagai material yang bersifat slow release.

Kata kunci : Mekanokimia, Slow release, Pupuk, KMgPO_4 , Ketahanan pangan

Abstract

MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS OF POTASSIUM MAGNESIUM PHOSPHATE FOR APPLICATION AS SLOW RELEASE FERTILIZER MATERIAL. The slow release material can be applied as slow release fertilizer, a newly type of fertilizer in which its elemental release can be slowed down. One of slow release fertilizer materials is potassium magnesium phosphate (KMgPO_4). The XRD analysis of this materials shows that the phase purity is high; KMgPO_4 is the only phase can be found in the sample. The FTIR analysis shows that the mechanochemical synthesis can successfully be used to produce KMgPO_4 . The DTA analysis shows that this material is quite stable to temperature change. The morphology analysis shows that granulated particle size material is around 100 microns. Compared to the conventional fertilizer, the element released from this material can be decreased down to about 32-33, 22-24, and 0,1-0,7 %, for potassium, phosphate and magnesium, respectively. The result of leaching experiments has proven that this material can be classified as slow release materials.

Keywords : Mechanochemistry, Slow release, Fertilizer, KMgPO_4 , Food safety

INTRODUCTION

The world population according to World Bank increases to become 9.22 billion at year 2075^[1], which in turn demands the high productivity of agricultural products. Such high productivity of agricultural products could be achieved by increasing the crop yield

per area of land, as well as increasing the land area for agriculture. However, the land for agriculture tends to be eventually reduced, when it is converted to housing, industrial usages and a like^[2-3]. High crop yield can be achieved by fixing the soil property through addition of fertilizer. Fertilizers are chemical compounds given to plants to promote growth. Fertilizers can

be organic (composed of organic matter), or inorganic (made of simple, inorganic chemicals or minerals). The organic fertilizer is often not sufficient; it is not available in large quantities^[4]. Therefore various inorganic fertilizers containing elements needed by plants have to be synthesized.

The fertilizers applied in agriculture are usually the compounds consisting of elementary and secondary macronutrient, such as potassium (K), Phosphorous (P) and Magnesium (Mg) that can assist plants growth^[5]. Potassium, which makes up 1 to 4 percent of the dry matter of the plant, has many functions. It activates more than 60 enzymes (chemical substances which govern life). Thus it plays a vital part in carbohydrate and protein synthesis. K improves the water regime of the plant and increases its tolerance to drought, frost and salinity. Plants well supplied with K are also less affected by disease. Phosphorus, which makes up 0.1 to 0.4 percent of the dry matter of the plant, plays a key role in the transfer of energy. Thus it is essential for photosynthesis and other chemio-physiological processes in the plant. It is indispensable for cell differentiation and for the development of the tissues, which form the growing points of the plant. Phosphorus is deficient in most natural or agricultural soils or where fixation limits its availability. Magnesium is a micronutrient element that helps the photosynthesis process in the plant. However, these elements in the normal fertilizer has released quickly into the soil when it is wetted and due to the unbalance speed between nutrient released from fertilizer and the adsorption of nutrient by plant root, the nutrient that is not adsorbed by plant root eventually goes down toward underground-water and pollutes the water^[6].

Nowadays these drawbacks can be avoided by applying the fertilizer that can release nutrient at slow speed, being well known as slow release fertilizers. The common method to synthesize slow release

fertilizer is the physical method such as dispersion of ordinary fertilizer in the matrix of porous support material or encapsulating ordinary fertilizer, in which the nutrient release is slowed down by diffusion^[7]. But these types of slow release materials can be easily broken by the mechanical treatment during plantation, which make it loses its slow release property. Another type of slow release material that can maintain its slow release property even though it receives mechanical treatment is the material that naturally posses slow release property. One of these types of materials is potassium magnesium phosphate (KMgPO_4). This material can be synthesized through a mechanochemical reaction at room temperature. In this paper, the characteristics of materials synthesized through mechanochemical method will be discussed.

EXPERIMENT

The starting and processed samples were characterized by X-ray powder diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetry-differential thermal analysis (TG-DTA), and Fourier transforms infrared (FT-IR) analyses. The XRD analysis was carried out using a Rigaku RINT-2200/PC system with a CuK-alpha irradiation source (λ) 1.5405 Å) at 40 kV and 50 mA for the processed samples and the starting mixture to determine their phases and observe changes in phase formation. Samples were analyzed in continuous scan mode between 5° and 90° in 2 θ . The morphology of the milled powder was observed by scanning electron microscope (Hitachi S-2150). TG-DTA of the as-prepared samples was conducted with a Thermo Plus TG-8120 instrument (Rigaku) at a heating rate of 10 °C min⁻¹ in air to monitor decomposition profiles of the ground samples. FT-IR spectra were measured by using a Digilab Excalibur Series FTS-3000 spectrometer with KBr as a diluents. Subsequent release

of nutrients into water from the KMgPO_4 materials synthesized mechanochemically was evaluated by dissolving 0.4 g of the product in 100 mL of water with moderate stirring (300 rpm). A liquid ion chromatograph instrument (Shimadzu L10 Series) was used to determine the concentration of nutrient ions in the filtrate.

RESULT AND DISCUSSION

Fig. 1 shows the XRD profile of sample that has been mechanochemically treated. It can be seen that after mechanochemical treatment, the only phase that can be found in the sample is potassium magnesium phosphate (KMgPO_4). Three maximum peak of intensity can be found at 2θ value of 28, 30.9, and 20.98°, which are the 2θ value corresponding to KMgPO_4 . Therefore, it seems that mechanochemical treatment can successfully produce relatively high purity potassium magnesium phosphate.

The phase purity of mechanochemically treated sample has also been evaluated through FTIR analysis. The result of FTIR

analysis is shown in Fig 2. The Figure shows that at untreated sample (mixed sample) the inter-atomic bonds that can be found are O-H and P-O bonds. The O-H bond corresponds to hydroxide ion in magnesium related molecule, whereas P-O bonds correspond to phosphate ions in potassium related molecule. After mechanochemical treatment, the O-H bond disappeared, indicating that reaction has taken place between reactants fed into mechanochemical reactor. It is believed that the O-H bond has been broken during mechanochemical treatment and then it reacted with hydrogen ion in phosphate to form water molecule. The atomic site of hydrogen has been replaced with magnesium, which leads to potassium magnesium phosphate formation. At the same figure (Fig 2), it can be seen that the absorbance of P-O bonds decrease and some P-O peaks has disappeared. The disappearance of some peaks is the clue of some changes in crystallographic orientation and shape. This phenomenon is quite common happening to the mechanochemically treated samples^[8-10].

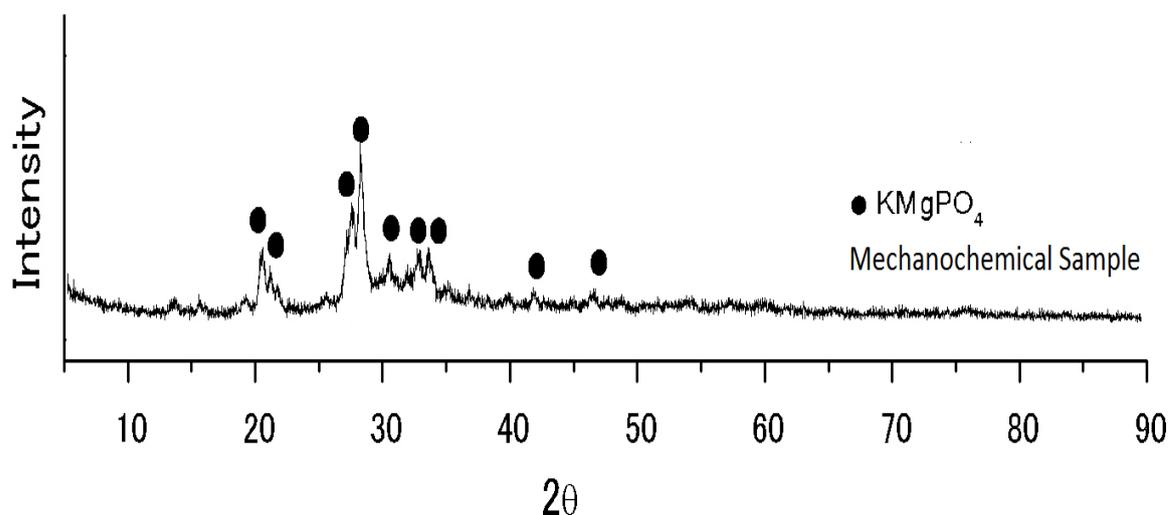


Fig 1. XRD pattern of the mechanochemically KMgPO_4 treated sample

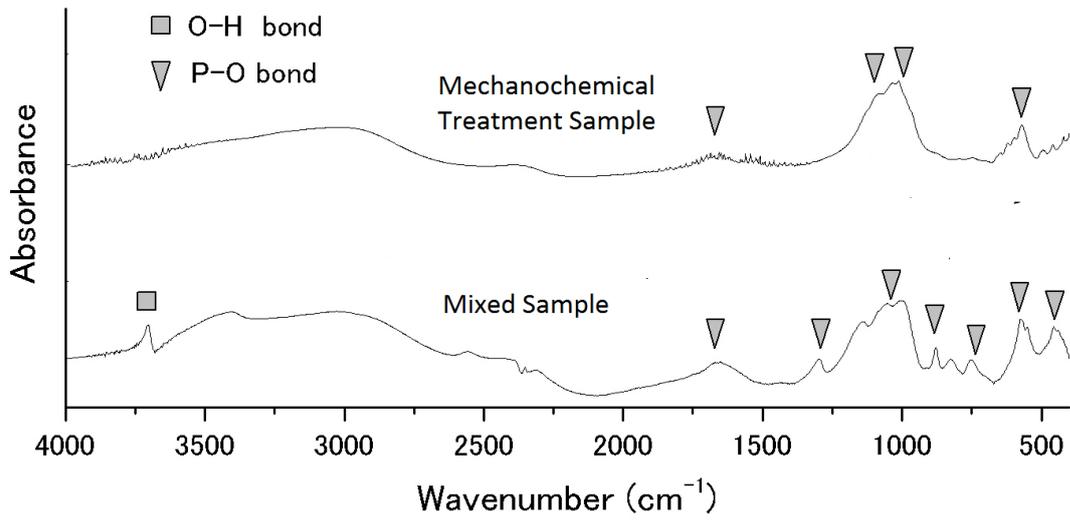


Fig 2. FTIR pattern of the mechanochemically treated of KMgPO4 sample

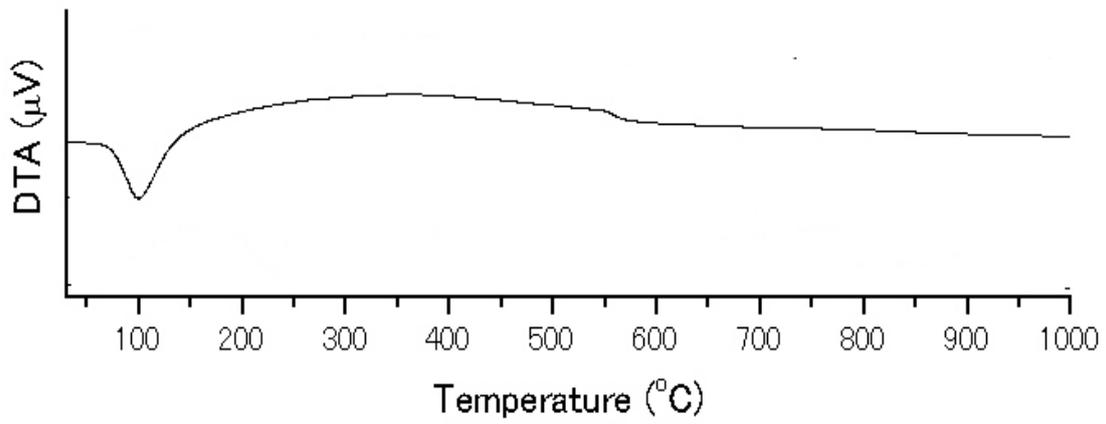


Fig 3. DTA pattern of the mechanochemically treated of KMgPO4 sample

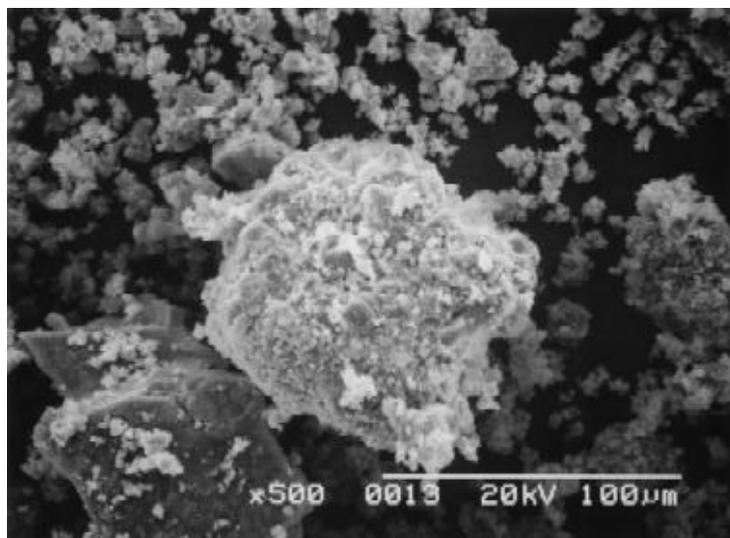


Fig 4. Morphology of the mechanochemically treated of KMgPO4 sample

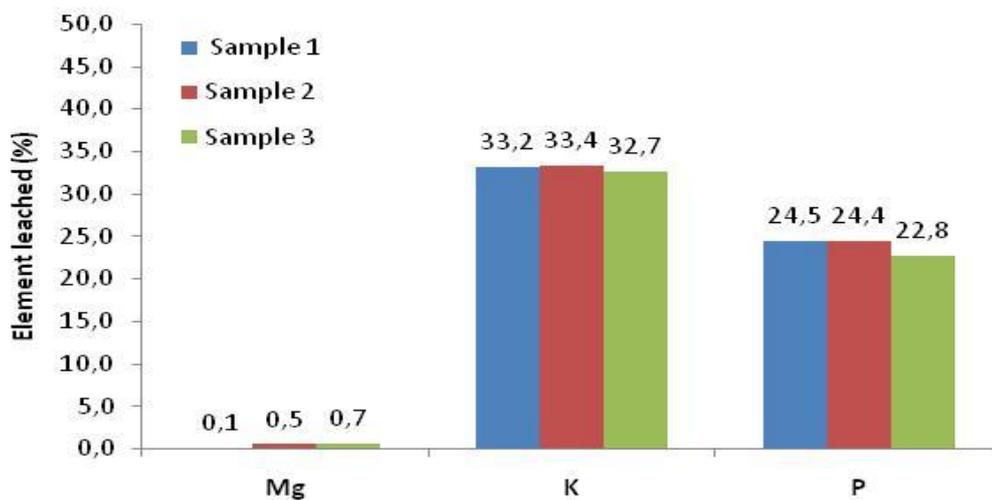


Fig 5. Slow release profile of the mechanochemically treated of KMgPO₄ sample

The stability of mechanochemically treated sample has also been analyzed by DTA test, as shown in Fig 3. The sample's DTA pattern shows an endothermic reaction at around 100 °C and a slight decreasing in DTA intensity after 600 °C. The reaction happening at 100 °C obviously is a moisture evaporation reaction. Moisture in the mechanochemically treated sample is the product of water molecule formation during mechanochemical treatment. Therefore, the existence of water is also the clue of the rapid mechanochemical reaction of this slow release material formation. On the other hand, the decreasing of the DTA intensity at temperature higher than 600 °C, as shown in the same figure, indicates the change in crystallographic structure of the sample. Regarding the slow release properties, this entire test concludes that this slow release material is quite stable to temperature change; therefore it can be stored and applied without any slow release property degradation.

Mechanochemical reaction often results in agglomeration of sample particles. The agglomeration is caused by the unbalance frequency and strength between of re-welding and breaking action. The formation of agglomerated particles is

shown in Fig 4. It can be seen that the large particle actually consist of smaller agglomerated particle. The larger particles size can be in the range of 100 micron. Larger particle is preferred in the slow release materials application. It also contributes in the decreasing the release rate of elements during application in the field.

The slow release property was tested through leaching experiment using water that represents soil water. Different location of soil has different pH and different elements composition. For the sake of consistency, the pure water with pH=7 is used as media that represent water soil. The sample is leached in the water and agitated very slowly. The result of this test is shown in Fig 5. Unlike the conventional fertilizer that readily dissolves in water at very short time, this material dissolves slowly. The leaching profile is shown in Fig 5. After being leached for 700 hours, the amount of potassium, phosphate and magnesium released to water are about 32-33, 22-24, and 0,1-0,7 %, respectively. The result of leaching experiments has proven that this material can be classified as slow release materials.

CONCLUSION

The increasing of population demands high agricultural productivity that can be achieved through fertilizer application. The efficiency of fertilizer can be increased by the utilization of the so-called slow release fertilizer. KMgPO_4 is one of the slow release fertilizers that can be synthesized through mechanochemical method. The characterization of this materials shows that this material can be successfully synthesized through mechanochemical method, it has high purity of KMgPO_4 , it is very stable to temperature change, and its potassium, phosphate and magnesium release characteristic can be slowed down to the range of 32-33, 22-24, and 0,1-0,7 %, respectively.

REFERENCE

- [1] Department of Economic and Social Affairs United Nations. 2004., World Population to 2300''. United Nations: New York .
- [2] Adachi M, Kanak P. 1999. *Agricultural land conversion and inheritance tax in Japan*. RURDS: 11, 2, 127-140.
- [3] Wasilewski A, Krukowski K. 2004., Land conversion for suburban housing''. *Environmental Management*. : 34, 2, 291–303.
- [4] International Fertilizer Association. 2000., Fertilizer and their use, Food Agriculture Organization''. New York: 1-5.
- [5] Mitchell CC., Nutrient Content of Fertilizer Material''. Alabama Cooperative Extension System: University of Alabama.
- [6] Adetunji MT. 1994., Nitrogen Application And Underground Water Contamination In Some Agricultural Soils Of South Western Nigeria''. *Fertilizer Research*.: 37, 159-163.
- [7] Liang R, Liu M, Wu L. 2007. *Controlled release NPK compound fertilizer with the function of water retention. Reactive & Functional Polymers*: 67 , 769–779.
- [8] Solihin, Shiokawa T, Suginohe H, Kano J, Sato N, S. Suzuki S, Saito F. 2005., A New Process for Extracting Tungsten from Scheelite by Means of Mechanochemistry and Heat Treatment''. *Japan Institute of Mining and Metallurgy Seminar*.: Japan.
- [9] Solihin, Zhang Q, Saito F. 2006., Recovery of Palladium by Mechanochemical Method''. *Proceeding of Metal and Mineral Institute of Japan Tohoku Branch Autumn Conference*. : Japan.
- [10] Solihin, Zhang Q, Saito F. 2007., Mechanochemical Reduction of Vanadium Pentoxide with Iron by Mechanochemical Method''. *Earth Symposium*.: Sendai-Miyagi Japan

RIWAYAT PENULIS

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

PENGARUH PEMAKAIAN GAS OKSIGEN PADA TAHAP PEMBUATAN MATERIAL Ba-Ca-Cu-O

Agung Imaduddin, Florentinus Firdiyono, Pius Sebleku,
Anton Suryantoro, Franciska Pramuji Lestari

Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan-15314

E-mail : agungi@gmail.com

Masuk tanggal : 05-02-2013, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

PENGARUH PEMAKAIAN GAS OKSIGEN PADA TAHAP PEMBUATAN MATERIAL Ba-Ca-Cu-O

Sejak ditemukannya superkonduktor oksida tembaga tahun 1986 yang mempunyai suhu kritis (T_C) tinggi, perhatian dunia semakin tertuju pada bahan ini untuk menemukan superkonduktor dengan T_C yang lebih tinggi lagi. Superkonduktor jenis ini berbasis Hg merupakan superkonduktor dengan nilai T_C tertinggi diantara jenis lainnya. Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan bahan precursor berupa pencampuran bahan serbuk $BaCO_3$, $CaCO_3$ dan CuO secara manual, dan kemudian dipanaskan di dalam tungku pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ dan $930\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam dengan variabel pemakaian gas oksigen dan aliran udara. Dari hasil analisa XRD (*x-ray diffraction*) didapatkan senyawa $BaCuO_2$, dan juga berdasarkan analisa FWHM (*full width at half maximum*) pada puncak tertinggi dan hasil analisa EDS (*energy dispersive spectroscopy*), diketahui bahwa pemanasan pada suhu $930\text{ }^\circ\text{C}$ dan pemakaian gas oksigen dapat mengoptimalkan reaksi pembentukan $BaCuO_2$ dan meningkatkan kristalisasi senyawa $BaCuO_2$ yang terjadi.

Kata kunci : Hg-Ba-Ca-Cu-O, Ba-Ca-Cu-O, Bahan superkonduktor, Gas oksigen

Abstract

EFFECT OF OXYGEN GAS USAGE AT THE PREPARATION STAGE OF Ba-Ca-Cu-O MATERIAL.

*Since the discovery of Copper-oxide superconductors in 1986 which having a high critical temperature (T_C), the world's attention is increasingly focused on these materials to find superconductors with even higher T_C . Hg-based superconductors are superconductors with highest T_C value among other types. In this work, we has prepared precursor by mixing $BaCO_3$, $CaCO_3$ and CuO powder manually. And then heated in the furnace at temperatures of $900\text{ }^\circ\text{C}$ and $930\text{ }^\circ\text{C}$ for 12 hours with the use of variable oxygen gas and air flow. Regarding to the analysis of XRD (*x-ray diffraction*), we obtained $BaCuO_2$ compounds, and also based on analysis of FWHAM (*full width at half maximum*) at its highest peak and the results of EDS (*energy dispersive spectroscopy*) analysis, it was known that heating at temperatures of $930\text{ }^\circ\text{C}$ and the using of oxygen gas optimizes the reaction formation of $BaCuO_2$ and improves the crystallization of $BaCuO_2$ compounds.*

Keywords : Hg-Ba-Ca-Cu-O, Ba-Ca-Cu-O, Superconductor material, Oxygen gas

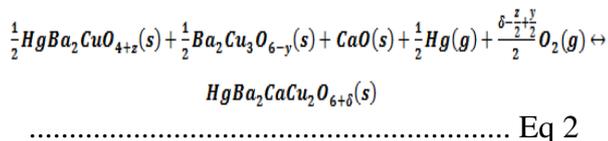
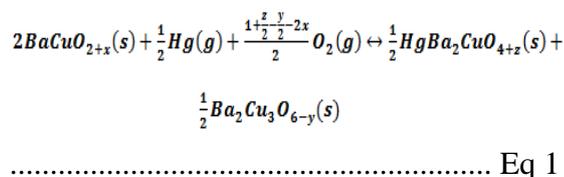
PENDAHULUAN

Sejak ditemukannya material superkonduktor suhu tinggi (HTS, *high temperature superconductor*) tahun 1986, perhatian dunia terhadap material ini semakin tinggi untuk dapat mengaplikasikan material ini dalam kehidupan. Material HTS hingga saat ini masih ditempati oleh material tipe oksida

Cu. Salah satu material HTS ini yang memiliki suhu kritis tertinggi ($T_C = 130\text{K}$) adalah tipe Hg-Ba-Ca-Cu-O (disebut HBCCO)^[1]. Material HBCCO ini selain memiliki T_C tertinggi diantara material HTS lainnya, tapi juga memiliki unsur yang bahan bakunya berpotensi dapat diperoleh dari sumber daya mineral Indonesia.

Masalah yang dihadapi pada pembuatan material HBCCO ini adalah pemakaian unsur Hg (merkuri) yang sangat beracun bagi tubuh manusia. Bahan baku merkuri berupa HgO (serbuk) akan langsung terurai menjadi Hg (gas) dan O₂ (gas) pada suhu 500 °C (suhu didih Hg adalah 377 °C). Untuk itulah penanganan bahan baku ini pada pembuatan superkonduktor HBCCO harus ditangani dengan benar^[2-3].

Senyawa superkonduktor HgBa₂CaCu₂O_{6+δ} (disebut Hg-1212) dibentuk dari *precursor* senyawa BaCuO₂, CaO, O₂(g) dan Hg(g), sesuai dengan 2 reaksi^[4].



Sehingga berdasarkan reaksi ini, untuk membentuk senyawa superkonduktor Hg-1212 diperlukan *precursor* berupa senyawa BaCuO₂^[5-6].

Dalam tulisan ini, kami akan menjelaskan tahapan pembuatan HBCCO sebelum pencampuran unsur Hg. Dimana akan dilaporkan hasil percobaan dan analisa pada pencampuran bahan Ba-Ca-Cu-O yang dikalsinasi dengan variable pemakaian aliran udara dan aliran oksigen. Percobaan ini bertujuan untuk membuat bahan material Ba-Ca-Cu-O dengan memakai serbuk BaCO₃, CaCO₃, dan CuO.

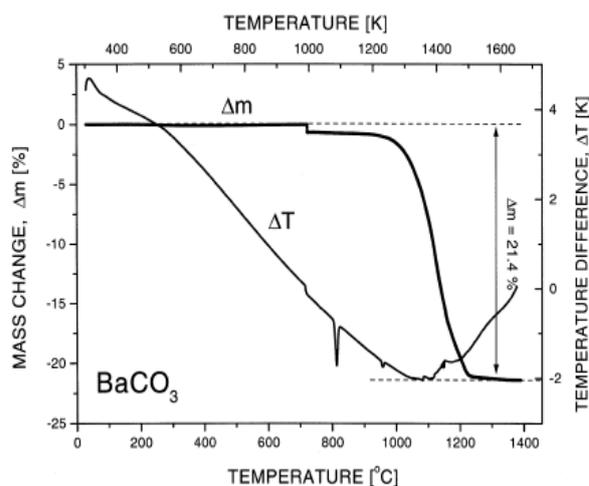
PROSEDUR PERCOBAAN

Langkah percobaan pada penelitian ini adalah analisa DTA/TGA (*differential thermo analytic/ thermo gravimetric*) pada bahan BaCO₃, CaO dan CuO. Kemudian

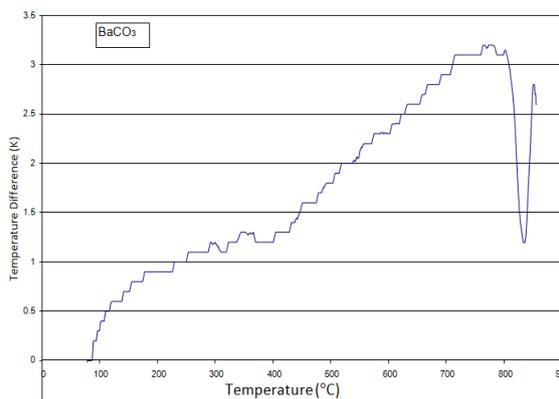
dilanjutkan dengan analisa diagram fasa biner BaO – CuO dan CaO - CuO, serta fasa BaO – CuO- CaO. Dari hasil analisa tersebut, kemudian dilakukan pembuatan sampel.

