



P-ISSN 0126-3188
E-ISSN 2443-3926

METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 31 Nomor 3, DESEMBER 2016

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

Pengaruh Aditif Dalam Larutan *Watts Buffer Sitrat* Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah

Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron)

Struktur Mikro, Sifat Mekanik Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca yang Dihasilkan Melalui Proses Metalurgi Fisik

Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni

Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa API 5L X-52 Pada *Artificial Brine Water* Dengan Injeksi Gas CO₂

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



Penanggung Jawab:
Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

Dewan Redaksi :

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

Anggota :

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

Mitra Bestari :

Dr. Ir. Hadi Suwarno, M.Eng (BATAN - Ilmu Material)
Dr. Timotius Pasang (AUT University, New Zealand - Pembentukan Logam)
Dr. Asep Ridwan (Teknik Material – Institut Teknologi Bandung)
Dr. Nofrijon Sofyan (Teknik Metalurgi dan Material – Universitas Indonesia)

Pelaksana Redaksi:

Lia Andriyah, M.Si
M. Yunan Hasbi, S.T
Agus Budi Prasetyo, M.T
Arif Nurhakim, S.Sos
Noor Hidayah, S.Ip
Bahari, BE
Galih Senopati, S.T
Daniel Panghihutan Malau, M.Si
Rahadian Roberto, A.Md

Penerbit:

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

Alamat Sekretariat:

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI Ged. 470, Kawasan Puspittek Serpong, Tangerang Selatan
Telp: (021) 7560911, Fax: (021) 7560553
E-mail : metalurgi_magz@yahoo.com

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

METALURGI

VOLUME 31 NOMOR 3, DESEMBER 2016

P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

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

Pengantar Redaksi.....xxv

Abstrak.....xxvii

Pengaruh Aditif Dalam Larutan Watts Buffer Sitrat Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah
Bambang Widianto,dkk.....116-121

Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron)
D. N. Adnyana.....122-129

Struktur Mikro, Sifat Mekanik Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca Yang Diperoleh Melalui Proses Metalurgi Serbuk
Dhyah Annur,dkk.....130-137

Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni
Fendy Rokhman,dkk.....138-149

Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa Api 5L X-52 Pada Artificial Brine Water Dengan Injeksi Gas CO₂
Rapli Nur Ahmadi, dkk.....150-156

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 31 Nomor 3, Desember 2016 kali ini menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Bambang Widyanto dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Aditif Dalam Larutan Watts Buffer Sitrat Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah*. Selanjutnya D. N. Adnyana menulis tentang *Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron)*. Dhyah Annur dan kawan-kawan menulis tentang *Struktur Mikro, Sifat Mekanik Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca Yang Dihasilkan Melalui Proses Metalurgi Serbuk*. Selanjutnya Fendy Rokhmanto dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni*. Terakhir yaitu Rapli Nur Ahmadi dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa Api 5L X-52 Pada Artificial Brine Water Dengan Injeksi Gas CO₂*.

