



P-ISSN 0216-3188

E-ISSN 2443-3926

METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 31 Nomor 2, AGUSTUS 2016

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

Perilaku Adsorpsi Emas Dari Larutan Ammonium
Thiosulfat Dengan Karbon Aktif Dan Resin Penukar Ion

Pengaruh Suhu Dan Persentase Reduksi Terhadap *Limit Drawing Ratio*
(LDR) Pada Proses *Metal Forming* Paduan 70Cu-30Zn

Studi Inhibitor Korosi Berbasis *Imidazoline Salt* Pada
Brine Water Di Pipa Penyalur Minyak Mentah

Karakterisasi Struktur Coating Fe-25Al Yang
Difabrikasi Dengan Metode Paduan Mekanik

Peningkatan Kadar Nikel Dalam Laterit Jenis Limonit Dengan
Cara Peletasi, Pemanggangan Reduksi Dan Pemisahan Magnet
Campuran Bijih, Batu Bara, Dan Na_2SO_4

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



METALURGI

VOLUME 31 NOMOR 2, AGUSTUS 2016

P-ISSN 0126 – 3188

E-ISSN 2443-3926

Penanggung Jawab:

Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

Dewan Redaksi :

Ketua Merangkap Anggota:

Dr. Ika Kartika, M.T, P2MM - LIPI

Anggota :

Dr. Ir. Djusman Sajuti (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)

Dr. Ir. Rudi Subagja (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)

Dr. Ir. Florentinus Firdiyono (P2MM - LIPI, Metalurgi Ekstraksi)

Dr. Ing. Andika W. Pramono, M. Sc (P2MM - LIPI, Fungsional Material)

Dr. Nono Darsono (P2MM - LIPI, Fungsional Material)

Mitra Bestari :

Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (BATAN - Ilmu Material)

Dr. Nyoman Jujur (BPPT - Material Metalurgi)

Dr. Timotius Pasang (AUT University, New Zealand - Pembentukan Logam)

Soesaptri Oediyani (Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon – Metalurgi Ekstraksi)

Pelaksana Redaksi :

Nadia C. Natasha, S.T

M. Yunan Hasbi, S.T

Agus Budi Prasetyo, M.T

Arif Nurhakim, S.Sos

Noor Hidayah, S.Ip

Bahari, BE

Galih Senopati, S.T

Daniel Panghitutan Malau, M.Si

Rahardian Roberto, A.Md

Penerbit:

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553

Alamat Sekretariat:

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangsel

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

E-mail : metalurgi_magz@yahoo.com

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

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

Pengantar Redaksi.....iii

Abstrak.....ix

Perilaku Adsorpsi Emas Dari Larutan Ammonium Thiosulfat Dengan Karbon Aktif Dan Resin Penukar Ion

Wahyudin Prawira,dkk.....69 sd 78

Pengaruh Suhu Dan Persentase Reduksi Terhadap *Limit Drawing Ratio* (LDR) Pada Proses *Metal Forming* Paduan 70Cu-30Zn

Amin Suhadi, dkk79 sd 86

Studi Inhibitor Korosi Berbasis *Imidazoline Salt* Pada *Brine Water* Di Pipa Penyalur Minyak Mentah

Lutviasari Nuraini, dkk87 sd 94

Karakterisasi Struktur *Coating* Fe-25Al Yang Difabrikasi Dengan Metode Paduan Mekanik

Khoirun Nisa, dkk95 sd 102

Peningkatan Kadar Nikel Dalam Laterit Jenis Limonit Dengan Cara Peletasi, Pemanggangan Reduksi Dan Pemisahan Magnet Campuran Bijih, Batu Bara, Dan Na₂SO₄

Rudi Subagja, dkk103 sd 115

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Puji syukur kehadiran Tuhan YME karena berkat rahmatNya maka Majalah Ilmu dan Teknologi – Metalurgi Volume 31 Nomor 2, Agustus 2016 telah terbit dengan menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama disampaikan oleh Wahyudi Prawira dan kawan-kawan dengan judul ‘Perilaku Adsorpsi Emas dari Larutan Ammonium Thiosulfat dengan Karbon Aktif dan Resin Penukar Ion’. Untuk tulisan kedua ‘Pengaruh Suhu Dan Persentase Reduksi Terhadap *Limit Drawing Ratio (LDR)* Pada Proses *Metal Forming* Paduan 70Cu-30Zn’ ditulis oleh Amin Suhadi dan kawan-kawan. Selanjutnya tulisan ketiga milik Lutviasari Nuraini dan kawan-kawan dengan judul ‘Studi Inhibitor Korosi Berbasis *Imidazoline Salt* Pada *Brine Water* Di Pipa Penyalur Minyak Mentah’. Tulisan keempat adalah ‘Karakterisasi Struktur Coating Fe-25Al Yang Difabrikasi Dengan Metode Paduan Mekanik’ oleh Khoirun Nisa dan kawan-kawan. Sedangkan tulisan terakhir disampaikan oleh Rudi Subagja dan kawan-kawan dengan judul ‘Peningkatan Kadar Nikel Dalam Laterit Jenis Limonit Dengan Cara Peletasi, Pemanggangan Reduksi dan Pemisahan Magnet Campuran Bijih, Batu Bara, Dan Na_2SO_4 ’.

Tim Redaksi juga mengucapkan terima kasih kepada Dr. Asep Ridwan dari Teknik Material ITB dan Dr. Bagus Hayatul Jihad dari LAPAN yang bertindak sebagai mitra bestari pada edisi kali ini.

Semoga penerbitan Majalah Ilmu dan Teknologi - Metalurgi Volume 31 Nomor 2, Agustus 2016 ini dapat bermanfaat bagi perkembangan dunia penelitian di Indonesia.

REDAKSI

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188
E-ISSN 2443-3926

Vol 31 No. 2 Agustus 2016

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

UDC (OXDCF) 553.4

Wahyudin Prawira M dan M. Zaki Mubarak (Program Studi Teknik Metalurgi, FTSM-ITB)

Perilaku Adsorpsi Emas Dari Larutan Ammonium Thiosulfat Dengan Karbon Aktif Dan Resin Penukar Ion
Metalurgi, Vol 31 No. 2 Agustus 2016

Teknik perolehan kembali emas yang efektif dari larutan thiosulfat masih terus dipelajari oleh para peneliti. Pada penelitian ini dibahas hasil-hasil percobaan adsorpsi emas dalam larutan ammonium thiosulfat dengan menggunakan 3 tipe resin penukar ion dan karbon aktif. Serangkaian percobaan adsorpsi *batch* pada suhu kamar dilakukan dalam selang pH 7-9 untuk mempelajari perilaku adsorpsi Au dari larutan thiosulfat pada keempat jenis adsorben, kapasitas adsorpsi dan laju adsorpsi Au pada masing-masing adsorben. Hasil percobaan menunjukkan bahwa perolehan emas dari larutan hasil pelindian bijih emas dalam larutan ammonium thiosulfat dapat dilakukan dengan efektif menggunakan resin penukar ion tipe basa kuat Lewatit Monoplus MP 800. Dalam rentang pH 7-9, persen adsorpsi Au pada resin basa kuat Lewatit Monoplus MP800 melebihi 97% setelah 2 jam dan mencapai level maksimum 100% setelah 25 jam pada pH 8. Sebaliknya, karbon aktif tidak menunjukkan performa yang memadai untuk mengambil kembali Au dari larutan thiosulfat pada mana persen adsorpsi Au tertinggi setelah 25 jam kurang dari 80% dalam rentang pH 7-9. Resin basa kuat Lewatit Monoplus MP 800 menunjukkan kapasitas adsorpsi Au paling tinggi dan laju adsorpsi paling cepat diikuti oleh resin basa lemah Guanidine, resin polimerik bermatriks karbon AF5 dan karbon aktif dalam rentang pH 7-9.

Kata Kunci : Emas, Thiosulfate, Adsorpsi, Karbon aktif, Resin penukar ion

Study of Adsorption Behaviour of Gold from Thiosulfate Solution onto Activated Carbon and Ion Exchange Resin

Effective recovery methods of gold from thiosulfate solution are still being studied by many researchers. In this paper, results of gold adsorption tests in ammonium thiosulfate solutions using 3 types of ion exchange resin and activated carbon is discussed. Series of batch adsorption tests at room temperature have been carried out within pH range of 7-9 to study Au adsorption behaviour from thiosulfate solution onto four types of adsorbents, loading capacity and adsorption kinetics of each adsorbent. The investigation results show that recovery of gold from pregnant leach solution of gold ore in ammonium thiosulfate can be effectively performed by using a strong-base resin of Lewatit Monoplus MP 800. At a pH range of 7-9, adsorption percentages of Au onto the strong-base resin of Lewatit Monoplus MP exceed 97% after 2 hour and reach a maximum level of 100% after 25 hour at pH 8. In contrast, activated carbon did not exhibit a sufficient performance in recovery of Au from thiosulfate solution, in which the highest adsorption percentage of Au after 25h <80% at pH range of 7-9. The strong base resin of Lewatit Monoplus MP 800 demonstrated the highest loading capacity and fastest adsorption rate followed by weak base resin of Guanidine, polymeric resin with carbon matrix AF5 and activated carbon at pH range of 7-9.

Keywords: Gold, Thiosulfate, Adsorption, Activated carbon, Ion exchange resin

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188
E-ISSN 2443-3926

Vol 31 No. 2 Agustus 2016

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

UDC (OXDCF) 669

Amin Suhadi^a, Eka Febriyanti^{a,b}, Tri Handayani^a, Rini Riastuti^b (^aBalai Besar Teknologi Kekuatan Struktur, BPPT, ^bDepartemen Teknik Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia)

Pengaruh Suhu Dan Persentase Reduksi Terhadap *Limit Drawing Ratio* (LDR) Pada Proses *Metal Forming* Paduan 70Cu-30Zn

Metalurgi, Vol 31 No. 2 Agustus 2016

Penentuan nilai parameter LDR (*limit drawing ratio*) pada proses *metal forming* sangat berpengaruh terhadap kualitas produk, karena itu sebelum melakukan proses perubahan bentuk diperlukan data mengenai batas kemampuan dari logam untuk menerima gaya pada proses tersebut. Pada penelitian ini digunakan paduan Cu-Zn dengan komposisi 70% Cu dan 30% Zn yang banyak dipakai pada proses perubahan bentuk terutama *deep drawing*. Paduan 70Cu - 30Zn dilakukan proses *warm rolling* pada berbagai suhu dan persentase reduksi, kemudian dilakukan uji *deep drawing* dengan metode *swift cup* sesuai standar ASTM E 643-15. Untuk mencari nilai LDR, dilakukan simulasi menggunakan FEM (*finite element method*) dan perhitungan hasil *swift cup* dengan rumus sesuai standar ASTM E 643-15. Karakterisasi yang dilakukan adalah pengamatan struktur mikro dan uji keras. Hasil dari penelitian menunjukkan bahwa nilai LDR tidak dipengaruhi oleh % reduksi tetapi sangat dipengaruhi oleh suhu saat pengerjaan dilakukan, dimana makin tinggi suhu proses *metal forming*, makin tinggi nilai LDR akan dihasilkan.

Kata Kunci: Pembentukan logam, Paduan 70Cu-30Zn, *Limit drawing ratio* (LDR)

Effect of Temperature and Reduction Percentage to Limit Drawing Ratio (LDR) on Metal Forming of 70Cu-30Zn Alloy

In metal forming, LDR (limit drawing ratio) parameter determination has an important role on the quality of the product. Therefore, characteristic data such as load bearing capacity limit of material should be known prior to the metal forming process. In this research, 70Cu-30Zn alloy with 70% Cu and 30% Zn which is widely done in metal forming especially deep drawing is used as samples. The samples are warm rolled at various temperatures and reduction percentages and then deep drawn by swift cup method based on ASTM E 643-15. To find LDR value, further analysis are done by FEM (finite element method) simulation and calculation for swift cup result based on formula as stated in ASTM E 6431-15 standard. Characterization is conducted by hardness test and micro structure examinations. Result of this reseach show that the LDR value is not significantly affected by reduction percentage but strongly affected by working temperature, where the highest temperature of metal forming has been given, the highest LDR could be obtained.

Keywords: Metal forming, 70Cu-30Zn alloy, *Limit drawing ratio* (LDR)

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188
E-ISSN 2443-3926

Vol 31 No. 2 Agustus 2016

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

UDC (OXDCF) 620.112

Lutviasari Nuraini, Gadang Priyotomo, Ronald Nasoetion, Harsisto (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI)

Studi Inhibitor Korosi Berbasis *Imidazoline Salt* Pada *Brine Water* Di Pipa Penyalur Minyak Mentah

Metalurgi, Vol 31 No. 2 Agustus 2016

Studi kinerja inhibitor *imidazoline salt* pada *brine water* di pipa penyalur minyak mentah dilakukan dengan melakukan pengujian polarisasi tafel, FTIR (*fourier transform infrared spectroscopy*) dan EIS (*electrochemical impedance spectroscopy*). Jenis spesimen baja yang digunakan dalam penelitian adalah API 5L grade B dan larutan *brine water* berasal dari fluida di pipa penyalur minyak mentah. Penambahan inhibitor komersial berbasis *imidazoline salt* dilakukan dengan variasi 3 - 40 ppm untuk pengujian polarisasi dan variasi 3 - 20 ppm untuk pengujian EIS. Penambahan inhibitor berbasis *imidazoline salt* antara 3 – 20 ppm secara efektif dapat menurunkan nilai laju korosi dan meningkatkan efisiensi inhibitor hingga 95%. Tahanan lapisan adsorpsi molekul dengan penambahan inhibitor meningkat dibandingkan kondisi tanpa inhibitor, dimana hal ini dapat menurunkan aktivitas reaksi elektrokimia di permukaan baja. Penurunan laju korosi terjadi karena pembentukan lapisan tipis yang teradsorpsi di permukaan logam.

Kata Kunci: *Inhibitor, Imidazoline Salt, Brine Water, Tafel, EIS*

Studies of Imidazoline Salt Inhibitor for Brine Water in Crude Oil Pipeline

A study of imidazoline salt inhibitor for brine water in crude oil pipeline was carried out using tafel polarization test, FTIR (fourier transform infrared spectroscopy) and EIS (electrochemical impedance spectroscopy). A type of specimen used in this research is API 5L grade B. The solution of brine water came from fluid in crude oil pipeline. The addition of commercial inhibitor of imidazoline salt base was conducted with range of 3-40 ppm for polarization test and range of 3-20 ppm for EIS test. The addition of imidazoline salt at 3-20 ppm is effective to decrease corrosion rate and to increase inhibitor efficiency up to 95%. The resistance of adsorbed molecule layer increase with the addition of inhibitor compared without inhibitor, where this addition could decrease the electrochemical reaction on the surface. The decrease of corrosion rate took place due to the presence of adsorbed thin layer in metal surface.

Keywords: *Inhibitor, Imidazoline Salt, Brine Water, Tafel, EIS*

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188
E-ISSN 2443-3926

Vol 31 No. 2 Agustus 2016

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

UDC (OXDCF) 667.9

Khoirun Nisa^{1,b}, Didik Aryanto^{a*}, Toto Sudiro^a, Perdamean Sebayang^a, Mahardika P. Aji^b (^a*High Temperature Materials and Coating Research Group*, Pusat Penelitian Fisika - LIPI, ^bJurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang)

Karakterisasi Struktur Coating Fe-25Al Yang Difabrikasi Dengan Metode Paduan Mekanik

Metalurgi, Vol 31 No. 2 Agustus 2016

Coating Fe-25Al telah dipreparasi di atas substrat baja karbon rendah dengan menggunakan metode paduan mekanik. Struktur dari *coating Fe-25Al* sebelum dan setelah diberi perlakuan panas pada 600 °C, 700 °C, dan 800 °C dipelajari dengan menggunakan karakterisasi XRD (*x-ray diffraction*), SEM (*scanning electron microscopy*) dan EDX (*energy disperse x-ray*) untuk mengetahui morfologi dari penampang melintang *coating Fe-25Al* setelah proses paduan mekanik. Hasil dari SEM, EDX dan XRD menunjukkan bahwa *Fe-25Al* telah terdposisi seragam pada substrat baja karbon rendah. *Coating Fe-25Al* yang terbentuk memiliki fasa *solid solution Fe(Al)*. Perlakuan panas menyebabkan perubahan fasa pada *coating Fe-25Al*, dimana terbentuk fasa Fe_3Al dengan orientasi bidang (110), (200) dan (211). Proses difusi optimum terjadi pada suhu 600 °C yang ditunjukkan dengan peningkatan ukuran butir, diikuti dengan berkurangnya densitas dislokasi dan regangan kisi. Meningkatnya suhu pada perlakuan panas menyebabkan perubahan parameter struktur seperti parameter kisi, ukuran kristal, regangan kisi dan kerapatan dislokasi. Dalam pekerjaan ini, perlakuan panas pada *coating Fe-25Al* mempengaruhi perubahan cacat kristal seperti batas butir, kekosongan dan dislokasi. Hal tersebut berakibat pada perubahan regangan kisi dan ukuran kristal dari *coating Fe-25Al*.

Kata Kunci: *Coating Fe-25Al, SEM, XRD, Ukuran kristal, Dislokasi*

Structure Characterization of Fe-25Al Coating Fabricated by Mechanical Alloying Method

Fe-25Al coating has been prepared on low carbon steel substrate by using a mechanical alloying technique. Structure of Fe-25Al coating before and after heat treatment at 600, 700, and 800 °C was studied by using XRD (x-ray diffraction) characterization. SEM (scanning electron microscopy) and EDX (energy disperse x-ray) were used to identified the morphology of cross-section of Fe-25Al coating after mechanical alloying process. The result of SEM, EDX and XRD showed that the Fe-25Al deposited uniformly on low carbon steel. The Fe-25Al coating formation has a solid solution Fe(Al) phase. Heat treatment caused the changing in the phase of Fe-25Al coating, where the Fe_3Al phase with orientation of (110), (200) and (211) plane was formed. The optimum of diffusion process was occurs at temperature of 600 °C which was indicated by the increasing in the crystalline size and followed by the decreasing in the dislocation density and lattice strain. Increasing temperature on the heat treatment caused the changing in the structure parameter, such as lattice parameter, crystalline size, lattice strain and dislocation density. In this work, heat treatment on the Fe-25Al coating influenced the changing in crystal defect such as grain boundaries, vacancy and dislocation. It affected the changes of lattice strain and crystalline size of Fe-25Al coating.

Keywords: *Fe-25Al coating, SEM, XRD, Crystalline size, Dislocation*

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188
E-ISSN 2443-3926

Vol 31 No. 2 Agustus 2016

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

UDC (OXDCF) 553.4

Rudi Subagja, Agus Budi Prasetyo, Wahyu Mayang Sari (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Peningkatan Kadar Nikel Dalam Laterit Jenis Limonit Dengan Cara Peletasi, Pemanggangan Reduksi Dan Pemisahan Magnet Campuran Bijih, Batu Bara, Dan Na₂SO₄

Metalurgi, Vol 31 No. 2 Agustus 2016

Di Indonesia, bijih nikel laterit yang merupakan nikel kadar rendah (< 1,5%), belum dimanfaatkan dengan baik karena dianggap belum ekonomis. Pada penelitian ini, percobaan untuk meningkatkan kadar nikel dalam bijih nikel laterit jenis limonit telah dilakukan dengan cara membuat pelet dari campuran bijih nikel laterit jenis limonit, batubara dan Na₂SO₄, dilanjutkan dengan pemanggangan reduksi pelet dalam tungku muffle pada temperatur 800 °C sampai dengan 1100 °C dan waktu pemanggangan reduksi dari 0,5 jam sampai dengan 4 jam. Hasil reduksi dari proses pemanggangan kemudian digiling dalam *vibrating mill* untuk selanjutnya dicampur dengan air dan dilewatkan ke dalam alat pemisah magnet untuk memisahkan konsentrat nikel dari *tailing*. Konsentrat dengan kadar nikel 10,28 % dan kadar besi 66,57% diperoleh dari hasil reduksi pada temperatur 1000 °C selama 1 jam, penambahan batubara 10% dan penambahan Na₂SO₄ 20% dengan perolehan nikel dan besi dalam konsentrat masing masing adalah 64,77% dan 34,66%.

Kata Kunci: *Nikel laterit, Limonit, Pemanggangan reduksi, Pemisahan magnet*

Upgrading of Nickel Content in The Limonitic Laterite Ores by Pelletizing, Reduction Roasting and Magnetic Separation of The Mixed Ores, Coal and Sodium Sulphate

In Indonesia, laterite nickle ore that is low grade nickel (<1.5%) has not been used well because it is not considered beneficial. At present work, the experiment to increase nickel grade in the limonitic type of laterite ores has been caried out by pelletizing a limonitic type of laterite ores, coal and Na₂SO₄ mixture, it was followed with reduction roasting of pellet in muffle furnace at temperatues 800 °C to 1100 °C and reduction roasting time from 0,5 hours to 4 hours. The reduced ore from reduction roasting process was grounded in vibrating mill, then mixed with water and passed to magnetic separator to separate nickel concentrates from the tailing. The concentrate with 10.28% of nickel grade and 66,57% of iron grade was produced from reduced ore at temperature 1000 °C for 1 hour, 10 % of coal addition and 20% of Na₂SO₄ addition with recovery of nickel and iron in the consenstrate 64,77% and 34,66% respectively.

Keywords: *Fe-25Al coating, SEM, XRD, Crystalline size, Dislocation*



PERILAKU ADSORPSI EMAS DARI LARUTAN AMMONIUM THIOSULFAT DENGAN KARBON AKTIF DAN RESIN PENUKAR ION

Wahyudin Prawira M* dan M. Zaki Mubarok

Program Studi Teknik Metalurgi, FTMM-ITB

Jl. Ganesa 10, Bandung, 40312

Email: *wahyudin@gmail.com

Masuk Tanggal : 04-08-2016, revisi tanggal : 24-08-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 31-08-2016

Intisari

Teknik perolehan kembali emas yang efektif dari larutan thiosulfat masih terus dipelajari oleh para peneliti. Pada penelitian ini dibahas hasil-hasil percobaan adsorpsi emas dalam larutan ammonium thiosulfat dengan menggunakan 3 tipe resin penukar ion dan karbon aktif. Serangkaian percobaan adsorpsi *batch* pada suhu kamar dilakukan dalam selang pH 7-9 untuk mempelajari perilaku adsorpsi Au dari larutan thiosulfat pada keempat jenis adsorben, kapasitas adsorpsi dan laju adsorpsi Au pada masing-masing adsorben. Hasil percobaan menunjukkan bahwa perolehan emas dari larutan hasil pelindian bijih emas dalam larutan ammonium thiosulfat dapat dilakukan dengan efektif menggunakan resin penukar ion tipe basa kuat Lewatit Monoplus MP 800. Dalam rentang pH 7-9, persen adsorpsi Au pada resin basa kuat Lewatit Monoplus MP800 melebihi 97% setelah 2 jam dan mencapai level maksimum 100% setelah 25 jam pada pH 8. Sebaliknya, karbon aktif tidak menunjukkan performa yang memadai untuk mengambil kembali Au dari larutan thiosulfat pada mana persen adsorpsi Au tertinggi setelah 25 jam kurang dari 80% dalam rentang pH 7-9. Resin basa kuat Lewatit Monoplus MP 800 menunjukkan kapasitas adsorpsi Au paling tinggi dan laju adsorpsi paling cepat diikuti oleh resin basa lemah Guanidine, resin polimerik bermatriks karbon AF5 dan karbon aktif dalam rentang pH 7-9.

Kata Kunci: Emas, Thiosulfat, Adsorpsi, Karbon aktif, Resin penukar ion

Abstract

Effective recovery methods of gold from thiosulfate solution are still being studied by many researchers. In this paper, results of gold adsorption tests in ammonium thiosulfate solutions using 3 types of ion exchange resin and activated carbon is discussed. Series of batch adsorption tests at room temperature have been carried out within pH range of 7-9 to study Au adsorption behaviour from thiosulfate solution onto four types of adsorbents, loading capacity and adsorption kinetics of each adsorbent. The investigation results show that recovery of gold from pregnant leach solution of gold ore in ammonium thiosulfate can be effectively performed by using a strong-base resin of Lewatit Monoplus MP 800. At a pH range of 7-9, adsorption percentages of Au onto the strong-base resin of Lewatit Monoplus MP exceed 97% after 2 hour and reach a maximum level of 100% after 25 hour at pH 8. In contrast, activated carbon did not exhibit a sufficient performance in recovery of Au from thiosulfate solution, in which the highest adsorption percentage of Au after 25h <80% at pH range of 7-9. The strong base resin of Lewatit Monoplus MP 800 demonstrated the highest loading capacity and fastest adsorption rate followed by weak base resin of Guanidine, polymeric resin with carbon matrix AF5 and activated carbon at pH range of 7-9.

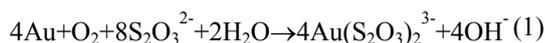
Keywords: Gold, Thiosulfate, Adsorption, Activated carbon, Ion exchange resin

1. PENDAHULUAN

Lebih dari seratus tahun lalu yaitu sejak tahun 1887 hingga kini, pelindian dengan larutan sianida (proses sianidasi), merupakan proses dominan yang digunakan di industri untuk mengekstraksi emas dari bijihnya. Dalam

beberapa tahun belakangan ini, penggunaan sianida di beberapa negara telah dibatasi karena sianida merupakan senyawa yang beracun^[1]. Selama 20 tahun terakhir, banyak penelitian yang telah dilakukan untuk mencari alternatif pengganti sianida sebagai reagen pelindi emas

seperti thiosulfat, thiourea dan larutan berbasis klorida^[2-3]. Terdapat 2 jenis garam thiosulfat komersil yaitu sodium thiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan ammonium thiosulfat $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$. Thiosulfat banyak diteliti sebagai reagen pelindi alternatif untuk bijih emas dalam bentuk senyawa ammonium thiosulfat. Dalam larutan thiosulfat yang basa atau mendekati netral dan dengan kehadiran oksigen, emas terlarut dalam bentuk kompleks $\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2^{3-}$ sesuai dengan reaksi berikut^[4-7]:



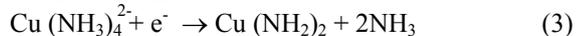
Terdapat dua kompleks emas-thiosulfat yang dapat terbentuk yaitu $\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2^-$ dan $\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2^{3-}$. $\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2^{3-}$ merupakan kompleks emas-thiosulfat yang paling stabil^[4]. Kondisi larutan yang basa diperlukan untuk mencegah dekomposisi thiosulfat pada pH yang rendah dan meminimalkan kelarutan unsur pengotor, khususnya besi.

Reaksi (1) berlangsung lambat pada suhu kamar dan untuk mempercepat laju pelindian pada suhu kamar, ditambahkan ammonia (NH_3) dan ion tembaga sebagai katalis^[4]. Dengan adanya ammonia, ion tembaga di dalam larutan membentuk *cupric tetra-ammine complex*, $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$, yang berfungsi sebagai oksidator yang mengoksidasi Au menjadi Au^+ . Reaksi pelarutan emas dalam larutan thiosulfat dengan adanya ammonia dan katalis ion tembaga berlangsung melalui mekanisme elektrokimia yang melibatkan reaksi anodik dan katodik berikut^[4-7]:

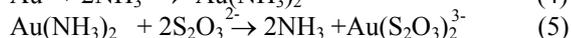
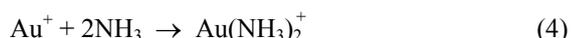
Reaksi anodik:



Reaksi katodik:



Kation Au^+ akan membentuk kompleks dengan NH_3 dan teradsorpsi dalam permukaan mineral yang selanjutnya terkonversi dan stabil dalam ruah larutan dalam bentuk $\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2^{3-}$, sesuai dengan reaksi-reaksi kimia berikut^[6-7]:



Kelebihan-kelebihan penggunaan thiosulfat sebagai reagen pelindi emas dibandingkan sianida yaitu tingkat toksisitasnya yang sangat rendah, dapat melindi bijih dengan berbagai tipe (termasuk bijih kompleks dan *preg-*

robbing), dan memberikan tingkat *recovery* yang tinggi serta kinetika yang lebih cepat dibandingkan proses sianidasi^[3]. Menurut Alymore dan Muir^[4], ekstraksi emas dari bijih tipe sulfida dalam larutan thiosulfat dalam 1 jam dapat mencapai 90%, sementara untuk proses sianidasi diperlukan minimal 24 jam untuk mendapatkan 50% ekstraksi emas dari bijih yang sama.

Salah satu faktor yang masih menjadi kendala pada penerapan proses pelindian bijih emas dengan larutan thiosulfat adalah proses pengambilan kembali emas dari larutan hasil pelindian yang tidak dapat dilakukan secara efektif dengan *adsorbent* yang murah, yaitu karbon aktif. Oleh karena itu, baik metoda *carbon in pulp* (CIP) maupun *carbon in leach* (CIL) belum dapat diterapkan secara komersial untuk pelindian bijih emas dengan larutan thiosulfat sebagaimana diterapkan pada proses sianidasi.

Perolehan kembali emas dari larutan thiosulfat dengan cara sementasi menggunakan serbuk seng (sebagaimana pada proses rekoveri emas dari larutan hasil sianidasi) juga kurang efektif karena konsumsi serbuk seng yang tinggi. Ini disebabkan adanya ion tembaga terlarut yang digunakan sebagai katalis pada proses pelindian dengan thiosulfat (Reaksi 3). Ion tembaga akan bereaksi dengan serbuk seng dan ikut mengendap sehingga mengotori produk presipitat emas-perak yang dihasilkan. Studi-studi yang telah dilakukan menunjukkan bahwa metoda yang efektif untuk mengambil kembali emas dari larutan thiosulfat adalah dengan menggunakan resin penukar ion^[1,9,11]. Kelebihan resin penukar ion dibandingkan dengan karbon aktif adalah kapasitas adsorpsinya yang cenderung lebih tinggi, laju adsorpsinya yang lebih cepat, mempunyai ketahanan terhadap atrisi yang lebih baik dan tidak perlu dilakukan reaktivasi dengan pemanasan sebagaimana pada karbon aktif^[2]. Dalam paper ini dibahas perilaku adsorpsi emas dari larutan hasil pelindian bijih emas dalam larutan thiosulfat pada karbon aktif komersial dan tiga tipe resin penukar ion (tipe resin basa kuat, resin basa lemah dan resin polimerik bermatriks karbon).

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Larutan kaya emas diperoleh dari proses pelindian bijih emas yang berasal dari Pongkor selama 24 jam dengan menggunakan larutan ammonium thiosulfat yang ditambahkan ammonia dan tembaga sulfat. Penambahan

ammonia dan tembaga sulfat adalah sebagai katalis. Pelindian dilakukan pada 40% padatan bijih berukuran -200# sebanyak 333,33 gram pada pH 9,8 ±0,3 konsentrasi tembaga sulfat 0,03 M, dan ammonia 3 M. Setelah dilakukan proses pemisahan padat-cair dengan filtrasi menggunakan kertas saring, diperoleh larutan kaya emas dengan konsentrasi 2,21 ppm.