Untuk bahan BaCO₃ dan CaCO₃ perlu dilihat analisa DTA/TG untuk mengetahui suhu dimana bahan tersebut akan melepas unsur karbonatnya. Kemudian akan dilihat diagram fasa biner dari tiap bahan.

Untuk analisa DTA/TG dari bahan BaCO₃, dapat dilihat pada Gambar 1 di bawah ini^[7].



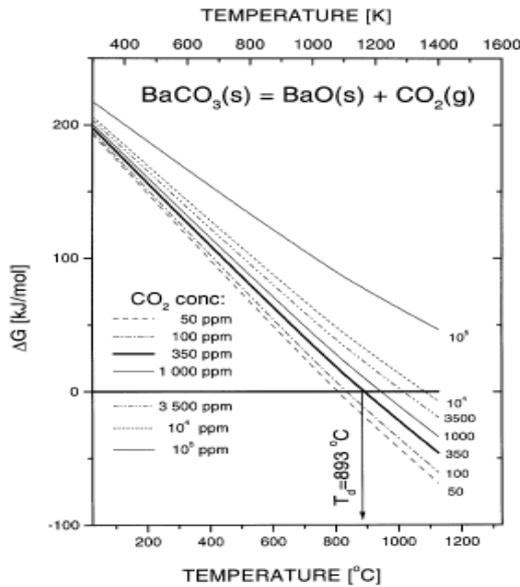
Gambar 1. Analisa DTA/ TG pada BaCO₃^[8]



Gambar 2. Analisa DTA di lingkungan udara pada serbuk BaCO₃ yang dipakai

Pada Gambar 1, diketahui bahwa BaCO₃ akan mulai terurai menjadi BaO dan CO₂ pada suhu diatas 800 °C. Pada suhu diatas 1200 °C, BaCO₃ terurai sempurna menjadi BaO pada lingkungan udara. Hal ini sesuai dengan hasil

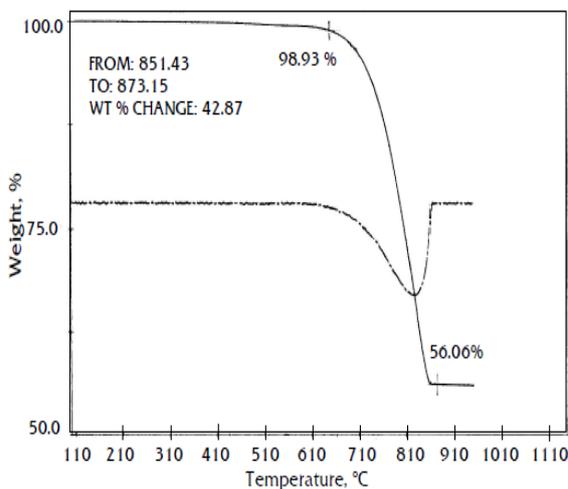
pengukuran DTA yang memperlihatkan adanya reaksi endothermal (penyerapan kalor) pada suhu sekitar 800 °C (Gambar 2).



Gambar 3. Gibbs energy pada reaksi BaCO_3 menjadi BaO ^[8]

Gambar 3 memperlihatkan energi Gibbs pada reaksi BaCO_3 menjadi BaO . Pada Gambar 13 diperlihatkan bahwa senyawa BaCO_3 menjadi BaO pada suhu diatas 800 °C yang sesuai dengan data analisa DTA/ TG pada BaCO_3 (Gambar 1 dan 2) dimana BaCO_3 akan mulai terurai menjadi BaO dan CO_2 pada suhu di atas 800 °C.

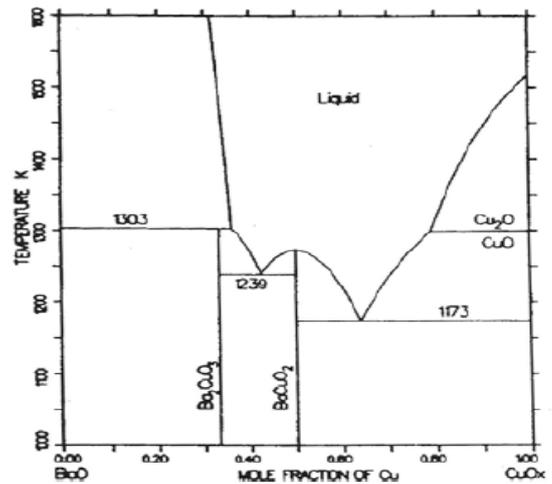
Untuk analisa DTA/TG bahan CaCO_3 , dapat dilihat pada Gambar 4 di bawah ini^[9].



Gambar 4. Analisa DTA/TG pada CaCO_3

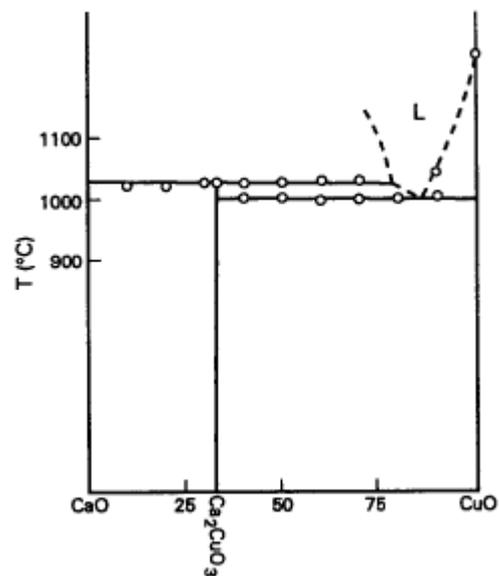
Pada data analisa DTA/ TG pada CaCO_3 terlihat bahwa CaCO_3 mulai terurai sekitar suhu 610 °C dan akan terurai sempurna menjadi CaO dan CO_2 pada suhu sekitar 900 °C.

Sedangkan diagram fasa dari reaksi bahan bakunya dapat dilihat pada Gambar 5 di bawah ini.



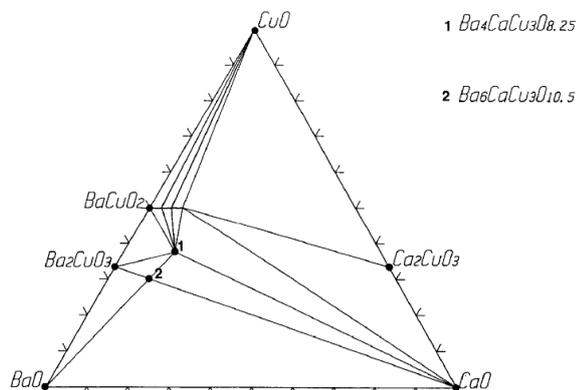
Gambar 5. Diagram fasa biner pada BaO dan CuO (Satuan temperatur pada sumbu y adalah Kelvin)^[10-11]

Dari diagram fasa ini terlihat bahwa pada pemanasan CuO dan BaO pada suhu 900 °C – 987 °C, akan terjadi BaCuO_2 , sedangkan pada suhu 966 °C – 1030 °C akan dapat diperoleh Ba_2CuO_3 (Gambar 5).



Gambar 6. Diagram fasa pada CaO dan CuO ^[12]

Gambar 6 memperlihatkan diagram fasa CaO dan CuO. Pada gambar tersebut diketahui bahwa senyawa Ca_2CuO_3 akan terbentuk setelah CaO dan CuO dipanaskan pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ ke atas.



Gambar 7. Diagram fasa BaO, CaO dan CuO pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ di dalam aliran gas oksigen^[12]

Dari Gambar 7 tersebut diketahui bahwa senyawa $\text{Ba}_6\text{CaCu}_3\text{O}_{10,5}$ terbentuk pada pemanasan senyawa Ba_2CuO_3 dan CaO, sedangkan senyawa $\text{Ba}_4\text{CaCu}_3\text{O}_{8,25}$ terbentuk dari pemanasan BaCuO_2 dan CaO.

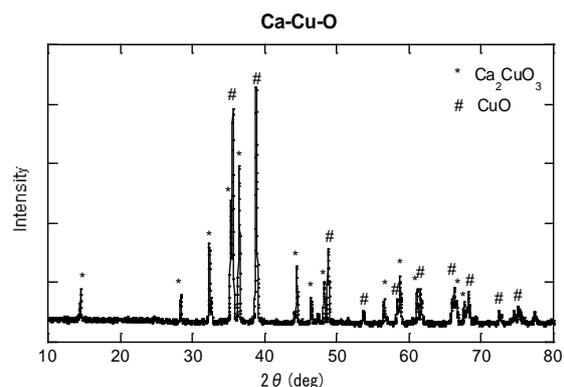
Berdasarkan analisa DTA/TG dari unsur BaCO_3 , CaCO_3 , serta analisa diagram fasa, BaO – CuO , CaO - CuO, dan BaO – CuO-CaO , maka tahapan pembuatan sampel pada penelitian ini adalah seperti di bawah ini:

1. Bahan yang dipakai pada penelitian ini adalah serbuk BaCO_3 , CaCO_3 dan CuO.
2. Serbuk CaCO_3 dan Serbuk CuO dicampur dengan memakai mortar secara manual selama 3 jam, dipanaskan pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam.
3. Setelah itu serbuk BaCO_3 ditambahkan dan diaduk dengan memakai mortar secara manual dan dipanaskan pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam.
4. Diaduk kembali, dan dipanaskan pada suhu $930\text{ }^\circ\text{C}$ selama 15 jam (memakai variabel gas oksigen dan aliran udara).
5. Setelah itu suhu diturunkan dengan kecepatan $100\text{ }^\circ\text{C}$ per jam (aliran udara dan gas oksigen tetap dialirkan sampai suhu turun menjadi $100\text{ }^\circ\text{C}$).

Setelah itu dilakukan analisa XRD untuk mengetahui struktur kristalnya dan EDS (*energy dispersive spectroscopy*) untuk mengetahui komposisi kimianya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

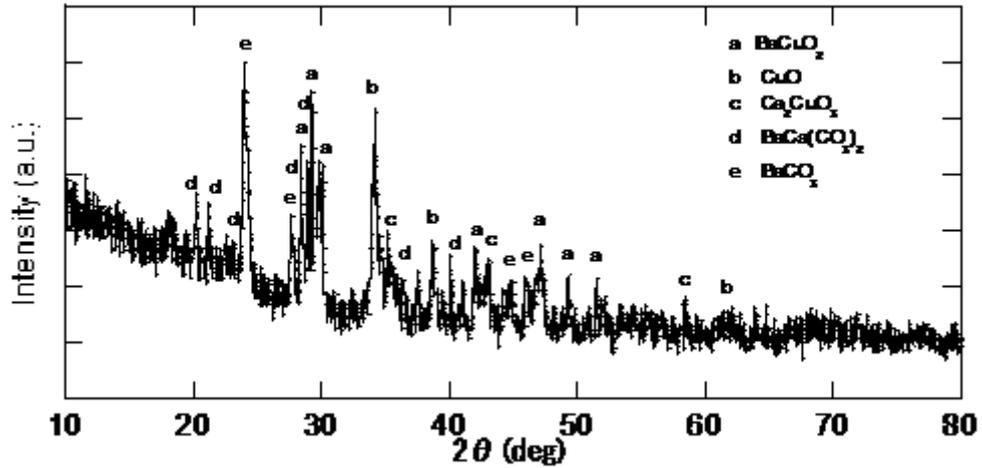
Setelah pencampuran CaCO_3 dan CuO dengan memakai mortar yang diaduk selama 3 jam, dan dipanaskan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam dalam aliran udara, hasil analisa XRD dapat dilihat pada Gambar 8 dibawah ini.



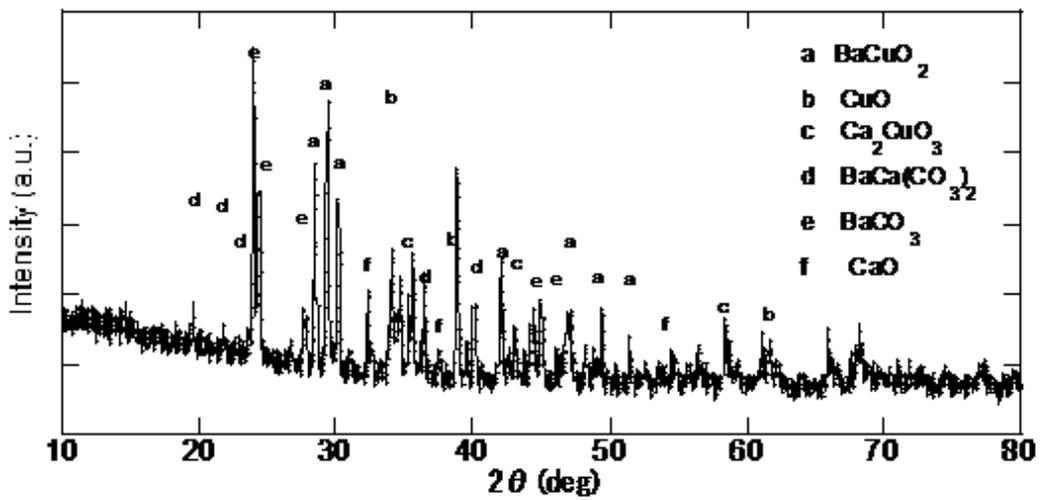
Gambar 8. Analisa XRD pada sampel Ca-Cu-O setelah dipanaskan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam (dalam aliran udara)

Dari Gambar 8 tersebut terlihat bahwa setelah pencampuran kedua bahan, CuO masih menempati sebagai senyawa dominan dan diikuti oleh senyawa Ca_2CuO_3 .

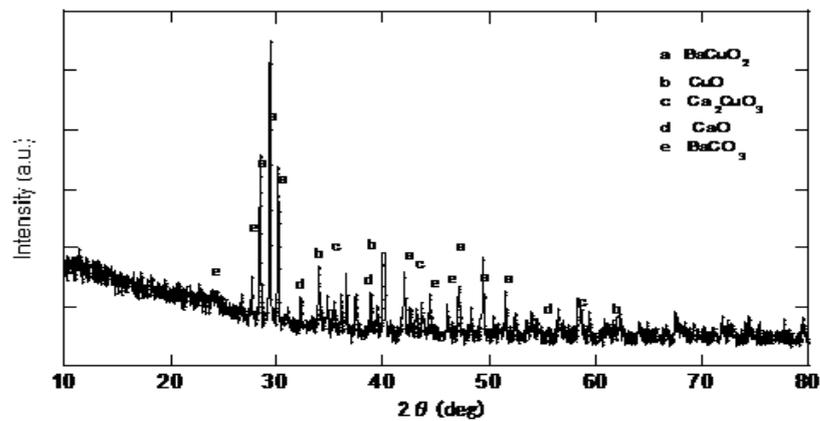
Sampel kemudian ditambahkan serbuk BaCO_3 dan kemudian diaduk memakai mortar secara manual selama 3 jam. Setelah itu sampel Ba-Ca-Cu-O (disebut BCCO) tersebut dipanaskan pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam (memakai variabel aliran udara dan oksigen). Setelah itu sampel diaduk kembali memakai mortar selama 3 jam dan dipanaskan pada suhu $930\text{ }^\circ\text{C}$ selama 15 jam (memakai variabel aliran udara dan oksigen). Gambar 9 memperlihatkan hasil analisa XRD pada sampel yang dipanaskan memakai aliran udara. Gambar 10-12 memperlihatkan hasil analisa XRD pada sampel yang dipanaskan dengan memakai gas oksigen.



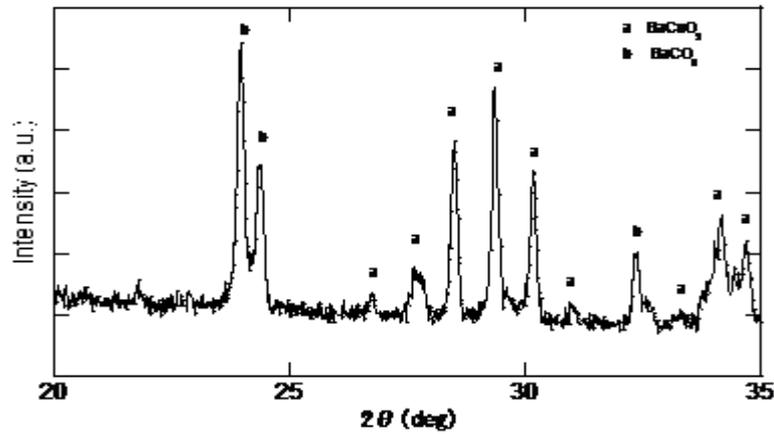
Gambar 9. Analisa XRD pada sampel BCCO setelah dipanaskan pada $T = 930\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 15 jam (dalam aliran udara)



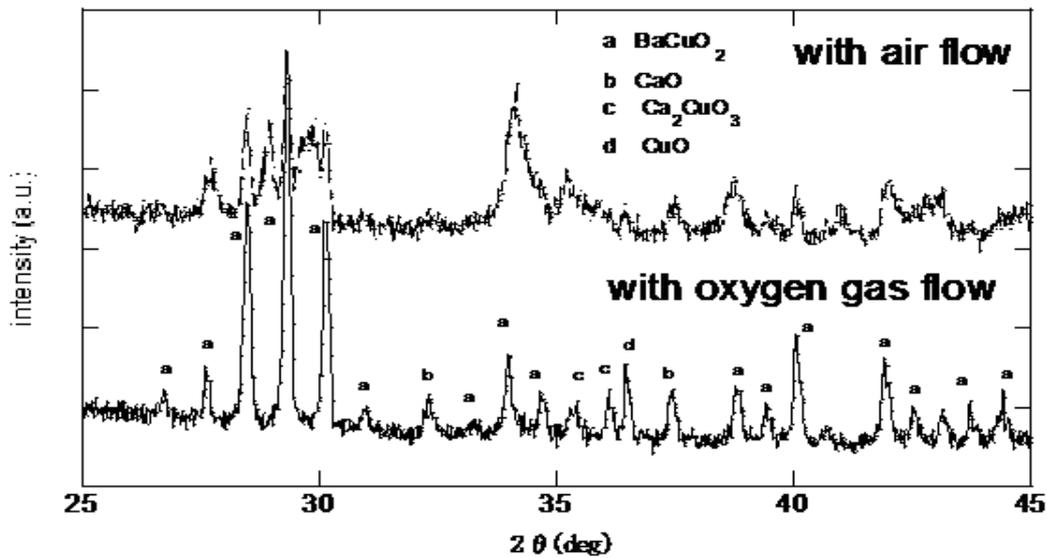
Gambar 10. Analisa XRD pada sampel BCCO setelah dipanaskan pada $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 12 jam (dalam aliran gas oksigen)



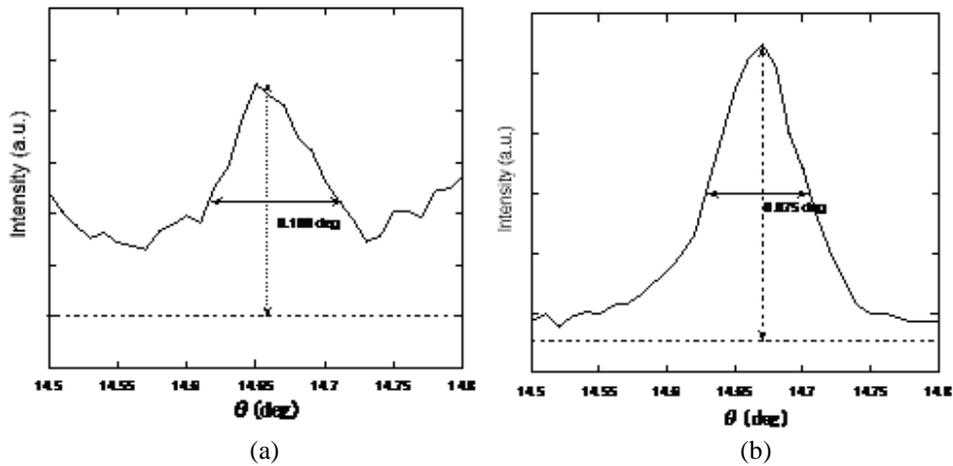
Gambar 11. Analisa XRD pada sampel BCCO setelah dipanaskan pada $T = 930\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 15 jam (dalam aliran gas oksigen)



Gambar 12. Perbesaran hasil analisa XRD pada sampel BCCO ($2\theta = 20^\circ\text{-}35^\circ$) setelah dipanaskan pada $T = 900^\circ\text{C}$ selama 12 jam (dalam aliran gas oksigen)



Gambar 13. Perbandingan hasil analisa XRD pada sampel BCCO ($2\theta = 25^\circ\text{-}45^\circ$) setelah dipanaskan pada $T = 930^\circ\text{C}$ selama 15 jam (dalam aliran udara dan oksigen)



Gambar 14. Perbandingan nilai FWHM (*full width at half maximum*) pada *rocking curve* dari puncak BaCuO_2 pada $2\theta = 29,4^\circ$ (a) Sampel yang dipanaskan dalam aliran udara (b) Sampel yang dipanaskan dalam aliran oksigen

Gambar 13 memperlihatkan perbandingan hasil analisa XRD pada sampel yang dipanaskan memakai aliran udara dan oksigen.

Gambar 10 dan Gambar 11 memperlihatkan hasil XRD pemanasan dalam gas oksigen dengan suhu 900 °C dan 930 °C. Pada pemanasan 900°C, selain senyawa BaCuO₂, juga terbentuk BaCa(CuO₃)₂. Sedangkan pada pemanasan 930 °C, memperlihatkan pembentukan senyawa BaCuO₂ yang lebih baik.

Dari perbandingan puncak pada sampel yang memakai gas oksigen pada Gambar 13, BaCuO₂ terlihat dominan diantara senyawa CaO, Ca₂CuO₃ dan CuO, dan tidak ditemukan adanya puncak yang menunjukkan senyawa Ba₂Ca₂CuO_x, Ba₄CaCu₃O_{8,25}, maupun Ba₆CaCu₃O_{10,5}.

Gambar 14 memperlihatkan perbandingan nilai FWHM pada sampel BCCO yang dipanaskan dalam aliran udara dan sampel yang dipanaskan dalam aliran oksigen.

Pada pemanasan BCCO dengan memakai oksigen memperlihatkan bahwa kristalisasi senyawa BaCuO₂ yang terjadi lebih baik dibandingkan kristalisasi senyawa BaCuO₂ pada pemanasan memakai udara. Selain itu FWHM pada sampel yang memakai oksigen adalah sebesar 0,075°, yang menunjukkan bahwa kristalisasi senyawa BaCuO₂ pada material ini sangat baik.

Untuk melihat pemakaian suhu pemanasan terbaik dalam aliran oksigen, dilakukan juga analisa EDS untuk mengetahui perbandingan komposisi tiap unsurnya.

Sedangkan hasil analisa EDS pada sampel tersebut, adalah seperti ditunjukkan pada Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1. Data analisa EDS pada sampel yang dipanaskan dengan aliran oksigen

Unsur	Pemanasan 930°C dengan oksigen		Pemanasan 900°C dengan oksigen	
	% berat	% atom	% berat	% atom
C	0,00	0,00	4,50	18,64
O	9,37	36,32	12,62	39,22
Ca	4,55	7,04	3,46	4,29
Cu	33,92	33,09	21,67	16,96
Ba	52,15	23,54	57,74	20,90
Total	100,00	100,00	100,00	100,00

Dari data EDS tersebut juga memperlihatkan bahwa pada pemanasan 930 °C, jumlah prosentase atom Cu lebih besar dari Ba. Dari perbandingan dengan data hasil analisa XRD, diketahui bahwa senyawa yang terjadi adalah BaCuO₂ sebagai senyawa yang dominan, diikuti oleh senyawa CuO, CaO dan Ca₂CuO₃. Sedangkan pada pemanasan pada suhu 900 °C, jumlah prosentase atom Cu lebih sedikit dari Ba, yang diperkirakan disebabkan masih tersisnya BaO yang kemudian bereaksi kembali menjadi BaCO₃ di udara.

Pada sampel yang dipanaskan pada 930 °C dengan memakai aliran oksigen, senyawa BaO telah bereaksi dengan CuO membentuk senyawa BaCuO₂ yang lebih stabil. Pada sampel yang hanya dipanaskan pada suhu 900 °C di dalam aliran oksigen, masih terlihat senyawa BaCO₃ yang terjadi, yang menandakan BaO masih tersisa pada sampel yang kemudian bereaksi membentuk senyawa BaCO₃ kembali.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian terhadap pembuatan senyawa Ba-Ca-Cu-O, pada analisa XRD diketahui bahwa senyawa yang terjadi adalah BaCuO₂ sebagai senyawa yang dominan, dan kemudian

terdapat juga senyawa CuO, CaO dan Ca₂CuO₃. Pada pemanasan dengan 900 °C, senyawa BaO masih tersisa. Dengan pemakaian oksigen pada pemanasannya, terjadi kristalisasi senyawa BaCuO₂ yang lebih baik dibandingkan pemakaian aliran udara. Selain itu pemakaian oksigen pada pemanasannya dapat mengoptimalkan reaksi BaO menjadi BaCuO₂.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Schilling, M. Cantoni, J.D.Guo and H.R.Ott. 1993., Superconductivity Above 130k In The Hg-Ba-Ca-Cu-O System". *Nature*: 363,56-58.
- [2] Tetsuo Tsuchiya, Kazuo Fueki, Tadashi Koyama. 1998., Chemical Thermodynamics Of Hg1201 And Hg1223 Phases". *Physica*: 298,49-58.
- [3] V. A. Alyoshin, D. A. Mikhailova, E. B. Rudnyi, E. V. Antipov. 2002., Mercury Nonstoichiometry Of The Hg_{1-x}ba₂cu_{0.4+Δ} Superconductor And The P(Hg)-P(O₂)-T Phase Diagram Of The Hg-Ba-Ca-Cu-O System". *Physica*: 383, 59-74.
- [4] K. Knizek, E. Pollert, D.Sedmidubsky, I. Bryntse. 2002., Mercury Pressing During Synthesis Of The Hgba₂cacu₂O_{6+Δ} Superkonduktor". *Physica*: 371, 111-116.
- [5] David Sedmidubsky, Jindrich Leitner, Karel Knizek, Ales Strejc, Milos Nevriwa. 2002., Phase Relations in Hg-Ba-Ca-Cu-O System". *Physica*: 341-348, 509-510.
- [6] David Sedmidubsky, Jindrich Leitner, Karel Knizek, Ales Strejc, Miroslav Veverka. 2000., Phase Equilibria In The Hg-Ba-Cu-O System". *Physica*: 329, 191-197.
- [7] P. Pasierb, R. Gajerski, M. Rokita, M. Rekas. 2001., Studies On The Binary System Li₂CO₃-BaCO₃". *Physica*: 304, 463-476.
- [8] C.W.Chu, Z.L.Du, Y.Y.Xue, Y.Cao, N.L.Wu, I.Rusakova, M.Hervieu and B.Raveau. 1998., The Novel High Temperature Superconducting Ba-Ca-Cu-O System". *J.Phys.Chem Solids*: 59, 10-12, 2173-2179.
- [9] I. Halikia, L. Zoumpoulakis, E. Christodoulou, D.Prattis., Kinetic Study Of The Thermal Decomposition Of Calcium Carbonate By Isothermal Methods Of Analysis. *The Eropean Journal of Mineral Processing and Environmental Protection*: 1, 1303-086.
- [10] Z.Zivkovic, N.Strbac, D.Zivkovic, D.Grujicic. 2005., DSC Investigations of the CuO-BaO System". *RMZ-Materials and Geoenvironment*: 52 , 469-473.
- [11] F. Abbattista, A. Delmastro, D. Mazza and M. Vallino. 1991., The ternary system BaO-CaO-CuO-O, Materials Chemistry and Physics, 28.: 33-41.
- [12] Jingkui Liang, Zhan Chen, Fei Wu and Sishen Xie. 1990., Phase Diagram Of Sro-Cao-Cuo Ternary System". *Solid State Communications*: 75, 3, 247-252.

RIWAYAT PENULIS

Agung Imaduddin lahir di Bandung, 29 September 1971. Menamatkan pendidikan *Bachelor* di bidang *Metallurgy* di Iwate University, Iwate-Japan pada tahun 1995. Menamatkan program Master dan Doktor di bidang *Material Science and Engineering* di Iwate University, Iwate-Japan pada tahun 1997 dan 2001. Saat ini aktif bekerja pada Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI, Puspiptek Serpong.

INVESTIGASI EKSPERIMENTAL PERILAKU PROFIL BAJA RINGAN BERPENAMPANG PERSEGI AKIBAT INTERAKSI BEBAN TEKAN MEMUSAT DAN MOMEN LENTUR

Andi Muhdiar Kadir¹⁾, Dedi Priadi¹⁾, Eddy S. Siradj¹⁾, Harkali Setiyono²⁾

¹⁾Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok 16424

²⁾B2TKS- BPPT PUSPIPTEK

Tangerang Selatan-Banten, Indonesia 15314

E-mail : amkadir66@yahoo.com

Masuk tanggal : 25-02-2013, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

INVESTIGASI EKSPERIMENTAL PERILAKU PROFIL BAJA RINGAN BERPENAMPANG PERSEGI AKIBAT INTERAKSI BEBAN TEKAN MEMUSAT DAN MOMEN LENTUR. Makalah ini merupakan bagian dari program penelitian yang di fokuskan pada pengembangan metode analisa kekuatan profil baja berdingding tipis berbentuk pipa kotak (*Square Hollow Section/SHS*) akibat interaksi beban tekan memusat dan momen lentur yang didasarkan pada pendekatan teori mekanisme plastis dan elastis (*plastic mechanisms and elastic theories/cut-off strength*) dimana tingkat akurasi akan diverifikasi menggunakan hasil pendekatan experimental. Pada tahap pertama penelitian ini, analisa kekuatan SHS didasarkan pada desain standar yang ada yaitu British Standard (BS 5950 Part 5 1987) yang menggunakan metode langsung (*direct method*) dan metode dua kanal (*double channels method*). Pada metode experimental dilakukan pengujian awal yaitu pengujian material dasar dari SHS dan pengujian utama yaitu pengujian kekuatan profil baja berdingding tipis berbentuk pipa kotak akibat interaksi beban tekan memusat dan momen lentur. Data hasil uji material dasar digunakan sebagai data masukan pada analisis kekuatan profil baja berdingding tipis berbentuk pipa kotak menggunakan British Standard sedangkan hasil uji kekuatan profil baja berdingding tipis berbentuk pipa kotak dijadikan sebagai acuan dari metode analisis kekuatan yang digunakan. Hasil analisa kekuatan SHS menunjukkan bahwa hasil analisa kekuatan dengan metode *double channels* memberikan hasil yang mendekati hasil experimental (perbedaan sekitar 2 % sampai 7%) dibandingkan dengan metode langsung dan hal ini masih dalam batas-batas yang dapat diterima (*acceptable limits*) ± 20 %. Hasil pada tahap awal berupa hasil experimental dan hasil analisis kekuatan menggunakan standard desain cukup akurat dan akan digunakan sebagai pembandingan dengan hasil dari metode analisa kekuatan yang dikembangkan pada tahap penelitian selanjutnya.

Kata kunci : Estimasi kekuatan, Profil pipa kotak, Kekuatan luluh, Lebar efektif, Kapasitas momen, Kekuatan lentur, Beban maksimum, Baja berdingding tipis

Abstract

BEHAVIOUR EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF A THIN-WALLED STEEL SQUARE HOLLOW SECTION BEAM AFFECTED BY THE INTERACTION OF CONCENTRATED COMPRESSIVE LOAD AND BENDING MOMENT. This paper is a part of research program that focused in developing a strength analytical method of a thin-walled steel square pipe (*Square Hollow Section/SHS*) affected by the interaction of concentrated-compressive load and bending moment that its based on plastic mechanisms and elastic theories (*cut-off strength*), and its accuracy will then be verified by data obtain from an experimental approach. In the first stage of this research program, the strength of SHS pipe is analyzed by using of existing code design namely British Standard (BS 5950 Part 5 1987) that is implemented according to a direct method and double channels one. In the experimental method is performing preliminary test that basic material identification and main test that strength measure of SHS under interaction of concentrated-compressive load and bending moment. The data test results of basic material is used as data input in strength analytical method of a thin-walled steel square pipe by British Standard meanwhile the test results of a thin-walled steel square pipe is use as reference of strength analysis method results. The results of SHS pipe strength show that the strength estimation using the double channels method has a close value to the experimental one (scattered in between 2% up to 7%) and this is within acceptable limits of ± 20 %. This first data results of experimental and strength analysis by design code are accurate enough and it will be compare with the result of developing a strength analytical method at the next step research.

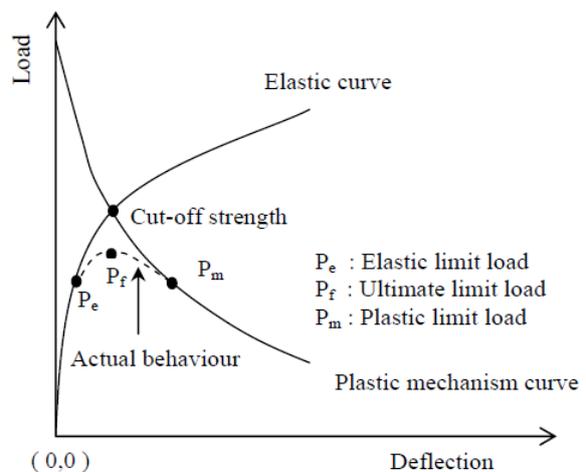
Keywords : Strength estimation, Square hollow section, Yield strength, Effective width, Moment capacity, Bending strength, Ultimate load, Cut-off strength, A thin-walled steel

PENDAHULUAN

Profil pipa baja kotak berdinding tipis *square hollow section* (SHS) adalah salah satu tipe variasi dari profil baja berdinding tipis yang umum digunakan dalam struktur rangka (*structural framing*). Struktur baja ringan merupakan struktur baja yang ketebalannya relatif tipis yaitu sekitar 0,3 – 6,0 mm dengan rasio lebar terhadap tebal di setiap bagian struktur sangat besar. Struktur baja jenis ini dapat dibuat dari baja lembaran (*steel sheets*) melalui proses pengerjaan dingin (*cold forming*) seperti *press braking*, *bending braking* atau *cold rolling*. Penggunaan struktur baja ringan sangat luas dan banyak dijumpai pada desain konstruksi otomobil, gerbong kereta api, bangunan gedung dan industri, kapal, dan lain-lain. Karena rasio antara lebar dan tebal dari setiap elemen struktur sangat besar, maka tipe struktur ini cenderung mengalami lokal *buckling* akibat beban tekan. Proses kerusakan profil baja berdinding tipis yang mengalami beban tekan, umumnya diawali dengan pembentukan lokal *buckling* pada elemen tekan dan selanjutnya berkembang menjadi mekanisme kerusakan plastis lokal dan kemudian runtuh (*collapse*).

Di dalam metode konvensional, desain kekuatan struktur baja biasanya ditentukan berdasarkan faktor keamanan (*safety factor*) dimana besar kecilnya faktor keamanan yang digunakan dalam desain akan berpengaruh pada berat desain struktur baja yang dihasilkan. Untuk mengurangi berat desain struktur baja maka perlu dikaji dan dikembangkan suatu metode yang tidak terlalu tergantung pada penggunaan faktor keamanan dan metode ini akan dipelajari dan dikembangkan oleh penulis selama pelaksanaan program penelitian. Metode analisis desain yang dikembangkan didalam penelitian ini tidak akan menggunakan faktor keamanan di dalam analisis kekuatan sehingga dapat

digunakan untuk mendesain struktur baja yang mampu mendukung beban kerja dengan berat seringan mungkin. Jadi metode analisis yang dikembangkan disini diarahkan untuk menunjang desain struktur baja yang efektif dan efisien ditinjau dari segi teknis dan ekonomis.



Gambar 1. Metoda “cut-off strength”^[1-2]

Penelitian ini diarahkan pada pengembangan metode analisis kekuatan dari profil baja ringan berbentuk pipa kotak SHS akibat interaksi beban memusat dan momen lentur (Gambar 1). Metode analisis ini didasarkan pada dua pendekatan yaitu pendekatan *plastic mechanisms* dan elastis. Metode ini disebut metode “cut-off strength” dan akurasiya akan diverifikasi dengan pendekatan eksperimental.

Pada tahap penelitian ini, dilakukan pengujian awal yaitu pengujian material dasar SHS untuk mengetahui karakteristik propertisnya dan pengujian utama yaitu pengujian kekuatan profil baja ringan berbentuk pipa kotak (parameter tunggal) dengan interaksi beban tekan memusat dan momen lentur. Analisis kekuatan awal yang akan dibandingkan dengan pengujian utama ini akan menggunakan kriteria desain berdasarkan British Standar (BS 5950 Part 5 1987). Standar ini merupakan salah satu

metode analisis prediksi kekuatan yang sudah ada dan umum dipakai. Selanjutnya bentuk kerusakan dari hasil pengujian utama uji ini akan digunakan untuk pemodelan pada pengembangan metode analisa prediksi kekuatan berdasarkan pada pendekatan teori *plastic mechanisms* dan elastis pada tahap berikutnya (eksperimen dengan banyak parameter).

PROSEDUR PENELITIAN

Pendekatan Analitis Berdasarkan British Standar (BS 5950 Part 5 1987)^[3]

Kategori standar spesifikasi dari *web crushing/ web crippling* pada baja *cold-formed* dibagi menurut tipe dari bentuk (*beam*) dan beban yaitu:

- a. Tipe *beam*
 - Bentuk-bentuk yang mempunyai satu tebal web
 - I-beam dan bentuk-bentuk dengan penahan terhadap perputaran *web* (*web rotation*)
- b. Tipe dan posisi beban
 - Beban atau tumpuan tunggal yang dekat atau di ujung bebas.
 - Beban atau tumpuan tunggal yang jauh atau di ujung bebas.
 - Dua beban atau tumpuan berlawanan yang dekat atau di ujung bebas.
 - Dua beban atau tumpuan berlawanan yang jauh dari ujung bebas.

Beban-beban yang menyebabkan *local crushing* dari web-web beam pada titik tumpuan atau titik beban terkonsentrasi harus dievaluasi menggunakan persamaan yang diberikan dalam Tabel 1 dan 2.

Persamaan dalam tabel tersebut digunakan untuk kondisi sebagai berikut :
 Beam dengan $D/t \leq 200$, $r/t \leq 6$
 Decking dengan $r/t \leq 7$, $n/t \leq 210$, $n/D \leq 3,5$

dimana :

D = tinggi keseluruhan *web* (mm)

t = tebal web (mm)

r = jari-jari bagian dalam dari belokan (mm)

n = panjang aktual dari *bearing load* (mm), dalam kasus yang sama dan beban-beban berlawanan terkonsentrasi tidak sama panjang nya maka dipilih yang mempunyai nilai n lebih kecil.

P_w = ketahanan *web* tunggal terhadap beban terkonsentrasi (N)

c = Jarak ujung beam ke beban atau tumpuan (mm)

Konstanta c dari persamaan dalam Tabel 1 dan 2 mewakili nilai-nilai sebagai berikut :

$$c_1 = 1,22 - 0,22k$$

$$c_2 = 1,06 - 0,06(r/t) \leq 1,0 \text{ tapi tidak kurang dari } 0,50$$

$$c_3 = 1,33 - 0,33k$$

$$c_6 = 0,88 - 0,12m$$

$$c_{12} = 0,7 + 0,3(\Theta/90)^2$$

dimana

k = $P_y/228$ dan P_y adalah kekuatan desain (N/mm^2)

$$m = t/1,9$$

Θ = sudut (derajat) antara bidang *web* dan bidang *bearing surface* ($45^\circ \leq \Theta \leq 90^\circ$)

Beban terkonsentrasi (P_w) dihitung dari persamaan dalam Tabel 1 dan 2 pada beam yang hanya mengalami *web crushing*, tetapi jika beam dibebani dengan kombinasi aksi bending dan *web crushing* maka pengaruh bending momen harus diperhitungkan. Untuk mempertimbangkan pengaruh bending, persamaan-persamaan berikut ini harus digunakan dalam mendesain beam yang mengalami kombinasi bending dan *web crushing*.

- a. *Beam-beam* atau bentuk-bentuk yang mempunyai satu tebal web

$$\frac{1.2F_w}{P_w} + \frac{M}{M_c} \leq 1.5 \quad ;$$

$$\frac{F_w}{P_w} \leq 1 \quad \frac{M}{M_c} \leq 1 \quad (1)$$

b. *I*-beam dan beam-beam dengan penahan terhadap perputaran *web* (*web rotation*)

$$\frac{1.1F_w}{P_w} + \frac{M}{M_c} \leq 1.5 \quad ;$$

$$\frac{F_w}{P_w} \leq 1 \quad \frac{M}{M_c} \leq 1 \quad (2)$$

dimana

F_w = beban web memusat atau reaksi

P_w = kemampuan beam memusat yang diperoleh berdasarkan Tabel 1 dan 2

M = bending momen yang diaplikasikan pada titik dimana diaplikasikan beban

F_w, M_c = kapasitas momen yang ditentukan berdasarkan suatu batasan tegangan tekan pada *web* dan lebar efektif dari elemen yang mengalami beban tekan. Standar BS 5950 Part 5 1987 utamanya digunakan untuk tebal profil sampai dengan 8 mm.

Tabel 1. Beam-beam atau bentuk-bentuk yang mempunyai satu tebal web^[3]

Type and position of loadings	Total web resistance, P_w
<p>Single load or reaction</p> <p>$c < 1.5 D$ Load or reaction near or at free end</p>	<p>Stiffened flanges</p> $P_w = t^2 k C_3 C_4 C_{12} (2060 - 3.8 (D/t)) \times (1 + 0.01 (W/t))$ <p>Unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 k C_3 C_4 C_{12} (1350 - 1.73 (D/t)) \times (1 + 0.01 (W/t))$
<p>Single load or reaction</p> <p>$c > 1.5 D$ Load or reaction far from free end</p>	<p>Stiffened and unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 k C_1 C_2 C_{12} (3350 - 4.8 (D/t)) \times (1 + 0.007 (W/t))$
<p>Two opposite loads or reactions $e < 1.5 D$</p> <p>$c < 1.5 D$ Loads or reactions near or at free end</p>	<p>Stiffened and unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 k C_3 C_4 C_{12} (1520 - 3.57 (D/t)) \times (1 + 0.01 (W/t))$
<p>Two opposite loads or reactions $e < 1.5 D$</p> <p>$c > 1.5 D$ Loads or reactions far from free end</p>	<p>Stiffened and unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 k C_1 C_2 C_{12} (4800 - 14 (D/t)) \times (1 + 0.0013 (W/t))$

*When $W/t > 60$, the factor $(1 + 0.01 (W/t))$ may be increased to $(0.71 + 0.015 (W/t))$.
 †When $W/t > 60$, the factor $(1 + 0.007 (W/t))$ may be increased to $(0.75 + 0.011 (W/t))$.
 NOTE. In this table P_w represents the total load or reaction for one solid web connecting top and bottom flanges. For beams with two or more such adjacent webs P_w should be determined for each individual web and the results added to obtain the total crushing load.

Profil baja *cold-formed* dapat berupa/berbentuk terbuka (baja berbentuk *channel*) atau tertutup (*square pipe*) dan harus dibuat sampai sambungannya rata atau dibending dengan sudut tidak lebih 135° dengan jari-jari internal tidak lebih dari 5t (t = tebal material).

Penentuan *moment capacity* didasarkan pada suatu batas tegangan tekan (*compression stress*) pada *webs* dan lebar efektif dari elemen-elemen tekan. Tebal benda uji juga dipertimbangkan dalam menghitung modulus penampang (*section properties*). Jika tebal material lebih kecil dari 3,2 mm, maka material dapat di asumsi terkonsentrasi pada garis tengah (*mid-line*) dari profil dan sekitar pojok-pojoknya diganti dengan titik pertemuan/*intersection* dari elemen-elemen datar (*flats element*). Karena tebal benda uji kurang dari 3,2 mm maka idealisasi luas penampang (*cross section*) dengan benda uji yang digunakan dalam analisis seperti pada Gambar 2.

Tabel 2. *I*-beam dan beam-beam dengan penahan terhadap perputaran *web*^[3]

Type and position of loadings	Total web resistance, P_w
<p>Single load</p> <p>$c < 1.5 D$ Load or reaction near or at free end</p>	<p>Stiffened and unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 C_7 C_8 (8.8 + 1.11 (W/t))^{1/2}$
<p>Single load or reaction</p> <p>$c > 1.5 D$ Load or reaction far from free end</p>	<p>Stiffened and unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 C_3 C_4 C_8 (13.2 + 1.63 (W/t))^{1/2}$
<p>Two opposite loads or reactions $e < 1.5 D$</p> <p>$c < 1.5 D$ Loads or reactions near or at free end</p>	<p>Stiffened and unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 C_{10} C_{11} C_8 (8.8 + 1.11 (W/t))^{1/2}$
<p>Two opposite loads or reactions $e < 1.5 D$</p> <p>$c > 1.5 D$ Loads or reactions far from free end</p>	<p>Stiffened and unstiffened flanges</p> $P_w = t^2 C_8 C_9 C_8 (13.2 + 1.63 (W/t))^{1/2}$

NOTE. In this table P_w represents the total load or reaction for one solid web connecting top and bottom flanges. For beams with two or more such adjacent webs P_w should be determined for each individual web and the results added to obtain the total crushing load.

Sementara pada *web* akan mendukung distribusi tegangan lentur dan pada *bottom flange* akan mengalami tegangan tarik. Dengan memperhatikan lebar efektif pada *top flange*, maka distribusi tegangan yang dialami oleh benda uji seperti ditunjukkan pada Gambar 3.

Batas tegangan tekan pada *web* di hitung dengan formulasi:

$$P_o = [1,13 - 0,0019(D/t) (Y_s/280)^{0,5}] P_y \quad (3)$$

dimana :

P_o = batas tegangan tekan/MPa

D = h_w (tinggi web / mm),

Y_s = tegangan yield material /MPa

t = tebal web /mm

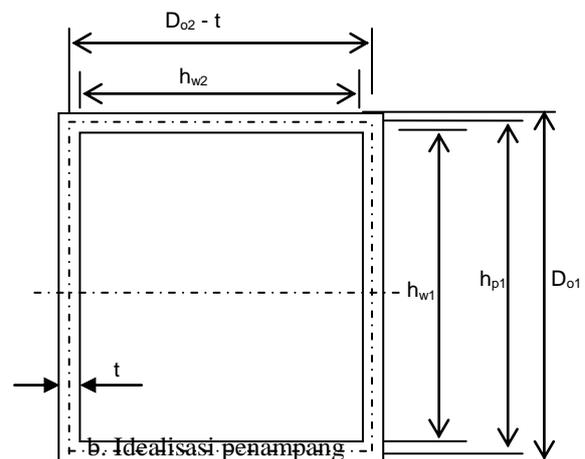
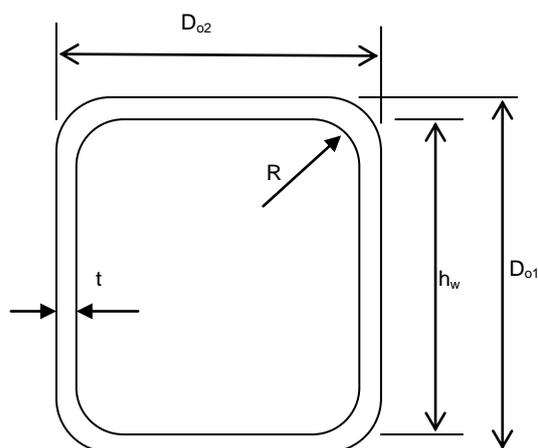
P_y = tegangan desain /MPa = Y_s

Perhitungan lebar efektif dari *top flange* dilakukan dengan menggunakan prosedur lebar efektif dari *stiffened element* dilihat tekanan merata. Aksi tegangan tekan pada elemen efektif (f_c) sama dengan batas tegangan tekan pada *web* (P_o).

Jika $f_c/P_{cr} < 0,123$ maka $b_{eff}/b_p = 1$

Jika $f_c/P_{cr} > 0,123$ maka $b_{eff}/b_p = [1 + 14 [(f_c/P_{cr})^{0,5} - 0,35]^4]^{-0,2}$ (4)

$f_c = P_o$, dimana P_o sudah dihitung dengan



Gambar 2. Penampang dari Square Hollow Section/SHS^[1]

Persamaan (3).