Serangkaian percobaan adsorpsi emas dari larutan thiosulfat hasil pelindian bijih emas dilakukan dengan menggunakan karbon aktif dan 3 tipe resin penukar ion berbeda yaitu resin Lewatit Monoplus MP800 (mewakili resin basa kuat), resin Guanidine (mewakili resin basa lemah) dan resin Lewatit AF5 (mewakili resin bermatriks karbon). Karbon aktif yang digunakan adalah karbon aktif komersial yang digunakan di Pabrik Pengolahan Emas PT. Antam di Pongkor, Jawa Barat. Karakteristik fisik dan kimia dari 4 jenis *adsorbent* yang digunakan tersebut disajikan dalam Tabel 1. Proses adsorpsi dilakukan dengan metode *resin in solution* (RIS) yaitu dengan cara pengadukan resin di dalam larutan hasil pelindian dengan volume 200 mL menggunakan agitator mekanik vertikal pada kecepatan pengadukan 200 rpm selama 25 jam pada temperatur ruangan.

Pengukuran konsentrasi emas sebelum dan setelah proses adsorpsi dilakukan dengan metode AAS (*atomic absorption spectroscopy*). Selain variasi jenis *adsorbent*, penelitian ini juga dilakukan dengan variasi pH (7, 8 dan 9) dan lamanya proses adsorpsi (1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, dan 25 jam).

Setelah data konsentrasi emas dalam keadaan setimbang diketahui, lalu ditentukan kapasitas adsorpsi emas (Q_e) untuk tiap *adsorbent* yang menyatakan berat emas yang dapat teradsorpsi oleh resin dengan satuan mg-Au/g-resin. Berat emas yang teradsorpsi pada resin ditentukan dari selisih antara berat awal emas terlarut dalam larutan dengan berat emas terlarut pada keadaan setimbang dikalikan dengan volume larutan. Perhitungan kapasitas adsorpsi emas oleh resin (Q_e) ditentukan dengan persamaan berikut^[8]:

$$Q = \frac{(C - C_t)}{m} \cdot V \quad (6)$$

Adapun C_i dan C_t menyatakan konsentrasi awal dan konsentrasi emas setelah dicapai kesetimbangan dalam larutan (mg/L), m menyatakan berat resin (g) dan V menyatakan volume larutan (L).

Tabel 1. Data karakteristik sifat fisik dan kimia *adsorbent*^[8]

| Adsorban | Karbon Aktif | AF5 | MP800 | Guanidine |
|------------------------------------|--------------|--------------------|---------------------------------|-------------------------------|
| Matriks | Karbon | Karbon | <i>Croslinked polystyrene</i> | <i>Croslinked polystyrene</i> |
| Gugus Fungsional | - | - | <i>Quaternary amine, type I</i> | <i>Strong basic selective</i> |
| Ukuran partikel (mm) | 6 | 0,4 – 0,8 | 0,62 | 0,7 |
| Diameter pori (mm) | - | 8×10^{-6} | - | - |
| Massa jenis ruah (g/L) | 500 - 530 | 550 – 650 | 620 | 710 |
| Luas permukaan (m ² /g) | 1000 - 1100 | 1200 | - | - |

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Persen Adsorpsi Emas Pada Karbon Aktif dan Tiga Tipe Resin Penukar Ion

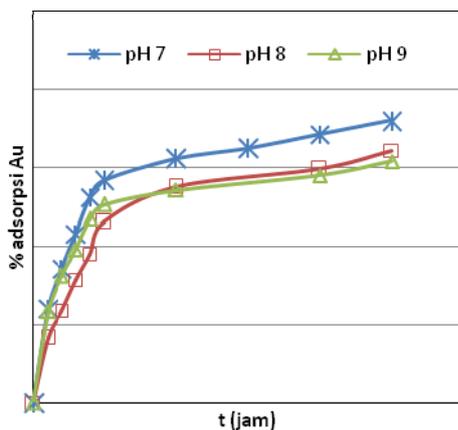
Adsorpsi emas dari larutan hasil pelindian bijih emas dalam ammonium thiosulfat dengan karbon aktif tidak menunjukkan tingkat perolehan yang memadai. Persen adsorpsi emas maksimum pada karbon aktif yang diperoleh hanya 72,1%, yaitu pada pH 7. Bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang mempelajari adsorpsi Au dari larutan sianida^[8], persen adsorpsi Au pada karbon aktif untuk larutan thiosulfat ini signifikan lebih rendah dan menunjukkan bahwa afinitas karbon terhadap $(Au(S_2O_3)_2)^{3-}$ lebih rendah

dibandingkan terhadap kompleks $Au(CN)_2$ yang dihasilkan dari pelindian emas dalam larutan sianida^[8]. Penelitian sebelumnya oleh Mubarak dan Blassmara^[8] menunjukkan tingkat adsorpsi > 90% pada percobaan adsorpsi Au dari larutan hasil pelindian sianidasi dengan karbon aktif komersial sejenis yang digunakan pada penelitian ini. Profil persen adsorpsi Au dari larutan hasil pelindian dengan thiosulfat sebagai fungsi pH larutan ditunjukkan dalam Gambar 1. Adsorpsi yang dilakukan pada pH 7 menghasilkan persen perolehan Au yang lebih tinggi dibandingkan adsorpsi pada pH 8 dan 9. Pada percobaan yang dilakukan, peningkatan pH dilakukan dengan

penambahan NH_3 ke dalam larutan yang diaduk bersama-sama dengan *adsorbent*. Penurunan persen adsorpsi Au dengan peningkatan pH dari 7 sampai 9 kemungkinan disebabkan oleh konversi sebagian $(\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2)^{3-}$ menjadi $\text{Au}(\text{NH}_3)_2^+$ yang bersifat tidak dapat teradsorpsi oleh karbon aktif. Konversi $(\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2)^{3-}$ menjadi $\text{Au}(\text{NH}_3)_2^+$ berlangsung melalui reaksi berikut^[6]:



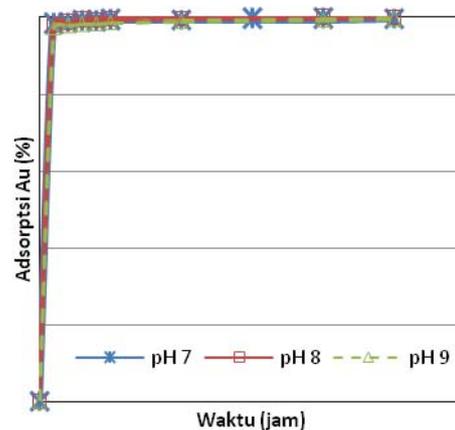
Pada dasarnya, karbon aktif adalah penukar anion, yaitu menukarkan ion OH^- sehingga apabila sebagian anion kompleks tersebut di atas terkonversi menjadi kation, maka tidak akan teradsorpsi oleh karbon aktif. Reaksi adsorpsi Au dari larutan thiosulfat oleh karbon aktif adalah sebagai berikut:



Gambar 1. Persen adsorpsi emas sebagai fungsi waktu dalam selang pH 7-9 pada karbon aktif

Resin penukar ion menunjukkan performa adsorpsi emas yang lebih baik dibandingkan karbon aktif. Adsorpsi emas tertinggi ditunjukkan oleh resin tipe basa kuat yaitu Lewatit Monoplus MP 800. Persen adsorpsi emas sebagai fungsi waktu dalam selang pH 7-9 pada resin Lewatit Monoplus MP800 disajikan pada Gambar 2. Terlihat bahwa resin Lewatit Monoplus MP800 cukup efektif mengadsorpsi emas dari larutan thiosulfat yaitu dengan waktu adsorpsi 2 jam telah diperoleh persen adsorpsi $> 97\%$, pada semua rentang pH yang diuji. Persen adsorpsi Au tertinggi sebesar 100% diperoleh setelah 25 jam pada pH 8, sementara pada pH 7 dan 9 diperoleh persen adsorpsi Au tertinggi masing-masing $99,6\%$ dan $99,3\%$ setelah 25 jam. Hasil percobaan juga menunjukkan bahwa variasi pH dalam selang 7-9 tidak mempengaruhi adsorpsi Au

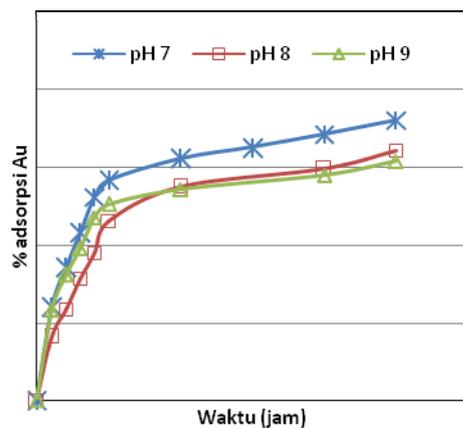
pada Resin Lewatit Monoplus MP800 dan kurva persen adsorpsi Au terhadap Au pada ketiga pH berimpit. Dengan karakteristik resin ini yang efektif beroperasi pada kondisi yang basa, tidak diperlukan pengaturan pH karena pada dasarnya larutan hasil pelindian thiosulfat berada dalam selang pH yang basa.



Gambar 2. Persen adsorpsi emas sebagai fungsi waktu dalam selang pH 7-9 pada resin Lewatit Monoplus MP800

Resin basa lemah (Guanidine) menunjukkan persen adsorpsi Au yang lebih rendah dibandingkan dengan resin basa kuat Lewatit Monoplus MP800. Adsorpsi emas pada resin basa lemah ini cenderung menurun dengan peningkatan pH. Hasil percobaan ini berkesesuaian dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Nicol dan Malley^[9], yang menggunakan jenis resin basa kuat dan basa lemah yang berbeda. Hasil percobaan yang menunjukkan adsorpsi emas pada resin Guanidine sebagai fungsi waktu pada selang pH 7-9 ditunjukkan dalam Gambar 3. Persen adsorpsi Au setelah 25 jam pada pH 7,8 dan 9 masing-masing sebesar $84,9\%$, $86,1\%$ dan $83,2\%$. Persen adsorpsi emas yang lebih rendah pada resin tipe basa lemah dibandingkan tipe basa kuat berkaitan dengan karakteristik *functional amine groups* yang cenderung tetap dalam bentuk terikat di dalam larutan yang bersifat basa dan aktivasi gugus fungsi ammonia ini membutuhkan pH yang lebih asam^[8]. Namun demikian, hasil percobaan tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan karena selang pH yang digunakan tidak terlalu lebar. Tidak dilakukan percobaan pada kondisi yang lebih asam karena pada pH yang rendah akan terjadi dekomposisi thiosulfat menjadi tetrathionate dan trithionate ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow \text{S}_4\text{O}_6^{2-} \rightarrow \text{S}_3\text{O}_6^{2-}$)^[1,7]. Berdasarkan hasil-hasil percobaan yang telah dilakukan, tidak disarankan untuk menggunakan resin tipe basa lemah untuk

mengambil emas dari larutan hasil pelindian dalam larutan thiosulfat.

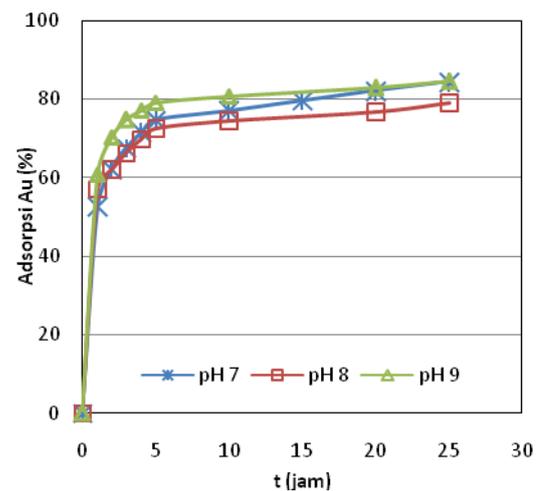


Gambar 3. Persen adsorpsi emas sebagai fungsi waktu dalam selang pH 7-9 pada resin Guanidine

Profil persen adsorpsi emas sebagai fungsi waktu dalam selang pH 7-9 pada resin Lewatit AF5 yang merupakan jenis resin dengan matriks karbon disajikan pada Gambar 4. Terlihat bahwa resin dengan matriks karbon kurang efektif digunakan untuk mengadsorpsi emas dari larutan thiosulfate. Persen adsorpsi Au tertinggi yang diperoleh pada pH 7, 8 dan 9 masing-masing 84,4%, 79,1% dan 84,4%. Sebagaimana pada karbon aktif, persen adsorpsi yang rendah ini diyakini karena afinitas kompleks $Au(S_2O_3)_2^{3-}$ terhadap karbon dalam resin yang rendah. Namun demikian, bila dibandingkan dengan karbon aktif, persen adsorpsi pada resin dengan matriks karbon ini masih lebih tinggi karena ukuran partikel resin Lewatit AF 5 yang lebih halus dibandingkan karbon aktif (Tabel 1). Ukuran partikel resin yang lebih halus memberikan luas permukaan adsorpsi yang lebih besar sehingga persen adsorpsi Au lebih tinggi pada waktu proses yang sama. Tidak didapatkan perbedaan yang signifikan persen adsorpsi Au pada rentang pH yang divariasikan dalam percobaan (7-9).

B. Kapasitas Adsorpsi Adsorben

Kapasitas adsorpsi emas (Q_e) menyatakan jumlah maksimum emas yang dapat diadsorpsi oleh resin dan karbon aktif pada keadaan setimbang yaitu kondisi pada saat tidak lagi terjadi perubahan konsentrasi emas dalam larutan dan perubahan berat emas yang teradsorpsi. Hasil-hasil percobaan menunjukkan bahwa untuk ketiga tipe resin, kondisi kesetimbangan dicapai setelah 25 jam, sementara untuk karbon aktif walaupun proses telah dilakukan lebih dari 25 jam namun belum tercapai keadaan kesetimbangan.



Gambar 4. Persen adsorpsi emas sebagai fungsi waktu dalam selang pH 7-9 pada resin Lewatit AF5

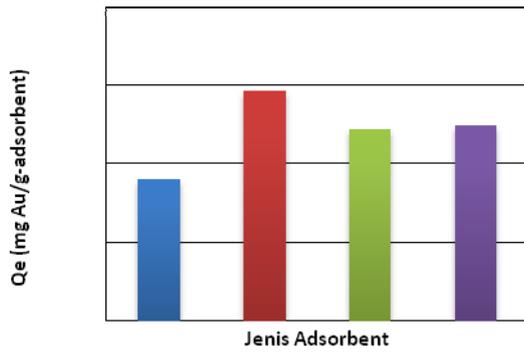
Resin tipe basa kuat Lewatit Monoplus MP800 mempunyai kapasitas adsorpsi yang paling tinggi dibandingkan ketiga jenis adsorben lainnya, yaitu sebesar 0,0586 mg Au/g-resin. Resin basa lemah (Guanidine) dan resin bermatriks polimer karbon Lewatit AF 5 mempunyai kapasitas adsorpsi yang hampir sama yaitu 0,0490 dan 0,0498 mg-Au/g-resin, sementara karbon aktif menunjukkan kecenderungan kapasitas adsorpsi yang paling rendah, yaitu 0,0363-mgAu/g-karbon. Perbandingan kapasitas adsorpsi ketiga jenis resin dan karbon aktif pada pH 9 diilustrasikan pada Gambar 5. Kapasitas adsorpsi resin tipe basa kuat tidak bergantung pada pH, sebaliknya kapasitas adsorpsi resin tipe basa lemah sedikit menurun dengan meningkatnya pH dari 7-9 sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 6.

C. Laju Adsorpsi

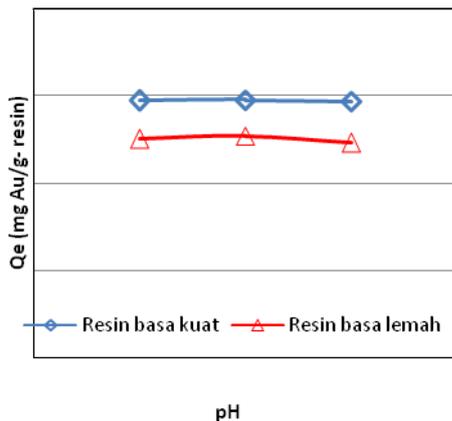
Bila kapasitas adsorpsi resin menunjukkan jumlah logam yang dapat diadsorpsi dari larutan per satuan berat tertentu resin, laju adsorpsi menunjukkan waktu yang dibutuhkan hingga proses adsorpsi mencapai kesetimbangan.

Laju adsorpsi emas ditunjukkan oleh laju penurunan konsentrasi emas dalam larutan sebagai fungsi waktu hingga dicapai keadaan kesetimbangan (tidak terjadi perubahan lagi konsentrasi emas dalam larutan).

Laju penurunan konsentrasi emas dalam larutan ini seiring dengan laju peningkatan massa logam yang teradsorpsi dalam fasa *adsorbent*. Analisis laju adsorpsi dilakukan dari data-data percobaan adsorpsi dengan konsentrasi awal emas dalam larutan 2,21 ppm pada temperatur kamar dalam selang pH 7 – 9 selama 25 jam.

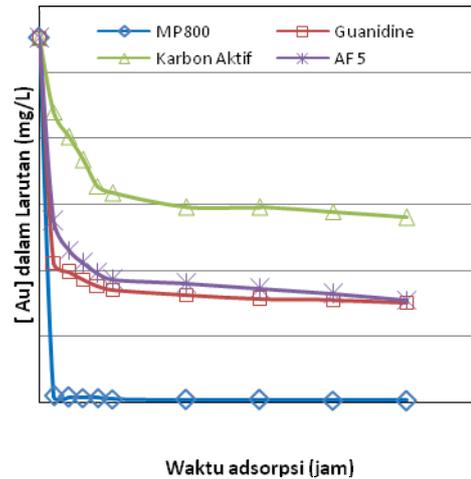


Gambar 5. Perbandingan kapasitas adsorpsi ketiga jenis resin dan karbon aktif pada pH 9

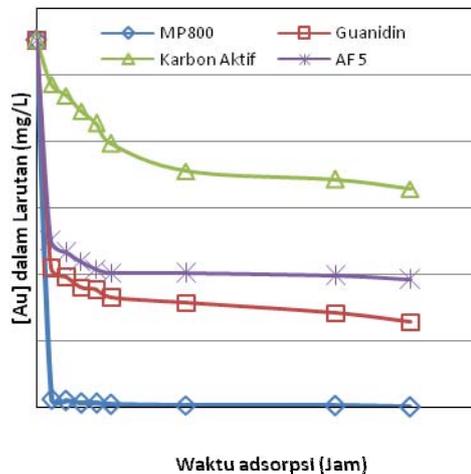


Gambar 6. Kapasitas adsorpsi resin tipe basa kuat dan resin tipe basa lemah pada pH 7-9

Profil penurunan konsentrasi emas dalam larutan sebagai fungsi waktu (t) untuk semua jenis *adsorbent* pada masing-masing pH disajikan pada Gambar 7 – Gambar 9. Terlihat bahwa laju adsorpsi emas yang paling tinggi ditunjukkan oleh resin basa kuat Lewatit Monoplus MP800 diikuti oleh resin basa lemah Guanidine, resin bermatriks karbon Lewatit AF 5 (kecuali pada pH 9) dan karbon aktif. Pada pH 9, laju adsorpsi resin Lewatit AF 5 relatif sama dengan resin Guanidine. Pada selang pH 7-9 resin Lewatit Monoplus MP800 dan resin Guanidine menunjukkan laju adsorpsi yang cepat pada 3 jam pertama dan sesudahnya cenderung melambat. Sementara, pada karbon aktif dan resin Lewatit AF 5, laju adsorpsi berlangsung cepat pada 5 jam pertama dan sesudahnya cenderung melambat.



Gambar 7. Profil konsentrasi emas dalam larutan sebagai fungsi waktu pada pH 7

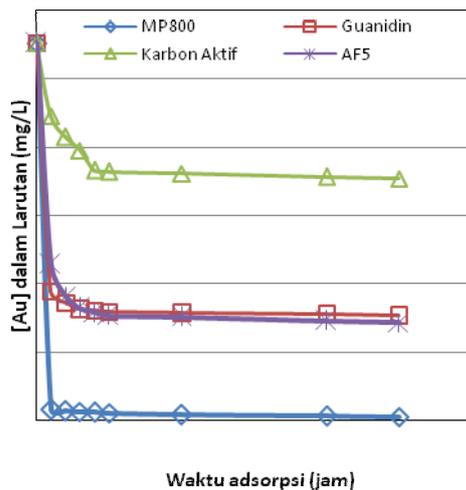


Gambar 8. Profil konsentrasi emas dalam larutan sebagai fungsi waktu pada pH 8

Menurut Zaimawati (2005)^[10], laju adsorpsi logam pada resin penukar ion dapat terkendali oleh tahap-tahap proses berikut:

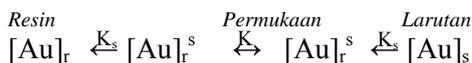
1. Difusi melalui film larutan yang terdapat pada permukaan partikel resin (*film diffusion*)
2. Difusi melalui partikel resin (*partickel diffusion*)
3. Reaksi pertukaran ion pada gugus fungsional dalam partikel resin

Pada tulisan ini, laju adsorpsi emas dalam larutan thiosulfat didekati dengan model yang digunakan oleh O'Malley^[11] untuk membandingkan laju adsorpsi emas oleh keempat jenis *adsorbent* dalam selang pH 7-9.



Gambar 9. Profil konsentrasi emas dalam larutan sebagai fungsi waktu pada pH 9

Menurut O'Malley^[11], kesetimbangan akan terbentuk antara emas dalam larutan *aqueous* dan emas yang berada dalam fasa resin melalui proses difusi emas yang teradsorpsi menuju ruah partikel resin sesuai dengan skema berikut:



Subscript r dan s masing-masing menyatakan fasa resin dan fasa larutan *aqueous* dan *superscript*; s menyatakan konsentrasi Au pada permukaan partikel resin. Kondisi kesetimbangan pada permukaan dapat dinyatakan dengan persamaan sederhana isotherm adsorpsi linier berikut^[11]:

$$[Au]_r^s = K[Au]_s \quad (9)$$

Simbol K menyatakan konstanta kesetimbangan, $[Au]_r^s$ konsentrasi Au pada permukaan partikel resin dan $[Au]_s^s$ adalah konsentrasi Au dalam larutan pada permukaan resin.

Untuk percobaan adsorpsi *batch* seperti yang dilakukan pada penelitian ini laju pengurangan emas dari larutan yang ekuivalen dengan laju pemuatan resin dapat dinyatakan dengan persamaan berikut^[11]:

$$-\frac{d[Au]_s}{dt} = A \frac{V_r}{V_s} k_s ([Au]_s^s - [Au]_s) \quad (10)$$

Simbol A adalah luas permukaan resin (m^2), V_r adalah volume resin (m^3), V_s volume larutan (m^3) dan k_s adalah konstanta perpindahan massa melalui larutan (m^2/s).

Persamaan neraca massa emas pada berbagai waktu (t) pada percobaan adsorpsi batch dapat dituliskan sebagai berikut^[11]:

$$[Au]_r V_r = ([Au]_{s,o} - [Au]_s) V_s \quad (11)$$

dengan $[Au]_{s,o}$ dan $[Au]_s$ masing-masing adalah konsentrasi Au dalam larutan pada waktu $t = 0$ dan $t = t$. Persamaan (10) dapat diintegrasikan dengan syarat batas $[Au]_{s,o}$ dan $[Au]_s$ pada $t = 0$ bernilai 0 sehingga diperoleh persamaan berikut^[11]:

$$\ln \left[\frac{[Au]_{s,o} - B}{[Au]_s - B} \right] = kA \left[\frac{KV_r}{V_s} + 1 \right] t \quad (12)$$

Simbol $B = V_s[Au]_{s,o}/(KV_r + V_s) = [Au]_{s,e}$ = konsentrasi emas dalam larutan pada keadaan setimbang dan $k = k_s k_r / (k_s + k_r K)$. Persamaan (12) dapat disederhanakan menjadi dalam bentuk:

$$\ln \left[\frac{[Au]_{s,o} - [Au]_{s,e}}{[Au]_s - [Au]_{s,e}} \right] = k' t, \quad (13)$$

$$\text{dengan } k' = kA \left[\frac{KV_r}{V_s} + 1 \right] \quad (14)$$

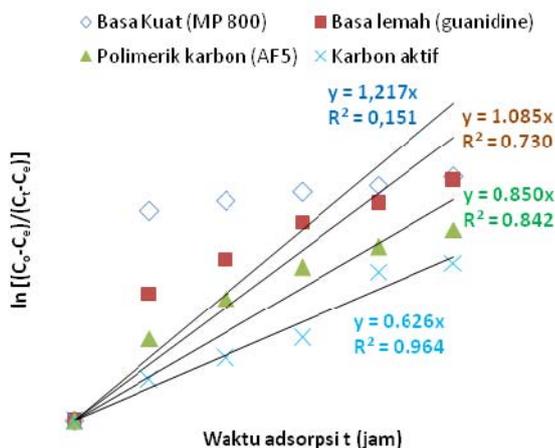
Apabila dinyatakan dalam basis konsentrasi Au dalam fasa resin, Persamaan (13) dapat dituliskan dalam bentuk^[11]:

$$\ln \frac{[Au]_{r,e}}{[Au]_{r,e} - [Au]_{r,t}} = k' t \quad (15)$$

Simbol $[Au]_{r,e}$ dan $[Au]_{r,t}$ masing-masing adalah konsentrasi emas dalam resin pada keadaan kesetimbangan dan pada waktu t.

Pengaluran antara harga-harga $\ln [(C_o - C_e)/(C_r - C_e)]$ terhadap 3 jenis resin dan karbon aktif pada pH 9 ditunjukkan dalam Gambar 10. Pengaluran hanya dilakukan pada 5 jam pertama karena setelah 5 jam laju adsorpsi Au pada keempat jenis *adsorbent* sudah melambat, dengan $[Au]_{s,o}$ pada Persamaan (15) dinotasikan C_o ; $[Au]_{s,e}$ dinotasikan C_e ; dan $[Au]_s$ dinotasikan C_r . Terlihat bahwa laju adsorpsi pada resin basa kuat (MP 800) paling cepat yang diindikasikan oleh gradien garis yang paling besar (1,217) diikuti oleh resin basa lemah (1,085), resin polimerik bermatriks karbon (0,850) dan karbon aktif (0,626). Korelasi linier antara $\ln [(C_o - C_e)/(C_r - C_e)]$ terhadap waktu (t) untuk resin basa kuat

(yang diindikasikan oleh harga R^2) tidak mendekati 1 karena adsorpsi emas dari larutan thiosulfat pada resin basa kuat MP 800 ini berlangsung sangat cepat pada 1 jam pertama. Kecenderungan laju adsorpsi pada pH 8 dan 7 dan harga kuadrat koefisien korelasi (R^2) dari pengaluran $\ln [(C_0 - C_e)/(C_t - C_e)]$ terhadap waktu (t) mirip dengan kecenderungan data pada pH 9 dan tidak ditampilkan pada paper ini.



Gambar 10. Pengaluran antara $\ln [(C_0 - C_e)/(C_t - C_e)]$ vs. t yang menunjukkan laju adsorpsi Au pada 4 jenis adsorbent pada pH 9

4. KESIMPULAN

Emas dalam larutan hasil pelindian bijih emas dalam larutan ammonium thiosulfat dapat diperoleh kembali dengan efektif menggunakan resin penukar ion tipe basa kuat Lewatit Monoplus MP 800. Dalam rentang pH 7-9, persen adsorpsi Au pada resin basa kuat Lewatit Monoplus MP800 melebihi 97% setelah 2 jam dan mencapai level maksimum 100% setelah 25 jam pada pH 8. Karbon aktif tidak menunjukkan performa yang memadai untuk mengambil kembali Au dari larutan thiosulfat dengan persen adsorpsi Au tertinggi setelah 25 jam kurang dari 80% dalam rentang pH 7-9. Resin basa kuat Lewatit Monoplus MP 800 menunjukkan kapasitas adsorpsi Au paling tinggi dan laju adsorpsi paling cepat diikuti oleh resin basa lemah Guanidine, resin polimerik bermatriks karbon AF5 dan karbon aktif dalam rentang pH 7-9.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada PT. Antam, Tbk. yang telah memberikan sampel bijih emas yang digunakan untuk pelindian yang menghasilkan larutan kaya emas untuk percobaan adsorpsi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Grosse, A. et al, "Leaching and Recovery of Gold Using Ammoniacal Thiosulfate Leach Liquors (A review)," *Hydrometallurgy.*, Vol. 69, No. 1, 2003.
- [2] Zhang, X., "The Dissolution of Gold Colloids in Aqueous Thiosulfate Solutions," Ph.D thesis, Murdoch University, Western Australia, 2008.
- [3] Marsden, J. and House, C.L., "Chemistry of Gold Extraction. 2nd ed.," *Society for Mining, Metallurgy and Exploration*, 2006.
- [4] Aylmore, M.G., and Muir, D.M., "Thiosulfate leaching of gold - A Review," *Minerals Engineering.*, Vol. 14, Issue 2, pp. 135-174, 2001.
- [5] Aylmore, M. G., and Muir, D. M., "Thermodynamic Analysis of Gold Leaching by Ammoniacal Thiosulfate Using Eh/pH and Speciation Diagram," *Minerals & Metallurgical Processing.*, Vol. 18 (4), pp. 221-227, 2001.
- [6] Zhang, S. and Nicol, M.J, "An Electrochemical Study of the Dissolution of Gold in Thiosulfate Solutions. Part I: Alkaline solutions," *Journal of Applied Electrochemistry.*, Vol. 33, pp. 767-775, 2003.
- [7] Zhang, S. and Nicol, M.J, "An Electrochemical Study of the Dissolution of Gold in Thiosulfate Solutions. Part II: Effect of Copper," *Journal of Applied Electrochemistry.*, Vol. 35, pp. 339-345, 2005.
- [8] M.Z. Mubarak and K. Blassmara, "Gold Adsorption Behaviour Onto Activated Carbon and Some Anion Exchanger Resins," *Proceeding of The Third International Symposium on Novel Carbon Resource Sciences: Advanced Materials, Processes and Systems towards CO₂ Mitigation.*, November 2-3, 2009, Fukuoka, Japan, 2009.
- [9] Nicol, M.J. and Malley, G.O, "Recovering Gold from Thiosulfate Leach Pulps via Ion Exchange," *Journal of Metals (JOM).*, pp. 44-46, 2002.
- [10] Zaimawati, Z, "The Development of a Resin in Pulp Process for the Recovery of Nickel and Cobalt from Laterite Leach Slurries," Ph.D, thesis, Murdoch University, Western Australia, 2005.
- [11] O'Malley, G.P, "Recovery of Gold from Thiosulfate Solutions and Pulps with Anion- Exchange Resins," Ph.D, thesis,

Murdoch University, Western Australia,
2002.