P_{cr} = tegangan *local buckling* pada elemen.

$$P_{cr} = 185000 K(t/b)^2 \quad (5)$$

dimana:

t = tebal *Top Flange* = tebal web

b = lebar keseluruhan top flange = b_p

K = koefisien *local buckling* pada *stiffened element*

Analisa Langsung

Koefisien lokal *buckling* dari elemen kaku *flange* atas (*the stiffened top flange element*) dihitung dari :

$$K = 7 - \frac{1,8h}{0,15 + h} - 0,091h^3; \quad h = h_p/b_p \quad (6)$$

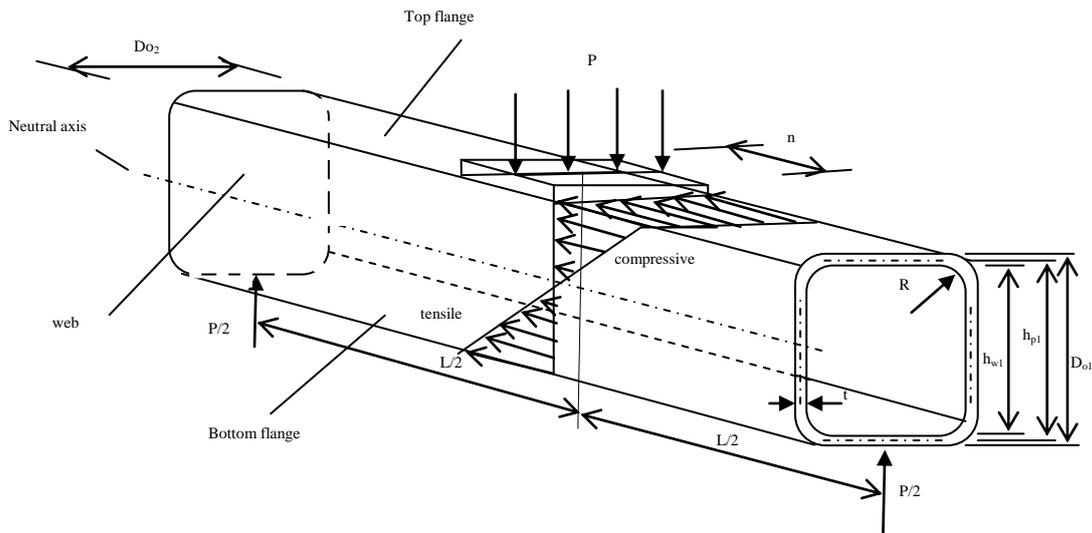
Posisi sumbu netral X-X dalam Gambar 4 dapat dihitung dengan persamaan

$$y_t = \frac{\sum_{i=1}^n A_i y_i}{\sum_{i=1}^n A_i}$$

$$y_t = \frac{A_1 y_1 + A_2 y_2 + A_3 y_3 + A_4 y_4 + A_5 y_5}{A_1 + A_2 + A_3 + A_4 + A_5}$$

$$y_c = h_p - y_t$$

(7)



Gambar 3. Distribusi tegangan pada SHS akibat pembebanan ditengah bentangan^[1]

Semua momen pada persamaan di atas dihitung dengan mengambil flange bawah (*the bottom flange*) sebagai *datum line*, dan momen kedua (*the secondary moment*) dari SHS ditentukan berdasarkan rumus sebagai berikut :

$$\begin{aligned} (I_{xx})_{SHS} &= \sum_i^n (I_{xx})_i \quad ; \\ (I_{xx})_i &= (I_c)_i + y_i^2 A_i \quad ; \\ (I_c)_i &= \int_{y_{\min}}^{y_{\max}} y^2 dA_i \end{aligned} \quad (8)$$

Karena itu maka momen kedua dari SHS terhadap garis pusat efektif (*the effective center line*) X-X adalah:

$$\begin{aligned} (I_{xx})_{SHS} &= \sum_i^5 (I_{xx})_i = \\ &t \left[\left(\frac{b_p t^2 + 2h_w^3 + b_{eff} t^2}{12} \right) + (b_p y_t^2 + \right. \\ &\left. 2h_w \left(\frac{h_p}{2} - y_t \right)^2 + b_{eff} \cdot y_c^2 \right] \end{aligned} \quad (9)$$

Modulus elastis penampang (*the elastic section modulus*) adalah :

$$\text{Daerah Tekan: } (Z_c)_{SHS} = \frac{(I_{xx})_{SHS}}{y_c}$$

$$\text{Tarik: } (Z_t)_{SHS} = \frac{(I_{xx})_{SHS}}{y_t} \quad (10)$$

Berdasarkan Gambar 4 dan rumus di atas maka nilai dari $(Z_c)_{SHS}$ menjadi lebih kecil dibandingkan dengan nilai dari $(Z_t)_{SHS}$ sehingga kondisi luluh (*Yielding*) pertama kali terjadi pada daerah tekan. Kapasitas momen (*the moment of capacity*) dari SHS adalah sebagai berikut:

$$(M_c)_{SHS} = P_o \cdot (Z_c)_{SHS} \quad (11)$$

Analisa Dengan *Double Channels*

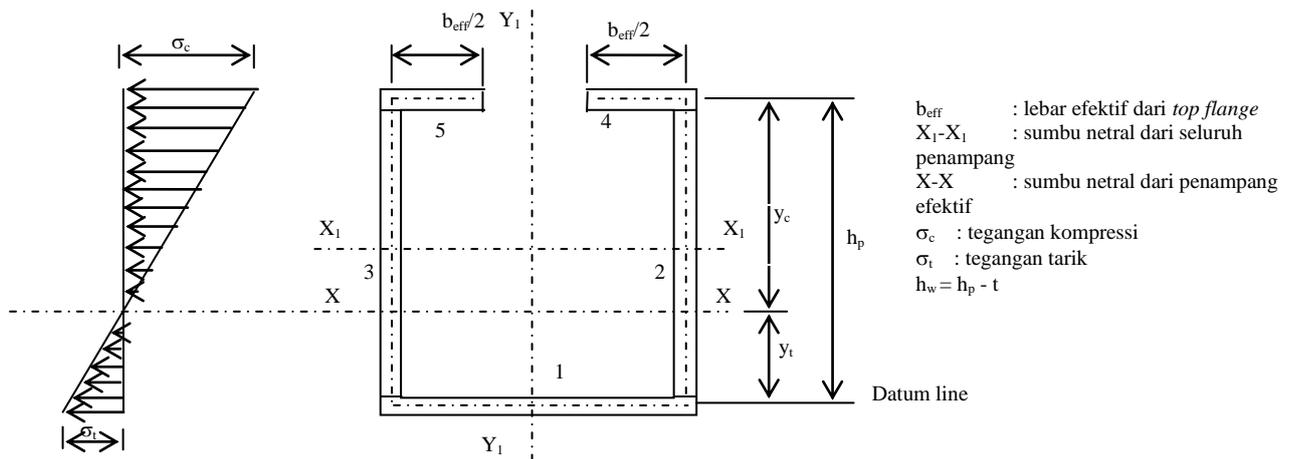
Dalam analisa ini, SHS diasumsi dibentuk dari dua profil kanal yang kedua ujung bebasnya (*free edges*) kedua flange-nya digabungkan. Kekatannya kemudian ditentukan menurut penjumlahan dari analisa kekuatan setiap kanal.

Koefisien lokal *buckling* dari elemen flange atas tidak kaku (*the unstiffened top flange element*) dihitung dari :

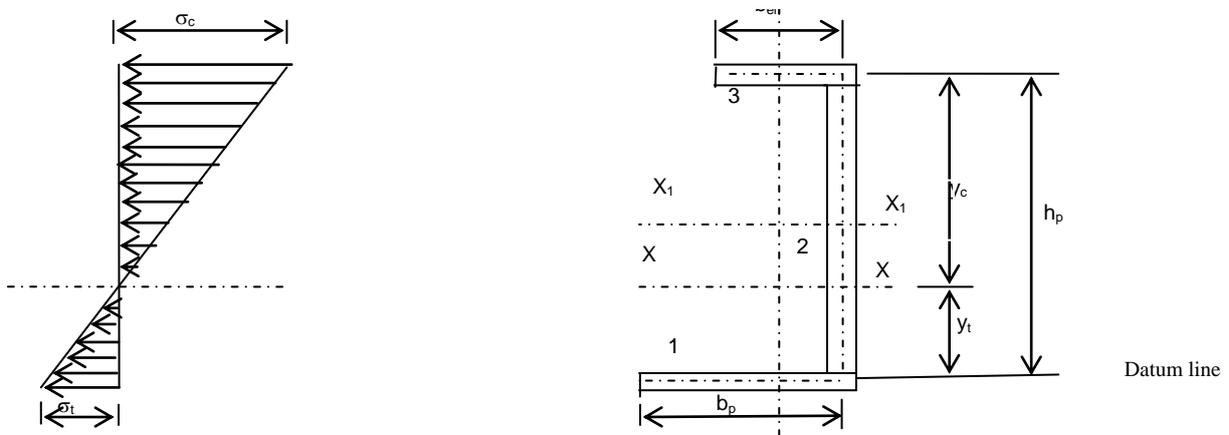
$$K = 1,28 - \frac{0,8h}{2+h} - 0,0025h^2 \quad ; \quad h = h_p/b_p \quad (12)$$

Dengan mengacu pada Gambar 4, posisi sumbu netral X-X dihitung yaitu :

$$y_t = \frac{A_1 y_1 + A_2 y_2 + A_3 y_3}{A_1 + A_2 + A_3} \quad ; \quad y_c = h_p - y_t \quad (13)$$



Gambar 4. Penampang efektif SHS (box section) dan distribusi stress pada webs^[1]



Gambar 5. Penampang efektif dari profil kanal dan distribusi stress pada web-nya^[1]

Momen kedua (*the secondary moment*) dari penampang efektif yang ditunjukkan dalam Gambar 5 dimana sumbu X-X ditentukan dengan cara yang sama dengan SHS dan diformulasikan seperti persamaan berikut:

$$(I_{xx})_{Ch} = \sum_i^3 (I_{xx})_i = t \left[\left(\frac{b_p t^2 + h_w^3 + b_{eff} t^2}{12} \right) + (b_p y_t^2 + h_w \left(\frac{h_p}{2} - y_t \right)^2 + b_{eff} \cdot y_c^2) \right] \quad (14)$$

Tegangan bending yang dilakukan pada penampang kanal menunjukkan bahwa nilai maksimumnya terjadi pada daerah tekan. Karena itu, maka penampang kanal akan terjadi luluh (*yield*) pertama kali pada daerah tekannya sehingga kapasitas momennya $(M_c)_{Ch}$ dihitung menggunakan modulus penampang elastis daerah tekan yaitu:

$$(M_c)_{SHS} = P_o \cdot (Z_c)_{Ch} \quad ;$$

$$(Z_c)_{Ch} = \frac{(I_{xx})_{Ch}}{y_c} \quad (15)$$

Perhitungan Beban Crippling Maksimum dari Web

Pada penelitian ini, beban web crippling (F_{cb}) diestimasi menurut persyaratan dari pembebanan *interior one-flange* (IOF) seperti ditunjukkan dalam Gambar 6. Beban *web crippling* (F_{cb}) dihasilkan dari : Untuk beams atau shapes yang memiliki tebal web tunggal adalah :

$$\frac{1.2 F_w}{P_w} + \frac{M}{M_c} \leq 1.5 \quad ;$$

$$\frac{F_w}{P_w} \leq 1 \quad \frac{M}{M_c} \leq 1$$

dimana $M = M_o = F_{cb} (L-n)/4$

sehingga
$$\frac{1.2F_{cb}}{P_w} + \frac{F_{cb}(L-n)}{4M_c} \leq 1.5$$

atau
$$F = F_{CB} = \frac{6P_w M_c}{4.8M_c + P_w(L-n)} \quad (16)$$

dimana untuk posisi pembebanan *interior one flange* (IOF) dengan $e \geq 1,5D$, maka beban maksimum *web crippling* untuk *beams* atau *shapes* yang memiliki tebal *web* tunggal adalah:

$$P_w = t^2 k c_1 c_2 c_{12} [3350 - 4,6(D/t)(1 + 0,007(n/t))] \quad (17)$$

eksperimental, uji tarik pertama kali dilakukan untuk mengkaji sifat-sifat mekanik dari material dasar yang digunakan untuk membuat *a thin-walled steel square pipe (square hollow section/SHS)*.

Pada analisa langsung, nilai dari M_c dalam persamaan (16) diganti dengan $(M_c)_{SHS}$ dan menghasilkan F_{cb} yang lain yaitu kekuatan beam SHS di bawah pembebanan IOF. Dalam kasus analisa *double channels*, nilai dari $(M_c)_{Ch}$ diganti untuk (M_c) dalam persamaan (16) dan kekuatan dari SHS dihitung dari :

$$(F_{cb})_{Ch} = 2 F_{cb} \quad (18)$$

dimana

$(F_{cb})_{Ch}$ = kekuatan SHS yang diestimasi menggunakan analisa *double channels*

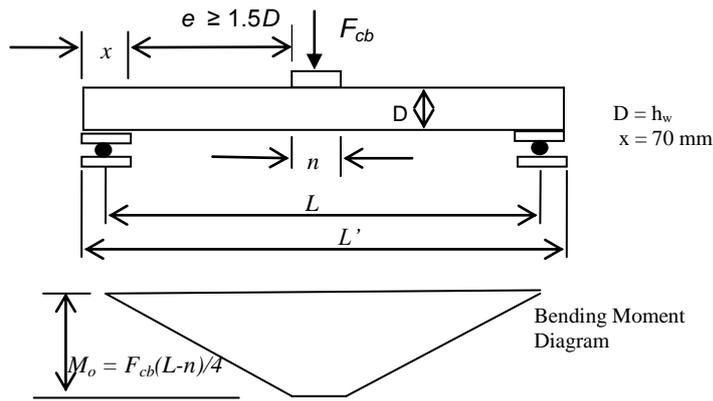
F_{cb} = Kekuatan yang diperoleh dari setiap penampang canal

Pendekatan Eksperimental

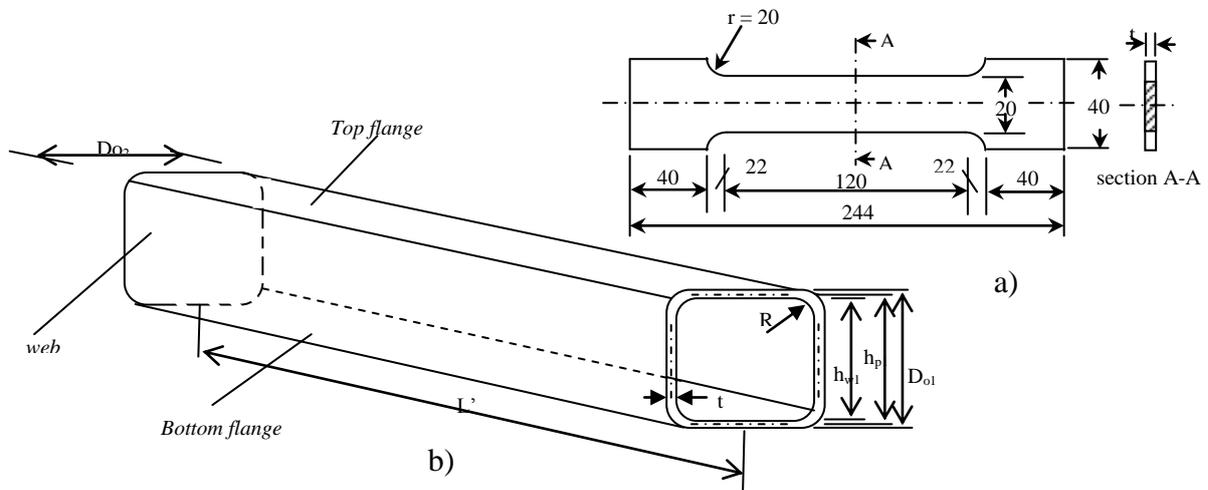
Pendekatan eksperimental dilakukan dalam dua tahap yaitu uji pendahuluan dan utama. Pada uji pendahuluan, sifat dari material dasar diidentifikasi melalui uji-uji tarik, kekerasan, metalografi, dan komposisi kimia. Dalam proses pendekatan

Material dasar adalah lembaran baja karbon (tanpa dilapisi Zn atau Zn/Al) dan benda uji didesain sesuai Standard JIS Z 2201 No. 13A (Lihat Gambar 7a). Uji tarik dilakukan pada suatu mesin uji RME 100 Schenck Trebel yang mempunyai kapasitas maksimum 100 kN. Benda uji tarik diuji pada temperatur ruang sampai putus dan selama pengujian, hubungan beban tarik statik dengan deformasi benda uji selalu dimonitor dengan alat *extensometer* yang dipasang pada panjang ukur awal (*gauge length*) 100 mm. Uji kekerasan dilakukan dengan metode Vickers (*micro hardness*) karena benda uji tipis. Sementara uji komposisi kimia dilakukan dengan mesin OES ARC-MET 930 SP (METOREX) dengan standar uji ASTM A751 (E 403 Method with OES system). Pemeriksaan metalografi menggunakan mikroskop optik.

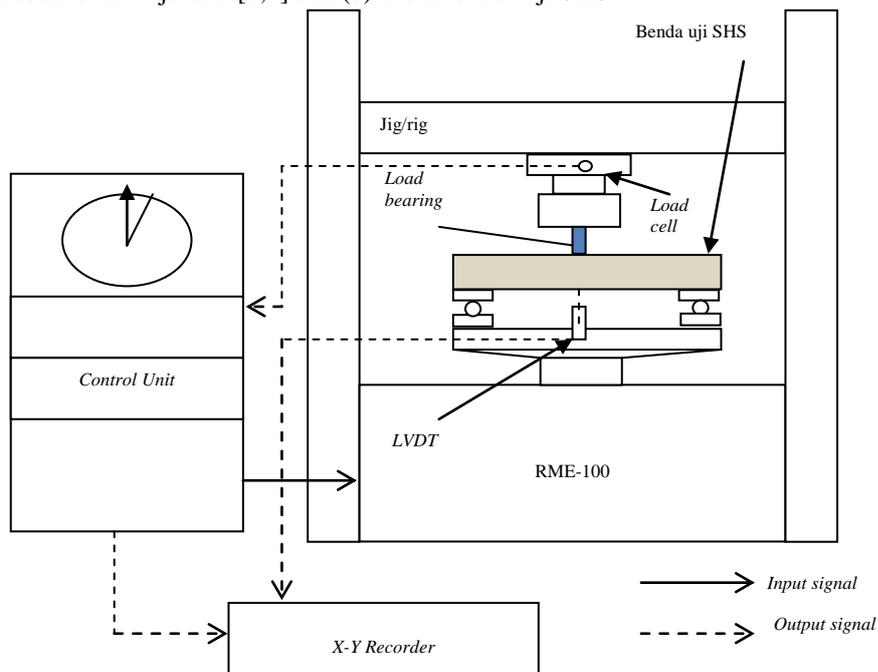
Tahap selanjutnya dari pendekatan eksperimental adalah pengujian dengan interaksi pembebanan tekan memusat dan momen lentur pada 24 benda uji. *Beam thin-walled steel square pipe (Square Hollow Section/SHS)*. Benda uji dibagi dalam dua parameter panjang balok penekan / *load bearing length* ($n = 15$ mm dan 30 mm). Sementara, parameter lain yaitu tinggi *web*, lebar *flange*, dan arah pengerolan. Benda uji dibentuk dari baja karbon seperti disebutkan di atas dan desain detailnya dapat dilihat pada Gambar 7b. Uji interaksi beban tekan memusat dan momen lentur juga dilakukan pada temperatur ruang menggunakan mesin uji RME 100 Schenck Trebel dengan kapasitas maksimum 100 kN sampai benda uji SHS rusak



Gambar 6. (a) Persyaratan jarak antara titik pembebanan dan tumpuan untuk mendapatkan kekuatan akibat kombinasi *web crushing* dan *bending*, (b) Bending moment M_o diagram^[1]



Gambar 7. (a) Desain benda uji tarik [1,4] dan (b) desain benda uji SHS^[4]



Gambar 8. Test sistem dari interaksi beban tekan memusat dan momen lentur^[1]

Test sistem ditunjukkan pada Gambar 8 dimana sensor defleksi (*Linear Variable Displacement Transducers/ LVDT*) digunakan untuk mengukur defleksi vertikal pada elemen *flange*. Perilaku aktual dari hubungan beban dengan defleksi selalu dimonitor selama pengujian dan diplot dengan *X-Y recorder*. Kekuatan interaksi beban tekan memusat dan momen lentur dari benda uji diukur melalui peralatan indikator beban dari mesin uji dan juga dari beban uji maksimum dari perilaku eksperimental beban-defleksi yang dihasilkan. Mode kerusakan dari setiap benda uji diobservasi dan pengulangan dalam bentuk mekanisme kerusakan plastik lokal (*local plastic failure mechanisms*) untuk pemodelan pada pengembangan metode analisis kekuatan selanjutnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil rata-rata uji tarik, uji kekerasan serta uji komposisi kimia material dasar seperti pada Tabel 3-5. Sementara hasil pemeriksaan metalography seperti pada Gambar 9. Hasil pendekatan analitis dan eksperimental dari interaksi beban tekan memusat dan momen lentur pada 24 benda uji pipa kotak baja berdingding tipis SHS ditunjukkan dalam Tabel 6. Foto pelaksanaan uji ini ditunjukkan pada Gambar 10. Dari Tabel 3 terlihat sifat-sifat mekanik dari material dasar SHS diidentifikasi yaitu kekuatan luluhnya dan modulus elastis cukup rendah (maksimum $\sigma_y=173$ MPa dan $E= 86500$ MPa).

Tabel 5. Pemeriksaan komposisi kimia dari material dasar SHS

Element	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	V	W
(%)	0,027	0,03	0,22	0,021	0,17	0,0018	0,040	0,045	0,001	0,001

Kekuatan yield (σ_y) dan modulus elastis (E) arah roll (0°) lebih tinggi dari yang tegak lurus dengan pengerolan (90°). Sedangkan dari Tabel 4 terlihat nilai kekerasannya cenderung sama. Dari Tabel 5 terlihat bahwa unsur karbon (C), mangan (Mn) dan nikel (Ni) nilainya cukup rendah. Dari Gambar 9 terlihat bahwa struktur mikronya terdiri dari ferit. Bentuk butiran yang searah dengan pengerolan cenderung sama (*uniform*) dan agak panjang-panjang. Sedangkan butiran yang tegak lurus arah pengerolan cenderung bulat.

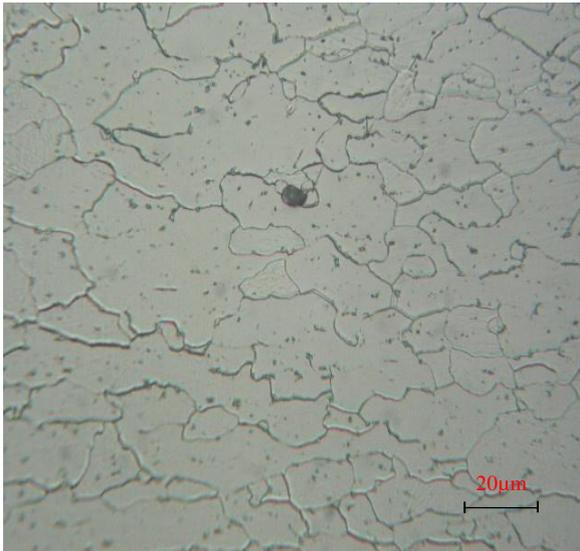
Dari semua hasil pemeriksaan material ini diketahui bahwa material dasar SHS ini adalah *sheet plate cold coil* (SPCC) yang memiliki keuletan yang berdingding tipis SHS akibat pembebanan IOF dengan British Standar (BS 5950 Part 5 1987).

Tabel 3. Hasil pengujian tarik pada material dasar SHS

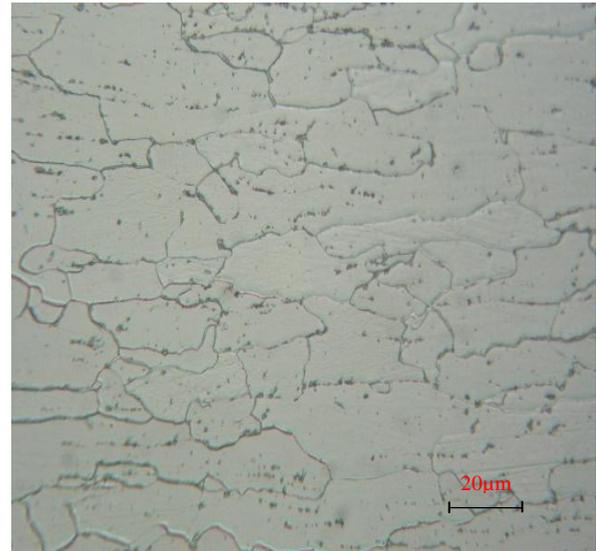
t (mm)	Arah roll ($^\circ$)	σ_y (MPa)	σ_{ult} (MPa)	E (MPa)
1,2	0	173	315	86500
	45	165	326	82500
	90	162	300	81000

Tabel 4. Hasil pengujian kekerasan pada material dasar SHS (Vickers micro hardness, F=3kg)

Tt (mm)	Arah roll ($^\circ$)	HV
1,2	0	84,2
	45	86,4
	90	84,8



(a)



(b)

Gambar 9. Hasil pengujian Metalografi (a) $t = 1,2$ mm, melintang (tegak lurus pengerolan, 500x), (b) $t = 1,2$ mm, memanjang (searah pengerolan, 500x)



Gambar 10. Foto set up/ sistem uji dan mekanisme kerusakan akibat interaksi beban uji tekan memusat dan momen lentur

Hasil perbandingan antara estimasi kekuatan SHS akibat interaksi beban tekan memusat dan momen lentur yang dihasilkan dari BS 5950 Part 5 1987 (F_{cb}) dan eksperimental (F_{exp}) ditunjukkan pada Gambar 11. Nilai F_{cb} dihasilkan dari persamaan 16 dan 17 (BS 5950 Part 5 1987) dimana ada dua metode analisa kekuatan SHS yaitu F_{cb} dari SHS beam

yang memiliki tebal web tunggal (analisa langsung menggunakan *box section*) dan F_{cb} dari 2x profil kanal yang memiliki tebal web tunggal (analisa menggunakan *double channels* yang disambung/ digabung menjadi *box section*). Sementara itu, F_{exp} adalah hasil eksperimental dari 24 benda uji *square hollow section/SHS*.

Tabel 6. Perbandingan hasil desain standar dan eksperimental (SHS-1,2-56-RK)

Id	t _f (mm)	D _{o2} (mm)	t _w (mm)	D _{o1} (mm)	Desain standar BS 5950 Part 5 1987		Kekuatan SHS dengan Eksperimental F _{exp} (kN)	$\frac{F_{cb}}{F_{exp}}$		Catatan
					F _{(cb)SHS} (kN)	F _{(cb)Ch} (kN)		$\frac{F_{(cb)SHS}}{F_{exp}}$	$\frac{F_{(cb)Ch}}{F_{exp}}$	
1-90-250-15-1,2	1,2	57,33	1,2	59,69	3,78	7,56	6,50	0,58	1,16	n = 15 mm L = 207 mm Arah roll : 90°
2-90-250-15-1,2	1,2	57,88	1,2	59,90	3,79	7,58	6,50	0,58	1,17	
3-90-250-15-1,2	1,2	58,75	1,2	58,97	3,78	7,56	6,51	0,58	1,16	
1-90-280-30-1,2	1,2	59,32	1,2	59,52	3,70	7,40	7,49	0,49	0,99	n = 30 mm L = 237 mm Arah roll : 90°
2-90-280-30-1,2	1,2	58,14	1,2	59,75	3,69	7,39	7,20	0,51	1,03	
3-90-280-30-1,2	1,2	61,58	1,2	58,62	3,70	7,40	7,45	0,50	0,99	
1-0-250-15-1,2	1,2	58,62	1,2	59,02	3,69	7,39	6,52	0,57	1,13	n = 15 mm L = 207 mm Arah roll : 0°
2-0-250-15-1,2	1,2	59,25	1,2	58,88	3,70	7,39	6,56	0,56	1,13	
3-0-250-15-1,2	1,2	59,07	1,2	57,70	3,67	7,35	6,51	0,56	1,13	
1-0-280-30-1,2	1,2	59,06	1,2	61,29	3,69	7,38	7,85	0,47	0,94	n = 30 mm L = 237 mm Arah roll : 0°
2-0-280-30-1,2	1,2	59,95	1,2	58,72	3,65	7,31	7,23	0,51	1,01	
3-0-280-30-1,2	1,2	60,59	1,2	58,25	3,65	7,30	7,49	0,49	0,97	
Pengukuran statistik							Nilai rata-rata	0,53	1,07	
							Standar deviasi	0,042	0,086	

Tabel 7. Perbandingan hasil desain standar dan eksperimental (SHS-1,2-106-RK)

Id	t _f (mm)	D _{o2} (mm)	t _w (mm)	D _{o1} (mm)	Desain standar BS 5950 Part 5 1987		Kekuatan SHS dengan Eksperimental F _{exp} (kN)	$\frac{F_{cb}}{F_{exp}}$		Catatan
					F _{(cb)SHS} (kN)	F _{(cb)Ch} (kN)		$\frac{F_{(cb)SHS}}{F_{exp}}$	$\frac{F_{(cb)Ch}}{F_{exp}}$	
1-90-400-15-1,2	1,2	109,58	1,2	110,36	4,85	9,71	8,95	0,54	1,08	n = 15 mm L = 357 mm Arah roll : 90°
2-90-400-15-1,2	1,2	108,86	1,2	110,56	4,85	9,70	9,53	0,51	1,02	
3-90-400-15-1,2	1,2	108,70	1,2	111,49	4,86	9,72	8,95	0,54	1,09	
1-90-430-30-1,2	1,2	108,72	1,2	109,81	4,75	9,50	9,40	0,51	1,01	n = 30 mm L = 387 mm Arah roll : 90°
2-90-430-30-1,2	1,2	109,43	1,2	110,94	4,76	9,52	10,32	0,46	0,92	
3-90-430-30-1,2	1,2	108,09	1,2	111,80	4,76	9,53	9,58	0,50	0,99	
1-0-400-15-1,2	1,2	105,74	1,2	110,78	4,67	9,34	8,36	0,56	1,12	n = 15 mm L = 357 mm Arah roll : 0°
2-0-400-15-1,2	1,2	108,86	1,2	110,20	4,68	9,35	9,48	0,49	0,99	
3-0-400-15-1,2	1,2	105,55	1,2	110,46	4,67	9,33	9,39	0,50	0,99	
1-0-430-30-1,2	1,2	105,90	1,2	110,29	4,71	9,42	9,18	0,51	1,03	n = 30 mm L = 387 mm Arah roll : 0°
2-0-430-30-1,2	1,2	106,85	1,2	111,17	4,72	9,44	9,68	0,49	0,98	
3-0-430-30-1,2	1,2	108,34	1,2	109,60	4,71	9,42	9,30	0,51	1,01	
Pengukuran statistik							Nilai rata-rata	0,51	1,02	
							Standar deviasi	0,027	0,054	

Catatan: F_{(cb)SHS} : Analisa langsung dengan *box section*, F_{(cb)Ch}: Analisa menggunakan *double channels* yang digabung menjadi *box section* ; L : jarak tumpuan, ; n : *load bearing length*

Gambar 11a dan 11b menunjukkan akurasi dari perbandingan kedua metode analisa kekuatan SHS dengan eksperimental (F_{exp}) untuk tebal 1,2 mm. Berdasarkan analisa statistik menunjukkan bahwa data analisa langsung dengan tebal 1,2 mm dengan tinggi web 56 mm mempunyai perbedaan rata-rata -47% dengan data aktual dengan standar deviasi 0,042, sedangkan data analisa langsung dengan tebal 1,2 mm dengan tinggi web 106 mm mempunyai perbedaan rata-rata -49% dengan data aktual dengan standar deviasi 0,027. Hal ini sudah di luar scatter

batas penerimaan (*acceptable limits*) ± 20 %. Selanjutnya data analisa *double channels* dengan tebal 1,2 mm dan tinggi web 56 mm mempunyai perbedaan rata-rata +2% dengan data aktual dengan standar deviasi 0,086, sedangkan data analisa *double channels* dengan tebal 1,2 mm dan tinggi web 106 mm mempunyai perbedaan rata-rata +7% dengan data aktual dengan standar deviasi 0,054. Kondisi ini masih dalam scatter batas penerimaan (*acceptable limits*) ± 20 %.

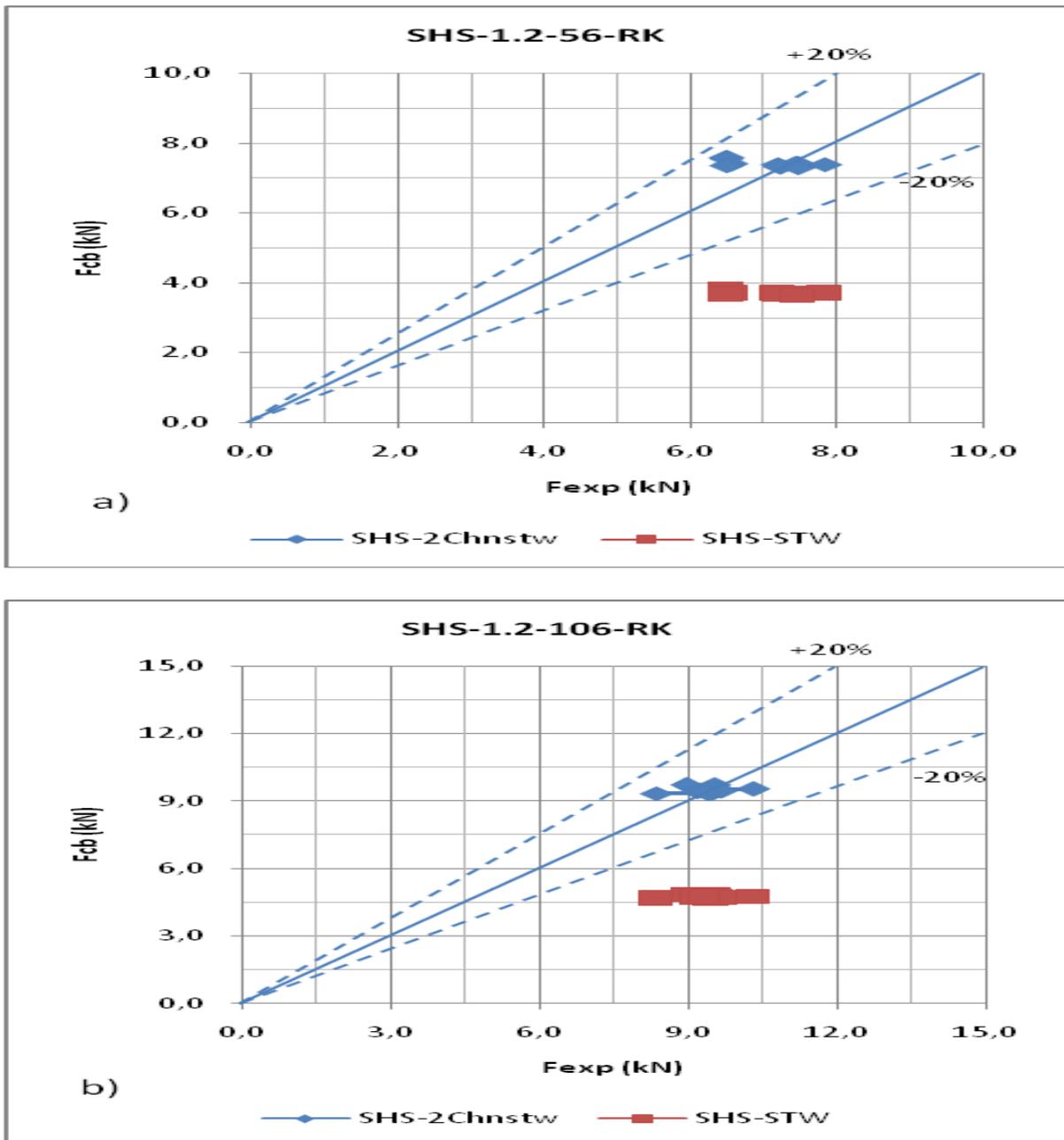
Dalam kasus analisa langsung, akurasi dari data analisa yang dihasilkan berbeda

dan jauh dari batasan penerimaan (*acceptable limits*) $\pm 20\%$. Sementara itu, data analisa yang dihasilkan dari analisa *double channels* dalam *scatter* batasan penerimaan $\pm 20\%$ dan cenderung berada pada daerah konservatif.

Akurasi dari desain standar BS 5950 Part 5 1987 juga diplot pada Analisa statistik ditunjukkan dalam Tabel 6 dan 7 dimana data analisis cenderung *over estimate* dengan eksperimental yang lain sebesar $+7\%$ dan $+2\%$ dengan standar deviasi 0,086

dan 0,054. Sementara itu, data estimasi hasil analisa langsung sangat konservatif sebesar -47% dan -49% dengan standar deviasi 0,042 dan 0,027.

Berdasarkan pembahasan di atas terlihat bahwa analisa kekuatan dengan menggunakan *double channels* lebih baik dibandingkan analisa langsung dalam mengestimasi kekuatan SHS akibat kombinasi beban tekan memusat dan momen lentur.



Gambar 11. Perbandingan F_{cb} dan F_{exp} dari profil SHS dengan tebal 1,2 mm

KESIMPULAN

Makalah ini menyajikan studi lanjutan dari program penelitian dimana pada tahap ini difokuskan pada aplikasi desain standar BS 5950 Part 5 1987 untuk menganalisa kekuatan *square hollow section/ SHS beams* akibat pembebanan *interior one-flange loading (IOF)*. Ada dua pendekatan yang berbeda dalam menerapkan desain standar BS 5950 Part 5 1987, yaitu analisa langsung dan *double channels*.

1. Hasil pengujian pendahuluan (eksperimen awal) berupa pengujian material dasar menunjukkan bahwa material dasar SHS adalah material baja lembaran rol dingin (*sheet plate cold coil/SPCC*) yang mempunyai kekuatan luluh dan kekerasan yang rendah. Kekuatan luluh 173 MPa arah pengerolan dan 165 MPa arah tegak lurus pengerolan (material ini memiliki keuletan yang tinggi). Nilai tegangan luluh inilah yang dipakai dalam analisa kekuatan menggunakan desain standar BS 5950 Part 5 1987 dimana hasilnya dibandingkan atau diverifikasi dengan hasil pengujian utama.
2. Pada analisa awal, desain standar langsung digunakan untuk mengestimasi kekuatan beam yang diteliti, sementara analisa yang terakhir, beam yang diinvestigasi diasumsi dibentuk dari *double channels* dengan mengabung ujung-ujung bebas (*free edges*) pada kedua *flange*-nya. Hasil kedua metode analisa diverifikasi menggunakan hasil pengujian utama (eksperimental utama) yaitu hasil pengukuran aktual pada sejumlah pengujian kekuatan *SHS beams* dengan desain yang sama dengan *SHS beam* yang diinvestigasi akibat pembebanan IOF sampai rusak. Verifikasi menunjukkan bahwa data estimasi dari

analisa *double channels* sangat dekat dengan hasil eksperimental dibandingkan dengan data analisa langsung.

3. Akurasi dari desain standar BS 5950 Part 5 1987 melalui analisa statistik menunjukkan data analisis dengan *double channel* cenderung *overestimate* dengan eksperimental sebesar +7 % dan +2 % dengan standar deviasi 0,086 dan 0,054. Sementara itu, data estimasi hasil analisa langsung sangat konservatif sebesar -47 % dan -49 % dengan standar deviasi 0,042 dan 0,027. Dengan demikian maka analisa kekuatan dengan menggunakan *double channels* lebih baik dibandingkan analisa langsung dalam mengestimasi kekuatan SHS akibat kombinasi beban tekan memusat dan momen lentur.

UCAPAN TERIMA KASIH

Laporan penelitian ini dibiayai oleh pemerintah Indonesia melalui proyek program doktor di Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT). Saya mengucapkan banyak terima kasih atas bantuan yang tak ternilai yang diberikan oleh para insinyur dan teknisi dari Balai besar Teknologi Kekuatan Struktur (B2TKS) khususnya saat investigasi secara eksperimental. Penulis pertama juga mengucapkan terima kasih kepada Universitas Indonesia yang telah memberikan kesempatan untuk mengambil program doktor di Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Kadir M. Andi, et al. 2011. *Strength Analysis of a Thin-Walled Steel Square Hollow Section Beam Affected by the Interaction of Concentrated-Compressive Load and Bending Moment*, Quality in

Research (QIR), University of Indonesia.

- [2] Harkali Setiyono. 1994. *Web crippling of cold-formed plain channel steel section beams*, PhD Thesis, University of Strathclyde, UK.
- [3] British Standard Institution. 1987. *Structural Use of Steelwork in Building – Code of Practice for Design of Cold-formed Sections*, BS 5950, Part 5.
- [4] Japanese Standards Association. 2009. *JIS Handbook – ferrous materials & metallurgy I*. pp. 34.

RIWAYAT PENULIS

Andi M. Kadir, lahir 23 Juni 1966 di Bulukumba - Sulawesi Selatan. Lulus S₁ teknik mesin (konstruksi) tahun 1990 dan lulus S₂ teknik mesin (konstruksi) tahun 2001 di Universitas Hasanuddin Makassar. Tahun 2009 melanjutkan program doktor/S3 pada jurusan teknik metalurgi dan material di Universitas Indonesia. Sejak Maret 1992 bekerja di B2TKS BPP-Teknologi pada bidang kajian struktur dan jabatan fungsional sekarang sebagai Peneliti Utama (IV.d) pada bidang teknik struktur dengan sejumlah publikasi ilmiah nasional dan internasional.

PENGARUH UNSUR KE-EMPAT TERHADAP TRANSFORMASI FASA DAN EFEK INGAT BENTUK (SHAPE MEMORY EFFECT) PADUAN Ti-Ni-Cu

Efendi Mabruri¹⁾, Bambang Sriyono¹⁾, Bintang Adjiantoro¹⁾, D.N.Adnyana²⁾

¹⁾Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI, Gd. 470 Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, 15314

²⁾Balai Besar Teknologi Kekuatan dan Struktur-BPPT, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, 15314

E-mail : efendi_lipi@yahoo.com

Masuk tanggal : 13-02-2013, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

PENGARUH UNSUR KE-EMPAT TERHADAP TRANSFORMASI FASA DAN EFEK INGAT BENTUK (SHAPE MEMORY EFFECT) PADUAN Ti-Ni-Cu. Di antara paduan ingat bentuk (*shape memory alloys*), Ti-Ni-Cu merupakan paduan yang paling menarik untuk aplikasi aktuator karena memiliki respon aktuasi yang cepat akibat histeresis suhu transformasinya yang sempit. Tulisan ini memaparkan pengaruh penambahan unsur ke empat (Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo) pada paduan Ti-Ni-Cu terhadap transformasi fasa yang terjadi. Kemudian dibahas efek ingat bentuk (*Shape Memory Effect/SME*) pada paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe pada kondisi pengerjaan dingin dan kondisi anil. Hasil percobaan menunjukkan bahwa unsur ke empat dalam paduan Ti-Ni-Cu memodifikasi fasa dengan cara-cara yang berbeda, yaitu dengan menekan fasa B19'(TiNi) dan fasa B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk Fe, Co, Nb; dengan memunculkan fasa presipitat untuk Sn, Cr; dan dengan menekan fasa B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk Mo. Terkait kondisi paduan, ditunjukkan bahwa paduan dalam kondisi anil memiliki SME yang lebih besar dibandingkan pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin. Lebih jauh dapat diketahui paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki SME yang lebih rendah dari pada paduan Ti-Ni-Cu. Pengamatan struktur mikro menunjukkan bahwa fasa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki fraksi volume yang lebih kecil dan ukuran lath yang lebih besar dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu.

Kata kunci : Paduan ingat bentuk, Unsur ke empat, Titanium-nikel-tembaga-besi, Transformasi fasa, Efek ingat bentuk

Abstract

THE INFLUENCE OF FOURTH ELEMENT ON PHASE TRANSFORMATION AND SHAPE MEMORY EFFECT (SME) OF Ti-Ni-Cu ALLOYS. Among the existing shape memory alloys, Ti-Ni-Cu is the most attractive alloy for actuator application because it shows quick actuation response due to its narrow transformation temperature hysteresis. This paper reports the effect of the fourth element Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo on the phase transformation of Ti-Ni-Cu alloys. In addition, the shape memory effect (SME) of the Ti-Ni-Cu and Ti-Ni-Cu-Fe alloys in both cold worked and annealed conditions is discussed. The experimental results showed that the fourth element added into the Ti-Ni-Cu alloys modified the phases presented in the alloys by different ways, i.e. by depressing both B19'(NiTi) and B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) phases for Fe, Co, Nb; by revealing precipitate phases for Sn and Cr; and by depressing B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) phase for Mo. With respect to the alloys condition, it was showed that the SME exhibited by the annealed alloys was larger than that exhibited by the cold worked alloy. Furthermore, it was found that the SME of Ti-Ni-Cu-Fe alloy was lower than that of Ti-Ni-Cu alloy. Microstructure observation showed that the martensite phase of Ti-Ni-Cu-Fe alloy was characterized by lower volume fraction and larger lath size compared to those of the Ti-Ni-Cu alloy.

Keywords : Shape memory alloys, The fourth element, Titanium-nickel-copper-iron, Phase transformation, Shape memory effect

PENDAHULUAN

Sampai saat ini aplikasi paduan ingat bentuk (*Shape Memory Alloys/SMA*) khususnya sistem Ti-Ni telah menyebar di berbagai bidang seperti peralatan rumah tangga, teknik sipil, otomotif, mikro elektro-mekanik (MEM), peralatan medis dan lain-lain^[1-3]. Efek ingat bentuk (*Shape Memory Effect/SME*) dari paduan ini dapat merecoveri regangan plastis sehingga dapat mengembalikan bentuk paduan yang terdeformasi plastis ke bentuk asalnya pada saat dipanaskan di atas suhu transformasi fasa. Transformasi fasa yang menyebabkan SME ini adalah transformasi termoelastik dari fasa martensit ke fasa austenit atau sebaliknya^[4-6]. Transformasi martensitik yang penting di dalam paduan Ti-Ni adalah $B2 \leftrightarrow B19'$ di mana fasa B2 adalah struktur kubik suhu tinggi sedangkan B19' adalah struktur monoklin suhu rendah.

Pada awalnya SMA digunakan untuk peralatan statik seperti *coupling* (penyambung) untuk sistem perpipaan dan konektor listrik. Kemudian para peneliti mulai memanfaatkan peralatan SMA untuk aplikasi dinamik, yaitu sebagai aktuator. Aktuator SMA merespon perubahan suhu dengan perubahan bentuk dengan kata lain dapat merubah energi panas menjadi energi mekanik. Aktuator SMA memberikan perubahan gerakan yang besar dengan ukuran yang relatif kecil sehingga menghasilkan output kerja yang tinggi.

Untuk penggunaan sebagai aktuator, lebar histeresis pada kurva suhu-regangan paduan diharapkan sekecil mungkin agar aktuator dapat memberikan respon yang cepat terhadap perubahan suhu sistem. Penambahan Cu ke dalam paduan biner Ti-Ni akan memperkecil lebar histeresis, sehingga Ti-Ni-Cu merupakan paduan yang cocok untuk aplikasi aktuator. Beberapa penelitian mengenai Ti-Ni dan Ti-Ni-Cu yang dilakukan oleh penulis sudah dipublikasikan terkait fabrikasi kawat skala laboratorium^[7], pengaruh rasio Ni/Ti^[8], fenomena efek ingat bentuk dua

arah^[9], pengaruh *solution treatment* dan *aging* terhadap transformasi fasa dan efek ingat bentuk (SME)^[10]. Pada tulisan ini akan dibahas pengaruh penambahan unsur ke empat X (X=Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo) pada paduan Ti-Ni-Cu-X terhadap transformasi fasa yang terjadi. Kemudian lebih jauh dibahas efek ingat bentuk pada paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe pada kondisi pengerjaan dingin dan kondisi anil.

PROSEDUR PERCOBAAN

Ingot kancing paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-X dibuat di dalam tungku peleburan busur listrik vakum (*vacuum arc melting furnace*). Ingot paduan dibuat dengan melebur campuran dari logam-logam murninya (>99,9%) yang telah ditimbang sesuai komposisi paduan. Ingot dimasukkan ke dalam *ampoule* gelas silika dan dilakukan homogenisasi di dalam tungku *muffle* pada suhu 1000 °C selama 24 jam dan didinginkan di udara. Ingot kemudian dilakukan pengepresan panas untuk menyesuaikan ukuran ingot pada proses pengerolan panas. Proses pengerolan panas dilakukan beberapa kali sampai menghasilkan sampel berbentuk *rod*. Setelah itu dilakukan proses penarikan kawat (*wire drawing*) secara bertahap diselingi *intermediate annealing*. Pada kawat yang dihasilkan kemudian dilakukan lagi pemanasan anil pada suhu 900 °C selama 30 menit. Pada kawat yang telah mengalami pemanasan anil dilakukan karakterisasi dengan XRD (*x-ray diffraction*), uji kekerasan mikro dan pengujian efek ingat bentuk. Pengujian efek ingat bentuk dilakukan dengan metoda tekuk-panas dan SME dievaluasi dengan menghitung rasio perubahan bentuk (r) dan regangan rekoveri mutlak (ϵ_A). Prosedur percobaan dan perhitungan parameter SME telah diuraikan pada publikasi sebelumnya^[10]. Pengujian tekuk-panas terdiri dari proses penekukan kawat pada setengah lingkaran dari rod baja sehingga kawat terdeformasi plastis, proses pemanasan kawat yang terdeformasi

sampai merekoveri regangan dan merestorasi bentuknya serta terakhir poses pendinginan kawat sampai suhu kamar. Sudut-sudut posisi kawat pada setiap keadaan diukur dan rasio perubahan bentuk dan regangan rekoveri absolut dihitung berdasarkan rumus sebagai berikut:

$$\varepsilon_{A1/2} = r_{1/2}(t/d) \quad (1)$$

Di mana $r_1 = (\theta_D - \theta_M) / \theta_D$ untuk SME satu arah dan $r_2 = (\theta_M - \theta_A) / \theta_D$ untuk SME dua arah. θ_D , θ_A dan θ_M menyatakan masing-masing sudut posisi kawat pada keadaan deformasi, austenit (panas) dan martensit (dingin). Parameter t menyatakan diameter kawat dan d menyatakan diameter rod baja.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Fasa-Fasa Paduan Ti-Ni-Cu-X

Pengaruh penambahan unsur ke empat terhadap fasa yang terbentuk di dalam paduan Ti-Ni-Cu dalam kondisi anil pada suhu kamar dapat dievaluasi dari profil XRD yang ditampilkan pada Gambar 1. Paduan No. 2 juga ditampilkan di dalam gambar untuk tujuan perbandingan. Unsur-unsur X (Fe, Sn, Cr, Nb, Co, Mo) ditambahkan ke dalam paduan Ti-Ni-Cu sedemikian sehingga unsur X tersebut menggantikan Ni untuk membentuk paduan $Ni_{35}Ti_{50}Cu_{10}X_5$. Dapat diamati dari Gambar 6 bahwa unsur-unsur Fe, Nb dan Co menekan munculnya fasa B19'(NiTi) dan B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) di dalam masing-masing paduan Ti-Ni-Cu. Selain itu, unsur Fe memunculkan fasa B2, unsur Nb memunculkan fasa B2 dan fasa Ti₂Ni, dan unsur Co memunculkan fasa Ti_{0,4}Ni_{0,565}Cu_{0,035} dan fasa NiTi (tetragonal). Tidak munculnya fasa B19' pada suhu kamar di dalam paduan Ti-Ni-Cu yang mengandung masing-masing unsur Fe, Nb dan Co, akan menurunkan suhu transformasi B2-B19' di bawah suhu kamar. Pada sisi lain, unsur-unsur Sn dan

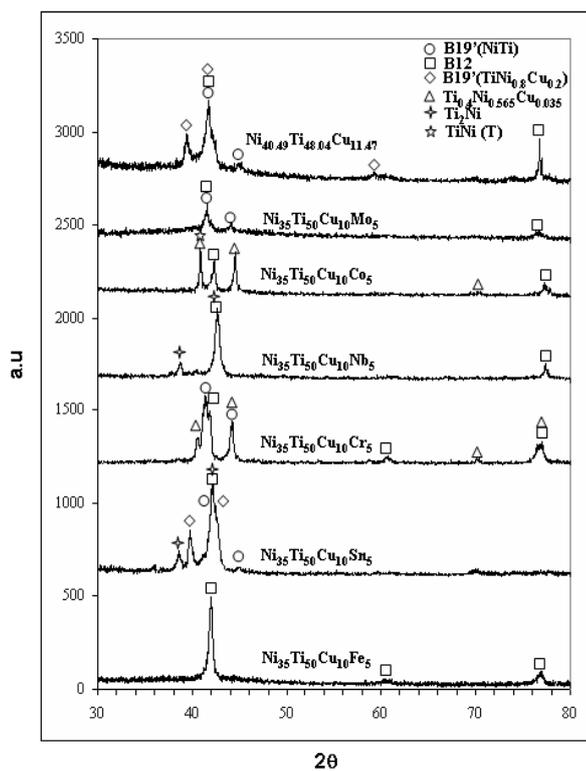
Cr cenderung untuk mempromosikan fasa presipitat sementara mempertahankan keberadaan fasa B2 dan B19' di dalam masing-masing paduan. Unsur Sn cenderung memunculkan fasa presipitat Ti₂Ni sedangkan unsur Cr cenderung memunculkan fasa presipitat Ti_{0,4}Ni_{0,565}Cu_{0,035}. Berkaitan dengan penambahan unsur Mo di dalam paduan Ti-Ni-Cu, fasa B2 dan fasa B19' diminimalisasikan di dalam paduan. Akhirnya, dapat disimpulkan bahwa unsur-unsur ke empat yang ditambahkan ke dalam paduan Ti-Ni-Cu memodifikasi fasa yang terdapat di dalam paduan pada suhu kamar dengan cara-cara yang berbeda, yaitu dengan menekan fasa B19'(TiNi) dan fasa B19'(TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk X= Fe, Co, Nb, dengan memunculkan fasa presipitat untuk X= Sn, Cr, dan dengan menekan fasa B19' (TiNi_{0,8}Cu_{0,2}) untuk X= Mo.

Paduan Ti-Ni-Cu-Fe

Pada bagian sebelumnya fenomena yang menarik ditunjukkan oleh penambahan 5% atom Fe yang menekan fasa martensit (B19') dan hanya memunculkan fasa austenit (B2) di dalam paduan Ni₃₅Ti₅₀Cu₁₀Fe₅ pada suhu kamar berdasarkan identifikasi fasa dengan uji XRD. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan 5% atom Fe dapat menekan transformasi fasa B2 \leftrightarrow B19' pada suhu kamar dan berarti pula dapat menurunkan suhu transformasi paduan TiNiCu sampai di bawah suhu kamar. Pada bagian ini difokuskan untuk menelaah lebih jauh pengaruh Fe terutama pada penambahan yang relatif rendah (0,5% atom) terkait dengan fasa yang terbentuk, struktur mikro, sifat mekanik dan efek ingat bentuk.