PENGARUH SUHU DAN PERSENTASE REDUKSI TERHADAP *LIMIT DRAWING RATIO (LDR)* PADA PROSES *METAL FORMING* PADUAN 70Cu-30Zn

Amin Suhadi^a, Eka Febriyanti^{*a,b}, Tri Handayani^a, Rini Riastuti^b

^aBalai Besar Teknologi Kekuatan Struktur, BPPT, Puspiptek Serpong, 15314

^bDepartemen Teknik Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia, Depok, 16424

E-mail : [*eka.febriyanti@bppt.go.id](mailto:eka.febriyanti@bppt.go.id)

Masuk Tanggal : 04-08-2016, revisi tanggal : 24-08-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 31-08-2016

Intisari

Penentuan nilai parameter LDR (*limit drawing ratio*) pada proses *metal forming* sangat berpengaruh terhadap kualitas produk, karena itu sebelum melakukan proses pengubahan bentuk diperlukan data mengenai batas kemampuan dari logam untuk menerima gaya pada proses tersebut. Pada penelitian ini digunakan paduan Cu-Zn dengan komposisi 70% Cu dan 30% Zn yang banyak dipakai pada proses pengubahan bentuk terutama *deep drawing*. Paduan 70Cu - 30Zn dilakukan proses *warm rolling* pada berbagai suhu dan persentase reduksi, kemudian dilakukan uji *deep drawing* dengan metode *swift cup* sesuai standar ASTM E 643-15. Untuk mencari nilai LDR, dilakukan simulasi menggunakan FEM (*finite element method*) dan perhitungan hasil *swift cup* dengan rumus sesuai standar ASTM E 643-15. Karakterisasi yang dilakukan adalah pengamatan struktur mikro dan uji keras. Hasil dari penelitian menunjukkan bahwa nilai LDR tidak dipengaruhi oleh % reduksi tetapi sangat dipengaruhi oleh suhu saat pengerjaan dilakukan, dimana makin tinggi suhu proses *metal forming*, makin tinggi nilai LDR akan dihasilkan.

Kata Kunci: Pembentukan logam, Paduan 70Cu-30Zn, Limit drawing ratio (LDR)

Abstract

In *metal forming*, LDR parameter determination has an important role on the quality of the product. Therefore, characteristic data such as load bearing capacity limit of material should be known prior to the *metal forming* process. In this research, 70Cu-30Zn alloy with 70% Cu and 30% Zn which is widely done in *metal forming* especially *deep drawing* is used as samples. The samples are *warm rolled* at various temperatures and reduction percentages and then *deep drawn* by *swift cup* method based on ASTM E 643-15. To find LDR value, further analysis are done by FEM (*finite element method*) simulation and calculation for *swift cup* result based on formula as stated in ASTM E 643-15 standard. Characterization is conducted by hardness test and micro structure examinations. Result of this research show that the LDR value is not significantly affected by reduction percentage but strongly affected by working temperature, where the highest temperature of *metal forming* has been given, the highest limit drawing ratio (LDR) could be obtained.

Keywords: *Metal forming*, 70Cu-30Zn alloy, Limit drawing ratio (LDR)

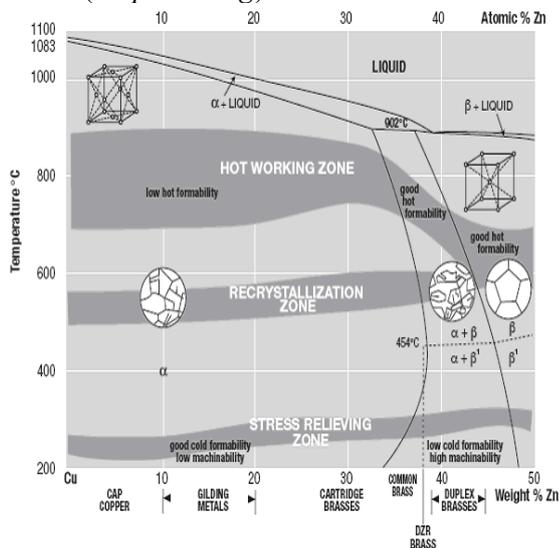
1. PENDAHULUAN

Pada proses *metal forming*, karakteristik material sangat menentukan baik buruknya kualitas hasil proses. Hal ini terjadi karena pada proses *metal forming* terdapat banyak gaya yang bekerja dengan arah yang berbeda, sehingga permasalahannya apabila kualitas logam yang diproses tidak sesuai dengan parameter yang diberikan maka dapat terjadi

robek atau deformasi ke arah yang tidak dikehendaki.

Cu-Zn merupakan paduan tembaga yang banyak digunakan untuk komponen otomotif karena memiliki sifat kombinasi antara kekuatan, ketahanan terhadap korosi, dan sifat mampu bentuk yang baik. Berdasarkan diagram Cu-Zn seperti yang terlihat pada Gambar 1, fasa α bersifat stabil hingga konsentrasi Zn di dalam Cu mencapai 35 %berat^[1-2].

Karakteristik dari fasa α antara lain mempunyai struktur kristal FCC bersifat ulet, nilai kekerasan rendah, mudah dilakukan pengerjaan dingin^[1] dengan kisi FCC sebesar $\alpha=3,70 A^{o[2]}$ dan dapat dirol ke dalam lembaran yang sangat tipis, serta mampu dilakukan proses penarikan dalam (*deep drawing*).



Gambar 1. Diagram biner Cu-Zn dan suhu rekristalisasi^[1-3]

Sifat mampu bentuk lembaran melalui proses *deep drawing* dinyatakan dengan LDR (*limit drawing ratio*). LDR adalah perbandingan antara diameter benda uji (*blank*) maksimum/kritis terhadap diameter penekan (*punch*) yang masih dapat membentuk mangkuk yang baik. Persamaan LDR adalah sebagai berikut^[4]:

$$LDR = \frac{D_{maks}}{d} \quad (1)$$

dimana rasio batas penarikan LDR merupakan rasio dari diameter benda uji (*blank*) terbesar yang berhasil ditarik (D_{maks}) terhadap diameter penekan/*punch* (d). Sedangkan besarnya gaya dorong (*punch pressure*) yang diberikan pada material dari mesin universal *sheet metal machine* dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut^[4]:

$$P^* = 0.25 \times \left[\left(\frac{D}{d} - 1 \right) 2 + \frac{0.5 \times d}{100s} \right] \times \sigma_{UTS} \quad (2)$$

Keterangan :

- P^* = *punch pressure* (ton)
- D = diameter *blank* (mm)
- d = diameter *punch*/penekan (mm)
- s = tebal lembaran (mm)
- σ_{UTS} = tegangan tarik maksimum benda uji (kg/mm^2)

Nilai LDR menunjukkan kemampuan bahan untuk diubah bentuk dengan kedalaman

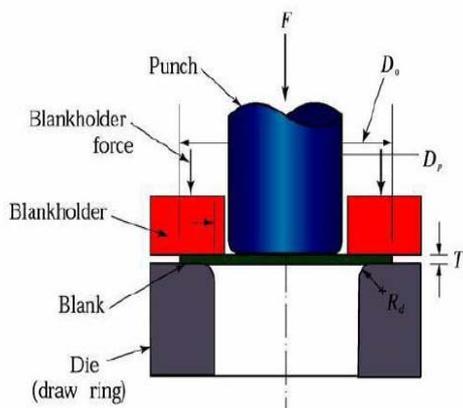
tertentu tanpa terjadinya robek. Faktor-faktor yang mempengaruhi *deep drawing* dapat dibagi menjadi dua bagian, yaitu kondisi pengujian dan material yang digunakan. Kondisi pengujian termasuk di dalamnya geometri, bahan peralatan tekan, tekanan jepit, kecepatan drawing, dan pelumasan. Sedangkan faktor material yaitu ketebalan, besar butir, dan anisotropi plastis. Faktor utama yang menentukan hasil *deep drawing*^[4] yaitu:

1) Sifat anisotropi plastis (R) yaitu sifat ketahanan bahan terhadap penipisan. Makin besar nilai R suatu bahan berarti ketahanan terhadap deformasi ke arah ketebalan juga besar sehingga kemampuannya untuk dilakukan proses *deep drawing* semakin baik, dimana diperoleh nilai LDR yang lebih besar.

2) Koefisien pengerasan regang (n). Nilai n juga berpengaruh terhadap nilai LDR meskipun tidak sebesar pengaruh R.

3) Pelumasan. Pelumasan yang baik terutama di daerah *blank holder* dan radius *dies* akan menurunkan gesekan sehingga dapat meningkatkan nilai LDR, karena dengan adanya pelumas maka efisiensi deformasi akan semakin besar. Ukuran lain yang dipakai untuk menunjukkan mampu bentuk material uji adalah ketinggian mangkuk yang dapat diukur dari material uji hasil penelitian *deep drawing*.

Pengujian yang digunakan untuk mendapatkan nilai LDR adalah *swift cup test* yang mengacu pada standar ASTM E 643-15^[5] seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2. Pada pengujian *swift cup* untuk menentukan LDR, lembaran plat dengan diameter berbeda ditekan sampai gaya tertentu sesuai dengan perhitungan yang telah dilakukan. Pengujian *swift cup* dapat diperpendek dengan perkiraan bahwa nilai LDR dari kebanyakan material berada pada rentang nilai $2 \pm 0,2$. Menurut William D Calister^[1] nilai LDR yang diperoleh dari pengujian *swift cup* menunjukkan kemampuan material untuk diubah bentuk dengan kedalaman tertentu tanpa terjadinya robek. Nilai LDR yang semakin besar ditunjukkan oleh dimensi mangkuk yang makin tinggi tanpa adanya robekan di bagian bawah mangkuk yang dihasilkan dari pengujian *swift cup*. Dari pengujian ini diketahui bahwa material dengan nilai LDR yang tinggi memiliki mampu bentuk tarik dalam (*deep drawability*) yang baik.



Gambar 2. Pengujian *Swift Cup* untuk mengukur mampu bentuk logam^[5-6]

Oleh karena itu, untuk mengantisipasi kemungkinan kegagalan ketika proses *metal forming* maka dilakukan penelitian *deep drawing* menggunakan pengujian *swift cup* yang bertujuan untuk menentukan LDR dengan menggunakan standar ASTM E 643-15. Dari hasil pengujian *swift cup* diharapkan dapat diketahui batas maksimum kemampuan dari logam yang bersangkutan untuk menerima gaya dalam proses *metal forming* agar tidak robek. Pada penelitian ini logam yang digunakan adalah paduan dengan kadar Cu (dalam % berat) 70 dan kadar Zn 30 atau lebih dikenal dengan paduan *cartridge brass* atau *yellow alpha brass*^[7]. Paduan 70Cu-30Zn secara luas digunakan dalam industri karena memiliki mampu bentuk yang tinggi terutama pada proses *deep drawing*^[8].

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material yang digunakan pada penelitian ini adalah paduan 70Cu-30Zn dengan komposisi kimia ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi kimia paduan 70Cu-30Zn yang digunakan dalam penelitian ini

| Unsur | Paduan 70Cu-30Zn (% berat) | Spesifikasi ASTM B36M-13 ^[9] (% berat) |
|-------|----------------------------|---|
| Cu | 69,5 | 69,5-72 |
| Zn | 30,7 | sisia |
| Fe | 0,026 | ~ maks. 0,05 |
| Sn | 0,0062 | ~ maks. 0,03 |
| Al | < 0,002 | ~ maks. 0,03 |
| Ni | - | ~ maks. 0,2 |
| As | < 0,001 | ~ maks. 0,02 |
| Pb | < 0,005 | ~ maks. 0,05 |
| Si | < 0,005 | ~ maks. 0,01 |
| Mn | 0,0052 | ~ maks. 0,04 |
| P | < 0,003 | ~ maks. 0,05 |
| Sb | - | ~ maks. 0,01 |
| Bi | - | ~ maks. 0,04 |

Sebelum dilakukan pengujian untuk menentukan nilai LDR, paduan 70Cu-30Zn diberi perlakuan panas dan reduksi yang berbeda seperti ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Deskripsi pengujian sampel uji *deep drawing* pada paduan 70Cu-30Zn

| Benda Uji | Deskripsi Pengujian |
|-----------|---------------------|
| E | 400°C + reduksi 60% |
| F | 400°C + reduksi 70% |
| H | 500°C + reduksi 60% |
| I | 500°C + reduksi 70% |

Penelitian mampu bentuk dengan *deep drawing* salah satunya dapat dilakukan dengan pengujian *swift cup*. Pada pengujian ini paduan 70Cu-30Zn berbentuk lingkaran diberi tekanan dan dijepit sehingga menjadi berbentuk mangkuk, dengan menggunakan mesin uji *deep drawing* seperti yang terlihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Alat USM (*universal sheet metal*) untuk pengujian mampu bentuk *deep drawing*

Uji kekerasan bertujuan untuk mengetahui pengaruh nilai kekerasan material paduan 70Cu-30Zn dengan nilai LDR dan ketinggian mangkuk yang dihasilkan dari penelitian *deep drawing*. Metode pengujian kekerasan yang dipakai yaitu metode kekerasan Vickers dengan menggunakan standar ASTM E 92^[10]. Karena ketebalan paduan 70Cu-30Zn rendah ($\leq 3,1$ mm) maka digunakan metode kekerasan mikro.

Pengamatan metalografi dilakukan untuk menganalisa hubungan antara struktur mikro dari paduan 70Cu-30Zn dengan nilai LDR dan ketinggian mangkuk yang dihasilkan dari penelitian *deep drawing*. Preparasi material uji metalografi berdasarkan ASTM E3 - 01^[11]. Persiapan paduan 70Cu-30Zn sebelum pengamatan metalografi meliputi pencetakan sampel, pengamplasan, dan pemolesan sampel

sampai mendapatkan permukaan yang lebih halus dan mengkilap serta bebas goresan akibat pengamplasan. Proses selanjutnya yaitu etsa yang bertujuan untuk memunculkan jejak batas butir dan morfologi struktur butir pada paduan 70Cu-30Zn dengan menggunakan etsa ferric klorida atau 10% FeCl₃ yang terdiri atas 10 gr FeCl₃ dan 100 ml alkohol 96%.

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Hasil LDR (*Limit Drawing Ratio*)

LDR merupakan mampu bentuk lembaran yang diamati melalui proses *deep drawing*, dan didefinisikan sebagai batas kemampuan material pelat untuk mampu mengalir ketika diberi gaya serta diukur berdasarkan perbandingan antara diameter *blank* maksimum/kritis terhadap diameter *punch* yang masih dapat membentuk mangkuk yang baik.

Sebelum melakukan penelitian *deep drawing* maka perlu dilakukan perhitungan awal nilai gaya P^* (*blank pressure*) menggunakan persamaan (1) dan (2). Data hasil proses *deep drawing* ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil pengukuran nilai P^* dan LDR

| Paduan 70Cu- 30Zn | Suhu (°C) | % Reduksi | P^* (ton) | LDR |
|-------------------------|--------------|--------------|----------------|------|
| E | 400 | 60 | 3,00 | 2,60 |
| F | | 70 | 3,57 | 2,60 |
| H | 500 | 60 | 3,09 | 2,63 |
| I | | 70 | 3,67 | 2,63 |

Paduan 70Cu-30Zn hasil *deep drawing* dengan pengujian *swift cup* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2 dan 3. Dari hasil pengujian *swift cup* didapatkan nilai LDR sebesar 2,60 dari paduan 70Cu-30Zn yang dilakukan *warm rolling* dengan % reduksi 60 – 70% pada suhu 400°C. Pada suhu pengerjaan 500 °C dengan % reduksi 60 dan 70% nilai LDR yang diperoleh lebih tinggi sebesar 2,63. Hal ini menunjukkan bahwa walaupun persentase reduksi berbeda ternyata memberi nilai LDR yang relatif sama, namun peningkatan suhu deformasi pada 500 °C (Gambar 5a dan 5b) memiliki sifat mampu bentuk (*deep drawability*) yang lebih baik dibandingkan suhu 400°C (Gambar 4a dan 4b). Paduan 70Cu-30Zn yang diproses pada suhu 500 °C dengan reduksi sebesar 70% menghasilkan ketinggian mangkuk lebih besar seperti ditunjukkan pada Tabel 4. Tabel 4 menunjukkan bahwa dengan semakin meningkatnya persentase reduksi *warm rolling*

mencapai 70% maka terjadi peningkatan tinggi mangkuk yang dihasilkan mencapai 10,31 mm.



(a)



(b)

Gambar 4. Potongan melintang dari mangkuk yang dihasilkan dari paduan 70Cu-30Zn hasil *warm roll* pada suhu 400 °C dengan % reduksi; (a) 60%, (b) 70%



(a)



(b)

Gambar 5. Potongan melintang dari mangkuk yang dihasilkan dari paduan 70Cu-30Zn hasil *warm roll* pada suhu 500 °C dengan % reduksi; (a) 60%, (b) 70%

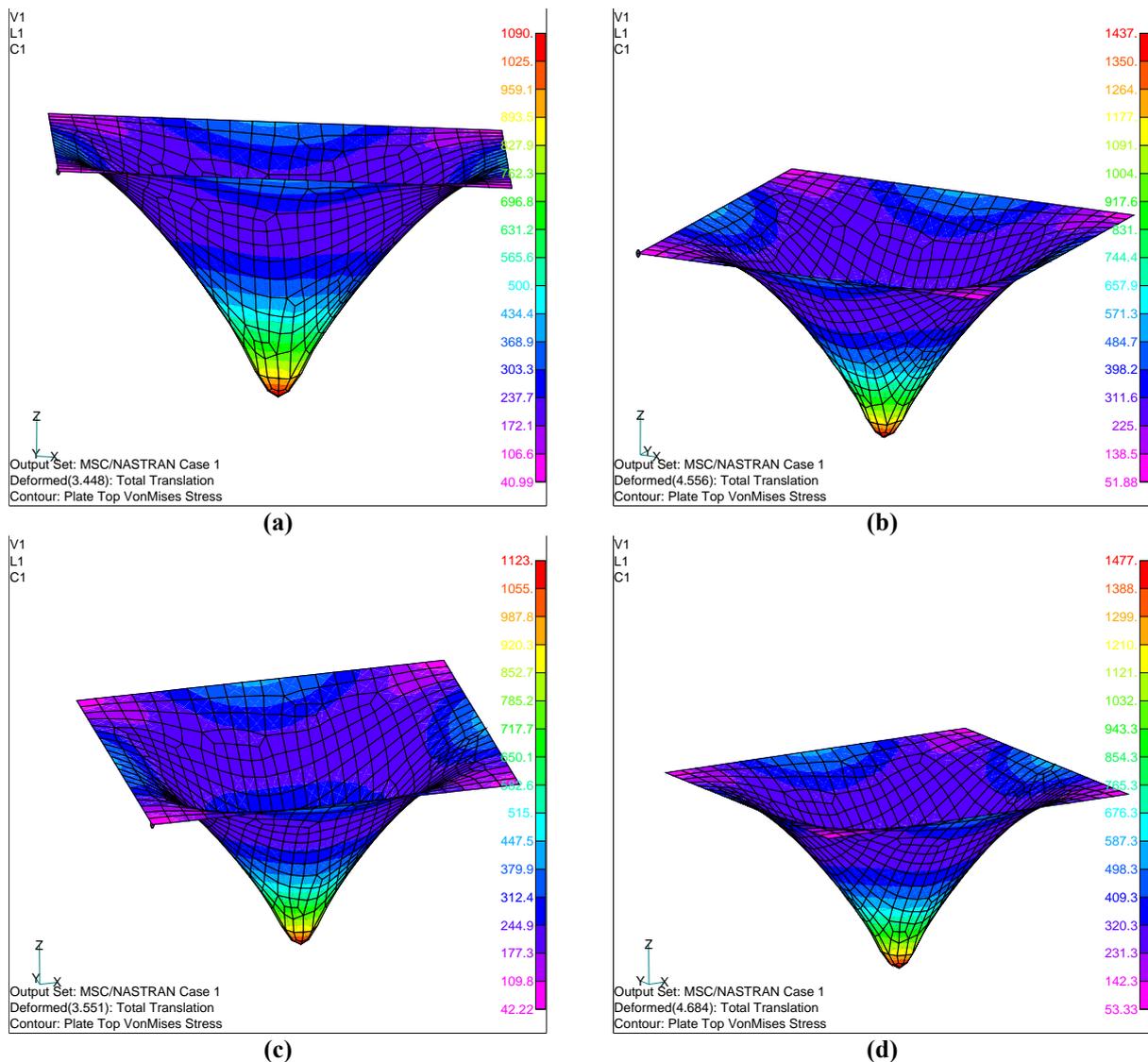
Hal ini mengindikasikan bahwa mampu bentuk (*deep drawability*) terbaik diperoleh dari proses deformasi *warm rolling* pada suhu 500 °C dengan reduksi sebesar 70% dibandingkan suhu 400 °C dengan nilai persentase reduksi yang sama.

Tabel 4. Hasil pengujian *swift cup* untuk analisa mampu bentuk pada *deep drawing*

| Material Paduan 70Cu-30Zn | Suhu (°C) | % reduksi | Tinggi Mangkuk (mm) |
|------------------------------|-----------|-----------|---------------------|
| E | 400 | 60 | 10,09 |
| F | | 70 | 10,21 |
| H | 500 | 60 | 10,10 |
| I | | 70 | 10,31 |

B. Analisis Struktur FEM pada Mangkuk *Deep Drawing*

Dari hasil simulasi FEM terbukti bahwa pada variasi reduksi sebesar 60 dan 70% dan suhu yang diberikan yaitu sebesar 400 dan 500 °C, material mampu mengalir tanpa mengalami robek (Gambar 6). Dari hasil simulasi FEM pada Gambar 6 menunjukkan bahwa tegangan tertinggi diperoleh paduan pada bagian tengah yang langsung bersentuhan dengan *punch* dimana terdapat aliran material terbesar dari bagian ini ke segala arah. Dari analisa tersebut juga terlihat bahwa defleksi terbesar diperoleh pada % reduksi 70 dengan suhu 500 °C (Tabel 5). Ini menunjukkan bahwa hasil simulasi selaras dengan hasil pengujian *swift cup*.



Gambar 6. Analisis FEM (*finite element method*) pada paduan 70Cu-30Zn hasil *deep drawing* menunjukkan besarnya tegangan dan defleksi yang terjadi pada suhu (°C) dan % reduksi; (a) 400-60; (b) 400-70; (c) 500-60; (d) 500-70

Tabel 5. Analisis FEM pada pelat paduan 70Cu-30Zn hasil *deep drawing*

| Kode Sampel | Suhu (° C) | % reduksi | σ_{UTS} (kg/cm ²) | Tegangan yang mampu ditahan, σ (kg/mm ²) | Defleksi yang terjadi (cm) |
|-------------|------------|-----------|--------------------------------------|---|----------------------------|
| E | 400 | 60 | 5000 | 1090 | 3,448 |
| F | | 70 | 5294 | 1437 | 4,556 |
| H | 500 | 60 | 5094 | 1123 | 3,551 |
| I | | 70 | 5388 | 1477 | 4,684 |

Nilai kekerasan paduan 70Cu-30Zn hasil proses *deep drawing* dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Data hasil uji kekerasan paduan 70Cu-30Zn

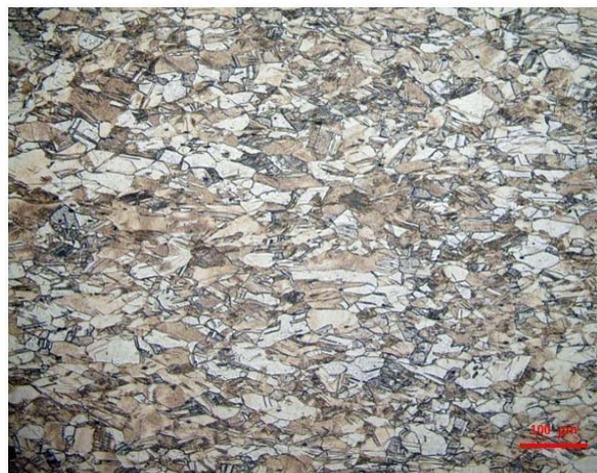
| Kode Sampel | Suhu (° C) | % reduksi | Kekerasan Tepi (HV) | Kekerasan Tengah (HV) |
|-------------|------------|-----------|---------------------|-----------------------|
| E | 400 | 60 | 142,40 | 137,59 |
| F | | 70 | 155,39 | 146,68 |
| H | 500 | 60 | 157,68 | 146,78 |
| I | | 70 | 155,81 | 147,09 |

Gambar 7 menunjukkan mikrostruktur dari paduan 70Cu-30Zn setelah proses *warm rolling* dengan % reduksi 70 pada suhu 500 °C. Jika dilihat dari diagram biner Cu-Zn pada Gambar 1, maka suhu 500 °C sudah berada pada rentang suhu rekristalisasi, artinya pada suhu tersebut atom-atom di dalam butir mempunyai energi yang cukup untuk mengatur pada posisi yang lebih baik dari semula sehingga butir-butir yang terdeformasi tumbuh menjadi butir yang halus dan *equiaxed*^[1]. Dengan terjadinya proses rekristalisasi tersebut maka *deep drawability* dari material meningkat. Hal ini dapat terjadi karena tegangan sisa yang terbentuk sudah hilang serta sejumlah dislokasi yang tumbuh ketika deformasi dapat diminimalisir^[3]. Dengan adanya butiran halus yang berbentuk *equiaxed* maka karakteristik mekanis sama ke segala arah, sehingga apabila dilakukan proses *deep drawing* maka paduan 70Cu-30Zn tersebut mudah terdeformasi dan dapat menghasilkan mangkuk yang memiliki ketinggian maksimal tanpa terjadinya robek.

Paduan 70Cu-30Zn dengan mikrostruktur butiran yang halus dan terekristalisasi sempurna menyebabkan proses deformasi *deep drawing* menjadi lebih mudah karena adanya *grain boundary sliding* sehingga dapat menghasilkan peningkatan sifat mampu bentuk yang lebih baik^[12-13]. *Grain boundary sliding* merupakan salah satu dari mekanisme deformasi material dimana terjadi penggantian butir berlawanan dengan butir lainnya pada suhu tinggi. Mekanisme utama dari *grain boundary sliding* adalah pergerakan dislokasi dengan mekanisme *glide* dan *climb*^[1].



(a)



(b)

Gambar 7. Foto struktur mikro dengan mikroskop optik untuk paduan 70Cu-30Zn pada suhu 500 °C dengan % reduksi 70 di area; (a) Tepi, (b) Tengah. Etsa 10% FeCl₃

4. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian pengaruh suhu dan % reduksi pada proses metal forming terhadap nilai LDR pada paduan 70Cu-30Zn dapat disimpulkan bahwa proses deformasi *warm rolling* yang dilakukan pada suhu 500 °C dengan reduksi 70% menghasilkan nilai LDR (*limit drawing ratio*) tertinggi sebesar 2,60 dengan ketinggian mangkuk maksimal yang dihasilkan tanpa terjadinya robekan dari pengujian *swift cup* sebesar 10,31 mm. Kenaikan suhu proses *metal forming* dalam paduan 70Cu – 30Zn lebih berpengaruh terhadap nilai LDR dibandingkan dengan % reduksi. Hal ini terjadi karena pada suhu 500 °C paduan 70Cu-30Zn sudah mengalami rekristalisasi sehingga hambatan dislokasi untuk bergerak ketika mendapatkan beban sudah berkurang dan mampu bentuknya menjadi lebih baik.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kemenristekdikti yang telah mendanai penelitian ini pada tahun 2016. Ucapan terima kasih juga kepada Dr.Hamir Hamzah selaku Kepala B2TKS BPPT, Dr. Sri Harjanto selaku Kepala Jurusan DTMM FTUI, dan Dr.Ing.H.Agus Suhartono selaku Kepala Bidang Kajian Material B2TKS, untuk koordinasi dan pemberian ijin dalam menggunakan alat uji laboratorium.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] William D.Callister Jr., "An Introduction : Material Science and Engineering," *John Wiley & Son Inc.*, hal. 373, 2007.
- [2] P.Villars, L.D.Chalvert, "Pearson Handbook of Chrystallographic Data for Intermetallic Phases", *American Society for Metals*, Vol.2, 2006.
- [3] Zhiming Li, Liming Fu, Bin Fu, Aidang San, "Effect Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of Nano-grained Titanium Produced by Combination Aysmemetric and Symmetric Rolling", *Material Science and Engineering A*, Vol.568, 2012, hal.309-318, 2012.
- [4] Dieter. E.G., "Mechanical Metallurgy 6th edition, *McGraw-Hill Inc.*, 2009.
- [5] ASTM E643-15, "Standard Test Methods for Ball Punch Deformation of Metallic Sheet Material", *ASTM*, 2003.
- [6] Faraji, G., Mahmud M. Mashhadi, R.Hashemi, "Using The Finite Element Method for Achieving An Extra High Limiting Drawing Ratio (LDR) Of 9 for Cylindrical Components", *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology* 3, Vol. 3, hal. 262-267, 2010.
- [7] D.Ashkenazi, D.Cvikel, A.Stern, dkk., "Metallurgical Characterization of Brass Objects from The Akko 1 shipwreck, Israel", *Material Characterization*, Vol.92, hal.49-63, 2014.
- [8] W. Ozgowicz, E. Kalinowska, Ozgowicz, B. Grzegorzcyk, "The Microstructure and Mechanical Properties of The Alloy CuZn30 after Recrystallizion Annealing", *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Vol.40, Issue 1, hal.15-24, 2010.
- [9] ASTM B36M-13, "Standard Specification for Brass Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar", *ASTM*, 2003.
- [10] ASTM E92, "Standard Test Methods for Vickers Hardness of Metallic Material", *ASTM*, 2003.
- [11] ASTM E3-01, "Standard Guide for Preparation for Metallographic Specimens", *ASTM*, 2003.
- [12] J.A Del Valle, M.T. Perez-Prado, O.A. Ruano, "Symbiosis between Grain Boundary Sliding and Slip Creep to Obtain High-Strain-Rate Superplasticity in Aluminum Alloys", *Journal of Europe Ceramic Society*, Vol. 27, Issue 11, hal.3385-3390, 2007.
- [13] E.El-Danaf, S.R.Kalidindi, R.D.Doherty, "Influence of Deformation Path on The Strain Hardening Behaviour and Microstructural Evolution in Low SFE FCC Metals", *International Journal of Plasticity*, Vol.17, hal.1245-1265, 2010.