Hasil uji XRD suhu kamar untuk paduan Ti₅₀-Ni₄₀-Cu₁₀ dan Ti₅₀-Ni_{39,5}-Cu₁₀-Fe_{0,5} (% atom) ditunjukkan pada Gambar 2. Dari Gambar 2 dapat diamati bahwa puncak-puncak fasa austenit dan martensit pada paduan Ti₅₀-Ni_{39,5}-Cu₁₀-Fe_{0,5} mempunyai

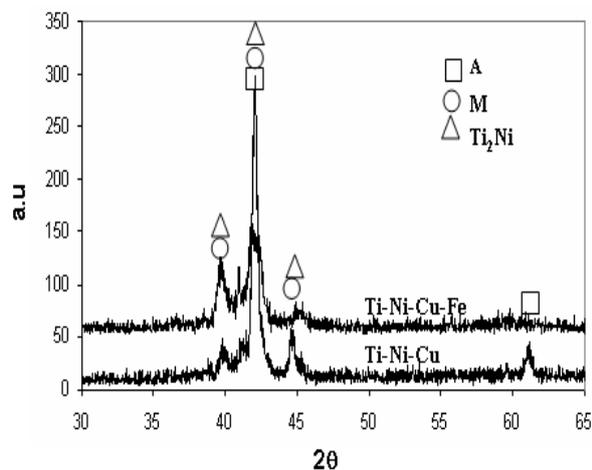
intensitas yang lebih rendah dibandingkan dengan paduan Ti₅₀-Ni₄₀-Cu₁₀ yang berarti penambahan 0,5% Fe menekan fasa austenit dan martensit, tetapi masih memunculkan campuran kedua fasa tersebut. Hal ini berbeda dengan paduan Ni₃₅-Ti₅₀-Cu₁₀-Fe₅ (mengandung 5% atom Fe) yang hanya memunculkan fasa austenit. Ini menunjukkan makin besar kandungan Fe di dalam paduan Ti-Ni-Cu-Fe, makin menekan transformasi fasa B2↔B19' dan makin menurunkan suhu transformasi fasa.



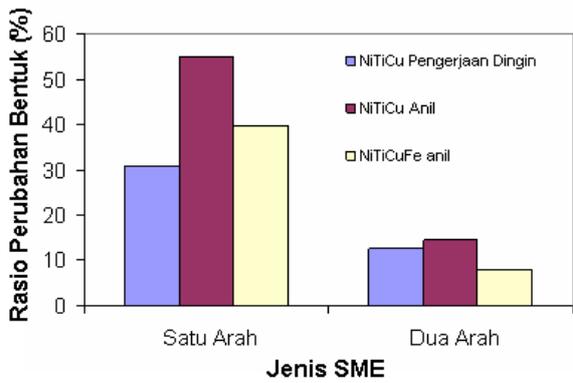
Gambar 1. Profil XRD untuk paduan Ti-Ni-Cu-X

Hasil karakterisasi efek ingat bentuk (SME) paduan N-Ti-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe ditampilkan pada Tabel 1. Penyajian harga r dan ϵ_A dalam bentuk diagram kolom masing-masing dapat dilihat pada Gambar 3 dan Gambar 4. Untuk paduan Ti-Ni-Cu dapat dilihat bahwa rasio perubahan bentuk r dan regangan rekoveri mutlak ϵ_A baik untuk SME satu arah maupun SME dua arah pada paduan yang dilakukan anil memiliki harga yang lebih besar dibandingkan pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin (*cold worked*). Karena

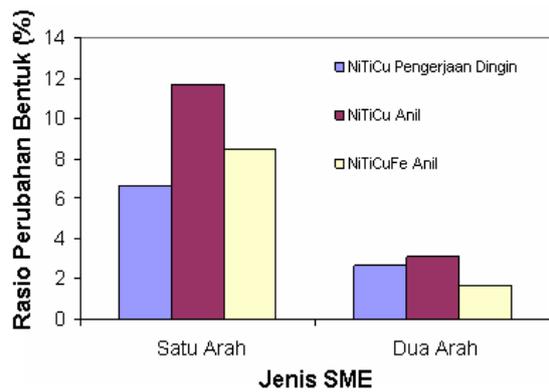
perbedaan antara keadaan pengerjaan dingin dan keadaan anil adalah pada jumlah regangan internal, dapat dikatakan disini bahwa regangan internal menurunkan SME paduan. Untuk paduan Ti-Ni-Cu-Fe, karakteristik SME tidak dapat dievaluasi pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin karena terjadi patah pada saat penekukan kawat pada uji tekuk-panas. Kegagalan patah pada saat penekukan terjadi pula pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe dalam kondisi anil pada 400 °C dan 600 °C selama masing-masing 10 menit. Paduan Ti-Ni-Cu-Fe ini menunjukkan mampu-bentuk yang bagus selama penekukan setelah dianil pada suhu 800 °C selama 10 menit. Patahnya paduan Ti-Ni-Cu-Fe pada kondisi pengerjaan dingin dapat dijelaskan dengan alasan bahwa regangan internal yang terbentuk selama pengerjaan dingin (dalam hal ini penarikan kawat) menyebabkan kawat kehilangan keuletan (*ductility*) dan membuat paduan menjadi getas, sehingga kawat tidak dapat menahan lagi regangan besar selanjutnya pada proses uji tekuk. Akan tetapi, kegagalan patah tidak terjadi pada paduan Ti-Ni-Cu dalam kondisi pengerjaan dingin, meskipun SME yang ditunjukkan oleh paduan memiliki nilai yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan paduan dalam kondisi anil.



Gambar 2. Pola XRD untuk paduan Ti₅₀-Ni₄₀-Cu₁₀ dan Ti₅₀-Ni_{39,5}-Cu₁₀-Fe_{0,5} (% atom)



Gambar 3. Rasio perubahan bentuk r satu arah dan dua arah untuk paduan $Ti_{50}-Ni_{40}-Cu_{10}$ dan $Ti_{50}-Ni_{39,5}-Cu_{10}-Fe_{0,5}$ (% atom) diukur dari uji tekuk-panas



Gambar 4. Regangan rekoveri mutlak ϵ_A satu arah dan dua arah untuk paduan $Ti_{50}-Ni_{40}-Cu_{10}$ dan $Ti_{50}-Ni_{39,5}-Cu_{10}-Fe_{0,5}$ (% atom) diukur dari uji tekuk-panas

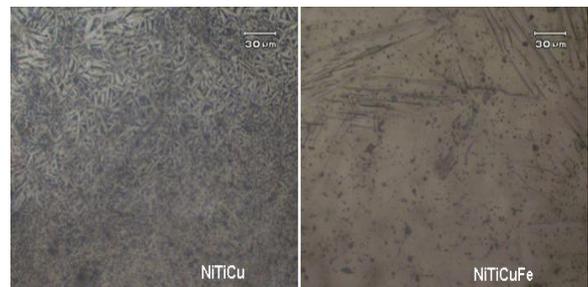
Tabel 1. Karakteristik SME $Ti_{50}-Ni_{40}-Cu_{10}$ dan $Ti_{50}-Ni_{39,5}-Cu_{10}-Fe_{0,5}$ (% atom) diukur dari uji tekuk-panas

No.	Sampel	Rasio (r) Satu Arah (%)	Rasio (r) Dua Arah (%)	Regangan Rekoveri Mutlak (ϵ_A) Satu Arah (%)	Regangan Rekoveri Mutlak (ϵ_A) Dua Arah (%)
1.	Ti-Ni-Cu (Pengerjaan Dingin)	30,93	12,59	6,60	2,68
2.	Ti-Ni-Cu (Anil)	54,84	14,52	11,70	3,10
3.	Ti-Ni-Cu-Fe (Pengerjaan Dingin)	Patah			
4.	Ti-Ni-Cu-Fe (Anil)	39,86	7,97	8,50	1,70

Dari Tabel 1 dapat dilihat pula bahwa parameter SME satu arah memiliki nilai yang jauh lebih besar dari parameter SME dua arah untuk semua jenis dan kondisi paduan. Perbedaan nilai ini disebabkan

karena penggerak SME dua arah adalah reorientasi varian martensit yang terorientasi preferensial yang terbentuk oleh adanya medan tegangan sisa akibat proses termomekanik^[11]. Sedangkan pada SME satu arah, penggeraknya adalah reorientasi *de-twinned* martensit yang terbentuk oleh deformasi plastis yang memiliki energi regangan yang lebih besar.

Berkaitan dengan pengaruh penambahan unsur Fe terhadap SME paduan Ti-Ni-Cu, dapat dilihat bahwa paduan yang mengandung Fe dalam kondisi anil menunjukkan nilai rasio perubahan bentuk r dan regangan rekoveri mutlak ϵ_A lebih rendah dari pada nilai r dan ϵ_A untuk paduan yang tidak mengandung Fe. Ini menunjukkan bahwa Fe menurunkan SME paduan Ti-Ni-Cu. Rendahnya SME pada paduan yang mengandung Fe berhubungan dengan rendahnya fraksi fasa martensit (B19') pada suhu kamar.



Gambar 5. Struktur mikro paduan $Ti_{50}-Ni_{40}-Cu_{10}$ dan $Ti_{50}-Ni_{39,5}-Cu_{10}-Fe_{0,5}$ (% atom)

Gambar 5 menyajikan struktur mikro paduan Ti-Ni-Cu dan Ti-Ni-Cu-Fe dalam kondisi anil. Fasa martensit berbentuk seperti jarum yang terlihat pada kedua paduan Ti-Ni-Cu daripada paduan Ti-Ni-Cu-Fe. Secara kualitatif terlihat bahwa fasa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki fraksi volume yang lebih kecil dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu. Ini konsisten dengan pengaruh Fe yang menekan fasa martensitik B19'di dalam paduan Ti-Ni-Cu. Selain itu dapat diamati pula bahwa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki ukuran *lath* yang lebih besar dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu.

KESIMPULAN

Penambahan unsur keempat ke dalam paduan Ti-Ni-Cu memodifikasi fasa yang terdapat di dalam paduan pada suhu kamar dengan cara-cara yang berbeda, yaitu dengan menekan fasa B19'(TiNi) dan fasa B19'(TiNi_{0.8}Cu_{0.2}) untuk unsur-unsur Fe, Co, Nb; dengan memunculkan fasa presipitat untuk unsur-unsur Sn, Cr, dan dengan menekan fasa B19' (TiNi_{0.8}Cu_{0.2}) unsur Mo. Terkait kondisi paduan, ditunjukkan bahwa paduan dalam kondisi anil memiliki harga efek ingat bentuk yang lebih besar dibandingkan pada paduan dalam kondisi pengerjaan dingin. Paduan yang mengandung Fe menunjukkan nilai rasio perubahan bentuk r dan regangan rekoveri mutlak ϵ_A lebih rendah dari pada nilai r dan ϵ_A untuk paduan yang tidak mengandung Fe. Ini menunjukkan bahwa Fe menurunkan SME paduan Ti-Ni-Cu. Pengamatan struktur mikro menunjukkan bahwa fasa martensit pada paduan Ti-Ni-Cu-Fe memiliki fraksi volume yang lebih kecil dan ukuran $lath$ yang lebih besar dibandingkan pada paduan Ti-Ni-Cu.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia yang telah membiayai penelitian ini melalui Program Kompetitif Material Maju dan Nano Teknologi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] J.V. Humbeeck. 1999. *Mater. Sci. Eng: A* 273–275, 134–148.
- [2] K. Otsuka, T. Kakeshita. 2002. *Mater. Res. Soc:* 27, 91–100.
- [3] E.P. Ryklina, I.Y. Khmelevskaya, S.D. Prokoshkin, R.V. Ipatkin, V.Y. Turilina, K.E. Inaekyan. 2004. *Mater. Sci. Eng: A* 378, 519–522.
- [4] B.C.Chang, J.A. Shaw, M.A.Iadicola. 2006. *Continuum Mech. Thermodyn:* 18, 83-118.
- [5] M. Mertmann and G. Vergani. 2008. *Eur. Phys. J. Special Topics:* 158, 221–230.
- [6] Ming H. Wu. 2001. *Proceeding of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. Kunming, China: 285-292
- [7] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2010. *Prosiding Seminar Material Metalurgi*. Serpong, Indonesia.
- [8] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2011. *Proceeding of The 12th International Conference on QiR (Quality in Research):* Bali.
- [9] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2011. *Prosiding Seminar Nasional TEKNOIN*. Teknik Mesin, Yogyakarta: E41-E44.
- [10] E.Mabruri, B.Sriyono, B.Adjiantoro, D.N.Adnyana. 2012. *METALURGI:* Vol.27, No.2, Agustus .
- [11] C.Y.Chang, D. Vokoun, C.T,Hu. 2001. *Met. Mat. Trans. A:* 32A, 1629-1634.

RIWAYAT PENULIS

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

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT KITOSAN- HIDROKSI APATIT BERIKATAN SILANG SEBAGAI *GUIDED TISSUE REGENERATION (GTR)*

Erizal, Basril A, Yessy.W, Darmawan
Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi, BATAN
Jl. Lebak Bulus Raya No.49, Jakarta 12070
E-mail : izza3053@yahoo.com

Masuk tanggal : 07-11-2012, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT KITOSAN- HIDROKSI APATIT BERIKATAN SILANG SEBAGAI *GUIDED TISSUE REGENERATION (GTR)*. Dalam kerangka mempersiapkan bahan biomaterial untuk *guided tissue regeneration (GTR)*, telah dilakukan sintesis membran kitosan –hidroksiapatit (HA) berikatan silang dan karakterisasi sifat fisiko-kimianya. HA dengan variasi berat (2-6 g) dicampurkan dengan larutan kitosan 4%, diproses hingga berbentuk komposit membran dan di *crosslink* dalam larutan natrium sulfit (Na_2SO_3). Perubahan struktur kimia dan morfologi membran dikarakterisasi menggunakan *fourier transform infra red (FTIR)* dan *scanning electron microscope (SEM)*. Hasil evaluasi menunjukkan membran dapat menyerap air relatif cepat (5 menit) dan tidak terjadi peningkatan penyerapan air dengan meningkatnya waktu. Meningkatnya berat HA menyebabkan meningkatnya biodegradasi membran, sebaliknya kekuatan tarik dan elongasi dari membran menurun. Hasil analisis FTIR menunjukkan membran Kitosan-HA berikatan silang. Membran Kitosan-HA selanjutnya dapat dipertimbangkan untuk digunakan sebagai membran GTR (*Guided Tissue Regeneration*) dalam bidang periodontal.

Kata Kunci : GTR, Membran, Kitosan, Hidroksi apatit, Natrium sulfit

Abstract

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF THE CHITOSAN (CS)-HYDROXYAPATITE (HA) CROSSLINKED COMPOSITE MEMBRANE FOR GUIDED TISSUE REGENERATION (GTR). In the preparation of biomaterials to be useful for *guided tissue regeneration (GTR)*, the chitosan (CS)-hydroxyapatite (HA) crosslinked membrane has been synthesized and characterization its physico-chemical. HA with varying weight (2-6 g) was mixed with 4% CS solution and processed to composite membrane, and then crosslinking with sodium sulfite (Na_2SO_3). Chemical structure and morphology of membranes were characterized using *Fourier Transform Infra Red spectrophotometer (FTIR)* and *Scanning Electron Microscope (SEM)*. The results showed that the membrane capable to absorb water relatively fast (5 min) and stable with the increase of time. With increasing of HA content, the biodegradation of membranes increase. In contrast, the tensile strength and elongation at break of membranes decrease. FTIR spectra showed a crosslinking CS-HA membrane. The CS-HA composite membrane could be considered to be used as GTR (*Guided Tissue Regeneration*) membrane in periodontal.

Keywords : GTR, Membrane, Chitosan, Hydroxy apatite, Sodium sulfite

PENDAHULUAN

Di Indonesia, kebutuhan akan bahan biomaterial tiap tahunnya meningkat walaupun secara statistik belum diketahui secara pasti. Menurut informasi yang diperoleh dari Bank Jaringan Riset

BATAN yang merupakan salah satu penyedia kebutuhan biomaterial seperti *allograft*, *xenograft* dan jaringan amnion. Kebutuhan biomaterial tersebut meningkat secara signifikan setiap tahunnya^[1-2]. Produk tersebut digunakan secara luas di bidang *orthopedic* oleh ± 49 rumah sakit

di Indonesia. Selain itu, kebutuhan bahan biomaterial untuk masalah periodontitis meningkat pula di pasaran dunia dengan meningkatnya populasi orang dewasa. Data yang diperoleh dari *National Institute of Dental and Craniofacial Research* (NIDCR, National Institutes of Health, Amerika Serikat) menunjukkan bahwa \pm 90% populasi orang dewasa berumur 70 tahun mengalami penyakit gigi secara moderat^[3-6]. Dari temuan beberapa penelitian menyatakan adanya hubungan antara periodontitis dengan gangguan sistemik, seperti diabetes, penyakit jantung dan pemapasan^[7-8].

Guided Tissue Regeneration (GTR) adalah salah satu teknik yang dipakai pada pasien periodontitis untuk memperlakukan kerusakan gigi yang memberikan kesempatan untuk tumbuhnya gigi baru. Teknik ini menggunakan membran sebagai barrier fisik untuk membentuk suatu ruang disekeliling kerusakan gigi yang memungkinkan regenerasi tulang dan mencegah migrasi sel epitel ke bagian tulang. *Polytetrafluoroetilen* (PTFE) dan kolagen merupakan membran GTR yang populer saat ini. Kedua jenis GTR tersebut mempunyai kelemahan antara lain pada pemakaian membran PTFE diperlukan prosedur bedah tambahan untuk mengeluarkan membran setelah pemakaian, dan pada pemakaian membran kolagen terjadi respon pembengkakan secara lokal dan mempunyai sifat degradasi yang relatif cepat^[9-10]. Selain itu harga PTFE dan kolagen relatif mahal, sehingga perlu dilakukan penelitian untuk membuat produk sejenis (membran GTR) yang diharapkan relatif lebih ekonomis, aman dipakai, tidak toksik, tidak antigenik dan hanya sedikit sekali dapat menginduksi atau sama sekali tidak menyebabkan radang pada jaringan tulang.

Hidroksiapatit [$\text{HA}, \text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$] merupakan material yang sering diaplikasikan dalam bidang medis untuk menggantikan mineral jaringan tulang. Hal ini karena HA memiliki komposisi dan

kristalinitas yang hampir mirip dengan tulang manusia yaitu tersusun dari mineral kalsium (Ca) dan fosfat (P). Selain itu, tidak toksik, bioaktif, dan terserap dengan baik (resorpsi) menjadikan hidroksiapatit merupakan material biokeramik yang dikenal luas^[11-12]. Kitosan [poli(1,4),- β -D-glukopiranosamin] merupakan polimer alam jenis polisakarida, berantai linear merupakan turunan dari kitin, berasal dari ekstraskeliton antropoda. Kitosan mempunyai derajat kereaktifan yang tinggi disebabkan oleh adanya gugus amino bebas sebagai gugus fungsional. Sebagai biopolimer alami, kitosan bersifat bioaktif, *biodegradable*, dan sebagai anti bakteri^[13]. Oleh karena itu berdasarkan sifat-sifat tersebut, gabungan HA dan kitosan diharapkan dapat membentuk membran yang bersifat sinergis sebagai bahan biomaterial baru yang dapat dipakai sebagai membran khususnya pada bidang periodontal.

Berdasarkan deskripsi tersebut diatas, maka dalam penelitian ini dilakukan sintesis membran kitosan-HA menggunakan *crosslinker* Na_2SO_3 dengan variasi berat HA. Membran hasil sintesis dikarakterisasi perubahan struktur kimianya menggunakan *fourier transform infra red* (FTIR) dan morfologinya menggunakan *scanning electron microscope* (SEM), serta kemampuan menyerap air dan biodegradasi diuji secara gravimetri.

PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan

Kitosan dengan derajat deasetilasi 90% dibeli dari Biotech Surindo, Cirebon. Hidroksi apatit buatan lab. Biomaterial, Bidang Proses Radiasi, PATIR-BATAN. natrium sulfite (Na_2SO_3), asam asetat, natrium klorida (NaCl), kalium klorida (KCl), dinatrium hidrogen fosfat (Na_2HPO_4), kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) semuanya buatan Merck. Bahan

kimia lainnya yang dipakai adalah kualitas p.a.

Alat

Karakterisasi perubahan struktur kimia pada membran digunakan *fourier transform infra red* (FTIR). Pengujian sifat mekanik membran yang meliputi kekuatan tarik dan perpanjangan putus digunakan stereograph Instron. Morfologi membran dikarakterisasi menggunakan *scanning electron microscope* (SEM).

Pembuatan Membran Kitosan-HA

Disiapkan 2 gram, 4 gram, dan 6 gram serbuk HA. Kemudian masing-masing HA dimasukkan ke dalam larutan kitosan 4%. Selanjutnya campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200 rpm hingga homogen dan kemudian dituangkan ke dalam wadah cetak plastik dengan ukuran 10 x 10 x 0,3 cm³, dan dikeringkan pada suhu kamar selama 48 jam. Membran yang telah kering direndam di dalam larutan Na₂SO₃ selang waktu 1 jam, dan membran dikeringkan kembali dalam oven pada suhu 60 °C selama waktu 24 jam.

Pengujian Air Terserap

Tiga buah cuplikan membran dengan ukuran 2x2x0,5 cm³ dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C hingga berat konstan, lalu ditimbang (W_0). Kemudian membran kering direndam dalam 25 mL air suling. Setelah 1 menit, membran dikeluarkan dari media perendaman. Air permukaan membran disapu (dilap) dengan kertas saring, selanjutnya ditimbang kembali (W_s). Setelah itu, membran direndam kembali ke dalam air dalam wadah yang sama untuk pengujian air terserap pada interval waktu 3 menit selanjutnya. Perlakuan yang sama dikerjakan untuk pengujian air terserap membran dalam waktu interval 2 menit

lainnya pada selang waktu 15 menit. Akhirnya membran dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C hingga berat konstan. Air terserap hasil pengujian pada masing-masing waktu perendaman dihitung dengan menggunakan persamaan
$$\text{Air terserap} = \frac{(W_1 - W_0)}{W_0} \times 100 \% \dots \dots (1)$$

Pengujian Kekuatan Tarik dan Elongasi

Kekuatan tarik dan elongasi merupakan parameter fisik yang penting dari membran, mewakili tegangan tarik maksimum selama proses perpanjangan uji putus dan prosentase pertambahan panjang (elastisitas) sampel uji yang dialami akibat tegangan tarik, diukur berdasarkan metoda standar ASTM (*american standard testing material*) menggunakan alat Instron. Membran berbentuk *dumbbell* ukuran standar, kedua ujungnya dijepit pada mesin Instron dengan salah satunya bergerak dan ujung lainnya dalam keadaan diam. Kecepatan gerak penjepit 30 mm/menit pada suhu kamar. Data hasil pengukuran direkam. Pengujian dilakukan dengan 5 kali ulangan. Elongasi dihitung dengan persamaan

$$\text{Perpanjangan Putus} = \frac{(L_1 - L_0)}{L_0} \times 100 \% \dots \dots (2)$$

L_0 ukuran panjang sampel mula-mula; L_1 ukuran panjang sampel akhir dan kekuatan tarik dihitung dengan persamaan

$$\text{Kekuatan tarik} = F/A \dots \dots \dots (3)$$

F = Beban dari alat hingga bahan putus (kg)
A = Luas penampang bahan (cm²)

Karakterisasi Membran Menggunakan FTIR

Spektrum FT-IR film kitosan, HA, membran kitosan-HA diukur menggunakan FT-IR Shimadzu Prestige-21. Cuplikan sampel diletakkan pada permukaan serbuk halus kalium bromida dalam cawan (*flat*

cup) khusus. Kemudian spektrum FTIR direkam menggunakan FTIR –prestige 21, buatan Shimadzu, Jepang pada daerah panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} .

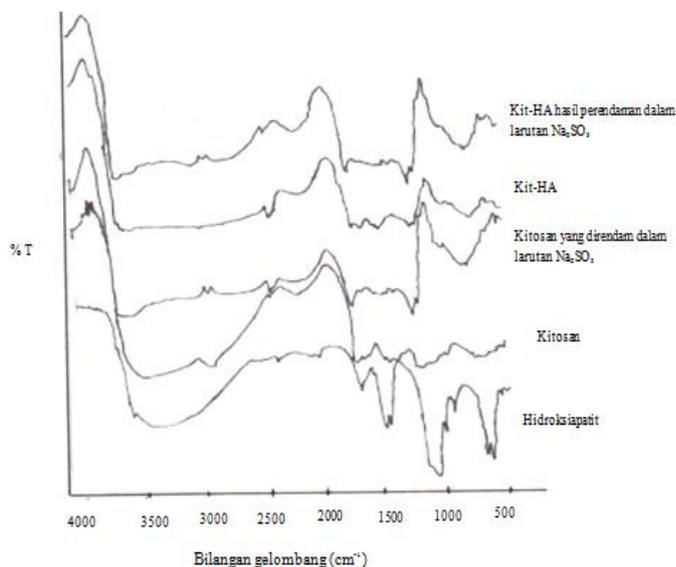
Karakterisasi Membran Menggunakan SEM

Pengujian morfologi dari kitosan, HA, dan membran Kitosan-HA dilakukan menggunakan SEM. Sampel dilapisi dengan lapisan tipis emas dengan ketebalan 100A menggunakan Denton Vacuum. Gambar morfologi dari sampel diperoleh menggunakan SEM 515/RDAX PV 9900.

HASIL DAN PEMBAHASAN

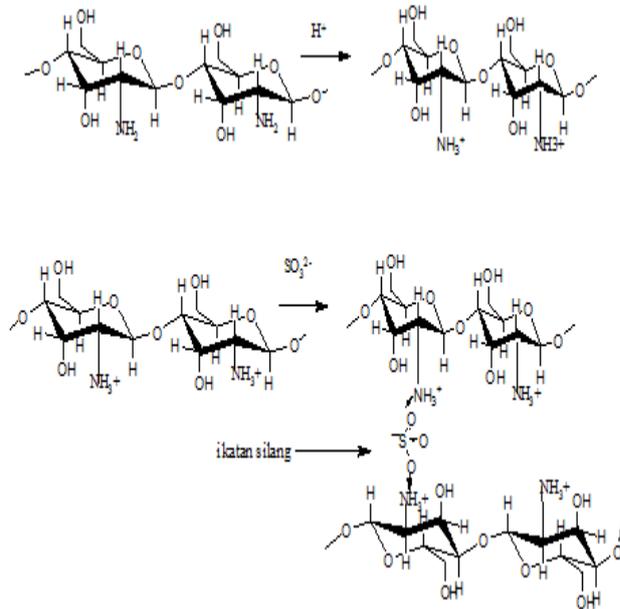
Spektrum FTIR

Spektrum HA, kitosan, membran Kitosan- HA hasil pengukuran FTIR disajikan pada Gambar 1. Gugus-gugus fungsi HA dicirikan dengan O-H, P-O/P=O yang masing-masing terletak pada daerah panjang gelombang 3205,69-3560,59 cm^{-1} dan 1030,2 cm^{-1} . Kitosan dicirikan dengan gugus fungsi NH, CH ulur; C=O; dan C-O-C yang masing-masing terletak pada daerah panjang gelombang 3086 cm^{-1} , 3600 cm^{-1} ; 2873,94 dan 2883,58 cm^{-1} ; 1650 cm^{-1} ; dan 1261,45 cm^{-1} . Membran Kitosan- HA dicirikan dengan gugus-gugus O-H; C-H ulur; C-C; C=O; dan P-O yang masing-masing terletak pada daerah panjang gelombang 3600-3633 cm^{-1} ; 2947,23 cm^{-1} ; 1670,35 cm^{-1} ; dan 1030,2 cm^{-1} mewakili gugus-gugus fungsi dari kitosan dan HA.



Gambar 1. Spektrum IR a) HA , b) Kitosan, c) Kitosan direndam dalam larutan Na_2SO_3 , d) Kitosan-HA, e) Kitosan-HA direndam dalam larutan Na_2SO_3

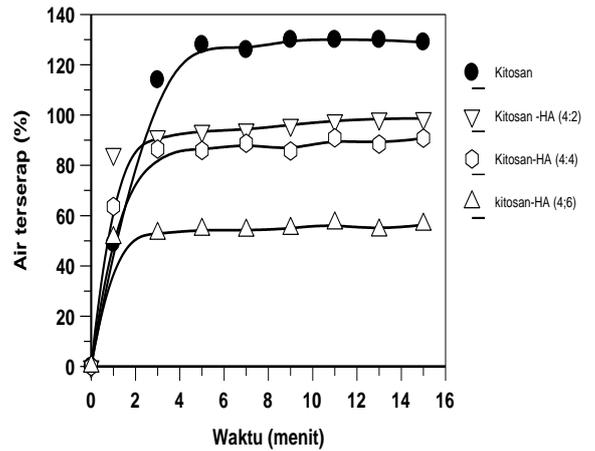
Sedangkan spektrum membran Kitosan-HA hasil perendaman dalam Na_2SO_3 dicirikan dengan gugus-gugus O-H; C-H ulur; C-C; C=O; P-O; yang masing-masing terletak pada panjang gelombang 3400 -36320 cm^{-1} , 2985,81 cm^{-1} , 1678,07 cm^{-1} , dan 1030,2 cm^{-1} . Jika spektrum membran Kitosan-HA yang tidak direndam dalam Na_2SO_3 dibandingkan dengan spektrum membran Kitosan-HA hasil perendaman dalam Na_2SO_3 terlihat jelas terjadi pergeseran gugus NH dari 3086 cm^{-1} ke daerah panjang gelombang 3200 cm^{-1} . Hal ini diduga kuat disebabkan karena terjadinya ikatan ionik antara HA dengan kitosan dan ikatan silang di beberapa bagian dari kitosan^[14]. Kemungkinan mekanisme reaksi ikatan silang yang terjadi pada kitosan adalah



Gambar 2. Mekanisme pembentukan ikatan silang pada kitosan

Air Terserap Membran

Kemampuan membran dalam menyerap air merupakan parameter yang menentukan layak atau tidaknya membran dapat digunakan sebagai GTR^[3]. Fungsi waktu perendaman terhadap air terserap oleh membran dengan variasi berat HA disajikan pada Gambar 3. Terlihat bahwa pada awal perendaman (1 menit), membran kitosan menyerap air 51,85% dan membran kitosan yang mengandung HA dengan komposisi 4:2, 4:4, 4:6 (b/b) secara berturut-turut menyerap air 84,50%, 63,62%, dan 51,13%. Pada komposisi kitosan-HA 4:2, air yang terserap relatif lebih besar dibandingkan komposisi 4:4 dan 4:6. Selanjutnya meningkatnya waktu perendaman dari 1 menit hingga 15 menit, daya serap air meningkat secara perlahan-lahan hingga mencapai keadaan yang relatif konstan pada waktu 5 menit.



Gambar 3. Hubungan antara waktu dan air terserap membran kitosan- HA pada variasi berat HA

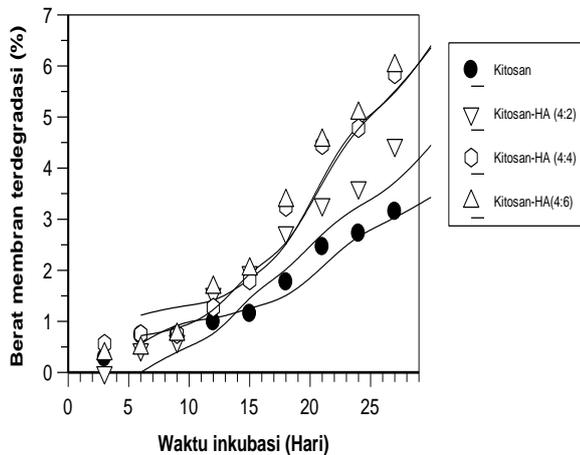
Pada selang waktu 15 menit, membran kitosan menyerap air sebesar 131,78%, sedangkan membran kitosan yang mengandung HA dengan komposisi 4:2, 4:4 dan 4:6 secara berturut-turut menyerap air sebesar 98,97 %, 90,81%, dan 56,41%. Terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi HA menyebabkan jumlah air yang terserap menurun. Hal ini diduga kuat karena HA bersifat anorganik dengan kemampuan menyerap air kecil, sedangkan kitosan adalah senyawa organik mengandung gugus NH dan OH yang mampu menyerap air dengan ikatan hidrogen.

Membran yang ideal untuk aplikasi sebagai pelindung bagian rongga gigi yang telah dicabut adalah berdaya serap air yang konstan selama pemakaian atau tidak mengalami *swelling* (pembengkakan) yang besar. Hal ini mengindikasikan bahwa membran kitosan-HA dengan daya air yang relatif konstan pada waktu > 5 menit selayaknya perlu dipertimbangkan sebagai GTR.

Biodegradasi Membran

Uji biodegradasi dari membran ini sangat perlu dilakukan, karena membran tersebut diharapkan akan mengalami degradasi dalam waktu bersamaan dengan tertutupnya rongga gigi yang bolong oleh

bahan pengisi. Pengaruh waktu perendaman dalam larutan PBS terhadap prosentase berkurangnya berat membran dengan variasi berat HA yang diukur hingga 27 hari disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hubungan waktu perendaman vs berat membran kitosan-HA yang terdegradasi dalam larutan PBS

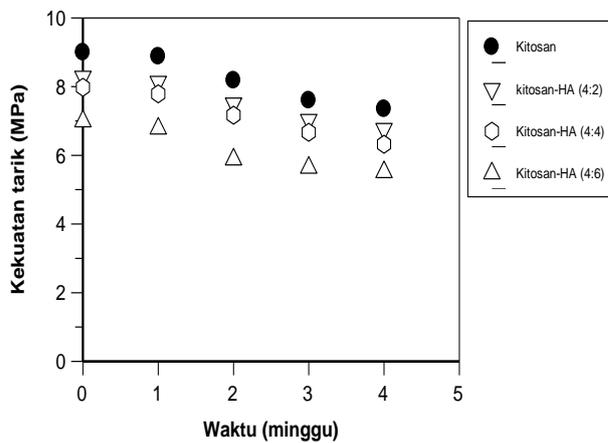
Terlihat bahwa pada awal pengujian (hari ke-3), berat membran kitosan mengalami penurunan rata-rata 0,27%. Sedangkan membran yang mengandung HA dengan rasio perbandingan 4:2 (b/b) belum mengalami penurunan berat, lain halnya dengan membran yang mengandung HA dengan rasio perbandingan berat 4:4 dan 4:6 yang masing-masing mengalami penurunan berat rata-rata 0,56% dan 0,35%. Selanjutnya dengan meningkatnya waktu inkubasi dalam larutan PBS hingga 27 hari, terjadi pengurangan berat secara gradual (perlahan) dari membran kitosan 2,95 % disertai penurunan berat membran mengandung HA dengan komposisi 4:2, 4:4 dan 4:6 secara berturut-turut 4,44%, 5,83%, dan 6,01%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan meningkatnya berat HA dalam membran mengakibatkan biodegradasi membran meningkat. Menurut Ming Kuo^[14] bahwa biodegradasi dari membran yang mengandung kitosan dan HA dengan kisaran berat total 5-10 % cukup layak memenuhi syarat untuk

aplikasi pada GTR dalam bidang periodontal.

Pengaruh Perendaman Terhadap Kekuatan Tarik Membran

Pengujian kekuatan tarik merupakan salah satu parameter fisika yang penting dipersyaratkan pada membran untuk aplikasi GTR^[3]. Membran umumnya digunakan pada daerah gigi yang sering dilakukan pergerakan seperti mengunyah dan mengigit. Oleh karena itu, membran seharusnya elastis, fleksibel dan cukup kuat sehingga tahan terhadap tarikan dan tekanan ketika digunakan pada daerah gigi serta dapat mengikuti pergerakan gigi. Pengaruh waktu perendaman terhadap kekuatan tarik membran kitosan-HA dengan variasi berat HA disajikan pada Gambar 5.

Terlihat bahwa kekuatan tarik membran kitosan pada awal pengujian (kontrol) 9 MPa. Kekuatan tarik membran kitosan yang mengandung HA dengan komposisi 4:2, 4:4, 4:6 (% berat) secara berturut-turut 8,29 MPa, 7,98 MPa, dan 6,99 MPa. Selanjutnya dengan meningkatnya waktu perendaman hingga 4 minggu, kekuatan tarik semua membran menurun secara *gradual* (perlahan-lahan). Menurunnya kekuatan tarik membran kitosan pada minggu ke-4 adalah 7,35 MPa. Sedangkan kekuatan tarik membran kitosan yang mengandung HA dengan komposisi 4:2, 4:4 dan 4:6 (% berat) berturut-turut adalah 6,77 MPa, 6,32 MPa, dan 5,51 MPa.



Gambar 5. Hubungan waktu perendaman dalam larutan PBS vs kekuatan tarik membran kitosan-HA

Persentase pengurangan kekuatan tarik membran hasil perendaman hingga minggu ke-IV jika dibandingkan kekuatan tarik awal (0 minggu) disajikan pada Tabel 1. Terlihat bahwa dengan meningkatnya berat HA, tegangan putus membran meningkat hingga 21,17%. Hal ini menunjukkan bahwa membran setelah perendaman hingga minggu ke-4 akan lebih mudah rapuh. Sehingga pada pemakaiannya akan lebih mudah dilepas dari bagian rongga gigi dan tidak perlu dioperasi lagi untuk melepaskannya.

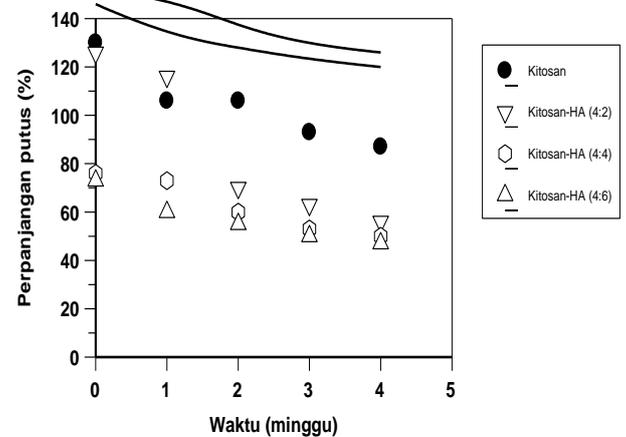
Tabel 1. Prosentase reduksi kekuatan tarik membran hasil perendaman hingga minggu ke-IV dibandingkan kontrol (0 minggu)

Jenis membran	Reduksi kekuatan tarik membran (%)
Kitosan	18,33
Kitosan-HA (4:2)	18,33
Kitosan-HA (4:4)	20,80
Kitosan-HA (4:6)	21,17

Pengaruh Perendaman terhadap Elongasi Membran

Pengaruh waktu perendaman terhadap elongasi membran kitosan-HA dengan variasi berat HA disajikan pada Gambar 6. Terlihat bahwa elongasi membran kitosan pada pengujian awal (0 minggu) adalah 130%. Sedangkan membran kitosan yang

mengandung HA dengan komposisi 4/2, 4/4, dan 4/6 (% berat), elongasinya berturut-turut adalah 126%, 76,66%, dan 73,3%. Selanjutnya dengan meningkatnya waktu perendaman hingga 4 minggu, elongasi semua membrane secara perlahan-lahan menurun.



Gambar 6. Hubungan waktu perendaman vs elongasi membran kitosan-HA yang direndam dalam larutan PBS

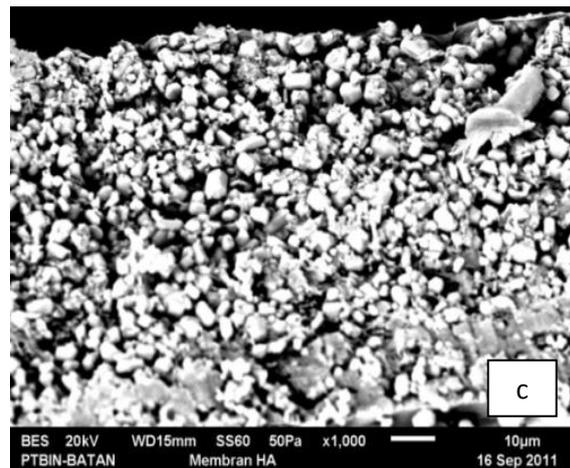
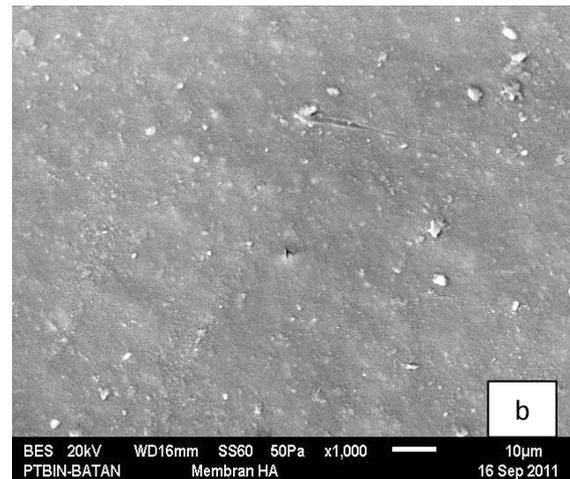
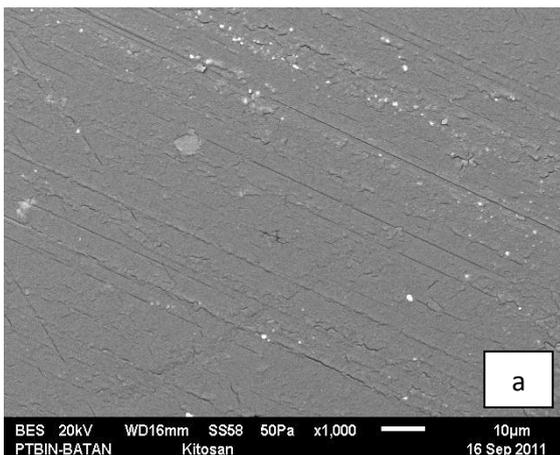
Prosentase pengurangan elongasi membran hasil perendaman hingga minggu ke-IV jika dibandingkan elongasi awal disajikan pada Tabel 2. Terlihat bahwa dengan berkurangnya berat HA, tegangan putus membran meningkat hingga 59,94%. Hal ini menunjukkan bahwa membran setelah perendaman hingga minggu ke-4 akan lebih mudah rapuh. Sehingga pada pemakaiannya akan lebih mudah dilepas dari bagian rongga gigi dan tidak perlu dioperasi lagi untuk melepaskannya.

Tabel 2. Prosentase pengurangan elongasi membran hasil perendaman hingga minggu ke-IV

Jenis membran	Elongasi %
Kitosan	43,34
Kitosan-HA (4:2)	59,94
Kitosan-HA (4:4)	26,66
Kitosan-HA (4:6)	26,64

Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengamatan morfologi permukaan membran kitosan-HA dengan menggunakan SEM disajikan dalam Gambar 7. Terlihat bahwa bentuk permukaan membran kitosan adalah homogen dan tidak berpori (Gambar 7a). Sedangkan bentuk struktur permukaan membran kitosan-HA relatif lebih kasar dibandingkan membran kitosan (Gambar 7 b). Hal ini dikarenakan membran kitosan yang berbahan dasar kitosan larut dalam asam asetat 2%, sehingga permukaannya homogen dan halus. Sedangkan membran kitosan-HA terdiri dari serbuk HA sebagai senyawa anorganik yang sukar bercampur secara sempurna dengan kitosan membentuk suspensi yang terdispersi dalam larutannya. Hal tersebut yang membuat permukaan membran kitosan-HA kasar. Pada posisi potongan melintang membran kitosan-HA (Gambar 7c) terlihat bahwa serbuk HA terdispersi dalam membran, yang di tandai dengan warna putih. serbuk HA.



Gambar 7. Foto SEM, a) membran kitosan, b) membran kitosan-HA, b) Penampang samping membran kitosan-HA

KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa membran kitosan-HA dapat dibuat berikatan silang menggunakan natrium sulfat. Membran kitosan-HA dapat dibasahi permukaannya oleh air dalam waktu yang relatif pendek (<5 menit) dan tidak terjadi peningkatan jumlah air yang diserap dengan meningkatnya waktu perendaman. Meningkatnya kandungan HA dari 2 gram hingga 6 gram dalam membran pada selang waktu 27 hari menyebabkan meningkatnya biodegradasi membran dengan kisaran 5-10%, disertai menurunnya tegangan tarik dengan kisaran 18, 33-21, 17% dan elongasi dengan

kisaran 26, 64-59, 94%. Hasil pengujian spektrum FTIR menunjukkan bahwa kitosan dapat dilakukan *crosslink* dengan HA. Oleh karena itu, dalam rentang variasi kandungan HA yang dipakai dalam penelitian ini, membran kitosan-HA berikatan silang selayaknya dapat dipertimbangkan sebagai membran GTR.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada RISTEK dalam program insentif tahun 2011 yang telah memberikan dana untuk penelitian ini, serta kepada Ibu Dewi S.P. dan Ibu Nani Suryani yang telah banyak membantu hingga penelitian ini selesai.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Basril, A. 2000.,Pembentukan Radikal Bebas Pada Graft Tulang Manusia Dan Bovine Iradiasi''. *Prosiding Risalah Pertemuan Ilmiah Penelitian dan Pengembangan Teknologi Isotop dan Radiasi*. PATIR-BATAN: 57-58.
- [2] Global Biomaterials Market Worth US \$ 58.1 Billion. 2014. <http://blog.taragana.com/pr/global-biomaterial-market-worth-us581-billion-by-2014-5363/>Diakses 2 Mei 2012.
- [3] Bottino,M.C., Thomas, V., Schmidt,G., Vohra, Y. K., Tien-Min, G. C., Kowolik, M. J., Janowski, G. M., 2012. *Recent advances in the development of GTR/GBR membranes for periodontal regeneration—A materials perspective*, *Dental Material*.<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.04.022>
- [4] Pihlstrom, B.L., Michalowicz, B.S., Johnson, N.W., 2005. *Periodontal Diseases*. *Lancet*, 366 p. 1809.
- [5] Nakashima, M., Reddi, A.H. 2003.,The Application Of Bone Morphogenetic Proteins To Dental Tissue Engineering''. *Nature Biotechnology*: 21 p. 1025.
- [6] Nanci, A., Bosshardt, D.D. 2006.,Structure Of Periodontal Tissues In Health And Disease''. *Periodontology* : 2000, 40 p. 11
- [7] Southerland, J.H., Taylor, G.W., Moss, K., Beck, J.D., Offenbacher, S. 2000.,Commonality In Chronic Inflammatory Diseases: Periodontitis, Diabetes, And Coronary Artery Disease''. *Periodontology*: 40 (2006), p. 130.
- [8] Nishimura, F., Iwamoto,Y., Soga, Y. 2000.,The Periodontal Host Response With Diabetes''. *Periodontology*: 43 (2007), p. 245.
- [9] Kasaj, A., Reichert, C., Gotz, H., Rohrig, B., Smeets, R., Willershausen, B., 2008.,In Vitro Evaluation Of Various Bioabsorbable And Nonresorbable Barrier Membranes For Guided Tissue Regeneration''. *Head & Face Medicine*: 4 p. 22.
- [10] Owens, K., Yukna, R., 2001.,Collagen Membrane Resorption In Dogs A Comparative Study''. *Implant Dentistry*: 10 p. 49.
- [11] Müller ,L., Conforto, E., Caillard, D., Müller, F. A. 2007.,Biomimetic Apatite Coatings—Carbonate Substitution And Preferred Growth Orientation''. *Biomolecular Engineering*: Volume 24, 462-466
- [12] M. Magallanes-Perdomo, Z.B. Luklinska, A.H. De Aza, R.G. Carrodeguas, S. De Aza, P. Pena . 2011.,Bone-Like Forming Ability Of Apatite–Wollastonite Glass Ceramic''. *Journal of the European Ceramic Society*: 31, 1549-1561.
- [13] Jones,D.S., Mawhinney,H.J., 2006. *Chitosan, Handbook of Pharmaceutical Excipient, fifth ed.American Pharmaceutical Association and The Pharmaceutical Press*: 159-162

- [14] Ming Kuo, S., Chie Niu, G.C., Wen Lan, C., Feng Cheng, M., Yu Chiang, M., Jen Chang, 2009. *Guided Tissue Regeneration with Use of CaSO₄-Chitosan Composite Membran*, *J. of Med. And Biologics Engineering*: 304-310.

RIWAYAT PENULIS

Erizal, Lahir 30 Mei 1953 di Padang. Lulus dari Jurusan Kimia FMIPA Universitas Indonesia. Bekerja di PATIR-BATAN sejak Tahun 1983 sampai sekarang.

KONSEP DAN APLIKASI SIMULATOR TANUR PUTAR

Rahardjo Binudi

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan 15314

E-mail : rbinudi@yahoo.com

Masuk tanggal : 20-02-2013, revisi tanggal : 07-03-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 21-03-2013

Intisari

KONSEP DAN APLIKASI SIMULATOR TANUR PUTAR. Pengambilan sampel dari material untuk mengetahui kondisinya pada setiap posisi sepanjang tanur pada pengujian dalam operasi tanur putar (*rotary kiln*) sulit untuk dilakukan. Untuk mengatasinya telah dikembangkan konsep penggunaan simulator tanur putar dengan ukuran lebih kecil yang mengikuti prinsip fenomena perpindahan (*transport phenomena*) masa dan energi. Konsep penggunaan simulator tanur putar pada ukuran yang lebih kecil (percobaan laboratorium) diharapkan dapat mengamati kejadian seperti pada operasi tanur putar sebenarnya. Pengamatan hasil proses pemanasan suhu tinggi terhadap material seperti tingkat reduksi, metalisasi, bentuk dan ukuran metalisasi, jenis slag yang disebabkan oleh perubahan parameter-parameter seperti kecepatan putar, laju material masuk, temperatur operasi, laju gas pemanas dapat dipelajari lebih akurat dan lebih mudah. Simulator ini terdiri dari tiga komponen utama yaitu komponen pembakaran, komponen pemanas, dan komponen stack dan dilengkapi dengan tempat pengumpanan bahan baku dan pengeluaran sampel, instrumentasi dan peralatan pengendalian.

Kata kunci : Simulator, Tanur putar, Suhu tinggi, Komponen, Sampling material

Abstract

THE CONCEPT AND APPLICATION OF ROTARY KILN SIMULATOR. *The sampling of the material to know its condition at any position along of the rotary kiln during operation is difficult to carry out. To overcome this concept for using such like small size (laboratory scale) which basis on mass and energy transport phenomena have been developed. The concept of the use of rotary kiln simulator on the smaller size (laboratory experiments) are expected to observe the event as the actual rotary kiln operation. Observation of high temperature heating process results against such material, the level of reduction, metallized, metallized shapes and sizes, types of slag caused by changing parameters such as rotation speed, rate of incoming material, operating temperature, the rate of gas heaters can be studied more accurately and more easily. This simulator consists of three main components, namely combustion components, component heaters, and stack components and equipped with a feeder of raw materials and expenses sample, instrumentation and control equipment.*

Keywords : Simulator, Rotary kiln, High temperature, Component, Material sampling

PENDAHULUAN

Sumber daya mineral Indonesia cukup potensial terutama berupa mineral logam seperti besi, nikel, tembaga, emas dan lainnya yang belum banyak dimanfaatkan, dimana sebagian dari mineral tersebut diekspor masih berupa bahan baku bijih (bahan mentah) dengan harga sangat murah.

Pemerintah berusaha untuk memanfaatkan sebesar-besarnya potensi

mineral di dalam negeri dengan mengolah menjadi bahan jadi. Undang-undang dan peraturan pemerintah dan peraturan menteri juga disiapkan untuk mendukung terlaksananya pengolahan dan pemurnian bahan baku mineral di dalam negeri.

UU Minerba no 4 tahun 2009 telah menetapkan bahwa pada tahun 2014 mendatang tidak boleh lagi mengekspor barang mentah mineral ke luar negeri, semua bahan mineral harus diolah dan dimurnikan di dalam negeri^[1].

Kebijakan pemerintah dengan hilirisasi pertambangan di wilayah ini diyakini akan berdampak pada pengembangan ekonomi Wilayah Indonesia Timur yang potensi sumber daya mineralnya tinggi, sekaligus akan mendorong kesejahteraan masyarakat sekitarnya. Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia (MP3EI) mencetuskan bahwa sudah saatnya Indonesia tidak lagi mengekspor bahan mentah semua produk pertambangan hingga 2014, seperti nikel dan alumina, bijih besi harus sudah diolah di dalam negeri dan dijadikan salah satu penggerak pertumbuhan ekonomi.