STUDI INHIBITOR KOROSI BERBASIS *IMIDAZOLINE SALT* PADA *BRINE WATER* DI PIPA PENYALUR MINYAK MENTAH

Lutviasari Nuraini*, Gadang Priyotomo, Ronald Nasoetion, Harsisto

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan
E-mail : *lutv002@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 10-04-2016, revisi tanggal : 31-08-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 31-08-2016

Intisari

Studi kinerja inhibitor *imidazoline salt* pada *brine water* di pipa penyalur minyak mentah dilakukan dengan melakukan pengujian polarisasi tafel, FTIR (*fourier transform infrared spectroscopy*) dan EIS (*electrochemical impedance spectroscopy*). Jenis spesimen baja yang digunakan dalam penelitian adalah API 5L grade B dan larutan *brine water* berasal dari fluida di pipa penyalur minyak mentah. Penambahan inhibitor komersial berbasis *imidazoline salt* dilakukan dengan variasi 3 - 40 ppm untuk pengujian polarisasi dan variasi 3 - 20 ppm untuk pengujian EIS. Penambahan inhibitor berbasis *imidazoline salt* antara 3 – 20 ppm secara efektif dapat menurunkan nilai laju korosi dan meningkatkan efisiensi inhibitor hingga 95%. Tahanan lapisan adsorpsi molekul dengan penambahan inhibitor meningkat dibandingkan kondisi tanpa inhibitor, dimana hal ini dapat menurunkan aktivitas reaksi elektrokimia di permukaan baja. Penurunan laju korosi terjadi karena pembentukan lapisan tipis yang teradsorpsi di permukaan logam.

Kata Kunci: *Inhibitor, Imidazoline Salt, Brine Water, Tafel, EIS*

Abstract

A study of imidazoline salt inhibitor for brine water in crude oil pipeline was carried out using tafel polarization test, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS). A type of specimen used in this research is API 5L grade B. The solution of brine water came from fluid in crude oil pipeline. The addition of commercial inhibitor of imidazoline salt base was conducted with range of 3-40 ppm for polarization test and range of 3-20 ppm for EIS test. The addition of imidazoline salt at 3-20 ppm is effective to decrease corrosion rate and to increase inhibitor efficiency up to 95%. The resistance of adsorbed molecule layer increase with the addition of inhibitor compared without inhibitor, where this addition could decrease the electrochemical reaction on the surface. The decrease of corrosion rate took place due to the presence of adsorbed thin layer in metal surface.

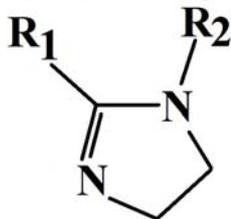
Keywords: *Inhibitor, Imidazoline Salt, Brine Water, Tafel, EIS*

1. PENDAHULUAN

Secara umum, senyawa organik inhibitor korosi merupakan senyawa yang dapat menurunkan nilai laju korosi pada permukaan logam baja bagian dalam suatu perpipaan^[1]. Keberadaan senyawa ini merupakan objek penting dalam pengendalian korosi di industri minyak dan gas bumi. Kehadiran gas H₂S, CO₂ dan pengotor lainnya antara lain klorida, sianida dan sebagainya meningkatkan potensi korosi pada perpipaan minyak mentah^[2].

Kehadiran gas H₂S yang berlebih pada minyak mentah (*crude oil*) dinamakan *sour crude oil*, sedangkan sebaliknya kehadiran gas H₂S dan CO₂ berkadar kecil dinamakan *sweet crude oil*. Korosi yang disebabkan kehadiran karbon dioksida (CO₂) pada perpipaan baja karbon akan semakin meningkat dengan injeksi CO₂ ke sumur minyak untuk mereduksi viskositas minyak^[3]. Selama proses korosi, permukaan baja karbon selalu ditutupi oleh lapisan besi karbonat (FeCO₃) yang memberikan efek

memperlambat laju korosi dan melindungi substrat dari korosi lebih lanjut^[4]. Proses injeksi inhibitor korosi merupakan standar operasional pada sistem produksi minyak dan gas bumi untuk mengontrol korosi internal struktur baja karbon. Inhibitor korosi organik berbasis nitrogen seperti *imidazoline salt* banyak digunakan di berbagai aplikasi migas^[5].



Gambar 1. Struktur molekul imidazolin^[6]

Gambar 1 memperlihatkan struktur imidazolin yang berupa senyawa heterosiklik dengan 2 unsur nitrogen, rantai panjang hidrokarbon (R_1) dan rantai sisi dengan gugus fungsi aktif (R_2). Panjang rantai hidrokarbon (R_1) merupakan kunci penting dari sifat inhibisi senyawa imidazolin. Inhibitor garam imidazolin umumnya digunakan untuk meminimalkan laju korosi pada aplikasi migas khususnya pada lingkungan CO_2 . Pada pipa penyalur suatu industri minyak bumi, penyaluran minyak bermula dari stasiun pengumpul lokal menuju stasiun pengumpul utama dan dilanjutkan ke *refinery*. Gas CO_2 dipisahkan melalui unit *high pressure gas separator*, *medium pressure gas separator* serta *low pressure gas separator* dan pihak industri menambahkan inhibitor komersial berbasis garam imidazolin untuk mengontrol korosi internal. Tetapi pada kenyataannya hal tersebut justru memperparah kondisi korosi dengan ditemukannya banyak titik kebocoran. Oleh karena itu, tujuan dari penulisan ini adalah menginvestigasi dan menganalisis kinerja dan karakteristik inhibitor komersial berbasis garam imidazolin dengan mensimulasikan kondisi pipa penyalur minyak bumi suatu industri minyak bumi di Indonesia dimana persentase *brine water* dan minyak mentah adalah 70% dan 30%.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

A. Persiapan dan Karakterisasi Spesimen Uji

Spesimen uji baja dipotong dengan dimensi 1 cm x 1 cm x 0,2 cm. Selanjutnya disambungkan dengan sebuah kabel melalui proses solder dan dimasukkan ke dalam cetakan resin yang telah dicampur dengan senyawa *hardener* untuk *dimounting*. Setelah proses

pengeringan selama 24 jam, dilakukan proses pengamplasan dengan mesin hingga grit 600. Sebagai catatan bahwa waktu tunggu proses pengamplasan hingga pengujian korosi maksimal 15 menit, dikarenakan permukaan baja mudah teroksidasi di udara terbuka. Disisi lain, spesimen uji baja yang sama juga dipotong dengan dimensi 2 cm x 3 cm untuk dilakukan uji komposisi unsur dengan menggunakan *Arc/spark optical emission spectrometry*.

B. Persiapan dan Karakterisasi Larutan Uji

Larutan uji berasal dari fluida pipa penyalur minyak mentah berupa *brine water* dari stasiun pengumpul lokal ke stasiun pengumpul utama untuk disalurkan ke *refinery*, dimana presentase *brine water* dan minyak mentah adalah 70% dan 30%. Penambahan inhibitor komersial berbasis garam imidazolin ditambahkan dengan variasi 3, 5, 10, 20, 30 dan 40 ppm untuk pengujian tafel dan 3, 5, 10 dan 20 ppm untuk pengujian EIS (*electrochemical impedance spectroscopy*). Karakterisasi menggunakan FTIR (*fourier transform infrared spectroscopy*) dilakukan pada inhibitor garam imidazolin untuk mengkonfirmasi struktur senyawa yang ada di dalamnya. *Brine water* atau dinamakan air formasi berkadar garam sangat tinggi berasal dari sumur minyak dimana sampel *brine water* diambil dari pipa penyalur minyak mentah. Analisa ion-ion yang terkandung di dalam *brine water* menggunakan acuan dari standar uji migas *The American Petroleum Institute (API) RP 45*.

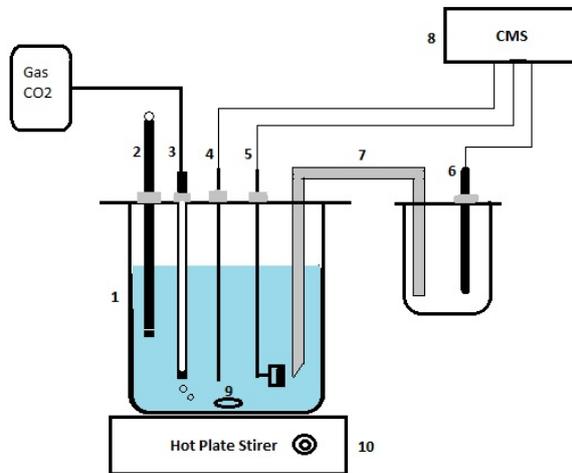
C. Pengujian Korosi

Pengujian korosi dalam tulisan ini dibagi dua metode antara lain metode polarisasi Tafel dan metode EIS. Deskripsi dua metode ini dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Metode Tafel^[6]

Metode ini digunakan untuk mendapatkan estimasi akurat nilai laju korosi pipa baja di dalam larutan uji. Rentang nilai potensial yang dilakukan antara -200 mV dan +200 mV terhadap potensial korosi bebas. Kondisi lingkungan uji menggunakan gas CO_2 jenuh dengan suhu 65 °C. Kecepatan larutan ditetapkan sekitar 250 rpm dimana dikondisikan laju alir di pipa penyalur minyak mentah sekitar 1,13 m/det. Metode Tafel merupakan teknik polarisasi dimana tiga elektroda diletakan di dalam suatu sel gelas uji. Elektroda-elektroda tersebut antara lain elektroda kerja, elektroda pembantu berbentuk logam platina dan elektroda acuan calomel jenuh (SCE). Larutan uji di dalam sel gelas uji

dialirkan gas CO₂ hingga jenuh, ditahan selama 1 jam. Lebih jauh lagi, metode Tafel sesuai acuan standar ASTM G5-94^[6] dengan alat GAMRY DC105. Data-data yang dihasilkan antara lain nilai potensial korosi, arus korosi dan laju korosi. Skema uji ditampilkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Skema pengujian korosi dengan CMS

Keterangan

- 1 = Gelas Uji
- 2 = Termometer
- 3 = Gas CO₂
- 4 = Counter Electrode, Platina
- 5 = Working Electrode, benda uji
- 6 = Reference Electrode, Ag/AgCl
- 7 = Jembatan Garam
- 8 = CMS
- 9 = Magnetic Stirrer
- 10 = Hot Plate Stirrer

2. Metode EIS (Electrochemical Impedance Spectroscopy)

Metode ini bertujuan untuk mengkarakterisasi antarmuka antara logam pipa baja dan larutan uji, dimana eksperimen ini menggunakan sebuah potensiostat. Data yang dihasilkan adalah tahanan polarisasi dari sistem yang terkorosi. Metode ini mengacu pada standar ASTM G106^[7]. Rentang frekuensi yang digunakan antara 1 Hz hingga 300 MHz. Larutan uji dialiri gas CO₂ selama 1 jam kemudian dilakukan eksperimen EIS.

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Karakterisasi Sampel Uji

Komposisi baja hasil pengujian OES ditunjukkan pada Tabel 1. Unsur-unsur tersebut mengidentifikasi baja yang digunakan termasuk baja API 5L grade B. Pipa jenis ini digunakan secara umum untuk sistem pipa penyalur untuk industri minyak dan gas bumi,

dimana material yang bisa dialirkan antara lain gas, air dan minyak.

Tabel 1. Komposisi unsur-unsur di dalam sampel uji

| Elemen | Kadar (%berat) |
|-----------|----------------|
| C | 0,0579 |
| Mn | 0,760 |
| P | 0,006 |
| S | 0,000 |
| Si | 0,139 |
| V | 0,002 |
| Nb | 0,016 |
| Ti | 0,002 |
| Lain-lain | 0,107 |
| Fe | 98,910 |

Komposisi air formasi (*brine water*) di lapangan migas menurut metode API RP 45 ditunjukkan pada Tabel 2. Keberadaan anion CO₃⁻ dan HCO₃⁻ merupakan hasil dari reaksi antara air formasi dan gas CO₂. Anion-anion tersebut terbentuk saat berada di *tubing oil well* atau di pipa penyalur antara *oil well* dan stasiun pengumpul lokal. Reaksi kimia antara gas CO₂ dan air formasi telah dipaparkan oleh El-Lateef^[8]. Keberadaan anion Cl⁻ di atas level 12000 mg/L merupakan ciri khas dari *brine water* berkadar garam tinggi, dimana Osokogwu dkk^[9] menjelaskan bahwa kadar sodium klorida dalam *brine water* hingga 144810 mg/L.

Tabel 2. Komposisi air formasi (*brine water*) lapangan dengan metode API RP 45

| Ion-ion | Kadar (mg/L) |
|-------------------------------|--------------|
| CO ₃ ⁻ | 0,00 |
| HCO ₃ ⁻ | 912,02 |
| OH ⁻ | 0 |
| SO ₄ ⁻ | 7374,08 |
| Cl ⁻ | 12874,8 |

B. Karakterisasi Inhibitor Komersial Berbasis Garam Imidazolin

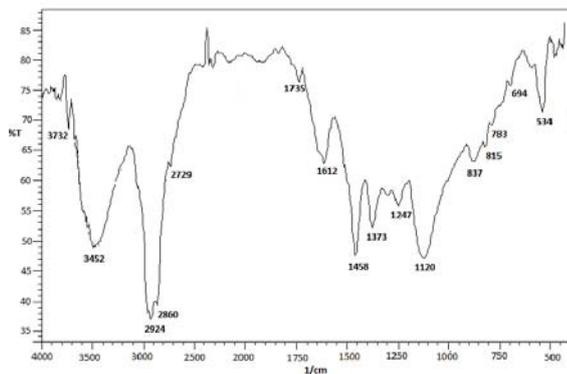
Hasil analisis FTIR (Gambar 2) terhadap inhibitor berbasis garam imidazolin menunjukkan bahwa gugus N-H pada imidazolin merupakan amina sekunder sehingga hanya memberikan satu puncak yang muncul pada daerah bilangan gelombang 3452 cm⁻¹ yang berasal dari N-H *stretching*. Gugus C-N dari imidazolin merupakan amina tersier sehingga tidak memberikan puncak pada daerah 3500 cm⁻¹, tetapi diindikasikan puncak di bilangan gelombang 1120 cm⁻¹ berasal dari C-N *stretching*. Bilangan gelombang 1612 cm⁻¹ merupakan puncak dari gugus C=C *stretching*, sedangkan =C-H *stretching* dimungkinkan muncul pada daerah

$>3000\text{ cm}^{-1}$ dan dimungkinkan overlap dengan puncak dari gugus N-H.

Senyawa imidazolin ini tidak murni, tetapi ada campuran berupa senyawa *alkil quaternary*, metanol dan *mercaptoethyl alcohol*, sehingga puncak pada daerah 2924 cm^{-1} yang serapannya cukup kuat dimungkinkan berasal dari gugus alkil dari senyawa campuran ini.

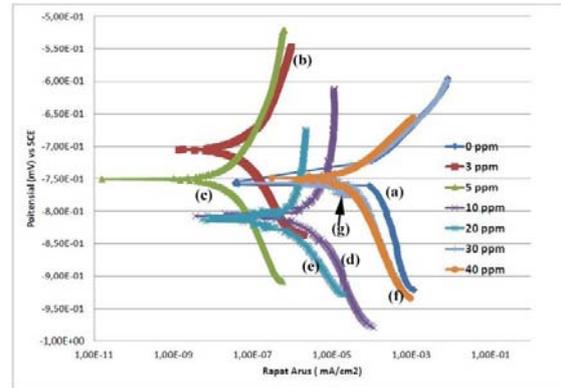
C. Hubungan Penambahan Inhibitor terhadap Perfoma Ketahanan Korosi Pipa Baja

Gambar 3 memperlihatkan kurva polarisasi Baja API 5L grade B dalam larutan *brine water* yang dialiri gas CO_2 jenuh bersuhu $65\text{ }^\circ\text{C}$ melalui variasi inhibitor 3 ppm hingga 40 ppm. Penambahan inhibitor berbasis garam imidazolin menurunkan rapat arus anodik dan katodik, dimana aktivitas reaksi anodik dan katodik menurun setelah penambahan inhibitor.



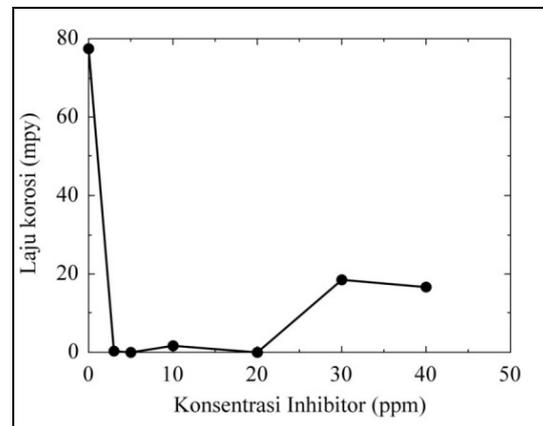
Gambar 2. Spektrum inframerah inhibitor berbasis *imidazoline salt*

Nilai potensial korosi bebas (PKB) bergerak ke arah anodik di rentang penambahan inhibitor 3-5 ppm, namun di rentang penambahan 10-20 ppm, nilai PKB bergerak ke arah katodik. Di sisi lain, nilai PKB pada 40 ppm, bergerak ke arah anodik. Khavasfar dkk^[10] menjelaskan bahwa penambahan inhibitor berbasis imidazolin sekitar 100-400 ppm dapat menurunkan rapat arus anodik dan katodik serta mengubah nilai PKB bergerak ke arah anodik. Hubungan nilai laju korosi sebagai fungsi dari variasi konsentrasi inhibitor (3, 5, 10, 20, 40 ppm) di larutan *brine water* bersuhu $65\text{ }^\circ\text{C}$ ditunjukkan pada Gambar 4. Penambahan inhibitor komersial berbasis garam imidazolin menurun secara signifikan dari nilai 77,46 mpy tanpa inhibitor hingga 0,371 mpy dengan penambahan inhibitor 20 ppm.



Gambar 3. Kurva polarisasi baja API 5L di lingkungan *brine water*, gas CO_2 jenuh bersuhu $65\text{ }^\circ\text{C}$, variasi konsentrasi inhibitor: (a) 0 ppm; (b) 3 ppm; (c) 5 ppm; (d) 10 ppm; (e) 20 ppm; (f) 30 ppm; (g) 40 ppm

Pada variasi penambahan inhibitor 30 dan 40 ppm terlihat bahwa nilai laju korosi meningkat walaupun nilai tersebut masih di bawah nilai laju korosi tanpa inhibitor. Hasil pengujian laju korosi ditampilkan dalam Tabel 3. Roberge^[11] menjelaskan pada umumnya inhibitor berbasis imidazolin efektif menurunkan nilai laju korosi pada rentang 10-25 ppm, tetapi tidak memberikan detail kondisi lapangan migas melalui data parameter temperatur operasional, tekanan parsial CO_2 , pH, laju alir, dan sebagainya.



Gambar 4. Hubungan laju korosi sebagai fungsi dari variasi konsentrasi inhibitor (3, 5, 10, 20, 30, 40) ppm dalam larutan *brine water* bersuhu $65\text{ }^\circ\text{C}$

Secara umum perfoma kerja inhibisi suatu senyawa inhibitor harus terukur dengan menggunakan berbagai sumber data-data yang ada, diantaranya melalui data kehilangan berat^[12] dan data polarisasi^[13].

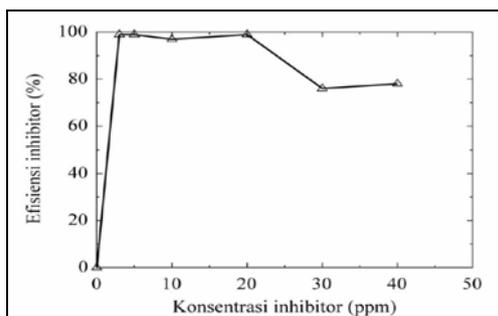
Tabel 3. Hasil pengujian laju korosi *brine water* + inhibitor, dan *brine water* + inhibitor + bubling gas CO₂

| Konsentrasi Inhibitor (ppm) | <i>Brine Water</i> tanpa Bubling gas CO ₂ | | <i>Brine Water</i> dengan Bubling gas CO ₂ | | |
|-----------------------------|--|-------------------------|---|-------------------|-------------------------|
| | Laju Korosi (mpy) | Efisiensi Inhibitor (%) | Konsentrasi Inhibitor (ppm) | Laju Korosi (mpy) | Efisiensi Inhibitor (%) |
| 0 | 44,52 | 0,0 | 0 | 77,46 | 0,0 |
| 3 | 34,545 | 22,40 | 3 | 0,34 | 99,56 |
| 5 | 33,02 | 25,83 | 5 | 0,0165 | 99,98 |
| 10 | 71,05 | - | 10 | 1,7025 | 97,80 |
| 20 | 57,95 | - | 20 | 0,406 | 99,48 |
| 30 | 62,43 | - | 30 | 18,52 | 76,09 |
| 40 | 109,3 | - | 40 | 16,68 | 78,47 |

Dalam penelitian ini penulis menggunakan sumber data polarisasi yang berasal dari metode Tafel. Data tersebut digunakan untuk mengukur nilai efisiensi inhibitor (η) dengan persamaan:

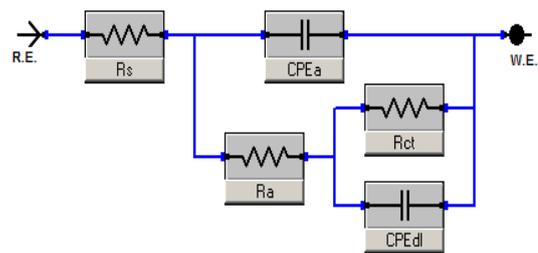
$$\eta(\%) = \frac{(C_{Ro} - C_{Ri})}{C_{Ro}} \times 100 \quad (1)$$

dimana C_{Ro} dan C_{Ri} adalah nilai laju korosi tanpa dan dengan penambahan inhibitor. Gambar 5 memperlihatkan hubungan nilai efisiensi inhibitor sebagai fungsi dari variasi konsentrasi inhibitor (3, 5, 10, 20, 40 ppm) dalam larutan *brine water* bersuhu 65 °C. Peningkatan efisiensi inhibitor sangat tinggi hingga 95% hanya dengan penambahan 3 ppm hingga 30 ppm dari total larutan uji hingga 20 ppm, namun turun pada 30 - 40 ppm hingga 76%.



Gambar 5. Hubungan efisiensi inhibitor sebagai fungsi dari variasi konsentrasi inhibitor (3, 5, 10, 20, 40 ppm) dalam larutan *brine water* bersuhu 65 °C

Gambar 6 memperlihatkan model impedansi yang disarankan oleh penulis untuk menyelaraskan data eksperimen EIS, seperti yang diusulkan oleh Du et al^[14] dan Zhang et al^[15] terkait model impedansi ketika terdapat penambahan inhibitor. Pada umumnya, EIS merupakan suatu metode interpretasi yang dibutuhkan pada data-data empiris yang didekatkan dengan model impedansi.



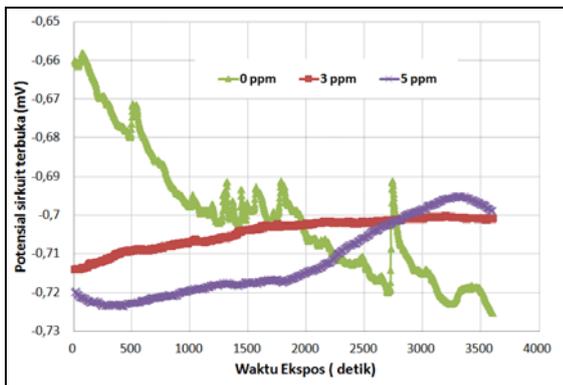
Gambar 6. Model impedansi untuk menyelaraskan data eksperimen EIS dalam penelitian ini

Unsur-unsur elektronik dan notasi untuk sirkuit model tersebut antara lain :

- R_s adalah nilai tahanan larutan uji
 - R_a adalah nilai tahanan lapisan molekul-molekul yang teradsorpsi di permukaan baja
 - CPE_a adalah konstanta elemen fasa dimana digunakan untuk menghitung sifat kapasitansi tidak ideal suatu antarmuka relatif dengan nilai kapasitansi lapisan.
- Lebih jauh lagi, unsur-unsur pada model sifat permukaan baja antara lain :
- R_{ct} merupakan tahanan transfer suatu muatan
 - CPE_{dl} merupakan nilai kapasitansi lapisan rangkap elektronik.

Melalui lima unsur-unsur elektronik di atas, model didekatkan dengan hasil eksperimen EIS. Pada pengujian EIS, nilai potensial korosi bebas diukur untuk melihat aktivitas kinerja inhibitor saat ditambahkan selama satu jam. Gambar 7 menunjukkan kurva hubungan nilai potensial korosi bebas melalui fungsi waktu ekspos tanpa dan dengan inhibitor dalam larutan uji di lingkungan gas CO₂ jenuh bersuhu 65 °C. Nilai potensial sirkuit terbuka atau potensial korosi bebas tanpa penambahan inhibitor cenderung bergerak ke arah negatif atau mengindikasikan bahwa baja aktif terkorosi. Lonjakan puncak-puncak nilai potensial terjadi diindikasikan

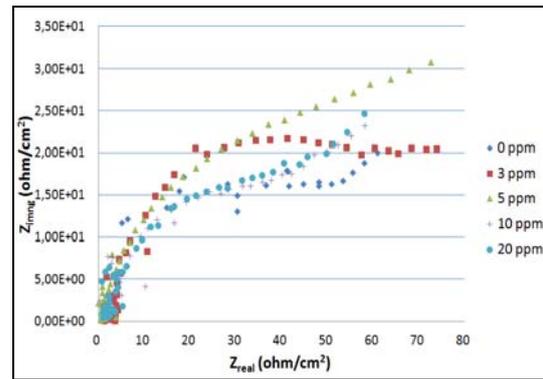
proses pasivasi dan de-pasivasi secara kontinyu, walaupun terus bergerak aktif. Disisi lain, penambahan inhibitor 3 ppm dan 5 ppm memberikan dampak nilai potensial korosi bebas bergerak menuju arah positif, dimana indikasi proses pasivasi terjadi. Pada penambahan inhibitor sekitar 3 ppm dan 5 ppm, tidak terdapat lonjakan puncak-puncak dikarenakan lapisan stabil di permukaan baja dimungkinkan terjadi.



Gambar 7. Kurva hubungan nilai potensial korosi bebas melalui fungsi waktu ekspos tanpa dan dengan inhibitor dalam larutan uji di lingkungan gas CO₂ jenuh bersuhu 65 °C

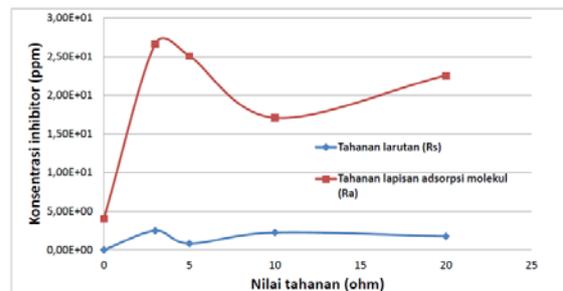
Gambar 8 memperlihatkan diagram Nyquist dalam larutan uji yang mengandung gas CO₂ jenuh, dengan dan tanpa penambahan variasi konsentrasi inhibitor (3, 5, 10, 20 ppm) bersuhu 65 °C. Pada diagram Nyquist, komponen riil (Z_{real}) dan imajiner pada nilai kompleks impedansi Z diplot sebagai lingkaran semi (lingkaran kapasitansi) dimana keberadaan kinerja inhibitor ditandai dengan diameter yang lebih besar dibandingkan tanpa inhibitor^[1]. Interpretasi yang diusulkan oleh Alvaroz-Manzo dkk^[1], sama dengan kinerja inhibitor berbasis garam imidazolin.

Pada penelitian ini, penambahan inhibitor meningkatkan diameter semi lingkaran semakin besar hingga 20 ppm dibandingkan tanpa inhibitor. Secara umum, ini dapat dijelaskan bahwa jumlah elektron-elektron atau ion-ion mengalir melalui antar muka sangat kecil, dimana tingkat nilai impedansi yang besar menimbulkan penurunan aktivitas antarmuka, sehingga laju korosi semakin turun^[16]. Gambar 9 memperlihatkan kurva hubungan konsentrasi inhibitor dengan fungsi nilai tahanan larutan dan tahanan lapisan adsorpsi molekul inhibitor dalam lingkungan gas CO₂ jenuh bersuhu 65 °C.



Gambar 8. Diagram Nyquist dalam larutan uji yang mengandung gas CO₂ jenuh, tanpa dan dengan variasi konsentrasi inhibitor (3, 5, 10, 20) ppm bersuhu 65 °C

Penambahan inhibitor imidazolin meningkatkan nilai tahanan larutan dari 5,36 x 10⁻⁶ ohm (0 ppm) hingga 2,492 ohm (3 ppm) dan mengalami penurunan sekitar 1,77 ohm (20 ppm). Di sisi lain, nilai tahanan lapisan adsorpsi molekul dengan penambahan inhibitor meningkat dibandingkan kondisi tanpa inhibitor. Indikasi keberadaan molekul inhibitor berbasis imidazolin teradsorpsi dapat menurunkan aktifitas reaksi elektrokimia di permukaan baja dengan bukti penurunan laju korosi, peningkatan efisiensi inhibitor, pergeseran nilai potensial korosi bebas ke arah positif dan peningkatan tahanan lapisan adsorpsi.

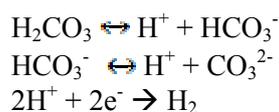


Gambar 9. Kurva hubungan konsentrasi inhibitor dengan fungsi nilai tahanan larutan dan tahanan lapisan adsorpsi molekul inhibitor dalam lingkungan gas CO₂ jenuh bersuhu 65 °C

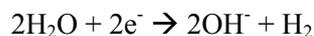
D. Mekanisme Kerja Inhibitor Berbasis Imidazolin

Korosi larutan yang diakibatkan keberadaan gas CO₂ terjadi ketika terlarut di dalam air terhidrasi membentuk asam karbonik, dimana hal tersebut meningkatkan nilai laju korosi^[17]. Kondisi ini sama dengan larutan uji *brine water*, dengan nilai laju korosi yang tinggi hingga 77 mpy. Salah satu pendekatan korosi CO₂, reaksi katodik yang dominan adalah reduksi ion hidrogen, dimana ion hidrogen

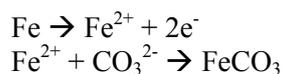
disuplai dari reaksi disosiasi asam lemah H_2CO_3 ^[18]:



dan reduksi air



selama proses anodik, tanpa penambahan inhibitor, besi akan teroksidasi dan membentuk lapisan besi karbonat.



Lapisan *scale* besi karbonat (FeCO_3) yang terbentuk di permukaan baja sebenarnya dapat meningkatkan ketahanan pada korosi^[19]. Namun El-lateef^[8] menjelaskan bahwa pada rentang temperatur antara 60-100 °C, laju korosi dikontrol oleh proses dimana lapisan FeCO_3 mengalami pelarutan kimia dan mudah menyerap. Ini berarti bahwa pada aplikasi migas, kondisi *brine water* bersuhu 65 °C dapat meningkatkan kerentanan terhadap korosi pada baja, terlepas dari parameter keberadaan H_2S , korosi mikroba, dan sebagainya.