Proyek feronikel PT Aneka Tambang Tbk (Antam) di Halmahera menjadi bagian dari MP3EI yang terletak dalam koridor enam dimana Maluku dan Papua yang ditargetkan menciptakan sumber pertumbuhan ekonomi sekitarnya. Dalam dokumen MP3EI, pemerintah mengindikasikan total kebutuhan investasi untuk pengembangan koridor enam, yakni Kepulauan Maluku dan Papua mencapai Rp 602 triliun. Dalam dokumen MP3EI juga disebutkan, investasi kegiatan utama dan investasi infrastruktur di koridor Papua-Maluku masing-masing membutuhkan dana sebesar Rp 440,9 triliun dan Rp161,4 triliun^[2].

Pengolahan mineral menyangkut teknologi yang tinggi dan biasanya padat modal, sehingga investornya diperlukan perusahaan besar, BUMN atau kerjasama dengan pemegang teknologi pengolahan. Diperlukan penguasaan teknologi terutama pengolahan bijih besi dan nikel.

Alih teknologi pengolahan dan pemurnian mineral mengalami kendala, sehingga penelitian dan aplikasi seakan tidak berhubungan, hal ini disebabkan oleh kurang sinerginya industri dan lembaga riset nasional. Pengembangan di laboratorium akan dilakukan oleh lembaga riset untuk mengatasi masalah yang dibutuhkan oleh industri.

Pada proses pengolahan bijih besi dan nikel banyak menggunakan tungku putar (*rotary kiln*) seperti pembuatan *sponge*

iron dan feronikel. Pengembangan proses dengan tanur putar ini meliputi teknologi konstruksi dan proses yang sudah dikuasai, sehingga tinggal memperdalam penguasaan prosesnya, mempelajari perubahan fasa terbentuknya logam pada saat reduksi, bentuk lelehan pada permukaan pelet, dan pengetahuan tentang *slag*.

Untuk mempelajari hal-hal tersebut sulit dilakukan dalam operasi tanur putar sebenarnya yang cukup panjang dan berdiameter besar (panjang = 72 meter dan diameter 3,8 meter), sehingga diperlukan simulator atau tungku putar kecil yang dapat dioperasikan sesuai kondisi sebenarnya tetapi memudahkan para peneliti melakukan pemantauan terhadap proses yang terjadi^[3].



SIMULATOR TANUR PUTAR

Simulator tungku putar (*Rotary Kiln*) adalah alat didasarkan pada model matematika yang mendasar untuk proses reduksi langsung bijih besi atau bijih nikel oleh batubara dalam tanur putar. Simulator ini memanfaatkan sifat bijih dan batubara seperti distribusi ukuran partikel dan analisis kimia sepanjang tungku dan profil udara sebagai masukan. Neraca panas dan *massa*, reaksi-reaksi antara fasa yang berbeda termasuk dalam pemodelan untuk memprediksi temperatur gas dan padatan serta profil komposisi sepanjang kiln, derajat metalisasi dan analisa gas buang.

Penelitian laboratorium bersifat tidak kontinu dan ditujukan untuk mempelajari secara sangat sempurna sesuai dengan

teori, sehingga penerapannya di dalam skala komersial masih menghadapi kendala. Sebagai contoh apabila kita mempelajari reduksi bijih besi dengan reduktor karbon padat, biasanya dalam bentuk campurannya bisa berupa bongkah, *powder*, pelet atau briket. Pengamatan terhadap proses reduksi dapat dikendalikan dengan baik misalnya temperatur dapat dikendalikan, kondisi operasi dapat dijaga kedap terhadap udara luar, tetapi metode operasi biasanya *batch*, yang tidak sesuai dengan skala komersial yang dilakukan secara kontinu dan kapasitas yang sangat besar.

Untuk mengkaji dan mempelajari kejadian pada proses reduksi dan metalisasi beberapa riset juga telah dilakukan dengan menggunakan tanur putar mini laboratorium, dimana tanur putar sebenarnya ukurannya dikecilkan. Kondisi operasi dicoba untuk disesuaikan dengan tanur putar sebenarnya, temperatur, ukuran partikel, campuran reduktor dan bahan baku, laju udara pemanas dan lainnya. Kesulitan awal yang akan timbul adalah pada waktu mengendalikan kondisi operasi karena ruang pemanas yang kecil, maka panas yang hilang ke lingkungan terlalu besar, serta fluktuasi hasil percobaan, yang kedua pada pengambilan sampel dari posisi yang diinginkan disepanjang tanur tidak mudah dilakukan.

Usaha untuk memperbaiki kesulitan seperti yang terjadi pada penggunaan tanur putar mini laboratorium di atas dilakukan dengan memberikan panas melalui pemanas listrik (*heating elemen*), sehingga pengendalian panas (*thermo controller*) dapat dilakukan dengan baik terhadap hasil reduksi dan metalisasinya. Persoalan mendasar adalah mengevaluasi/mempelajari kinerja tungku putar sebenarnya dengan menggunakan tungku putar skala laboratorium, dimana variabel kondisi proses dan operasi sangat kompleks, sehingga penggunaan tungku putar skala laboratorium dengan model apapun tidak relevan. Hal ini disebabkan karena model tidak mudah dibuat dengan

hanya mengandalkan parameter yang konvensional dalam melakukan modeling untuk skala yang sangat besar.



Gambar 2. Tanur putar mini Pusat Penelitian Metalurgi LIPI Serpong

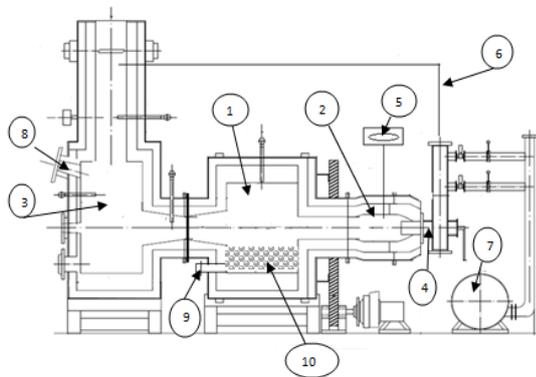
Setelah mempelajari beberapa bentuk permodelan skala laboratorium yang kurang menunjukkan kondisi operasi yang sebenarnya, maka dibuatlah pengecilan skala tungku putar mini artinya skala peralatan tungku putar tersebut cukup dan dianggap dapat menyamai pada kondisi sebenarnya. Percobaan dengan model ini cukup baik, tetapi kalau peralatan tersebut digunakan untuk memantau atau uji coba dengan material baru yang diharapkan dapat diterapkan pada tungku besar yang sesungguhnya menjadi mahal dan perlu waktu lama.



Gambar 3. Tanur putar laboratorium

KONSEP DISAIN

Simulator tanur putar direncanakan untuk riset penelitian pengolahan bahan mineral dengan kapasitas 50 -100 kg bahan dalam bentuk bongkah, serpih pelet, briket dan *powder*, dengan atau tanpa menggunakan bahan reduktor. Disain simulator ini berupa tungku putar yang mempunyai diameter lebih lebar dibandingkan panjang silinder tanur, dan yang paling penting memudahkan operator untuk mengambil sampel bahan padatan maupun sampel gas hasil reaksi (Gambar 4)



Keterangan Gambar :

1. Reaktor
2. Pembangkit panas
3. Cerobong asap
4. Bumer
5. Oxygen analyzer
6. Pipa sirkulasi
7. Blower
8. Tempat pengambilan sampel gas
9. Tempat pengambilan sampel padatan
10. Material percobaan

Gambar 4. Model simulator tanur putar

Komponen simulator tanur putar ini terdiri dari komponen utama, komponen penunjang dan beberapa peralatan instrumentasi.

KOMPONEN UTAMA SIMULATOR

1. Ruang reaktor pembakaran adalah tempat dimana terjadinya reaksi reduksi bahan baku bijih dengan reduktor menjadi logam, dengan bantuan panas.

Reaktor ini berupa silinder yang berputar dan terdiri dari :

- Sistem pemasukan umpan *vibrating feeder*
 - Sistem pengeluaran umpan dan tempat pengambilan sampel padatan.
 - Termokopel
2. Ruang pembangkit panas
Ruang ini digunakan untuk membangkitkan panas yang terdiri dari pembakar utama (*burner*), pemasok udara (*blower*), bagian ini terdiri dari beberapa komponen yaitu :
 - *Burner* atau pembangkit panas dengan bahan bakar gas atau minyak bakar (solar, minyak tanah, IDO). Bagian ini terpisahkan dengan bagian tanur putar dan disekat supaya tidak ada udara yang masuk sistem pembakaran.
 - *Blower* digunakan untuk memasok udara sebagai sumber oksigen dalam reaksi pembakaran dibagian burner
 3. Cerobong asap (*stack*) digunakan untuk menampung dan mengeluarkan gas dan debu hasil reaksi, bagian ini mempunyai kelengkapan sebagai berikut :
 - Tempat pengambilan sampel gas dibagian cerobong asap (*gas sampling point*)
 - *Damper* pengatur laju gas buang keluar dari pembakaran
 - Termokopel
 - Indikator perbedaan tekanan

KELENGKAPAN

1. Oksigen meter (*oxygen analyzer*) digunakan untuk mengetahui kandungan oksigen di dalam ruang pemanasan, sehingga dapat diatur kandungan oksigen di dalam ruang reaksi dengan mengatur jumlah gas buang yang dikembalikan sebagai pengencer oksigen.
2. Pipa sirkulasi digunakan untuk menyalurkan gas buang (*flue gas*) yang

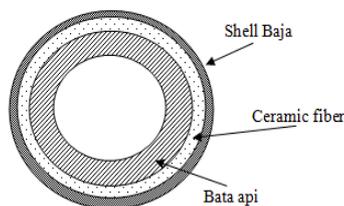
kaya dengan N_2 dan CO_2 dimasukkan ke dalam ruang bakar untuk menurunkan kadar oksigen, sehingga terjadi suasana reduksi dalam ruang reaksi.

3. Pengendali panas (*thermocontroller*), untuk mengendalikan panas di dalam ruang reaksi pada temperatur 25 – 1350 °C.

KONSTRUKSI

Konstruksi dari simulator tanur putar ini terdiri dari :

1. Bagian luar (*shell*) dibuat dari bahan baja (*mild steel*) dengan ketebalan 6 mm.
2. Bagian dalam terdiri dari dua material yaitu: refraktori atau bata api yang dipasang melingkar sepanjang silinder.
3. Penyekat panas (isolasi) digunakan untuk menahan panas keluar dari ruang reaksi (reaktor) berupa serat keramik dengan tebal 5 cm.

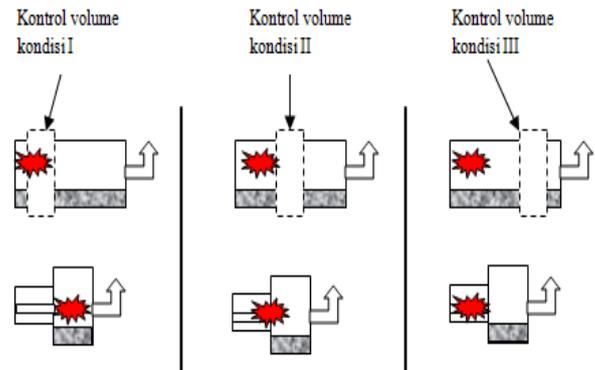


Gambar 5. Susunan silinder tanur dalam penelitian ini

PEMODELAN

Dasar dari penggunaan simulator tanur putar ini adalah mempelajari kontrol volume padatan di dalam simulator tanur putar yang memungkinkan untuk memprediksi apa yang terjadi dalam tungku putar sebenarnya. Pada simulator tanur putar kontrol volume dipelajari dalam model *batch*, bahan di dalam tanur berputar tetapi tidak bergerak secara aksial. Beberapa posisi bahan dalam tanur bervariasi sesuai dengan panas yang diberikan oleh *burner* terhadap permukaan bahan, garis putus-putus adalah kontrol

volume dalam simulator *batch*, ditunjukkan pada Gambar 6^[4].



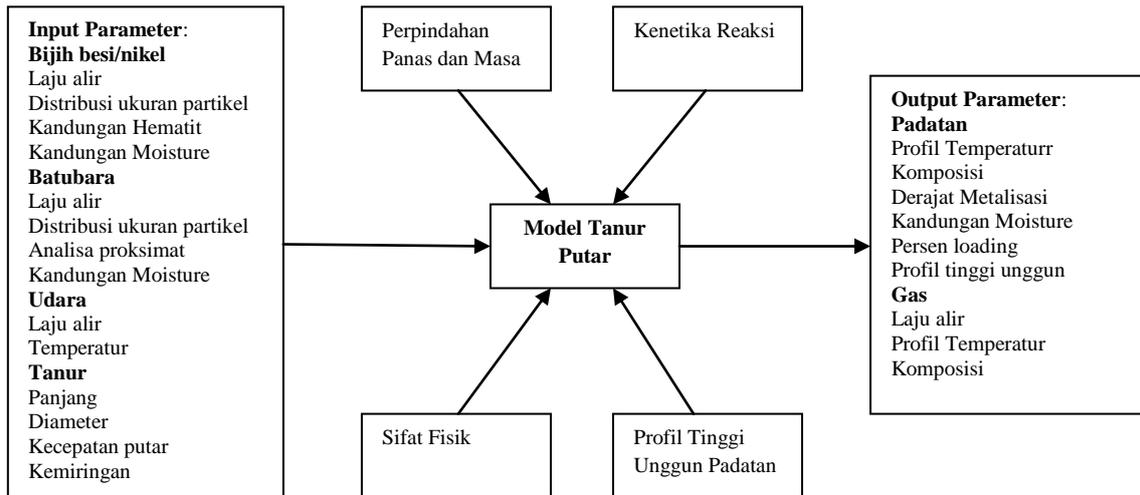
Gambar 6. Konsep tanur putar simulator kontrol volume konsep

Tantangan utama dalam memproses besi nikel adalah memaksimalkan produktivitas tanur dan meminimalisasi konsumsi bahan bakar, dan dapat menggunakan batubara kadar rendah dari berbagai sumber. Dengan adanya simulator tanur putar di P2M-LIPI akan memberikan bantuan pemecahan persoalan terhadap tantangan tersebut di atas melalui model yang didasarkan pada optimasi dan pengendalian.

Simulator tanur putar ini didasarkan pada model matematis untuk reduksi langsung bijih besi dan nikel dengan batubara di dalam suatu tungku putar. Beberapa aspek yang perlu diperhatikan untuk memproses besi spons dalam tungku putar hal-hal sebagai dasar pemodelan yaitu^[5] :

- Termodinamika reaksi reduksi dan gasifikasi
- Karakteristik bahan baku dan perannya dalam proses
- Kinetika reaksi peran reduksibilitas bijih besi dan reaktivitas batubara, begitu juga dasar pemilihan bijih besi dan batubara
- Pergerakan padatan dalam tanur putar dan waktu tinggalnya
- Produksi dan laju alir gas
- Perpindahan panas, profil temperatur dan model proses.

Skema struktur model tungku putar ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Struktur model tungku putar

APLIKASI SIMULATOR TANUR PUTAR

Simulator tanur putar salah satu bentuk penurunan skala menjadi tanur putar kecil namun mempunyai unjuk kerja yang mendekati tanur putar sebenarnya. Pemotongan tanur tiup menjadi lebih pendek, tetapi diameter masih cukup lebar, sehingga memudahkan pengambilan sampel sesaat seperti pada kondisi sebenarnya. Kalau ditinjau dari geometri dan ukuran tanur ini dapat disebut sebagai bagian dari tanur sebenarnya yang terdiri dari *stove*, tanur putar, bagian *stack* dan kelengkapan lain seperti pengeluaran sampel yang memudahkan operator.

Simulator tanur putar ini dapat digunakan untuk meneliti proses-proses pengolahan mineral berbasis bijih besi dan nikel dengan metode *direct reduction iron ore* (DRI) yang biasanya dilakukan di dalam tanur putar atau *rotary heart furnace* (RHF) antara lain :

- Pembuatan *Luppen* FeNi
Proses SL-RN dan *Krupp Sponge Iron* untuk mengolah bijih besi dengan mereduksi oksida besi dan nikel dengan kokas, antrasit dan kokas temperatur rendah/semi kokas. Campuran yang mengandung bijih dan reduktor dilewatkan dalam tungku putar yang

berlawanan arah dengan gas pemanasnya sehingga terjadi reduksi dan menghasilkan *luppen* (sinter bongkahan dimana besi dan nikel lelehan menyatu). Dengan menggunakan simulator tanur putar ini dapat dilakukan dengan lebih teliti pengamatan terhadap zona terjadinya reduksi besi dan nikel keseluruhan dan zona terjadinya lupen.

- Pembuatan Besi Spons
Proses pembuatan besi spons yang biasa dilakukan dalam tanur putar dengan mereduksi bijih besi dengan reduktor padat yang dipanaskan pada temperatur 1350 °C dalam waktu 12 jam. Dengan menggunakan simulator tanur putar ini dapat dilakukan pengendalian pada zona terjadinya reduksi dan oksidasi pemanasan dengan mengatur udara masuk sepanjang tanur putar^[6].
- Pembuatan Besi *Nugget*
Pembuatan besi *nugget* biasa dilakukan dengan *rotary hearth furnace* dimana campuran bijih besi dengan reduktor dilewatkan pemanas yang kedap udara secara bertahap sampai proses reduksi dan melting berlangsung^[7]. Dengan menggunakan simulator tanur putar dapat dipelajari berlangsungnya peristiwa reduksi dan mengumpulnya

besi lelehan menjadi *nugget*, sepanjang nampan berputar.

- Pengamatan juga dapat dilakukan terhadap proses pembentukan *luppen*, *nugget* dari pasir besi, mengatasi cincin penahan bijih (*dam ring*), pengaruh aditif, bentuk umpan curah vs briket, pengaruh temperatur.
- Kemungkinan mengganti RHF dengan RK. Dengan mempelajari kesesuaian pengolahan bijih dengan cara mereduksi dengan reduktor padat, bisa terjadi penggunaan RHF yang kapasitasnya terbatas dan operasi yang rumit dapat digantikan dengan tanur putar^[8].
- Aplikasi lain dari penggunaan simulator tanur putar adalah untuk pabrik semen, kalsinasi kapur, kalsinasi bijih mineral dan karbonisasi batubara^[9].

KESIMPULAN DAN SARAN

1. Penggunaan peralatan simulator tanur putar ini dapat membantu untuk mempelajari hal-hal yang sulit dilakukan dalam operasi tanur putar yang sebenarnya yang panjangnya mencapai 72 meter dan berjam 3,8 meter, sehingga diperlukan simulator atau tungku putar kecil yang dapat dioperasikan sesuai kondisi sebenarnya sehingga memudahkan untuk melakukan pemantauan terhadap proses yang terjadi.
2. Kelemahan tanur putar skala kecil belum memenuhi syarat sebagai simulator.
3. Simulator tanur putar salah satu bentuk penurunan skala menjadi tanur putar kecil yang mempunyai unjuk kerja yang mendekati tanur putar sebenarnya, memenuhi dasar-dasar fenomena perpindahan (*transport phenomena*) masa dan energi. Pemotongan tanur tiup menjadi lebih pendek, tetapi diameter masih cukup lebar, sehingga memudahkan pengambilan sampel sesaat seperti pada kondisi sebenarnya.

4. Simulator tanur putar dapat digunakan untuk mempelajari proses-proses yang menggunakan tanur putar sebagai peralatan utamanya antara lain : pembuatan *luppen ferronickel* (proses nippon yakin), pembuatan besi spons dan pembuatan besi *nugget*.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No 23 Tahun 2010, Tentang Pelaksanaan Kegiatan Usaha Pertambangan Mineral dan Batubara.
- [2] Hilirisasi Pertambangan Digenjot, Thursday, December 01, 2011 08:37 WIB, <http://www.ipotnews.com>
- [3] Hitoshi TSUJI. 2012., 'Behavior of Reduction and Growth of Metal in Smelting of Saprolite Ni-ore in a Rotary Kiln for Production of Ferro-nickel Alloy'. *ISIJ International*: Vol. 52, No. 6, pp. 1000–1009.
- [4] Paul M.Lemieux., David W. Pershing. 1988. *Design And Construction Of A Rotary Kiln Simulator For Use In Studying The Incineration Of Hazardous Waste*. The University of Utah, Department of Chemical Engineering, Salt Lake City, Utah.
- [5] Tata Consultancy Service, Sponge Iron Rotary Kiln Simulator, Innovation Labs. www.tcs.com
- [6] Anil Kumar Prasad, Vivek Kumar and Shabina Khanam. 2011., 'Generation of Energy Conservation Measures for Sponge Iron Plants'. *Proceedings of the World Congress on Engineering*: Vol. III, WCE 2011, July 6-8, 2011, UK.
- [7] Dayton Superior Corporation, *Mesabi Nugget Plant In Silver Bay, Minnesota, US*, www.daytonsuperior.com.
- [8] Xiao Yan Liu, E. Specht, O. Guerra Gonzalez, P. Walzel. 2006., 'Analytical solution for the

rolling-mode granular motion in rotary kilns, *Chemical Engineering and Processing*”: 45, 515–521.

- [9] Mujumdar, K S., Ganesh, KV., *Rotary Kiln Cement Simulator : Integrated Modelling of Preheater, Calciner, Kiln and Klinker Cooler.*, *Chemical Engineering Science*, 62 (2007) 2590-2607.

RIWAYAT PENULIS

Rahardjo Binudi, dilahirkan di Blitar, Jawa Timur pada tanggal 7 Pebruari 1954. Lulus Sarjana Teknik Kimia- ITB tahun 1984. Sampai saat ini bekerja di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI.

Indeks Penulis

A

Agung Imaduddin 25
Andi Muhdiar Kadir 33
Anton Suryantoro 25

B

Bambang Sriyono 49
Basril A 55
Bintang Adjiantoro 49

D

D.N.Adnyana 49
Darmawan 55
Dedi Priadi 33
Didin S. Winatapura 1

E

E.Sukirman 9
Eddy S. Siradj 33
Efendi Mabruri 49
Erizal 55

F

Florentinus Firdiyono 25
Franciska Pramuji Lestari 25

H

Harkali Setiyono 33

P

Pius Sebleku 25

R

Rahardjo Binudi 65
Ridwan 1

S

Sari H. Dewi 1
Siti Wardiyati 9
Solihin 19

Y

Yessy.W 55
Yustinus P

Indeks

A

A thin-walled steel 31, 41

B

Ba-Ca-Cu-O 25, 26, 28, 31

Bahan superkonduktor 25

Baja berdingding tipis 33, 34, 42

Barium heksaferit 1, 2

Barium hexaferrite 1

Beban maksimum 33, 40

Bending strength 33

C

Carbon addition 9

Chitosan 55

Coercivity 1

Component 65

Crystal structure 9

Cut-off strength 33, 34

E

Efek ingat bentuk 49, 50, 51, 52, 54

Effective width 33

Estimasi kekuatan 33, 43, 45, 46

F

Fe₃O₄ nanoparticle 0

Fertilizer 19, 20, 24

Food safety 19

G

Gas oksigen 25, 28, 29, 30, 31

GTR 55, 56, 59, 60, 62

H

Hg-Ba-Ca-Cu-O 25

Hidroksi apatit 55, 56

High temperature 25, 65

Hydroxy apatite 55

I

Impuritas 1, 5, 7

Impurity 1

K

Kapasitas momen 33, 36, 39, 40

Kekuatan lentur 33

Kekuatan luluh 33, 42

Ketahanan pangan 19

Kimia basah 1, 2

Kitosan 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62

KMgPO₄ 19, 20, 21, 22, 23, 24

Koersivitas 1, 2, 3, 5, 6, 7

Komponen 65, 68

L

Lebar efektif 33, 36, 37

M

Magnetisasi 1, 9, 10, 13, 15, 16

Magnetization 9

Material sampling 65

Mechanochemistry 19

Mekanokimia 19

Membran 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62

Moment capacity 33, 36

N

Natrium sulfit 55, 56, 62

O

Oxygen gas 24

P

Paduan ingat bentuk 49, 50

Partikel nano Fe₃O₄ 9, 16

Penambahan karbon 9, 12, 13, 16

Phase transformation 49

Profil pipa kotak 33

Pupuk 19

R

Rotary kiln 65, 66

S

Shape memory alloys 49, 50

Shape memory effect 49, 50

Sampling material 65

Simulator 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71

Sintering 1, 4, 5, 6

Slow release 19, 20, 23, 24

Sodium sulfite 55

Square hollow section 33, 34, 38, 41, 42,
44, 45

Strength estimation 33

Struktur kristal 2, 9, 28

Suhu tinggi 25, 50, 65

T

Tanur putar 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71

The fourth element 49

Titanium-nickel-copper-iron 49

Titanium-nikel-tembaga-besi 49

Transformasi fasa 49, 50, 52

U

Ultimate load 33

Unsur ke empat 49, 50, 51

W

Wet chemicals 1

Y

Yield strength 33



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA PUSAT PENELITIAN METALURGI

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

PANDUAN BAGI PENULIS

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



PANDUAN BAGI PENULIS

diberi tanda titik .

Contoh : Tabel 1. Harga kekerasan baja SS 316L

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

Contoh : Gambar 1. Struktur mikro baja SS 316L

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

10. Kesimpulan berisi secara singkat dan jelas tentang :

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

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

12. Kutipan atau Sitasi

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

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

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

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

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

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

2. Buku dengan tiga pengarang atau lebih

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

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

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

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

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



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
PUSAT PENELITIAN METALURGI

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

PANDUAN BAGI PENULIS

Indonesia Jakarta : Balai Pustaka.

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

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

6. Artikel dari bunga rampai

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

7. Bahan yang belum dipublikasikan atau tidak diterbitkan

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

8. Bahan yang belum dipublikasikan atau tidak diterbitkan

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

9. Tulisan Bersumber dari Internet

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

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

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

16. Penulis bertanggung jawab penuh atas kebenaran naskahnya.

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

Serpong, April 2012
Redaksi Majalah Metalurgi



LEMBAGA
ILMU PENGETAHUAN
INDONESIA

**P2
MI**
Panitia
Penilai
Majalah
Ilmiah



Certified Company
Cert No. : 16.100.1275



SERTIFIKAT

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

Akreditasi Majalah Ilmiah

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

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

Ditetapkan sebagai Majalah Ilmiah

TERAKREDITASI

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

Cibinong, 7 Agustus 2012

Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
Ketua Panitia Penilai Majalah Ilmiah-LIPI

Prof. Dr. Rochadi
NIP 195007281978031001