Senyawa imidazolin yang digunakan dalam penelitian ini termasuk dalam inhibitor korosi dengan mekanisme kerja secara adsorpsi^[20], dimana inhibitor adsorpsi mengurangi laju korosi berdasarkan polarisasi dari logam dengan membentuk lapisan tipis^[21]. Teori yang umum menjelaskan mekanisme imidazolin sebagai inhibitor menyatakan bahwa elektron bebas dari gugus amina pada sisi aktif (R_2) yang menjalankan peran sebagai molekul yang mengadsorpsi dan berikatan dengan permukaan logam. Rantai panjang hidrokarbon (R_2) merupakan gugus hidrofobik dan menjadi jembatan molekul pada permukaan sebagai barrier pada air dan produk korosi. Pada kasus adsorpsi ke permukaan logam yang mengandung orbital d tak penuh, inhibitor organik seperti imidazolin akan menjadi donor dan ion logam bertindak sebagai akseptor proton. Kekuatan adsorpsi yang terjadi tergantung pada densitas elektronik adsorpsi^[22].

Penambahan inhibitor lebih dari 20 ppm dari penelitian menunjukkan bahwa laju korosi semakin naik dan menyebabkan turunnya efisiensi inhibitor. Porcayo-CalCalderon, dkk^[23] menjelaskan adanya penambahan adsorpsi

inhibitor berlebih akan menyebabkan terjadinya energi penolakan secara elektrostatis, dimana hal ini akan menginisiasi desorpsi dari molekul inhibitor. Energi tersebut dapat menyebabkan munculnya sisi tidak terlindungi dari logam yang tentunya akan menyebabkan terjadinya korosi.

4. KESIMPULAN

Penambahan inhibitor *imidazoline salt* dapat menurunkan laju korosi, menaikkan efisiensi inhibitor dan menaikkan tahanan lapisan adsorpsi molekul. Penurunan laju korosi optimal terjadi pada rentang penambahan inhibitor antara 3 ppm hingga 20 ppm, dimana penambahan inhibitor melebihi 20 ppm dapat menaikkan laju korosi dan menurunkan efisiensi inhibitor.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI yang telah memberikan dana kegiatan Kompetensi Inti tahun 2015 sehingga penelitian ini bisa berlangsung. Penulis juga mengapresiasi kepada salah satu aplikator industri minyak bumi untuk memberikan akses lapangan dan bahan larutan uji.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] R. Álvarez-Manzo, J. Mendoza-Canales, S. Castillo-Cervantes, and J. Marín-Cruz, "Studies on the Development of New Efficient Corrosion Inhibitors for Crude Oil Pipelines: Electrochemical Impedance Spectroscopy Results for 1,8-Naphthyridines," *Journal of Mexican Chemical Society*, Vol. 57(1), pp. 30-35, 2013.
- [2] L.M. Rivera-Grau, M. Casales, I. Regla, D. M. Ortega-Toledo, J.G. Gonzalez-Rodriguez, L. Martinez Gomez, "CO2 Corrosion Inhibition by Imidazoline Derivatives Based on Coconut Oil," *International Journal of Electrochemical Science*, Vol. 7, pp. 13044-13057, 2012.
- [3] X.Jiang, Y.G.Zheng, D.R.Qu and W.Ke, "Effect of calcium ions on pitting corrosion and inhibition performance in CO₂ corrosion of N80 steel," *Corrosion Science* 48(10): 3091-3108, 2006.
- [4] T.Hong, Y.H.Sun and W.P. Jepson, "Study on corrosion inhibitor in large pipelines under multiphase flow using EIS," *Corrosion Science*, Vol. 44(1), pp. 101-112, 2002.

- [5] F.Bentiss, M. Lagrenee, M.Traisnel and J.C. Hornez, "The corrosion inhibition of mild steel in acidic media by a new triazole derivative," *Corrosion Science.*, Vol. 41(4), pp. 789-803, 1999.
- [6] ASTM G5-94, "Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurement", 2011.
- [7] ASTM G106 – 89, "Standard Practice for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurements", 2015
- [8] H.M. Abd El-Lateef, V.M. Abbasov, L.I. Aliyeva and T.A. Ismayilov, "Corrosion Protection of Steel Pipelines Against CO2 Corrosion-A Review," *Chemistry Journal.*, Vol. 2(2), pp. 52-63, 2012.
- [9] Osokogwu, U., Oghenekaro .E, "Evaluation of Corrosion Inhibitors Effectiveness in Oilfield Production Operations," *International Journal of Scientific & Technology Research.*, Vol. 1(4), pp. 19-23, 2012.
- [10] A.Khavasfar, M. H.Moayed and A.H. Jafari, "An Investigation on the Performance of an Imidazoline Based Commercial Corrosion Inhibitor on CO2 Corrosion of Mild Steel," *IJE Transactions A:Basic.*, Vol. 20(1), pp 35-44, 2007.
- [11] P.R. Roberge, "Handbook of Corrosion Engineering," New York: McGraw-Hill, pp.835, 1999.
- [12] T. Sethi, A. Chaturvedi, R.K. Upadhyay and S.P. Mathur, "Corrosion Inhibitory Effects of Some Schiff's Bases on Mild Steel in Acid Media," *Journal of the Chilean Chemical Society.*, Vol. 52(3), pp. 1206-1213, 2007.
- [13] S. Mohammadi, F.B. Ravari, and A. Dadgarinezhad, "Improvement in Corrosion Inhibition Efficiency of Molybdate-Based Inhibitors via Addition of Nitroethane and Zinc in Stimulated Cooling Water," *ISRN Corrosion.*, Article ID 515326, 2012.
- [14] Wang, B. , Du, M, "Electrochemical and surface analysis studies on corrosion inhibition of Q235 steel by imidazoline derivative against CO2 corrosion," *Corrosion Science.*, Vol. 53, pp. 353–361, 2011.
- [15] Zhang, J., Gong, X.L., Yu, H.H., Du, M, "The inhibition mechanism of imidazoline phosphate inhibitor for Q235 steel in hydrochloric acid medium," *Corrosion Science.*, Vol. 53, pp. 3324–3330, 2011.
- [16] P. C. Lin, I. W Sun, J.K Chang, C.J Su, Jing-C. Lin, "Corrosion characteristics of nickel, copper, and stainless steel in a Lewis neutral chloroaluminate ionic liquid," *Corrosion Science.*, Vol. 53(12): pp. 4318-4323, 2011.
- [17] S. Nestic, B.F.M.Pots, J. Postlethwaite and N.Thevenot, "Superposition of Diffusion and Chemical Reaction Controlled Limiting Currents- Application to CO2 Application," Technical report., Institute for Energy Technology, pp. 1-9.
- [18] Teresa E. Perez, "Corrosion in the Oil and Gas Industry: An Increasing Challenge for Materials," *JOM.*, Vol. 65, 2013.
- [19] A. J. Szyprowski, 2003, "Methods of Investigation on Hydrogen Sulfide Corrosion of Steel and Its Inhibitors," *Corrosion.*, Vol. 59(1), pp. 68-81, 2013.
- [20] Anbarasi, M., Rajendran, M., Pandiarajan, M., dan Krishnaveni, A, "An Encounter with Corrosion Inhibitors," *Eur. Chem. Bull.*, Vol. 2(4), pp. 197-207, 2013.
- [21] Fei, F., Hu, J., Wei, J., Yu, Q., Chen, Z, "Corrosion performance of steel reinforcement in simulated concrete pore solutions in the presence of imidazoline quaternary ammonium salt corrosion inhibitor," *Construction and Building Materials.*, Vol. 70, pp. 43–53, 2014.
- [22] Topilnitskij, P, "Corrosion Protection of Oil Production and Refinery Equipment," *Chemistry and Chemical Tech.*, Vol. 1(1), pp. 45-54, 2007.
- [23] Porcayo-Calderon, J., Regla, I., Vazquez-Velez, E., Martinez de la Escalera, L.M., Canto, J., and Casales-Diaz, M, "Effect of the Saturation of the Hydrocarbon Chain of Fatty-Amides on the CO2 Corrosion of Carbon Steel Using EIS and Real Time Corrosion Measurement," *Journal of Spectroscopy.*, Vol. 1-13, 2015.



KARAKTERISASI STRUKTUR COATING Fe-25Al YANG DIFABRIKASI DENGAN METODE PADUAN MEKANIK

Khoirun Nisa^{1,b}, Didik Aryanto^{a*}, Toto Sudiro^a, Perdamean Sebayang^a, Mahardika P. Aji^b

^aHigh Temperature Materials and Coating Research Group, Pusat Penelitian Fisika-LIPI Gedung 440-442, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan 15314, Banten, Indonesia

^bJurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang Gunungpati, Semarang 50229 Jawa Tengah, Indonesia

E-Mail: *didi027@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 13-06-2016, revisi tanggal : 31-08-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 31-08-2016

Intisari

Coating Fe-25Al telah dipreparasi di atas substrat baja karbon rendah dengan menggunakan metode paduan mekanik. Struktur dari coating Fe-25Al sebelum dan setelah diberi perlakuan panas pada 600 °C, 700 °C, dan 800 °C dipelajari dengan menggunakan karakterisasi XRD (X-ray diffraction), SEM (scanning electron microscopy) dan EDX (energy disperse X-ray) untuk mengetahui morfologi dari penampang melintang coating Fe-25Al setelah proses paduan mekanik. Hasil dari SEM, EDX dan XRD menunjukkan bahwa Fe-25Al telah terdeposisi seragam pada substrat baja karbon rendah. Coating Fe-25Al yang terbentuk memiliki fasa solid solution Fe(Al). Perlakuan panas menyebabkan perubahan fasa pada coating Fe-25Al, dimana terbentuk fasa Fe₃Al dengan orientasi bidang (110), (200) dan (211). Proses difusi optimum terjadi pada suhu 600 °C yang ditunjukkan dengan peningkatan ukuran butir, diikuti dengan berkurangnya densitas dislokasi dan regangan kisi. Meningkatnya suhu pada perlakuan panas menyebabkan perubahan parameter struktur seperti parameter kisi, ukuran kristal, regangan kisi dan kerapatan dislokasi. Dalam pekerjaan ini, perlakuan panas pada coating Fe-25Al mempengaruhi perubahan cacat kristal seperti batas butir, kekosongan dan dislokasi. Hal tersebut berakibat pada perubahan regangan kisi dan ukuran kristal dari coating Fe-25Al.

Kata Kunci: Coating Fe-25Al, SEM, XRD, Ukuran kristal, Dislokasi

Abstract

Fe-25Al coating has been prepared on low carbon steel substrate by using a mechanical alloying technique. Structure of Fe-25Al coating before and after heat treatment at 600, 700, and 800 °C was studied by using XRD (x-ray diffraction) characterization. SEM (scanning electron microscopy) and EDX (energy disperse x-ray) were used to identified the morphology of cross-section of Fe-25Al coating after mechanical alloying process. The result of SEM, EDX and XRD showed that the Fe-25Al deposited uniformly on low carbon steel. The Fe-25Al coating formation has a solid solution Fe(Al) phase. Heat treatment caused the changing in the phase of Fe-25Al coating, where the Fe₃Al phase with orientation of (110), (200) and (211) plane was formed. The optimum of diffusion process was occurs at temperature of 600 °C which was indicated by the increasing in the crystalline size and followed by the decreasing in the dislocation density and lattice strain. Increasing temperature on the heat treatment caused the changing in the structure parameter, such as lattice parameter, crystalline size, lattice strain and dislocation density. In this work, heat treatment on the Fe-25Al coating influenced the changing in crystal defect such as grain boundaries, vacancy and dislocation. It affected the changes of lattice strain and crystalline size of Fe-25Al coating.

Keywords: Fe-25Al coating, SEM, XRD, Crystalline size, Dislocation

1. PENDAHULUAN

Baja karbon rendah memiliki peranan penting dalam aplikasi struktural karena biaya

yang lebih rendah daripada *high-alloy steels*^[1] dan sifat mekaniknya yang baik^[2]. Namun, baja karbon rendah tidak dapat digunakan

untuk aplikasi ketahanan oksidasi, khususnya di lingkungan oksidasi pada suhu tinggi. Hal tersebut menjadi salah satu faktor yang membatasi untuk aplikasi yang lebih luas. Banyak penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan ketahanan terhadap oksidasi baja karbon rendah, khususnya penerapan logam lainnya di permukaan (*coating*). Bahan yang biasa digunakan sebagai *coating* pada permukaan baja karbon rendah adalah aluminium (Al)^[3-4], karena dapat membentuk lapisan alumina (Al₂O₃) yang memiliki ketahanan korosi sangat baik^[1].

Pada beberapa dekade terakhir, kombinasi unsur besi (Fe) dan Al telah diaplikasikan dalam teknologi *coating*. Kombinasi Fe-Al diharapkan dapat membentuk intermetalik Fe-Al untuk diaplikasikan sebagai *coating* pada suhu tinggi. Pabrikasi dan karakteristik *coating* intermetalik berbasis Fe-Al menggunakan berbagai teknik telah banyak dipelajari^[5-9]. Hal ini karena densitas rendah, kekuatan spesifik tinggi, kekakuan spesifik tinggi, suhu lebur tinggi, konduktivitas termal tinggi, serta ketahanan oksidasi dan korosi yang sangat baik^[10]. Meskipun demikian, intermetalik Fe-Al memiliki kelemahan seperti keuletan rendah pada suhu kamar, kesulitan pengolahan dan kekuatan *creep* rendah di atas suhu 600 °C^[11]. Hal tersebut membatasi aplikasi dari intermetalik Fe-Al. Penelitian yang dilakukan oleh Průša et al.,^[12] menunjukkan bahwa pengurangan ukuran butir dalam rentang nanometer dapat meningkatkan sifat mekanik dan fisik. Dengan demikian, pengurangan ukuran butir ke sub-mikrometer atau nano-kristal pada material awal *coating* sangat diperlukan untuk meningkatkan sifat mekanik dan fisiknya.

Paduan mekanik adalah salah satu teknik *top-down* yang digunakan untuk mengurangi ukuran butir dari material. Teknik ini merupakan teknik yang sederhana dan efisien untuk membuat serbuk ultra halus dan seragam dalam ukuran nano. Teknik paduan mekanik telah digunakan untuk persiapan intermetalik, *solid solution* dan fasa amorf dari serbuk dalam proses pembuatan paduan^[13-16]. Beberapa tahun terakhir ini, teknik paduan mekanik digunakan untuk membuat *coating* pada berbagai substrat logam^[1,2,17-19]. Bagaimanapun, belum ada pekerjaan yang melaporkan tentang pabrikasi *coating* intermetalik Fe-25Al dengan material awal unsur Fe dan Al serta efek dari perlakuan panas. Pada artikel ini, *coating* intermetalik Fe-25Al difabrikasi dengan menggunakan teknik

paduan mekanik dan dipelajari efek perlakuan panas terhadap struktur *coating* Fe-25Al.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

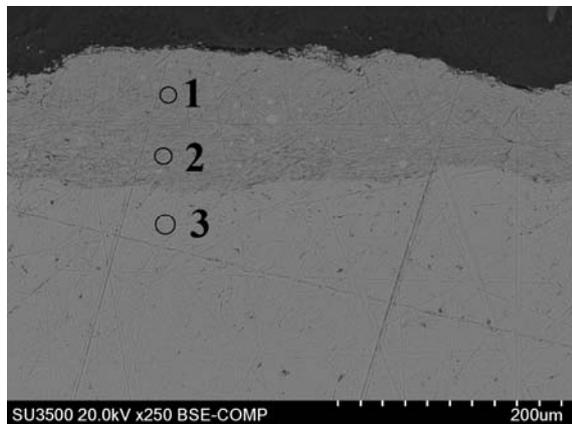
Komersial serbuk Fe (kemurnian 99,5%) dan Al (kemurnian 99,5%) digunakan sebagai material awal untuk pabrikasi *coating* intermetalik Fe-25Al. Pelat baja karbon rendah dengan dimensi 10×8×3 mm³ digunakan sebagai substrat. Sebelum proses *coating* dengan menggunakan teknik paduan mekanik, substrat dipoles secara mekanik menggunakan kertas SiC sampai tingkat No.1200. Selanjutnya, dibersihkan dengan standar pembersihan yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor dari permukaan substrat dan setelah itu dikeringkan dengan semprotan udara.

Coating intermetalik Fe-25Al difabrikasi dengan menggunakan *high speed shaker mill* dengan frekuensi osilasi 700/min. Langkah pertama, serbuk Fe (75 at.%) dan Al (25 at.%) dimasukkan ke dalam 125 mL *vial grinding* dengan bola *grinding stainless-steel* (Ø= 4 mm). Perbandingan berat bola dan serbuk adalah 10:1. Setelah itu, serbuk dicampur-aduk dengan teknik paduan mekanik selama 1 jam. Selanjutnya, beberapa plat baja karbon rendah dimasukkan ke dalam *vial grinding* tersebut dan dilakukan *milling* selama 1 jam. *Coating* intermetalik Fe-25Al selanjutnya dianiling pada suhu 600 °C, 700 °C, dan 800 °C di dalam pemanas vakum Zhenzhou Brother Type XD-1400S. Sampel diberi perlakuan panas selama 2 jam pada tekanan vakum 5,6 Pa. Transformasi fasa dan perubahan struktur dari *coating* intermetalik Fe-Al dipelajari dengan menggunakan XRD produk Rigaku Smart Lab dengan target Cu-K_α (λ=1.5406 Å). Struktur parameter seperti koefisien tekstur, ukuran kristal, regangan kisi dan kerapatan dislokasi dihitung dari data XRD (*x-ray diffraction*). Morfologi penampang lintang dan distribusi unsur pada *coating* Fe-25Al setelah proses paduan mekanik dipelajari dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*) yang terintegrasi dengan EDX (*energy disperse x-ray*) produk Hitachi High-Tech Co. Ltd, Japan.

3. HASIL DAN DISKUSI

Gambar 1 menunjukkan citra SEM dari struktur penampang lintang *coating* Fe-25Al di atas substrat baja karbon rendah. Terlihat jelas bahwa *coating* Fe-25Al telah terdeposisi di atas permukaan baja karbon rendah. *Coating* Fe-

25Al memiliki struktur padat dengan permukaan yang tidak rata. Pengelasan dingin (*cold welding*) antara partikel Fe-25Al dan substrat baja karbon rendah setelah tumbukan bola yang berulang-ulang menyebabkan pada pembentukan lapisan *coating* ^[1].



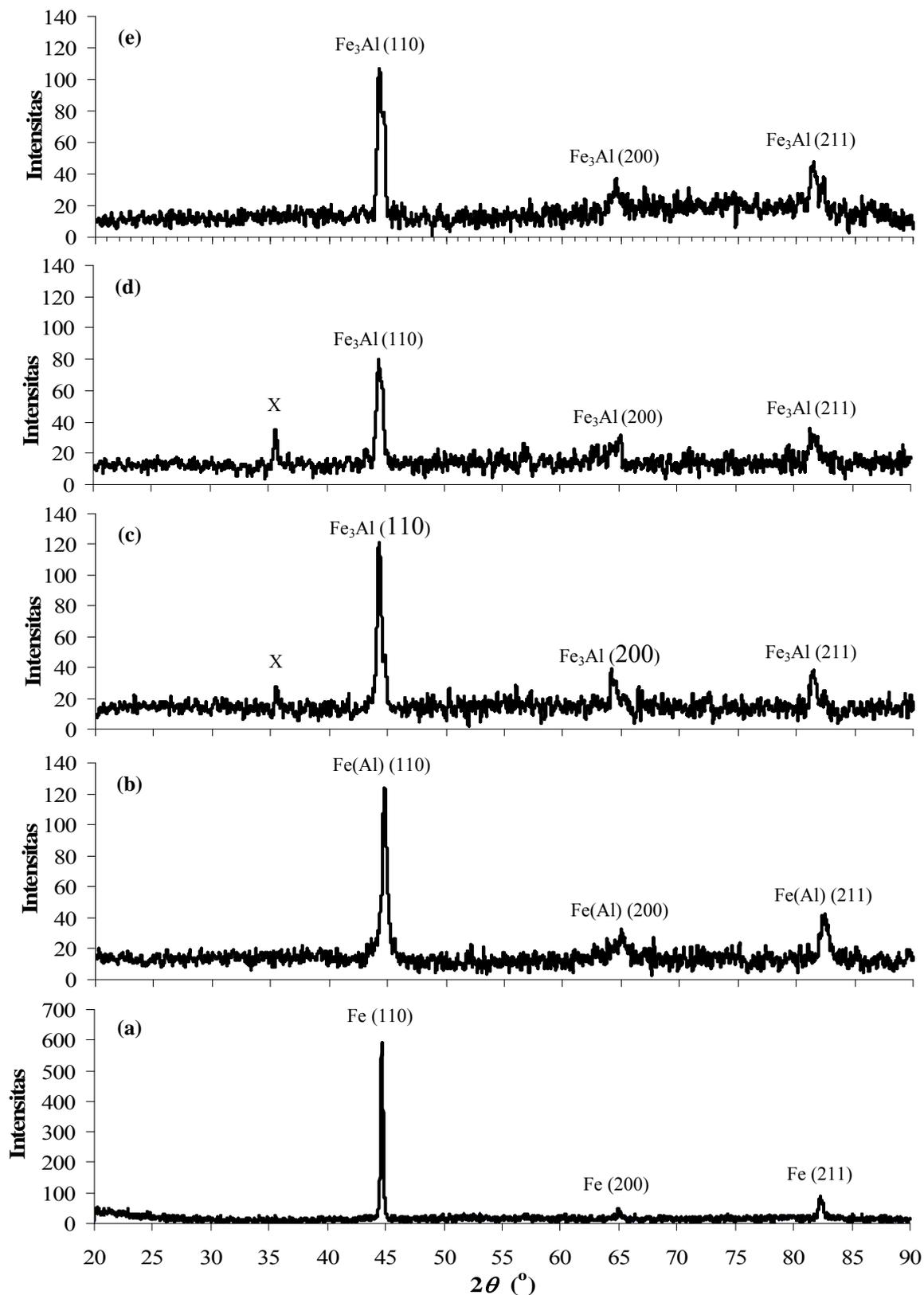
Gambar 1. Citra SEM dari penampang lintang *coating* Fe-25Al di atas baja karbon rendah

Pada Gambar 1 juga terlihat daerah antarmuka antara substrat dan lapisan *coating* tidak terdapat cacat atau retakan. Hasil ini mengindikasikan bahwa lapisan *coating* dan substrat memiliki ikatan yang kuat. Transformasi atom Fe-25Al dari antarmuka ke dalam permukaan baja karbon rendah sebagai efek tumbukan (*mechanical interdiffusion*) ^[20] diyakini sebagai penyebab ikatan yang baik di daerah antarmuka antara *coating* dan substrat. Pengamatan lebih detail dari hasil SEM yang dikombinasi dengan hasil EDX menunjukkan bahwa lapisan *coating* memiliki rata-rata komposisi unsur Fe dan Al masing-masing sekitar 75 dan 25 atomik persen.

Tabel 1. Komposisi unsur dari analisis EDX pada *coating* Fe-25Al di atas baja karbon rendah

| Posisi titik | Persen atomik (at.%) | |
|--------------|----------------------|-------|
| | Fe | Al |
| 1 | 76,69 | 23,31 |
| 2 | 70,36 | 29,64 |
| 3 | 100 | 0 |

Hasil ini mengindikasikan bahwa *coating* yang terdeposisi memiliki komposisi sesuai dengan komposisi serbuk awal yaitu 75% atom Fe dan 25% atom Al. Gambar 2 menunjukkan pola XRD yang mengilustrasikan perubahan struktur sebagai efek dari perlakuan panas selama 2 jam dengan suhu 600 °C, 700 °C dan 800 °C. Pada Gambar 2(a) juga ditunjukkan pola XRD dari pelat baja karbon rendah sebagai pembanding. Terlihat jelas pada Gambar 2(a), pelat baja karbon rendah memiliki puncak difraksi yang tajam dengan puncak sempit. Setelah perlakuan paduan mekanik, puncak baja karbon rendah bergeser sedikit ke sudut yang lebih besar (seperti ditunjukkan pada Gambar 2(b)). Selain itu, puncak difraksinya menjadi lebar dan berkurang intensitasnya. Hal ini mengindikasikan bahwa *coating* Fe-25Al telah terdeposisi pada permukaan (seperti ditunjukkan pada hasil karakterisasi SEM) dan terbentuknya Fe(Al) solid solution. Pencampuran serbuk Fe-25Al dengan teknik paduan mekanik sebelum proses *milling* menyebabkan atom Al *dissolved* di dalam kisi Fe ^[15], sehingga pada akhir proses paduan mekanik menghasilkan *coating* Fe(Al) solid solution. Hasil XRD dari *coating* Fe-25Al setelah diberi perlakuan panas 600 °C, 700 °C dan 800 °C (Gambar 2(c)-2(e)) menunjukkan terbentuknya fasa Fe₃Al yang ditandai dengan puncak difraksi sudut 2θ sekitar 44,3°; 64,6° dan 81,3°. Sudut-sudut tersebut secara berurutan menunjukkan orientasi kristal (110), (200) dan (211). Pada *coating* Fe-25Al setelah diberi perlakuan panas 600 °C dan 700 °C terdapat puncak yang tidak teridentifikasi di sekitar sudut 35,4°, namun puncak tersebut tidak muncul pada perlakuan panas 800 °C. Berdasarkan hasil XRD, semua sampel *coating* Fe-25Al setelah diberi perlakuan panas (600-800 °C) membentuk fasa Fe₃Al dengan struktur kubik.



Gambar 2. Pola XRD dari (a) *low carbon steel*, (b) *coating* Fe-25Al sebelum diberi perlakuan panas, (c) *coating* Fe-25Al setelah diberi perlakuan panas pada 600 °C, (d) Pada 700 °C, dan (e) Pada 800 °C

Analisis lebih lanjut dari hasil XRD menunjukkan bahwa orientasi pertumbuhan kristal yang disukai adalah sepanjang bidang (200). Orientasi kristal yang disukai (*preferred orientations*) dari lapisan *coating* Fe-25Al

dievaluasi dengan koefisien tekstur (*TC*), yang dihitung menggunakan persamaan (1).

$$TC = \left(\frac{I_{(hkl)} / I_{r(hkl)}}{\left[\frac{1}{n} \sum I_{(hkl)} / I_{r(hkl)} \right]} \right) \quad (1)$$

dimana, $I_{(hkl)}$, n , dan $I_{r(hkl)}$ secara berurutan adalah intensitas XRD dari pengukuran, jumlah refleksi dalam pola XRD dan intensitas dari referensi (ICDD-04-001-8564).

Tabel 2. Koefisien tekstur dan parameter kisi dari *coating* Fe-25Al

| Suhu anil (°C) | Koefisien teksur (TC) | | | Parameter kisi (a) Å | | |
|----------------------|-----------------------|-------|-------|----------------------|-------|-------|
| | (110) | (200) | (211) | (110) | (200) | (211) |
| 27 | 0,46 | 1,47 | 1,07 | 2,869 | 2,868 | 2,869 |
| 600 | 0,54 | 1,57 | 0,89 | 2,897 | 2,899 | 2,899 |
| 700 | 0,42 | 1,68 | 0,80 | 2,878 | 2,869 | 2,896 |
| 800 | 0,43 | 1,39 | 1,18 | 2,883 | 2,884 | 2,899 |

Detail hasil perhitungan disajikan pada Tabel 2. Berdasarkan hasil tersebut, parameter kristal seperti ukuran kristal, regangan kisi dan kerapatan dislokasi dari lapisan *coating* Fe-25Al dihitung dari puncak difraksi (200). Sedangkan parameter kisi (a) untuk struktur kubik ditentukan dengan persamaan (2)^[21], dan untuk masing-masing bidang orientasi ditampilkan pada tabel 2.

$$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta} \quad (2)$$

dimana, θ adalah sudut Bragg's dan ($h k l$) adalah bidang orientasi kristal. Terlihat jelas nilai dari parameter kisi pada penelitian ini berubah dengan perubahan suhu pada perlakuan panas. Nilai rata-rata parameter kisi pada *coating* Fe-25Al sebelum dan sesudah perlakuan panas di atas 600 °C lebih kecil jika dibandingkan dengan nilai referensi ($a = 2,895$ Å, ICDD-04-001-8564). Sedangkan, *coating* Fe-25Al setelah mendapat perlakuan panas 600 °C memiliki nilai rata-rata parameter kisi yang lebih besar dari referensi. Variasi nilai parameter kisi dikarenakan adanya cacat kisi (dislokasi) yang menyebabkan bidang regangan di perbatasan butir^[22]. Selain itu, ketidakcocokan dalam volume atom mempengaruhi pada meningkat atau menurunnya parameter kisi^[23].

Ukuran kristal (D) dari *coating* Fe-25Al diperkirakan dengan menerapkan persamaan Scherer (3)^[24]

$$D = \frac{0.9 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3)$$

dimana λ adalah panjang gelombang dari XRD (1,5406 Å), θ adalah sudut Bragg's dan β adalah lebar penuh dari setengah puncak maksimum (FWHM). Hasil perhitungan

ditunjukkan pada Gambar 3. Peningkatan ukuran kristal yang signifikan terjadi ketika *coating* Fe-25Al diberi perlakuan panas 600 °C. Mekanisme penghalusan dari mikrostruktur selama proses *milling* diatur oleh deformasi plastik dari partikel serbuk yang terdeposisi pada substrat, sehingga perlakuan panas pada lapisan *coating* Fe-25Al menyebabkan pertumbuhan butir. Sejumlah besar energi yang tersimpan pada batas butir ketika mendapat tambahan energi panas akan memudahkan penggabungan butir kecil menjadi butir ukuran besar^[25], yang berakibat pada peningkatan ukuran kristal. Hasil yang sama ditunjukkan pada perlakuan panas pada *coating* NiAl oleh Mohammadnezhad et al.^[25], proses difusi optimum terjadi pada suhu pemanasan 600 °C. Pada Gambar 3 juga ditunjukkan hasil yang sangat berbeda ketika *coating* Fe-25 Al diberikan perlakuan panas di atas 600 °C, dimana ukuran kristal tidak jauh berbeda dengan sebelum mendapat perlakuan panas. Hal ini belum diketahui penyebabnya secara pasti, namun mungkin disebabkan suhu yang diterapkan lebih tinggi dari titik leleh aluminium. Unsur aluminium dalam *coating* Fe-25Al diprediksi berdifusi lebih ke dalam substrat Fe. Hal tersebut menyebabkan cacat kisi yang mempengaruhi besar-kecilnya regangan kisi pada lapisan *coating* Fe-25Al.

Regangan kisi (ε) pada *coating* Fe-25Al dihitung dengan menggunakan persamaan (4)

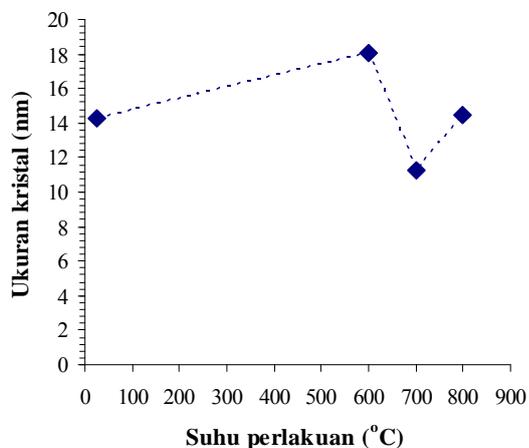
$$\varepsilon = \frac{\beta}{(4 \tan \theta)} \quad (4)$$

Regangan kisi mempengaruhi kerapatan dislokasi (ρ), besarnya kerapatan dislokasi dapat diestimasi dari persamaan (5)^[26-27]

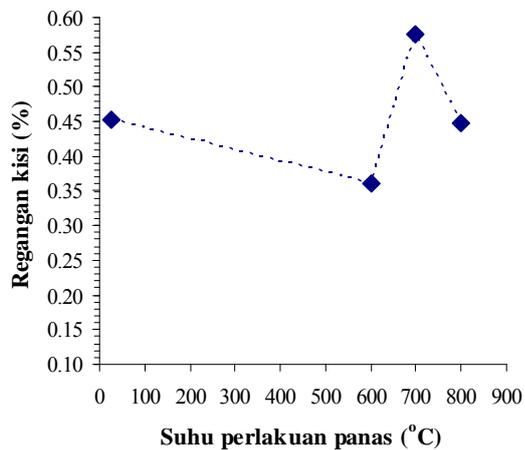
$$\rho = \frac{2\sqrt{3}}{D b} \varepsilon \quad (5)$$

dimana b adalah vector burgers, dan hubungan hasil regangan kisi dan kerapatan dislokasi terhadap suhu perlakuan panas ditunjukkan pada Gambar 3. Perlakuan panas 600 °C menyebabkan penurunan densitas dislokasi yang diikuti dengan berkurangnya regangan kisi. Sedangkan densitas dislokasi dan regangan kisi meningkat ketika suhu perlakuan panas 700 °C dan 800 °C. Selama perlakuan panas 600 °C, gerakan cacat kekosongan (produk selama *mechanical alloying*) di dalam kisi menyebabkan penataan kembali dari struktur dan berakibat pada berkurangnya jumlah cacat kisi^[28]. Hal itu mengurangi regangan kisi. Namun berbeda ketika suhu perlakuan panas di

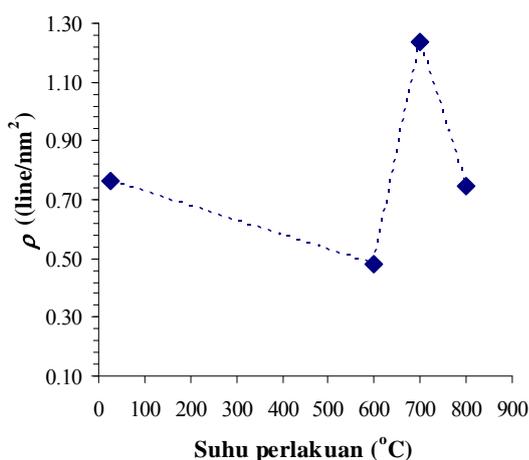
atas 600 °C, dimana diprediksi terjadi pergerakan unsur aluminium yang lebih ke dalam dan menyebabkan dislokasi dan cacat kisi yang lain. Hal tersebut ditunjukkan dengan meningkatnya regangan kisi (ditunjukkan pada Gambar 3).



(a)



(b)



(c)

Gambar 3. (a) Ukuran kristal, (b) Regangan kisi, dan (c) Kerapatan dislokasi dari *coating* Fe-25Al sebagai fungsi suhu perlakuan panas

Peningkatan kerapatan dari cacat kisi seperti batas butir, kekosongan dan dislokasi mempengaruhi peningkatan regangan kisi^[25].

4. KESIMPULAN

Karakterisasi struktur dengan menggunakan SEM dan XRD telah dilakukan pada *coating* Fe-25Al yang dideposisikan di atas baja karbon rendah dengan metode paduan mekanik. Hasil SEM dari penampang lintang menunjukkan bahwa lapisan *coating* Fe-25Al telah terdepositasi pada permukaan baja karbon rendah. *Coating* Fe-25Al memiliki ikatan yang baik dengan substrat dan unsur Fe dan Al terdistribusi secara homogen. Hasil tersebut dikuatkan dengan hasil karakterisasi XRD, dimana setelah proses *milling* terbentuk lapisan *coating* dengan fasa *solid solution* Fe(25Al) dan distribusi komposisi yang seragam. Perlakuan panas pada *coating* Fe-25Al menyebabkan perubahan fasa dari *solid solution* Fe(Al) menjadi fasa Fe₃Al. Analisis lanjut dari data XRD menunjukkan peningkatan suhu pada perlakuan panas mengakibatkan perubahan parameter kristal seperti parameter kisi, ukuran kristal, regangan kisi dan kerapatan dislokasi. Berdasarkan hasil penelitian ini, perlakuan panas dengan suhu yang tepat sangat diperlukan untuk mengurangi cacat kristal (batas butir, kekosongan dan dislokasi) pada *coating* Fe-25Al dengan menggunakan metode paduan mekanik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih, penulis sampaikan kepada Group Penelitian *High Temperature Materials and Coating*-Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI yang telah memfasilitasi sarana dan prasarana dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Canakci, F. Erdemir, T. Varol, and S. Ozkaya, "Formation of Fe-Al intermetallic coating on low carbon steel by a novel mechanical alloying technique," *Powder Technology*, vol. 247, pp. 24-29, Oct. 2013.
- [2] T. Sudiro, P. Sebayang, D. Aryanto, A. I. J. Hia, and K. Sebayang, "Structure and hardness characteristics of 50Cr-50Al coating prepared by a mechanical alloying technique: effects of heat treatment temperature," *Teknologi Indonesia*, vol. 38, pp. 156-162, 2015.
- [3] N. Rosita, T. Sudiro, D. Aryanto dan M. P. Aji, "Studi x-ray diffractometry pada

- struktur coating aluminium yang dipreparasi dengan metode mechanical alloying,” *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 17, hal. 15-21, Okt. 2015.
- [4] F. Ahnia, and B. Demri, “Evaluation of aluminium coatings in simulated marine environment,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 220, pp. 232-236, Apr. 2013.
- [5] N. Cinca, S. Dosta, and J. M. Guilemany, “Nanoscale characterization of FeAl-HVOF coatings,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, pp. 967-973, Nov. 2010.
- [6] A. Senderowski, Z. Bojar, W. Wołczyński, A. Pawłowski, “Microstructure characterization of D-gun sprayed Fe–Al intermetallic coatings,” *Intermetallics*, vol. 18, pp. 1405-1409, Jul. 2010.
- [7] G.-J. Yang, H.-T. Wang, C.-J. Li, C.-X. Li, “Effect of annealing on the microstructure and erosion performance of cold-sprayed FeAl intermetallic coatings,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, pp. 5502-5509, Sept. 2011.
- [8] N. Takata, M. Nishimoto, S. Kobayashi, and M. Takeyama, “Morphology and formation of Fe-Al intermetallic layers on iron hot-dipped in Al-Mg-Si alloy melt,” *Intermetallics*, vol. 54, pp. 136-142, Nov. 2014.
- [9] A. Song, S. Dong, H. Liao, and C. Coddet, “Microstructure and wear resistance of FeAl/Al₂O₃ intermetallic composite coating prepared by atmospheric plasma spraying,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 268, pp. 24-29, Apr. 2015.
- [10] P. Novák, M. Zelinková, J. Šerák, A. Michalcová, M. Novák, and D. Vojtěch, “Oxidation resistance of SHS Fe–Al–Si alloys at 800 °C in air,” *Intermetallics*, vol. 19, pp. 1306-1312, September 2011.
- [11] H.-Q. Yang, Z.-J. Yao, X.-X. Luo, Z.-L. Zhang, and Y. Chen, “Effect of Nb addition on structure and mechanical properties of FeAl coating,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 270, pp. 221-226, May 2015.
- [12] F. Průša, D. Vojtěch, M. Bláhová, A. Michalcová, T. F. Kubatík, and J. Čížek, “Structure and mechanical properties of Al–Si–Fe alloys prepared by short-term mechanical alloying and spark plasma sintering,” *Materials and Design*, vol. 75, pp. 65-75, Jun. 2015.
- [13] X. Cheng, Y. Ouyang, H. Shi, X. Zhong, Y. Du, and X. Tao, “Nano-amorphous (FeAl)_{1-x}Zr_x alloys prepared by mechanical alloying,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 421, pp. 314-318, Sept. 2006.
- [14] M. Krasnowski, and T. Kulik, “Nanocrystalline FeAl intermetallic produced by mechanical alloying followed by hot-pressing consolidation,” *Intermetallics*, vol. 15, pp. 201-205, Feb. 2007.
- [15] M. Mhadhbi, M. Khitouni, L. Escoda, J. J. Sunol, and M. Dammak, “Microstructure evolution and mechanical properties of nanocrystalline FeAl obtained by mechanical alloying and cold consolidation,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 3293-3298, Feb. 2011.
- [16] P. Novák, T. Kubatík, J. Vystřil, R. Hendrych, J. Kríz, J. Mlynár, and D. Vojtěch, “Powder metallurgy preparation of Al-Cu-Fe quasi crystals using mechanical alloying and Spark Plasma Sintering,” *Intermetallics*, vol. 52, pp. 131-137, Sept. 2014.
- [17] M. Mohammadnezhad, M. Shamanian, and M. H. Enayati, “Formation of nanostructured NiAl coating on carbon steel by using mechanical alloying,” *Applied Surface Science*, vol. 263, pp. 730-736, Dec. 2012.
- [18] Y. Li, C. Chen, R. Deng, X. Feng, and Y. Shen, “Microstructure evolution of Cr coatings on Cu substrates prepared by mechanical alloying method,” *Powder Technology*, vol. 268, pp. 165-172, Dec. 2014.
- [19] A. Chen, J. Zhang, C. Duan, X. Feng, and Y. Shen, “Investigation of Cr-Al composite coatings fabricated on pure Ti substrate via mechanical alloying method: effects of Cr-Al ratio and milling time on coating, and oxidation behavior of coating,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 660, pp. 208-219, Marc. 2016.
- [20] S. K. Pabi, D. Das, T. K. Mahapatra, and I. Manna, “Mathematical modelling of the mechanical alloying kinetics,” *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 3501-3510, Jun. 1998.
- [21] Sh. E. Haghghi, K. Janghorban, and S. Izadi, “Structural evolution of Fe-50at.%Al powders during mechanical alloying and subsequent annealing

- processes,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 495, pp. 260-264, Apr. 2010.
- [22] M. Rodriguez, F. Plazaola, J. S. Garitaonandia, J. A. Jimenez, and E. Apiñaniz, “Influence of volume and Fe local environment on magnetic properties on Fe rich FeAl alloys,” *Intermetallics*, vol. 24, pp. 38-49, May 2012.
- [23] M. Krifa, M. Mhadhbi, L. Escoda, J. Saurina, J.J. Suñol, N. Llorca-Isern, C. Artieda-Guzmán, and M. Khitouni, “Phase transformations during mechanical alloying of Fe–30% Al–20% Cu,” *Powder Technology*, vol. 246, pp. 117-124, Sept. 2013.
- [24] Q. Zhao, Z. Shao, C. Liu, M. Jiang, X. Li, R. Zevenhoven, and H. Saxén, “Preparation of Cu–Cr alloy powder by mechanical alloying,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 607, pp. 118-124, Sept. 2014.
- [25] M. Mohammadnezhad, M. Shamanian, M. H. Enayati, and M. Salehi, “Influence of annealing temperature on the structure and properties of the nanograined NiAl intermetallic coatings produced by using mechanical alloying,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 217, pp. 64-69, Feb. 2013.
- [26] M. Slimi, M. Azabou, L. Escoda, J.J. Suñol, and M. Khitouni, “Structural and microstructural properties of nanocrystalline Cu–Fe–Ni powders produced by mechanical alloying,” *Powder Technology*, vol. 266, pp. 262-267, Nov. 2014.
- [27] S. Mula, D. Setman, K. Youssef, R.O. Scattergood, and C. C Koch, “Structural evolution of $\text{Cu}_{(1-x)}\text{Y}_x$ alloys prepared by mechanical alloying: Their thermal stability and mechanical properties,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 627, pp. 108-116, Apr. 2015.
- [28] M. Mhadhbi, J. J. Suñol, and M. Khitouni, “Influence of heat treatments on the structure of FeAl powders mixture obtained by mechanical alloying,” *Physics Procedia*, vol. 40, pp. 38-44, 2013.



PENINGKATAN KADAR NIKEL DALAM LATERIT JENIS LIMONIT DENGAN CARA PELETASI, PEMANGGANGAN REDUKSI DAN PEMISAHAN MAGNET CAMPURAN BIJIH, BATU BARA, DAN Na_2SO_4

Rudi Subagja*, Agus Budi Prasetyo, Wahyu Mayang Sari

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan
E-Mail: *rudi003@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 28-07-2016, revisi tanggal : 31-08-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 31-08-2016

Intisari

Di Indonesia, bijih nikel laterit yang merupakan nikel kadar rendah ($< 1,5\%$), belum dimanfaatkan dengan baik karena dianggap belum ekonomis. Pada penelitian ini, percobaan untuk meningkatkan kadar nikel dalam bijih nikel laterit jenis limonit telah dilakukan dengan cara membuat pelet dari campuran bijih nikel laterit jenis limonit, batubara dan Na_2SO_4 , dilanjutkan dengan pemanggangan reduksi pelet dalam tungku muffle pada temperatur $800\text{ }^\circ\text{C}$ sampai dengan $1100\text{ }^\circ\text{C}$ dan waktu pemanggangan reduksi dari 0,5 jam sampai dengan 4 jam. Hasil reduksi dari proses pemanggangan kemudian digiling dalam *vibrating mill* untuk selanjutnya dicampur dengan air dan dilewatkan ke dalam alat pemisah magnet untuk memisahkan konsentrat nikel dari *tailing*. Konsentrat dengan kadar nikel $10,28\%$ dan kadar besi $66,57\%$ diperoleh dari hasil reduksi pada temperatur $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam, penambahan batubara 10% dan penambahan Na_2SO_4 20% dengan perolehan nikel dan besi dalam konsentrat masing-masing adalah $64,77\%$ dan $34,66\%$.

Kata Kunci: Nikel laterit, Limonit, Pemanggangan reduksi, Pemisahan magnet

Abstract

In Indonesia, laterite nickel ore that is low grade nickel ($<1.5\%$) has not been used well because it is not considered beneficial. At present work, the experiment to increase nickel grade in the limonitic type of laterite ores has been carried out by pelletizing a limonitic type of laterite ores, coal and Na_2SO_4 mixture, it was followed with reduction roasting of pellet in muffle furnace at temperatures $800\text{ }^\circ\text{C}$ to $1100\text{ }^\circ\text{C}$ and reduction roasting time from 0,5 hours to 4 hours. The reduced ore from reduction roasting process was grounded in vibrating mill, then mixed with water and passed to magnetic separator to separate nickel concentrates from the tailing. The concentrate with 10.28% of nickel grade and 66.57% of iron grade was produced from reduced ore at temperature $1000\text{ }^\circ\text{C}$ for 1 hour, 10% of coal addition and 20% of Na_2SO_4 addition with recovery of nickel and iron in the concentrate 64.77% and 34.66% respectively.

Keywords: Nickel laterite, Limonite, Reduction roasting, Magnetic separator

1. PENDAHULUAN

Pada saat ini ada 2 jenis bijih nikel yang banyak digunakan sebagai bahan baku untuk membuat logam nikel yaitu bijih jenis sulfida dan laterit. Dengan berkembangnya waktu, cadangan bijih nikel sulfida terus berkurang sehingga beberapa produsen nikel mengalihkan perhatiannya ke bijih laterit untuk digunakan sebagai bahan baku nikel. Tidak seperti bijih sulfida, bijih laterit tidak mudah untuk

ditingkatkan kadar nikelnya dengan teknologi yang ada pada saat ini sehingga berbagai upaya penelitian terus dilakukan untuk dapat meningkatkan kadar nikel dalam laterit^[1].

Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki endapan bijih nikel laterit dalam jumlah yang cukup besar. Endapan nikel laterit Indonesia tersebar di beberapa daerah seperti di Sulawesi Selatan, Sulawesi Tenggara, Maluku, dan Papua. Indonesia merupakan penghasil

nikel terbesar ke lima di dunia, sebesar 12% cadangan di dunia^[2-3]. Laterit merupakan hasil proses pelapukan dan pengkayaan batuan *mafic/ultramafic* di daerah tropis, oleh karena itu komposisi kimia dan mineraloginya berbeda antara satu endapan dengan endapan lainnya. Nikel dalam bijih nikel laterit berasosiasi dengan besi oksida dan mineral silikat sebagai hasil substitusi *isomorphous* unsur besi dan magnesium dalam struktur kristalnya^[4-5], sehingga secara kimia dan fisik, bijih nikel laterit dapat digolongkan menjadi dua jenis yaitu bijih jenis saprolit(silikat/hidro silikat) dan jenis limonit (oksida/hidroksida)^[6]. Bijih nikel laterit sulit untuk dibuat menjadi konsentrat nikel karena terbentuknya struktur kristal *isomorphic* dari *goethite* atau *serpentine*^[7]. Kemudian mineralogi yang berbeda membutuhkan pendekatan proses yang berbeda. Dalam bijih limonit, nikel membentuk ikatan yang lemah dengan *goethite* akan tetapi dalam bijih saprolit, nikel masuk ke dalam struktur mineral^[8]. Akibatnya bijih limonit lebih cocok untuk diolah dengan cara hidrometalurgi dan bijih saprolit cocok untuk diolah dengan cara pirometalurgi^[9].

Di Indonesia, pada saat ini bijih nikel yang telah dimanfaatkan adalah bijih nikel yang mempunyai kadar nikel relatif tinggi (di atas 1,5 %) yaitu untuk membuat feronikel oleh P.T Aneka Tambang dan nikel *matte* oleh P.T Vale^[10], sementara bijih nikel laterit kadar rendah belum dimanfaatkan dengan baik untuk diolah dengan cara pirometalurgi untuk membuat feronikel atau *nickel matte*. Oleh karena itu untuk dapat memanfaatkan bijih nikel laterit yang mempunyai kadar nikel rendah perlu dilakukan penelitian agar kadar nikel dalam bijih nikel laterit dapat ditingkatkan. Permasalahannya adalah bagaimana mendapatkan teknologi untuk meningkatkan kadar nikel dalam laterit kadar rendah yang cocok dengan karakteristik laterit Indonesia.

Beberapa kegiatan penelitian untuk meningkatkan kadar nikel dalam laterit telah dilakukan oleh beberapa peneliti terdahulu. Kim dan kawan-kawan^[11] telah melakukan penelitian untuk meningkatkan kadar nikel dalam nikel laterit kadar rendah yang mempunyai kandungan awal nikel 1,50% dan besi 22,33% dengan cara pemanggangan bijih nikel laterit pada temperatur 500 °C selama 1 jam kemudian dilanjutkan dengan proses pemisahan magnet dalam media air terhadap hasil reduksi yang dihasilkannya. Hasil penelitiannya memperlihatkan bahwa kadar

nikel dalam bijih dapat ditingkatkan dari 1,5% menjadi 2,9% akan tetapi perolehan nikel dalam konsentrat hanya 48%. Penelitian lainnya dilakukan oleh Li dan kawan-kawan^[12] yang telah melakukan percobaan untuk meningkatkan kadar nikel dalam bijih nikel laterit kadar rendah yang mempunyai kadar Ni 1,09% dan Fe 9,16%, dengan menggunakan teknik *solid-state deoxidization method*. Dari hasil penelitiannya diperoleh konsentrat feronikel dengan kadar nikel 4,5% dan perolehan nikel dalam konsentrat mencapai 80%. Hasil penelitian ini dianggap belum optimal karena belum dapat menghasilkan konsentrat feronikel dengan kadar nikel > 8%. Li dkk.^[12] kemudian melakukan percobaan untuk mendapatkan konsentrat yang mempunyai kadar nikel tinggi dengan cara mereduksi bijih nikel laterit yang mempunyai kadar Ni 1,91% dan Fe 22,10% pada temperatur 1100 °C selama 60 menit dengan penambahan 20% Na₂SO₄ sehingga dihasilkan konsentrat dengan kadar nikel 9,48% dan perolehan nikel dalam konsentrat sebesar 83,01%. Upaya lainnya untuk meningkatkan kadar nikel dalam laterit dilakukan oleh Cao dan kawan kawan^[13] yang telah melakukan penelitian proses pemanggangan reduksi selektif pada temperatur 1200 °C selama 40 menit dengan penambahan 20% Na₂CO₃ dan 15 % batubara, yang dilanjutkan dengan pemisahan magnet. Bijih yang digunakan sebagai bahan baku penelitiannya adalah bijih nikel laterit kadar rendah yang mempunyai kandungan nikel 1,86% dan besi 13,59%. Dari hasil penelitiannya diperoleh konsentrat feronikel dengan kadar nikel 10,83% dan perolehan nikel dalam konsentrat 82,15%. Upaya untuk meningkatkan kadar nikel dalam laterit juga dilakukan oleh Zhu dkk. yang telah melakukan penelitian reduksi selektif yang dilanjutkan dengan pemisahan magnet terhadap bijih nikel laterit kadar rendah yang mempunyai kadar Ni 1,42% dan Fe 23,16%. Proses reduksi dilakukan pada temperatur 1100 °C selama 60 menit dengan penambahan 6% CaSO₄ dan 5% batubara. Dari hasil percobaannya diperoleh konsentrat feronikel dengan kadar nikel 6% dan perolehan nikel dalam konsentrat adalah 92,10%^[14].

Terkait mekanisme reaksi reduksi selektif bijih nikel laterit, sejumlah peneliti mengemukakan bahwa proses reduksi selektif bergantung pada atmosfer reduksi dan kandungan silika, adanya unsur belerang memicu pertumbuhan partikel feronikel dan memperbaiki proses pengkayaan fasa logam^[14].

Kemudian peneliti lainnya melaporkan bahwa dalam lingkungan Na_2SO_4 , pembentukan fasa fayalit atau fosterit tidak menjadi penghambat pada proses reduksi besi dalam bijih nikel laterit. Rendahnya metalisasi besi lebih disebabkan oleh terjadinya fasa troilit $\text{FeS}^{[12]}$. Dari beberapa hasil penelitian tersebut dapat dilihat bahwa proses untuk meningkatkan kadar nikel dari bijih nikel laterit dengan cara reduksi selektif dipengaruhi oleh kondisi atmosfer proses reduksi, komposisi bahan baku bijih nikel laterit dan penambahan bahan aditif. Untuk menjajagi kemungkinan peningkatan kadar nikel dari laterit Indonesia, khususnya yang berasal dari Sulawesi, penulis telah melakukan percobaan untuk meningkatkan kandungan nikel dalam nikel laterit dengan cara memanggang campuran bijih nikel laterit dengan batubara dan Na_2SO_4 pada temperatur tinggi yang dilanjutkan dengan proses pemisahan magnet, akan tetapi hasilnya belum optimal^[15]. Guna mengoptimalkan proses peningkatan kadar nikel dalam bijih laterit, pada penelitian ini dilakukan pendekatan yang berbeda dengan penelitian sebelumnya dimana pada penelitian ini sebelum dilakukan proses pemanggangan reduksi, campuran bijih nikel laterit, batubara dan Na_2SO_4 dibuat pelet, untuk selanjutnya pelet yang terbentuk dilakukan proses pemanggangan reduksi dan dilanjutkan dengan proses pemisahan magnet. Tujuan penggunaan pelet adalah agar interaksi antara bijih nikel laterit dengan bahan reduktor batubara dan bahan aditif berlangsung lebih baik sehingga proses reduksi nikel oksida dan reaksi pembentukan besi sulfida berlangsung lebih efektif, dengan demikian proses reduksi selektif nikel laterit dapat berlangsung lebih baik. Proses pemanggangan reduksi menggunakan pelet belum banyak dilakukan oleh peneliti lain, dimana pada penelitian ini, proses pemanggangan reduksi dilakukan dengan menggunakan pelet campuran bijih nikel laterit dengan batubara dan Na_2SO_4 .

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah bijih nikel laterit kadar rendah jenis limonit, batubara dan Na_2SO_4 . Komposisi kimia bijih nikel laterit hasil analisis dengan XRF (*x-ray fluorescence*) pada Tabel 1 memperlihatkan besi oksida sebagai senyawa dominan penyusun bijih nikel laterit. Senyawa lainnya yang terkandung dalam bijih adalah SiO_2 , Al_2O_3 , Cr_2O_3 , MnO_2 , NiO , CoO , MgO dan CaO , akan tetapi jumlah dari senyawa ini

relatif kecil dan kandungan NiO dalam bijih hanya 1,42%.

Tabel 1. Komposisi kimia nikel laterit

| Senyawa | Komposisi % |
|-------------------------|-------------|
| Fe_2O_3 | 69,55 |
| SiO_2 | 14,84 |
| Al_2O_3 | 4,63 |
| Cr_2O_3 | 1,56 |
| MnO_2 | 1,4 |
| NiO | 1,42 |
| CoO | 0,2 |
| MgO | 3,04 |
| CaO | 0,12 |

Pada percobaan ini, batubara dengan komposisi sebagai mana diperlihatkan pada Tabel 2, digunakan sebagai bahan reduktor untuk mereduksi nikel oksida. Kandungan karbon tetap (*fixed carbon*) dalam batubara adalah 36,92%, nilai kalor batubara 6047 cal/gr dan zat terbangnya 36,26%, sehingga batubara yang digunakan dapat digolongkan sebagai batubara muda. Di Indonesia, sebagian besar endapan batubara yang ada adalah batubara muda^[2], sehingga pemakaian batubara muda pada penelitian ini akan memberikan dampak yang baik bagi upaya untuk membantu pemanfaatan batubara Indonesia.

Tabel 2. Komposisi batubara sebagai reduktor

| Komponen | Komposisi |
|---------------------|-----------|
| Zat Terbang (%) | 36,26 |
| Abu (%) | 14,39 |
| Karbon Tetap (%) | 36,92 |
| S (%) | 30,91 |
| Moisture (%) | 14,4 |
| Nilai Kalor (Cal/g) | 6047 |

Bahan baku lainnya yang digunakan dalam percobaan adalah Na_2SO_4 p.a. Bahan ini digunakan sebagai aditif pada proses pemanggangan reduksi nikel laterit.

Gambar 1 memperlihatkan diagram alir percobaan untuk meningkatkan kadar nikel dalam bijih nikel laterit. Percobaan dilakukan melalui tahapan pembuatan pelet, proses pemanggangan reduksi dan proses pemisahan magnet terhadap hasil reduksi yang dihasilkan dari tahap pemanggangan reduksi.

Pada tahap pembuatan pelet, bijih nikel laterit dikeringkan dalam oven pada temperatur 100 °C selama 24 jam sehingga diperoleh bijih nikel laterit dengan kadar air di bawah 5%. Sebagian bijih kering dianalisis komposisi kimianya dengan menggunakan AAS (*atomic absorption spectrophotometry*), sebagian lagi dicampur dengan batubara dan Na_2SO_4 untuk

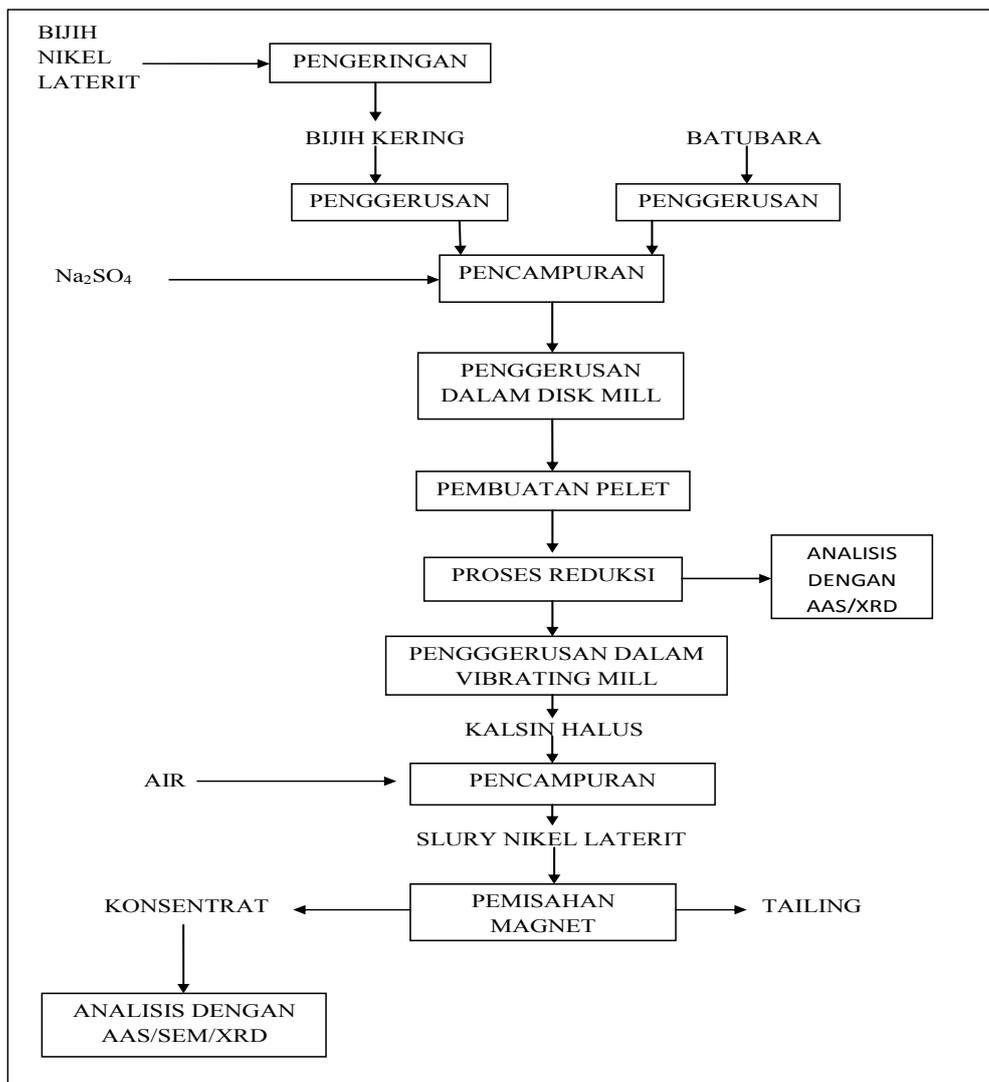
selanjutnya digerus dengan menggunakan *disk mill* sehingga diperoleh campuran bijih, batubara dan Na₂SO₄ yang mempunyai ukuran lebih kecil dari 100 mesh. Penambahan Na₂SO₄ bertujuan untuk meningkatkan selektifitas Ni dengan menurunkan kadar komponen yang tidak diinginkan. Na₂SO₄ akan terurai, natrium dapat mengikat silikat dan Fe bereaksi dengan S membentuk FeS. Natrium silikat dan FeS merupakan komponen bukan magnet yang terikat menjadi *tailing* pada pemisahan magnetik, sehingga selektivitas Ni pada konsentrat meningkat. Campuran nikel batubara dan zat aditif ini kemudian dibuat pelet dalam alat *pan peletizer*. Pelet yang dihasilkan kemudian dikeringkan dalam udara terbuka. Setelah itu dipanggang pada temperatur dan waktu tertentu dalam tungku mufle. Hasil reduksi dari proses pemanggangan kemudian digerus dalam *vibrating mill* untuk selanjutnya dicampur dengan air dan

dilewatkan alat pemisah magnet (*magnetic separator*) sehingga dihasilkan konsentrat dan *tailing*. Komposisi nikel dan besi yang terdapat dalam konsentrat kemudian dianalisis dengan AAS, dan persen perolehan nikel atau besi dalam konsentrat ditentukan dengan menggunakan persamaan 1 dan persamaan 2.

$$\% \text{ perolehan nikel} = \frac{\text{berat nikel dalam konsentrat}}{\text{berat nikel dalam hasil reduksi}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\% \text{ perolehan besi} = \frac{\text{berat besi dalam konsentrat}}{\text{berat besi dalam hasil reduksi}} \times 100\% \quad (2)$$

Untuk melihat struktur mikro hasil reduksi, sebagian dari hasil reduksi dianalisis dengan mikroskop electron SEM (*scanning electron microscopy*), sedangkan senyawa yang terkandung dianalisis dengan menggunakan alat XRD (*x-ray diffraction*).



Gambar 1. Lembar alir percobaan untuk meningkatkan kadar nikel dalam laterit

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Pengaruh Waktu Pemanggangan Reduksi terhadap Kadar Ni dan Fe dalam Konsentrat

Untuk mempelajari pengaruh waktu pemanggangan reduksi terhadap peningkatan kadar nikel dan besi dalam konsentrat nikel laterit, pada penelitian ini dilakukan percobaan pemanggangan reduksi menggunakan pelet yang mengandung campuran bijih nikel laterit, batubara dan Na_2SO_4 . Komposisi batubara 10%, Na_2SO_4 10% dan temperatur reduksi 1000 °C sebagai variabel tetap dan waktu sebagai variabel berubah dengan selang waktu 0,5 jam sampai dengan 4 jam. Hasil reduksi yang terbentuk kemudian dianalisis kandungan nikel dan besinya dengan AAS, setelah itu hasil reduksi dilewatkan alat pemisah magnet sehingga dihasilkan konsentrat nikel, dimana kadar nikel dan besinya diukur dengan AAS. Hasil percobaan diperlihatkan oleh tabel 3.

Dari data hasil percobaan pada Tabel 3 dapat dilihat bahwa kadar nikel dalam konsentrat cenderung lebih tinggi dari pada kadar nikel dalam hasil reduksi. Demikian juga kadar besi dalam konsentrat lebih tinggi dari kadar besi dalam hasil reduksi, akan tetapi peningkatan waktu pemanggangan reduksi dari 0,5 jam menjadi 4 jam tidak memperlihatkan pengaruh yang berarti terhadap peningkatan kandungan nikel dan besi dalam konsentrat. Disisi lain peningkatan waktu pemanggangan reduksi dari 0,5 jam menjadi 4 jam menyebabkan jumlah perolehan nikel dan besi dalam konsentrat yang dihitung dengan menggunakan persamaan 1 dan 2 cenderung menjadi lebih kecil. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh karena jumlah reduktor batubara yang diperlukan untuk mereduksi nikel oksida dan besi oksida berkurang dengan berkembangnya waktu reaksi. Akibatnya sebagian dari nikel dan besi yang telah mengalami proses reduksi akan teroksidasi kembali, dan nikel oksida yang terbentuk bereaksi dengan magnesium silikat dan terbawa ke *tailing* ^[16].

B. Pengaruh Temperatur Pemanggangan Reduksi terhadap Kadar Ni dan Fe dalam Konsentrat

Percobaan untuk mempelajari pengaruh temperatur pemanggangan reduksi terhadap peningkatan kadar nikel dalam konsentrat, dilakukan dengan menggunakan pelet yang mengandung campuran bijih nikel laterit, batubara dan Na_2SO_4 .

Tabel 3. Pengaruh waktu reduksi terhadap kandungan nikel dan besi dalam konsentrat

| Waktu Reduksi (Jam) | Kandungan Logam Dalam Hasil Reduksi (%) | | Kandungan Logam Dalam Konsentrat (%) | | % Perolehan Logam Dalam Konsentrat | |
|---------------------|---|-------|--------------------------------------|-------|------------------------------------|-------|
| | Ni | Fe | Ni | Fe | Ni | Fe |
| 0,5 | 1,55 | 44,89 | 2,31 | 55,31 | 99,01 | 82,10 |
| 1 | 1,62 | 52,79 | 2,26 | 63,51 | 96,14 | 83,29 |
| 2 | 1,54 | 45,98 | 2,18 | 52,68 | 90,92 | 73,76 |
| 4 | 1,62 | 47,54 | 2,76 | 61,72 | 89,73 | 61,06 |

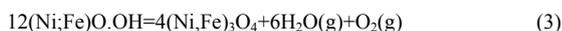
Komposisi Na_2SO_4 10%, batubara 10% dan waktu reduksi 1 jam ditetapkan sebagai variabel tetap dan variabel berubah adalah temperatur pemanggangan reduksi yang dilakukan pada rentang temperatur 800 °C sampai dengan 1100 °C. Hasil percobaan diperlihatkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Pengaruh temperatur pemanggangan reduksi terhadap kandungan nikel dan besi dalam konsentrat

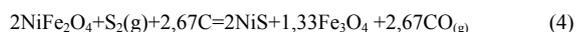
| Temperatur Pemanggangan Reduksi (° C) | Kandungan Logam Dalam Hasil Reduksi (%) | | Kandungan Logam Dalam Konsentrat (%) | | % Perolehan Logam Dalam Konsentrat | |
|---------------------------------------|---|-------|--------------------------------------|-------|------------------------------------|-------|
| | Ni | Fe | Ni | Fe | Ni | Fe |
| 800 | 1,51 | 43,08 | 1,67 | 43,81 | 97,86 | 90,13 |
| 900 | 1,46 | 44,23 | 1,84 | 52,08 | 98,20 | 91,77 |
| 1000 | 1,62 | 52,79 | 2,26 | 63,51 | 96,14 | 83,29 |
| 1100 | 1,60 | 44,43 | 3,53 | 65,91 | 94,97 | 63,67 |

Dari data percobaan pada Tabel 4 dapat dilihat bahwa kadar nikel dan besi dalam konsentrat lebih tinggi dari pada kadar nikel dan besi dalam sampel hasil proses reduksi pada temperatur 800 °C sampai 1000 °C. Kenaikan temperatur pemanggangan reduksi dari 800 °C sampai 1100 °C menyebabkan kenaikan kadar nikel dan besi dalam konsentrat. Sedangkan untuk perolehan nikel dan besi dalam konsentrat, bila temperatur pemanggangan reduksi dinaikan dari 800 °C menjadi 900 °C, maka perolehan nikel naik dari 97,86% menjadi 98,20%, akan tetapi kenaikan temperatur lebih lanjut dari 900 °C menjadi 1100 °C menyebabkan perolehan nikel menjadi lebih kecil. Kecenderungan yang sama didapatkan pada perolehan besi yaitu bila temperatur pemanggangan reduksi dinaikan dari dari 800 °C menjadi 900 °C maka perolehan besi dalam konsentrat meningkat dari 90% menjadi 91,77% dan bila temperatur pemanggangan reduksi dinaikan dari 900 °C menjadi 1100 °C maka perolehan besi dalam konsentrat menjadi lebih kecil. Bila dibandingkan dengan nikel, penurunan

perolehan besi dalam konsentrat yang diakibatkan oleh kenaikan temperatur pemanggangan reduksi dari 900 °C menjadi 1100 °C, mempunyai kecenderungan penurunan yang relatif lebih besar. Penurunan jumlah besi dalam konsentrat diduga akibat terbentuknya fasa FeS sebagaimana dapat dilihat pada mikro struktur *tailing* hasil pengamatan dengan SEM pada Gambar 7 dan data XRD hasil reduksi pada Gambar 2. Hasil penelitian ini mempunyai kecenderungan yang sama dengan data penelitian Li^[12] yang menyatakan bahwa terbentuknya fasa trolit FeS menyebabkan metalisasi besi berkurang sehingga besi tidak akan masuk ke dalam konsentrat. Namun bila memperhatikan data pada Tabel 4 lebih lanjut, dapat dilihat bahwa kadar nikel dalam konsentrat masih relatif rendah, hal ini disebabkan oleh karena kadar besi dalam konsentrat masih tinggi akibat jumlah belerang yang diperlukan untuk mengikat besi menjadi FeS masih terlalu kecil, dimana belerang yang ditambahkan berasal dari hasil proses penguraian Na₂SO₄. Pada percobaan ini penambahan Na₂SO₄ baru 10%. Kemudian menurut hasil penelitian Bunyaku^[17], dikatakan bahwa pada saat proses pemanggangan reduksi nikel oksida yang mengandung *goethite*, akan terjadi reaksi dehidroksilasi untuk menghasilkan senyawa spinel yang mengandung nikel oksida dalam larutan padat sesuai persamaan reaksi berikut:



Senyawa spinel yang terbentuk kemudian bereaksi dengan belerang dan batubara sesuai persamaan reaksi 4 sehingga dihasilkan Fe₃O₄.



Hasil pengamatan dengan XRD terhadap hasil reduksi pada Gambar 2 dan hasil pengamatan dengan SEM pada Gambar 5 memperkuat terjadinya reaksi 3 dan 4. Sehingga rendahnya kadar nikel dalam konsentrat diduga sebagai akibat dari adanya reaksi 3 dan 4 yang mendorong terbentuknya senyawa Fe₃O₄ dan menyebabkan kadar besi dalam konsentrat menjadi tinggi.

C. Pengaruh Penambahan Batubara terhadap Kadar Ni dan Fe dalam Konsentrat

Percobaan untuk mengamati pengaruh penambahan batubara terhadap kadar nikel dan besi dalam konsentrat dipelajari dengan

menggunakan pelet yang mengandung campuran bijih nikel laterit, batubara dan Na₂SO₄. Komposisi Na₂SO₄ 10%, pemanggangan reduksi pada temperatur 1000 °C dan waktu pemanggangan selama 1 jam ditetapkan sebagai variabel tetap. Kandungan batubara dalam pelet divariasikan dari 5% sampai 20% (variabel berubah). Hasil percobaan diperlihatkan pada Tabel 5.

Dari data hasil percobaan pada Tabel 5 dapat dilihat bahwa kenaikan kandungan batubara dalam pelet nikel laterit dari 5% menjadi 15 % tidak memberikan pengaruh yang berarti terhadap kenaikan kadar nikel dalam konsentrat. Akan tetapi apabila kandungan batubara dalam pelet dinaikkan menjadi 20% maka kadar nikel dalam konsentrat naik menjadi 5,20%, dan perolehan nikel serta besi dalam konsentrat turun masing-masing menjadi 30,17% dan 26,14%. Hal ini disebabkan karena dengan meningkatnya kandungan batubara maka kandungan silikat yang berasal dari batubara dalam hasil reduksi juga meningkat. Peningkatan kadar silikat mendorong terbentuknya fasa Na₃MgAl(SiO₄)₂, *fosterite* dan fasa Fe₂SiO₄ sebagaimana diperlihatkan oleh data difraksi sinar-x pengaruh penambahan batubara pada Gambar 3. Bila hasil penelitian ini dibandingkan dengan hasil penelitian Foster dan kawan kawan^[16], maka adanya fasa Na₃MgAl(SiO₄)₂ menyebabkan sebagian dari nikel masuk ke dalam struktur Na₃MgAl(SiO₄)₂ sehingga perolehan nikel dalam konsentrat menjadi rendah. Hasil pengamatan dengan SEM terhadap *tailing* pada Gambar 7 memperkuat dugaan ini dimana sebagian nikel dan besi yang mempunyai ukuran butir kecil terperangkap dalam struktur Na₃MgAl(SiO₄)₂.

Tabel 5. Pengaruh penambahan batubara terhadap kadar nikel dan besi dalam konsentrat

| Batubara Dalam Pelet (%) | Kandungan Logam Dalam Hasil Reduksi (%) | | Kandungan Logam Dalam Konsentrat (%) | | % Perolehan Logam Dalam Konsentrat | |
|--------------------------|---|-------|--------------------------------------|-------|------------------------------------|-------|
| | Ni | Fe | Ni | Fe | Ni | Fe |
| 5 | 1,72 | 52,15 | 1,92 | 58,20 | 98,90 | 98,72 |
| 10 | 1,62 | 52,79 | 2,26 | 63,51 | 96,14 | 83,29 |
| 15 | 1,62 | 51,07 | 1,97 | 59,01 | 96,32 | 91,16 |
| 20 | 1,67 | 23,16 | 5,20 | 62,40 | 30,17 | 26,14 |

D. Pengaruh Penambahan Na₂SO₄ terhadap Kadar Ni dan Fe dalam Konsentrat

Percobaan untuk mempelajari pengaruh penambahan Na₂SO₄ terhadap kandungan nikel dan besi dalam konsentrat, dipelajari dengan menggunakan pelet bijih nikel laterit kadar

rendah. Komposisi batubara 10%, temperatur pemanggangan reduksi 1000 °C dan waktu pemanggangan reduksi 1 jam ditetapkan sebagai variabel tetap, sedangkan kandungan Na₂SO₄ sebagai variabel berubah dan divariasikan dari 5% sampai dengan 20%. Hasil pemanggangan reduksi kemudian dicampur dengan air dan digiling dalam *vibrating mill*, untuk selanjutnya dilewatkan pada alat pemisah magnet. Kadar nikel dan besi dalam konsentrat hasil proses pemisahan magnet diperlihatkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Pengaruh penambahan Na₂SO₄ terhadap kadar nikel dan besi dalam konsentrat

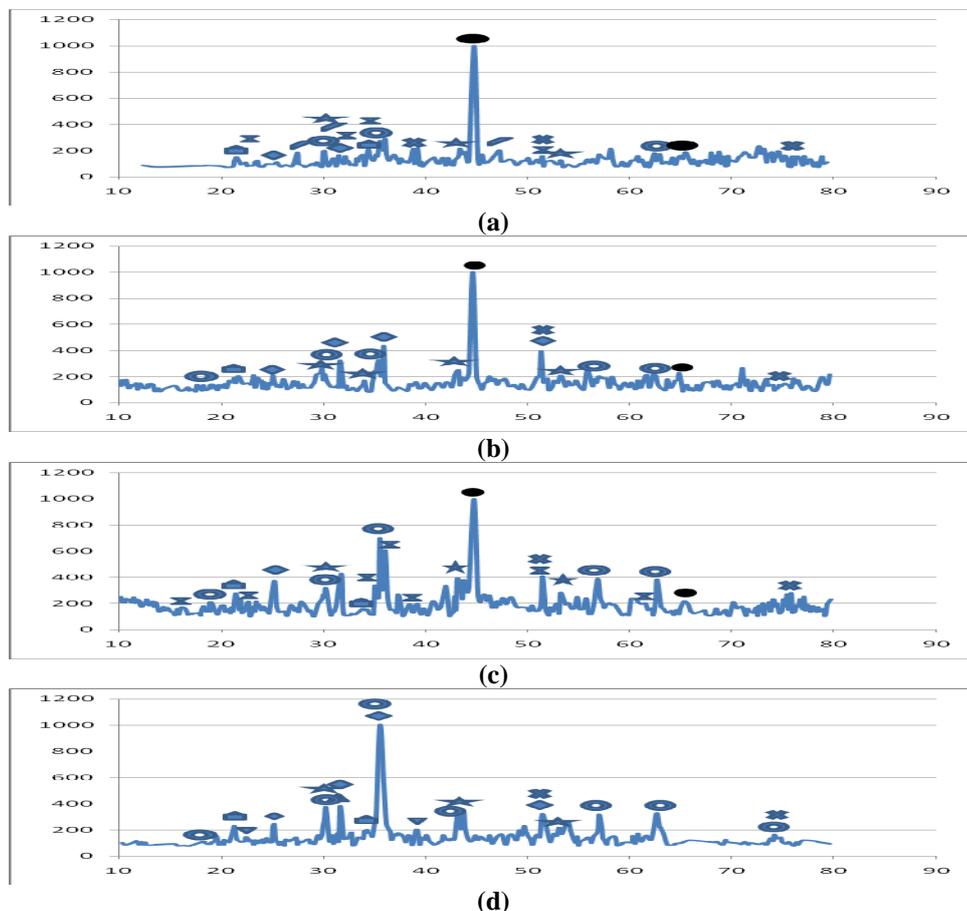
| Na ₂ SO ₄ Dalam Pelet (%) | Kandungan Logam Dalam Hasil Reduksi (%) | | Kandungan Logam Dalam Konsentrat (%) | | % Perolehan Logam Dalam Konsentrat | |
|---|--|-------|---|-------|--|-------|
| | Ni | Fe | Ni | Fe | Ni | Fe |
| 5 | 1,74 | 21,99 | 2,29 | 29,97 | 52,73 | 54,61 |
| 10 | 1,62 | 52,79 | 2,26 | 63,51 | 96,14 | 83,29 |
| 15 | 1,54 | 18,51 | 5,44 | 45,79 | 60,16 | 42,06 |
| 20 | 1,67 | 20,23 | 10,28 | 66,57 | 64,70 | 34,66 |

Dari data hasil percobaan pada Tabel 6 dapat dilihat bahwa kadar nikel dan besi dalam

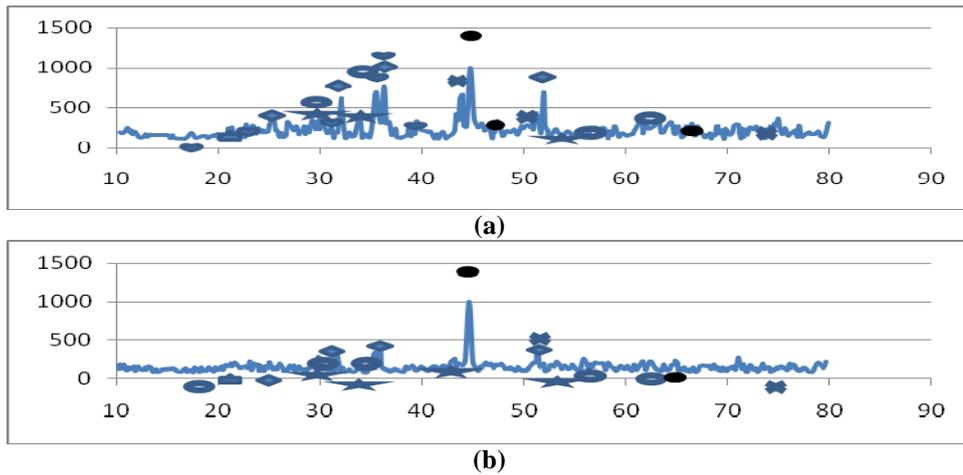
konsentrat lebih besar dari kadar nikel dan besi dalam hasil reduksi, kemudian kadar nikel dalam konsentrat meningkat apabila kandungan Na₂SO₄ dalam pelet dinaikan dari 5% menjadi 20%. Kandungan nikel tertinggi dalam konsentrat, dicapai pada penambahan 20% Na₂SO₄. Meningkatnya kandungan nikel dalam konsentrat disebabkan oleh terjadinya reaksi pembentukan FeS yang menyebabkan besi terbawa ke dalam *tailing* dan kadar nikel dalam konsentrat menjadi naik^[12], disamping itu, penambahan Na₂SO₄ juga menyebabkan kinetika reduksi bijih nikel laterit berlangsung lebih baik sehingga pelepasan besi dan nikel dari mineralnya menjadi konduif^[18].

E. Pengaruh Temperatur terhadap Perubahan Fasa Nikel Laterit

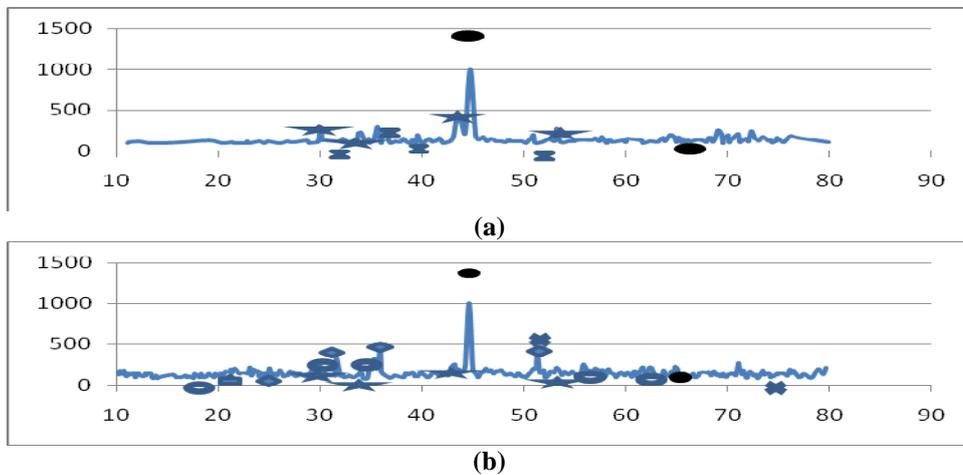
Untuk mempelajari pengaruh temperatur terhadap perubahan fasa nikel laterit, hasil reduksi yang dihasilkan dari proses pemanggangan reduksi pada temperatur 800 °C, 900 °C, 1000 °C dan 1100 °C dianalisis dengan menggunakan XRD, hasilnya ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Pola difraksi sinar x kalsin hasil reduksi pada temperatur (°C); (a) 800, (b) 900, (c) 1000, dan (d) 1100. ● Fe₃O₄ ; ■ Na₃MgAl(SiO₄)₂ ; ▼ Na₂S ; ◆ Fe₂SiO₄ ; ★ FeS ; ☆ β FeNi ; ♣ Na₂O ; ● Kamacite (Fe,Ni)



Gambar 3. Pola difraksi sinar-x untuk hasil reduksi proses pemanggangan reduksi pada temperatur 1000 °C selama 1 jam, masing masing untuk kandungan batubara; (a) 5 %, dan (b) 20 %. ◆ β FeNi ; ■ $\text{Na}_3\text{MgAl}(\text{SiO}_4)_2$; ● Fe_2SiO_4 ; ● Fe_3O_4 ; ★ FeS ; ♥ Mg_2SiO_4 ; ● kamacite (Fe,Ni)



Gambar 4. Pola difraksi sinar-x dari hasil reduksi pada temperatur 1000 °C yang mengandung Na_2SO_4 sebesar; (a) 5 % dan (b) 20 %. ● Fe_3O_4 ; ■ $\text{Na}_3\text{MgAl}(\text{SiO}_4)_2$; ◆ Fe_2SiO_4 ; ★ FeS ; ● FeNi (Kamacite) ; ■ Mg_2SiO_4

F. Pengaruh Penambahan Batubara terhadap Perubahan Fasa

Untuk mempelajari pengaruh penambahan batubara terhadap perubahan fasa nikel laterit, hasil reduksi yang dihasilkan dari proses pemanggangan reduksi, masing masing untuk kandungan batubara 5% dan 20% dianalisis dengan menggunakan XRD, hasilnya ditampilkan pada Gambar 3.

Dari data pola difraksi sinar-x pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa fasa-fasa yang terbentuk dari hasil pemanggangan reduksi bijih nikel laterit dengan penambahan 5% batubara dan 10% batubara adalah taenit $\beta(\text{Fe,Ni})$, $\text{Na}_3\text{MgAl}(\text{SiO}_4)_2$, Fe_2SiO_4 , Fe_3O_4 , FeS, fosterit Mg_2SiO_4 dan kamacite (Fe,Ni). Kenaikan kandungan batubara dalam campuran pelet nikel laterit dari 5% menjadi 20% menyebabkan intensitas fasa fosterit Mg_2SiO_4 dan fasa Fe_2SiO_4 meningkat. Hal ini

kemungkinan disebabkan oleh meningkatnya kandungan silikat yang berasal dari batubara.

G. Pengaruh Penambahan Na_2SO_4 terhadap Perubahan Fasa

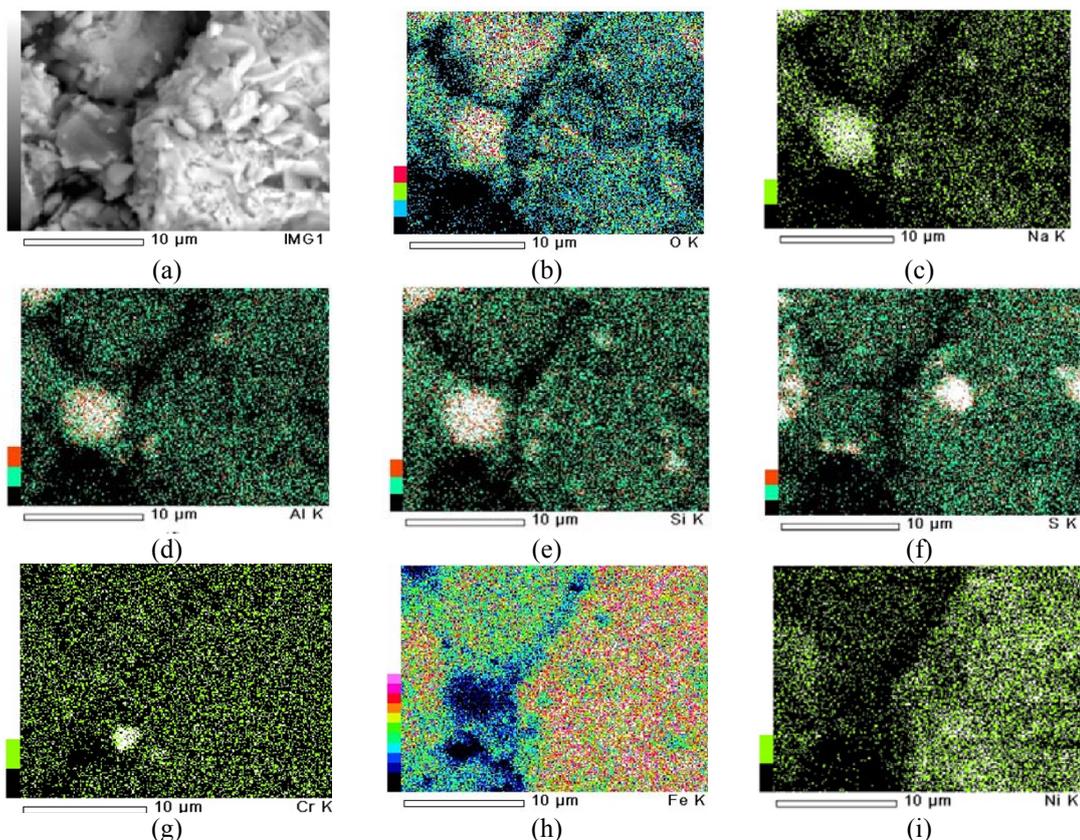
Untuk mempelajari pengaruh penambahan Na_2SO_4 terhadap perubahan fasa nikel laterit, hasil reduksi yang dihasilkan dari proses pemanggangan reduksi, masing masing untuk kandungan Na_2SO_4 5% dan 20% dianalisis dengan menggunakan XRD, hasilnya ditampilkan pada Gambar 4. Dari gambar ini dapat dilihat penambahan Na_2SO_4 ke dalam bijih laterit menyebabkan peningkatan intensitas fasa FeS dan penurunan intensitas fasa Fe_2SiO_4 dan Fe_3O_4 . Fasa FeS yang terbentuk merupakan hasil reaksi antara besi dengan belerang, sebagaimana dikemukakan pada hasil penelitian Man Jiang^[19] yang telah melakukan penelitian untuk mempelajari pengaruh Na_2SO_4 terhadap proses reduksi bijih

nikel laterit. Dari hasil penelitiannya diinformasikan bahwa pada saat campuran bijih nikel laterit dan Na_2SO_4 dipanaskan maka, Na_2SO_4 terurai menjadi Na_2O , Na_2S dan S. Belerang yang terbentuk kemudian akan bereaksi dengan besi membentuk FeS , sedangkan Na_2O akan bereaksi dengan silikat membentuk senyawa natrium silikat yang mempunyai titik leleh rendah. Adanya fasa FeS dan natrium silikat yang mempunyai titik leleh rendah akan melarutkan partikel-partikel logam dan mempercepat proses perpindahan masa partikel logam sehingga memacu pertumbuhan partikel logam. Terbentuknya ukuran partikel logam yang relatif besar akan mempermudah proses peningkatan kadar logam dengan alat pemisah magnet.

H. Struktur Mikro Hasil Reduksi dari Hasil Pemanggangan Reduksi Bijih Nikel Laterit Kadar Rendah

Gambar 5 memperlihatkan struktur mikro hasil reduksi dari hasil pemanggangan reduksi pelet bijih nikel laterit yang telah diberi batubara dan Na_2SO_4 , dimana proses pemanggangan reduksi dilakukan pada temperatur $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam.

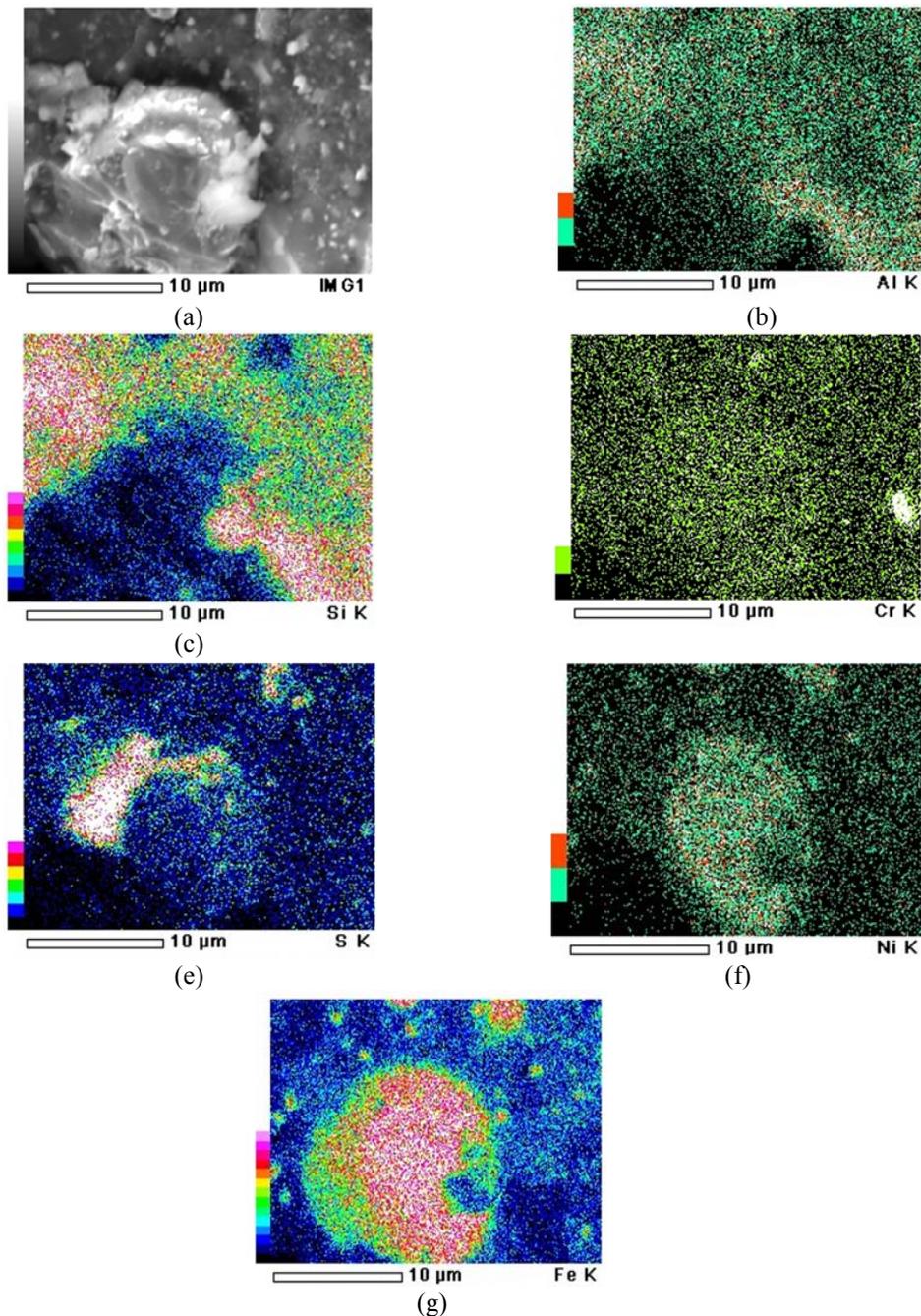
Dari distribusi unsur yang terdapat pada hasil reduksi hasil proses pemanggangan reduksi dapat dilihat bahwa nikel berada bersama-sama dengan besi membentuk fasa kamacite (Fe,Ni), kemudian sebagian besi berikatan dengan oksigen membentuk Fe_3O_4 , sedangkan silikat bersama sama dengan natrium, aluminium dan oksigen membentuk senyawa $\text{Na}_3\text{MgAl}(\text{SiO}_4)_2$ sebagaimana diperlihatkan oleh hasil analisis hasil reduksi dengan XRD pada Gambar 2 sampai dengan Gambar 4. Kemudian dari distribusi unsur juga dapat dilihat bahwa sebagian dari besi berikatan dengan belerang membentuk fasa FeS . Keberadaan fasa FeS juga didukung oleh data XRD hasil reduksi pada Gambar 2 dan Gambar 4. Fasa FeS yang terbentuk merupakan hasil reaksi antara besi dengan unsur belerang yang berasal dari Na_2SO_4 , dan terbentuknya fasa FeS akan menginisiasi terbentuknya agregate partikel besi dan nikel yang akan mempermudah proses pemisahan dengan magnet^[18]. Dari Gambar 5 juga dapat dilihat bahwa natrium, silikon, aluminium dan oksigen berada bersama-sama membentuk fasa $\text{Na}_3\text{MgAl}(\text{SiO}_4)_2$ sebagaimana diperlihatkan oleh data hasil analisis hasil reduksi dengan XRD.



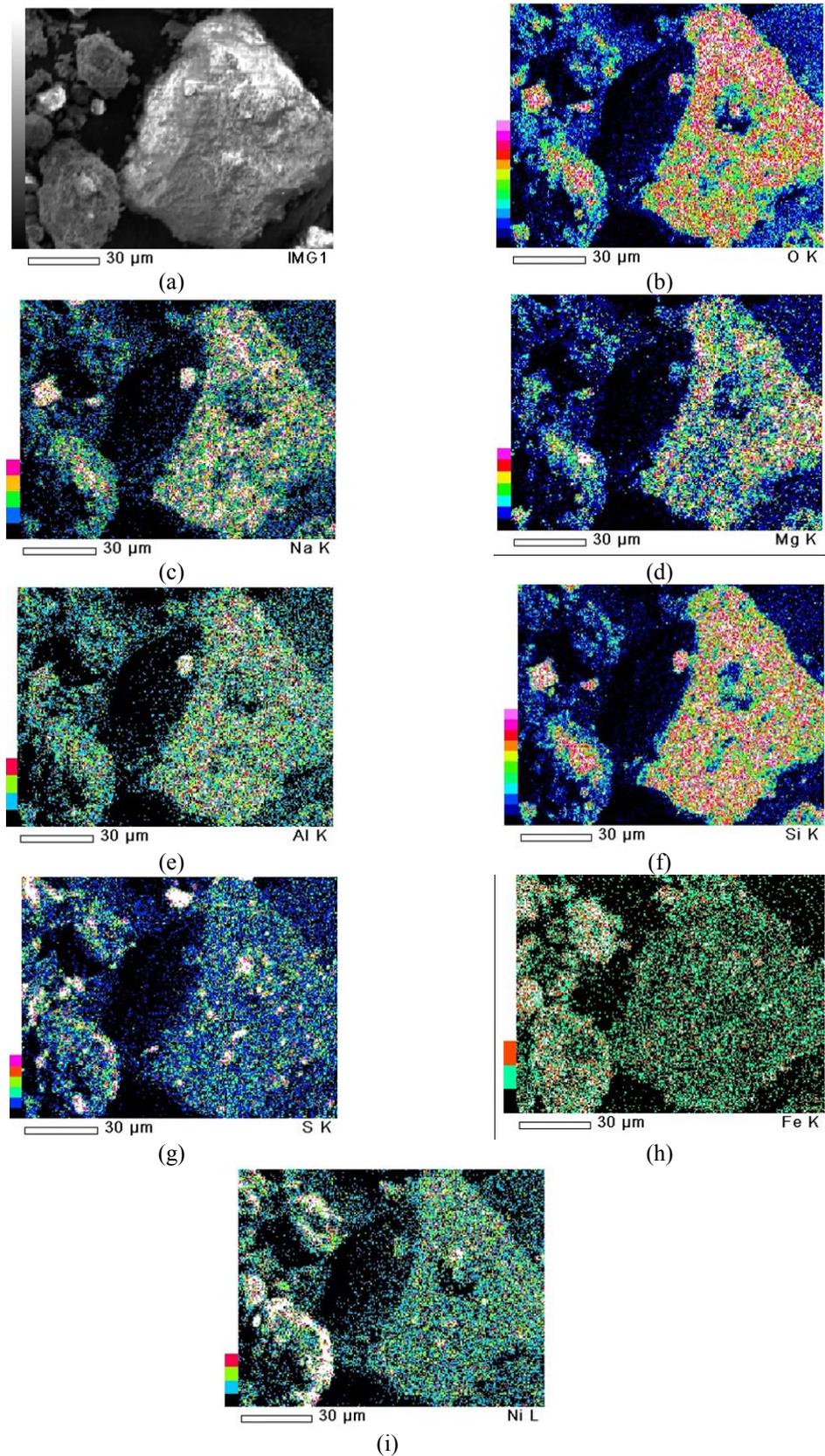
Gambar 5. (a) SEM Image hasil reduksi hasil pemanggangan reduksi campuran nikel laterit, batubara dan Na_2SO_4 pada temperatur $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam; (b) Distribusi oksigen dalam hasil reduksi; (c) Distribusi natrium; (d) Distribusi aluminium; (e) Distribusi silikon; (f) Distribusi belerang; (g) Distribusi khrom; (h) Distribusi besi; dan (i) Distribusi nikel

Untuk mengetahui struktur mikro konsentrat yang dihasilkan dari proses pemisahan magnet, dilakukan analisis terhadap konsentrat yang dihasilkan dengan menggunakan SEM. Hasilnya diperlihatkan pada Gambar 6. Dari gambar ini dapat dilihat bahwa besi dan nikel berada bersama sama membentuk fasa kamacite (FeNi). Kemudian sebagian dari besi bersama sama dengan belerang membentuk

ikatan FeS. Disamping besi dan nikel, dalam konsentrat juga masih mengandung unsur silikon, aluminium, belerang dan krom. Keberadaan unsur-unsur ini dalam konsentrat telah menyebabkan kandungan nikel dalam konsentrat menjadi rendah.



Gambar 6. (a) Struktur mikro konsentrat hasil proses pemisahan dengan magnet; (b) Distribusi aluminium pada konsentrat nikel; (c) Distribusi silikon pada konsentrat nikel; (d) Distribusi khrom pada konsentrat nikel; (e) Distribusi belerang pada konsentrat nikel; (f) Distribusi nikel pada konsentrat nikel; (g) Distribusi besi pada konsentrat nikel



Gambar 7. (a) Struktur mikro hasil SEM dari *tailing* hasil proses pemisahan magnet; (b) Distribusi oksigen dalam *tailing*; (c) Distribusi natrium dalam *tailing*; (d) Distribusi magnesium dalam *tailing*; (e) Distribusi aluminium dalam *tailing*; (f) Distribusi silikon dalam *tailing*; (g) Distribusi belerang dalam *tailing*; (h) Distribusi besi dalam *tailing*; (i) Distribusi nikel dalam *tailing*

4. KESIMPULAN

Dari studi peningkatan kadar nikel dalam bijih nikel laterit jenis limonit dengan membuat pelet dari campuran bijih nikel laterit jenis limonit, batubara dan Na_2SO_4 dapat disimpulkan kadar nikel dalam bijih nikel laterit kadar rendah jenis limonit dapat ditingkatkan dengan cara membuat pelet dari campuran bijih nikel laterit kadar rendah, bahan reduktor batubara dan bahan aditif Na_2SO_4 , kemudian dilanjutkan dengan proses pemanggangan reduksi pelet dan melewati kalsin yang dihasilkan dari proses pemanggangan reduksi kedalam alat pemisahan magnet sehingga diperoleh konsentrat nikel. Kadar nikel dalam konsentrat nikel dipengaruhi oleh temperatur pemanggangan reduksi, jumlah batubara yang ditambahkan kedalam campuran pelet nikel laterit, dan jumlah Na_2SO_4 yang ditambahkan kedalam campuran pelet nikel laterit. Kenaikan waktu pemanggangan reduksi dari 0,5 jam menjadi 4 jam tidak memberikan pengaruh yang berarti terhadap kenaikan kadar nikel dalam konsentrat. Temperatur pemanggangan reduksi mempengaruhi kandungan nikel dalam konsentrat. Kandungan nikel dalam konsentrat tertinggi sebesar 3,53% diperoleh pada temperatur pemanggangan reduksi 1100 °C dan terendah sebesar 1,67% pada 800 °C. Penambahan batubara dalam reduksi mempengaruhi kandungan nikel dalam konsentrat. Kandungan nikel dalam konsentrat yang tertinggi diperoleh pada penambahan batubara 20% sebesar 5,2% dan terendah sebesar 1,92% pada penambahan 5% batubara. Penambahan Na_2SO_4 dalam reduksi mempengaruhi kandungan nikel dalam konsentrat. Kandungan nikel dalam konsentrat yang tertinggi diperoleh pada penambahan Na_2SO_4 20% sebesar 10,28% dan terendah sebesar 2,26% pada penambahan 10% Na_2SO_4 . Kadar nikel tertinggi diperoleh pada konsentrat hasil pemanggangan reduksi pelet yang mengandung 10 % batubara dan 20 % Na_2SO_4 yang dipanggang pada temperatur 1000 °C

UCAPAN TERIMA KASIH

Kegiatan penelitian ini dilaksanakan dengan dukungan dana DIPA Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI tahun anggaran 2016. Sehubungan hal tersebut, penulis menyampaikan ucapan terimakasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, khususnya Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah memberikan

dukungan dana dan fasilitas untuk pelaksanaan kegiatan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] C.A. Pickles, J. Forster, R. Elliott, "Thermodynamic analysis of the carbothermic reduction roasting of a nickeliferous limonitic laterite ore," *Minerals Engineering.*, Vol. 65, pp. 33–40, 2014.
- [2] Departemen Pertambangan dan Energi, Potensi dan Prospek Investasi di Sektor Pertambangan dan Energi 1998-1999.
- [3] Peta Ekonomi Mineral, (1997) Dit. Sumber daya Mineral, Kementerian Energi dan sumberdaya Mineral Republik Indonesia, 1997.
- [4] Dalvi, A.D., Bacon, W.G., Osborne, R.C, "The past and the future of nickel laterites, PDAC 2004 International Convention. Trade Show & Investors Exchange," *North Carolina, USA.*, pp. 1–27, 2004.
- [5] Mskalyk, R.R., Alfantazi, A.M, "Nickel laterite processing and electrowinning practice," *Miner. Eng.*, Vol. 20 (15), pp. 593–595, 2002.
- [6] Rhamdhani, M.A., Hayes, P.C., Jak, E, "Nickel laterite Part 1 – microstructure and phase characterizations during reduction roasting and leaching," *Miner. Process. Extr. Metall. Rev.* 3., Vol. (118), pp. 129–145, 2009.
- [7] Mudd, G, "Global trends and issues in nickel mining: sulfides versus laterites. Ore Geol. Rev. 38, 9–26. dan literatur Eckelman, M., 2010. Facility-level energy and greenhouse gas life-cycle assessment of the global nickel industry. Resour. Conserv. Recycl. 54, 256–266, 2010.
- [8] Bergman, R. A, "Nickel production from low-iron laterite ores: process descriptions," *CIM Bulletin.*, Vol. 96, (1072), pp. 127–138, 2003.
- [9] Cartman, R. 2010. An overview of the future production and demand of ferronickel, 2nd Euro Nickel Conference, (IMM Informa Australia), Available: http://www.hatch.com.au/Mining_Metals/Iron_Steel/Articles/documents/Future_supply_demand_ferronickel.pdf.
- [10] Rudi Subagja, F. Firdiyono, "Kinetika reaksi pelarutan nikel dari hasil reduksi nikel laterit," *Metalurgi.*, Vol. 30, No. 2, Agustus, hal. 71-80, 2015.
- [11] Kim, J., Dodbiba, G., Tanno, H., Okaya, K., Matsuo, S., Fujita, T, "Calcinations of low-grade laterite for concentration of Ni

- by magnetic separation,” *Miner. Eng.*, Vol. 23(4), pp. 282–288, 2010.
- [12] Li, G.H., Shi, T.M., Rao, M.J., Kiang, T., Zhang, Y.B., “Beneficiation of nickeliferous laterite by reduction roasting in the presence of sodium sulfate,” *Miner. Eng.*, Vol. 32, pp. 19–26, 2012.
- [13] Cao, Z.C., Sun, T.C., Yang, H.F., Wang, J.J., Wu, X.D., “Recovery of iron and nickel from nickel laterite ore by direct reduction roasting and magnetic separation,” *J. Univ. Sci. Technol. Beijing.*, Vol. 32 (6), pp. 708–712, 2010.
- [14] Zhu, D.Q., Cui, Y., Vining, K., Hapugoda, S., Douglas, J., Pan, J., Zheng, G.L., “Upgrading low nickel content laterite ores using selective reduction followed by magnetic separation,” *Int. J. Miner. Process.*, Vol. 106–109, pp. 1–7, 2012.
- [15] Rudi Subagja, Agus B.P., Mayang, “Pengaruh temperatur dan waktu reduksi serta penambahan batubara dan Na₂SO₄ terhadap peningkatan kadar nikel dalam nikel laterit,” *Prosiding Seminar Material Metalurgi* 2015.
- [16] J. Forster, C.A. Pickles, R. Elliott, “Microwave carbothermic reduction roasting of a low grade nickeliferous silicate laterite ore,” *Minerals Engineering.*, Vol. 88, pp. 18–27, 2016.
- [17] Bunjaku, A., Kekkonen, M., Holappa, L.T., “Phenomena in thermal treatment of lateritic nickel ores up to 1300 °C.,” *The Twelfth International Ferroalloys Congress Sustainable Future. Helsinki, Finland.*, hal. 641–652, 2010.
- [18] Jie Lu, Shoujun Liu, Ju Shangguan, Wenguang Du, Feng Pan, Song Yang, “The effect of sodium sulphate on the hydrogen reduction process of nickel laterite ore,” *Minerals Engineering.*, Vol. 49, pp. 154–164, 2013.
- [19] Man Jiang, Tichang Sun, Zhiguo Liu, Jue Kou, Na Liu, Shiyuan Zhang, “Mechanism of sodium sulfate in promoting selective reduction of nickel laterite ore during reduction roasting process,” *International Journal of Mineral Processing.*, Vol. 123, pp. 32–38, 2013.

INDEKS PENULIS

A

Agus Budi Prasetyo, 103

Amin Suhadi, 79

D

DidikAryanto, 95

E

Eka Febriyanti, 79

G

GadangPriyotomo, 87

H

Harsisto, 87

K

KhoirunNisa, 95

L

LutviasariNuraini, 87

M

M. ZakiMubarok, 69

Mahardika P. Aji, 95

P

PerdameanSebayang, 95

R

Rini Riastuti, 79

Ronald Nasoetion, 87

Rudi Subagja, 103

T

Toto Sudiro, 95

Tri Handayani, 79

W

WahyuMayang Sari, 103

WahyudinPrawira M, 69

INDEKS KATA

70Cu-30Zn alloy, 79

A

Activated carbon, 1

Adsorpsi, 1, 70, 72, 73, 74, 75, 76, 87, 93, 94

Adsorption, 1, 76

B

Brine Water, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93

C

Coating Fe-25Al, 95, 96, 99

Crystalline size, 95, 96

D

Dislocation, 95, 96

Dislokasi, 84, 85, 95, 96, 98, 99

E

EIS, 87, 88, 89, 92, 94, 95

Emas, 1, 2, 70, 72, 73, 74, 75

F

Fe-25Al coating, 95

G

Gold, 1, 76

I

Imidazoline Salt, 87, 88, 90, 94

Inhibitor, 87, 88, 90, 91, 92, 93, 94, 95

Ion exchange resin, 1

K

KarbonAktif, 1, 2, 70, 72, 73, 74, 75, 76

L

Limit drawing ratio (LDR), 79

Limonit, 103, 104, 105, 114

M

Metal forming, 79, 81, 85

N

Nikellaterit, 103, 104, 105, 106, 99, 107, 108, 109, 111, 114, 115

P

Paduan 70Cu-30Zn, 79, 81, 82, 84

Pemanganganreduksi, 103, 104, 105, 106, 99, 107, 108, 109, 111, 114

Pembentukanlogam, 79

Pemisahan magnet, 103, 105, 106, 108, 111, 112, 113, 114

R

Resin penukar ion, 1, 70, 74, 76

S

SEM, 95, 96, 99, 106, 107, 108, 111, 113

Tafel, 87, 88, 89, 91

Thiosulfate, 1, 72, 76

U

Ukurankristal, 95, 96, 98, 99

X

XRD, 106, 107, 108, 109, 111

XRD, 95, 96, 98, 99

PANDUAN BAGI PENULIS

1. Penulis yang berminat menyumbangkan hasil karyanya untuk dimuat di dalam majalah Metalurgi, diharuskan mengirim naskah asli dalam bentuk final baik hardcopy atau softcopy (dalam file doc), disertai pernyataan bahwa naskah tersebut belum pernah diterbitkan atau tidak sedang menunggu penerbitannya dalam media tertulis manapun.
2. Penulis diminta mencantumkan nama tanpa gelar, afiliasi kedudukan dan alamat emailnya setelah judul karya tulisnya, dan ditulis dengan Times New Roman (TNR), jarak 1 spasi, font 12.
3. Naskah harus diketik dalam TNR font 11 dengan satu (1) spasi. Ditulis dalam bentuk hardcopy dengan kertas putih dengan ukuran A4 pada satu muka saja. Setiap halaman harus diberi nomor dan diusahakan tidak lebih dari 30 halaman
4. Naskah dapat ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa Inggris, harus disertai dengan judul yang cukup ringkas dan dapat melukiskan isi makalah secara jelas. Judul ditulis dalam **bahasa Indonesia dan bahasa Inggris** dengan huruf kapital menggunakan TNR font 16 dan ditebalkan. Untuk yang berbahasa Indonesia, usahakanlah untuk menghindari penggunaan bahasa asing.
5. Isi naskah terdiri dari Judul naskah, Nama Pengarang dan Institusi beserta email, Intisari/Abstract, Pendahuluan, Tata Kerja/Prosedur Percobaan, Hasil Percobaan, Pembahasan, Kesimpulan dan Saran, Daftar Pustaka, Ucapan Terimakasih dan Riwayat Hidup. Pakailah bahasa yang baik dan benar, singkat tapi cukup jelas, rapi, tepat dan informatif serta mudah dicerna/dimengerti. Sub sub judul ditulis dengan huruf kapital pada setiap awal kata (TNR font 11 **Bold**), ditebalkan tanpa penomoran urutan sub judul, misalnya :

PENDAHULUAN (SMALL CAPS)

A. Perangkat Lunak (TNR)

PROSEDUR PERCOBAAN, dan seterusnya.

6. Naskah harus disertai intisari pendek dalam bahasa Indonesia dan abstract dalam bahasa Inggris ditulis TNR 10 jarak 1 spasi diikuti dengan kata kunci/keywords ditulis tebal.
Contoh :
Keywords : kata kunci terdiri dari 3 sampai 5 kata atau frasa dipisahkan dengan koma
Isi dari intisari/abstract merangkum secara singkat dan jelas tentang :
 - Tujuan dan Ruang Lingkup Litbang
 - Metoda yang Digunakan
 - Ringkasan Hasil
 - Kesimpulan
7. Isi pendahuluan menguraikan secara jelas tentang :
 - Masalah dan Ruang Lingkup
 - Status Ilmiah dewasa ini
 - Hipotesis
 - Cara Pendekatan yang Diharapkan
 - Hasil yang Diharapkan
8. Tata kerja/prosedur percobaan ditulis secara jelas sehingga dapat dipahami langkah-langkah percobaan yang dilakukan.

9. Hasil dan pembahasan disusun secara rinci sebagai berikut :

Data yang disajikan telah diolah, dituangkan dalam bentuk tabel atau gambar, serta diberi keterangan yang mudah dipahami. Penulisan keterangan tabel diletakkan di atas tabel, rata kiri dengan TNR 9 dengan spasi 1. Kata tabel ditulis tebal. Akhir keterangan tidak diberi tanda titik .

Contoh : Tabel 1. Harga kekerasan baja SS 316L

Penulisan keterangan gambar ditulis di bawah gambar, rata kiri dengan TNR 9 jarak 1 spasi, format “*in line with text*”. Kata gambar ditulis tebal. Akhir keterangan tidak diberi tanda titik.

Contoh : Gambar 1. Struktur mikro baja SS 316L

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

10. Kesimpulan dijelaskan dalam bentuk **NARASI**

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

12. Kutipan atau Sitasi

- Penulisan kutipan ditunjukkan dengan membubuhkan angka (dalam format superscript) sesuai urutan.
- Angka kutipan ditulis **sebelum** tanda titik akhir kalimat tanpa spasi, dengan tanda kurung siku dan **tidak** ditebalkan (*bold*).
- Jika menyebut nama, maka angka kutipan langsung dibubuhkan setelah nama tersebut.
- Tidak perlu memakai catatan kaki.
- Urutan dalam Daftar Pustaka ditulis sesuai dengan nomor urut kutipan dalam naskah. **Contoh:** Struktur mikro baja SS 316L^[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 menggunakan standard **IEEE** sebagai berikut :

- [1] J. W. Park, D. H. Kwak, S. H. Yoon, and S. C. Choi, “Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted CaMnO₃ at high temperature,” *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 550–555, 2009.
- [2] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, and J. X. Zhang, “First principle investigation of electronic structure of CaMnO₃ thermoelectric compound oxide,” *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 2, pp. 542–545, 2011.
- [3] J. W. Fergus, “Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 3, pp. 525–540, 2012.
- [4] D. Prakash, R. D. Purohit, M. Syambabu, and P. K. Sinha, “Development of High Temperature Thermoelectric Materials and Fabrication of Devices,” no. 320, pp. 17–25, 2011.
- [5] P. Phaga, a. Vora-Ud, and T. Seetawan, “Invention of Low Cost Thermoelectric Generators,” *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 1050–1053, 2012.
- [6] K. R. Poepelmeier, M. E. Leonowicz, J. C. Scanlon, J. M. Longo, and W. B. Yelon, “Structure determination of CaMnO₃ and CaMnO_{2.5} by X-ray and neutron methods,” *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, “High-temperature phase transition of CaMnO_{3-δ},” *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.



14. Ucapan terimakasih **WAJIB DICANTUMKAN** dan ditulis dengan huruf kapital TNR font 12 dan ditebalkan. Isi dari ucapan terimakasih ditulis dengan TNR 11 dan spasi 1.
15. Naskah yang dinilai kurang tepat untuk dimuat di dalam majalah akan dikirim kembali kepada penulis. Saran-saran akan diberikan apabila ketidak tepatan tersebut hanya
16. disebabkan oleh format atau cara penyajian.
17. Penulis bertanggung jawab penuh atas kebenaran naskahnya.
18. Setiap penerbitan tidak ada dua kali atau lebih penulis utama yang sama. Apabila ada, salah satu naskahnya penulis utama tersebut ditempatkan pada penulis kedua.

Tangerang Selatan, Juli 2015
Redaksi Majalah Metalurgi



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA

PUSAT PENELITIAN METALURGI DAN MATERIAL

Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314, Tlp. 021-7560911 Fax. 021-7560533

TULIS JUDUL BAHASA INDONESIA
TULIS JUDUL BAHASA INGGRIS
Penulis Pertama^{a,*}, Penulis Kedua^{a, b}, Penulis Ketiga^b

^aInstitusi Penulis Pertama

Alamat Institusi, Kota, Negara Kode Pos

^bInstitusi Penulis Kedua

Alamat Institusi, Kota, Negara

Intisari

Tulis intisari disini

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

Abstract

Write your abstract here.

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

1. PENDAHULUAN

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

2. TATA KELOLA NASKAH

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

A. Perangkat Lunak Word

Penulis diminta mencantumkan nama tanpa gelar, afiliasi kedudukan dan alamat emailnya setelah judul karya tulisnya, dan ditulis dengan *Times New Roman* (TNR), jarak 1 spasi, font 12. Naskah terdiri dari tidak lebih dari 2.000 kata dan naskah tidak lebih dari 10 halaman termasuk

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

B. Format Penulisan

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

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

C. Heading Section

Heading section dibuat 4 tingkatan. Level 5 tidak diperkenankan.

1. Kepala Seksi 1

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

2. Heading Level 2

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

3. Heading Level 3

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

1. Heading level 4

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

2. Heading Level 5

Level 5 tidak diperkenankan.

3. STRUKTUR PENULISAN

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

D. Judul

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

E. Intisari

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

F. Kata Kunci

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

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

G. Pendahuluan

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

H. Prosedur Percobaan

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

I. Hasil dan Diskusi

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

J. Kesimpulan

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

K. Ucapan Terima Kasih

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

4. PERSIAPAN NASKAH

L. Gambar

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

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

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

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

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

Tabel 1. Table Caption

| Parameter | Unit |
|------------------|-----------------------------|
| Massa, m_s | 1 (kg) |
| Reducer, c | 1,81(Ns/m) ^a |
| Stiffness, k_s | 22.739,57(N/m) ^b |

^afootnote^bfootnote

N. Rumus, Persamaan Matematika dan Reaksi Kimia

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

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

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

O. Pembuatan Daftar Pustaka

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

Diharapkan tidak membuat kotak pada gambar dikecualikan untuk grafik.

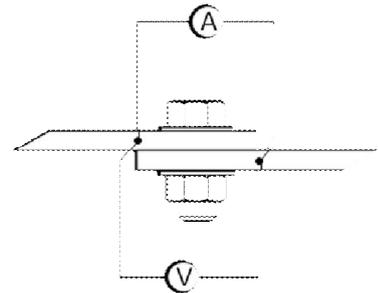


Figure 1. Figure caption

M. Tabel

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

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

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

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

Tiga jenis informasi yang dibutuhkan untuk melengkapi daftar pustaka

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

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

P. Header, Footer, and Hyperlink

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

REFERENCES (STANDARD IEEE)

- [1] J. W. Park, D. H. Kwak, S. H. Yoon, and S. C. Choi, "Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted CaMnO₃ at high temperature," *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 550–555, 2009.
- [2] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, and J. X. Zhang, "First principle investigation of electronic structure of CaMnO₃ thermoelectric compound oxide," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 2, pp. 542–545, 2011.
- [3] J. W. Fergus, "Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 3, pp. 525–540, 2012.
- [4] D. Prakash, R. D. Purohit, M. Syambabu, and P. K. Sinha, "Development of High Temperature Thermoelectric Materials and Fabrication of Devices," no. 320, pp. 17–25, 2011.
- [5] P. Phaga, a. Vora-Ud, and T. Seetawan, "Invention of Low Cost Thermoelectric Generators," *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 1050–1053, 2012.
- [6] K. R. Poepelmeier, M. E. Leonowicz, J. C. Scanlon, J. M. Longo, and W. B. Yelon, "Structure determination of CaMnO₃ and CaMnO_{2.5} by X-ray and

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

5. KESIMPULAN

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

UCAPAN TERIMA KASIH

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

- neutron methods," *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, "High-temperature phase transition of CaMnO_{3-δ}," *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.
- [8] N. Pandey, "Studies on dielectric behaviour of an oxygen ion conducting ceramic - CaMnO₃," *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, vol. 15, no. April, pp. 191–195, 2008.
- [9] H. . and J. M. L. Horowitz, "PHASE RELATIONS IN THE Ca-Mn-O SYSTEM," *Mat. Res. Bull*, vol. 13, pp. 1359–1369, 1978.
- [11] W. R. R. and a. M. B. Brezny, "ACTIVITY-COMPOSITION RELATIONS IN CaO-MnO SOLID SOLUTIONS AT 1 100- 1300°C," *Mat. Res. Bull*, vol. 5, no. 68, pp. 481–488, 1970.
- [12] Suharno, A. Purwanto, A. Fajar, B. Kurniawan, H. Mugihardjo, and W. A. Adi, "PENENTUAN STRUKTUR MAGNETIK CaMnO₃ DENGAN DIFRAKSI NEUTRON," *J. Sains Mater. Indones.*, pp. 202–205, 2006.

- [13] I. Halikia, L. Zoumpoulakis, E. Christodoulou, and D. Prattis, "Kinetic study of the thermal decomposition of calcium carbonate by isothermal methods of analysis," vol. 1, no. 2, pp. 89–102, 2001.
- [14] L. Biernacki and S. Pokrzywnicki, "The thermal decomposition of manganese carbonate Thermogravimetry and exoemission of electrons," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 55, pp. 227–232, 1999.
- [15] K. Qian, Z. Qian, Q. Hua, Z. Jiang, and W. Huang, "Author 's personal copy Structure – activity relationship of CuO / MnO₂ catalysts in CO oxidation."

↑Jika memungkinkan kolom dibuat sama ↑