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

REDAKSI

METALURGI (Metallurgy)	
P-ISSN 0126-3188 E-ISSN 2443-3926	Vol 31 No. 3 Desember 2016
Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.	
UDC (OXDCF) 553.1	
Bambang Widayanto, Dewi Idamayanti (Program Studi Teknik Material Institut Teknologi Bandung)	
Pengaruh Aditif Dalam Larutan <i>Watts Buffer</i> Sitrat Terhadap Karakteristik Deposit Nikel Pada Proses Pelapisan Baja Karbon Rendah	
Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016	
<p>Penelitian mengenai substitusi asam borat dalam larutan Watts untuk elektroplating nikel telah dilakukan dengan mempergunakan asam sitrat. Nikel didepositkan pada baja karbon rendah dengan metode elektroplating pada suhu 50 °C, pH 4, dan rapat arus 0,17A/cm² selama 5 menit. Aditif yang digunakan untuk menghasilkan deposit <i>bright nickel</i> adalah natrium lauril sulfat sebagai surfaktan, <i>saccharin</i> dan <i>2-butyne-1,4-diol</i> sebagai <i>brightener</i>. Hasil penelitian menunjukkan buffer sitrat dalam larutan Watts meningkatkan kekerasan deposit nikel sampai 431 ± 9 VHN, deposit cenderung lebih getas dan menghasilkan porositas. Natrium lauril sulfat 0,08 g/L efektif dapat menghilangkan porositas, sedikit meningkatkan kekerasan deposit menjadi 482 ± 4 VHN dan cenderung menjadi lebih ulet. Sinergi <i>saccharin</i> dan <i>2-butyne-1,4-diol</i> (1,5 : 0,15 g/L) sebagai <i>brightener</i> menghasilkan permukaan yang <i>bright</i> dan meningkatkan kekerasannya lagi sampai 587 ± 6 VHN. Daya rekat deposit nikel pada baja karbon rendah relatif kuat yang telah dibuktikan dengan melakukan <i>bend test</i>. Penggunaan <i>brightener</i> dapat berperan juga sebagai <i>grain refinement</i> pada proses pelapisan ini yang ditunjukkan oleh hasil pengamatan morfologi permukaan deposit, dimana butir yang diamati lebih halus bila dibandingkan dengan hasil pelapisan tanpa <i>brightener</i>. Ketebalan deposit yang dihasilkan belum dapat sepenuhnya berada dalam kondisi yang homogen, dimana tebal pada bagian tengah adalah 6,8 – 11 µm dan pada bagian tepi adalah 12 – 33 µm.</p>	
Kata Kunci: Lapis listrik nikel, larutan Watts, elektrolit asam borat, elektrolit asam sitrat	
<i>The Influence of Additive on Watts Buffer Sitrate Solution to The Nickel Deposition Characteristic on Low Carbon Steel Plating Process</i>	
<i>Research on the substitution of boric acid with citric acid in Watts electrolyte for nickel electroplating on low carbon steel has been conducted. Nickel was deposited on low carbon steel by electroplating method at 50 °C, pH 4, and the current density 0,17A / cm² for 5 minutes. The additives that used to produce a bright nickel deposit are sodium lauryl sulfate as a surfactant, saccharin and 2-butyne-1,4- diol as a brightener. The results showed Watts citrate buffer solution can increase the hardness of nickel deposits up to 431 ± 9 VHN, deposits tend to be more brittle and generate porosity. Lauryl sulfate 0.08 g / L can effectively eliminate porosity, slightly increase the hardness of the deposit be 482 ± 4 VHN and tend to be more resilient. Synergies saccharin and 2-butyne-1,4-diol (1.5 to 0.15 g/L) as the brightener produces bright surface and harden up to 587 ± 6 VHN. Adhesion to deposit nickel on low carbon steel is relative strong which has been proved by performing bend test. The use of brightener can play a role as well as grain refinement in the coating process. It is shown by the results of morphological observation surface of nickel deposit that deposit grains with brightener is finer than without brightener. The thickness of deposit can not fully be homogeneous which the middle area is thicker 6.8 to 11 µm than the edge 12-33 µm.</i>	
Keywords: Nickel electroplating, Watts solution, boric acid electrolyte, citric acid electrolyte	

METALURGI (Metallurgy)	
P-ISSN 0126-3188 E-ISSN 2443-3926	Vol 31 No. 3 Desember 2016
Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.	
UDC (OXDCF) 620.16	
D. N. Adnyana (Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology, ISTN)	
Penelitian Dan Analisis Metalurgi Pada Cacat Permukaan Lubang Utama Dari Komponen Paduan Aluminium Hasil Permesinan Untuk Bagian Sayap Pesawat Terbang (Aileron)	
Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016	
<p>Sebuah aileron block hasil proses permesinan dilaporkan memperlihatkan sejumlah sumuran pada dinding bagian dalam dari lubang utama setelah diberi proses anodisasi sulfurik. Aileron block yang cacat tersebut terbuat dari paduan aluminium AA 2618 hasil proses tempa dan dirancang untuk mengakomodasi pergerakan komponen-komponen di dalamnya yang terhubung dengan suatu mekanisme sehingga memungkinkan terjadi gerakan pada <i>aileron</i> di bagian sayap pesawat terbang. Untuk menentukan jenis dan faktor-faktor yang mungkin telah menyebabkan terjadinya cacat permukaan pada bagian lubang utama dari aileron block tersebut, maka diperlukan untuk melakukan pengujian dan analisis metalurgi. Sejumlah benda uji disiapkan untuk pengujian laboratoriumnya itu terdiri dari uji makroskopik, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan dan uji SEM (<i>scanning electron microscopy</i>) yang dilengkapi dengan analisa EDS (<i>energy dispersive spectroscopy</i>). Hasil pengujian dan analisis metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa cacat permukaan yang terjadi pada dinding bagian lubang utama aileron block tersebut utamanya dipengaruhi oleh pembentukan endapan partikel (presipitat) berukuran besar di dalam matrik fasa aluminium aileron block tersebut. Pembentukan partikel/presipitat yang besar tersebut telah menurunkan ikatan koherensi dengan matrik fasa aluminium dan mengakibatkan pertikel tersebut mudah terlepas dari permukaan selama proses permesinan dan membentuk/meninggalkan sejumlah lubang sumuran di sana.</p>	
<p>Kata Kunci: Aileron block, paduan aluminium AA 2618 hasil tempa, cacat permukaan, presipitat, sumuran</p>	
<p><i>Metallurgical Assesment of Main Bore Surface Defect of A Machined Aluminum Alloy Aileron Block</i></p>	
<p><i>A newly machined aileron block was reportedly exhibiting several pits on its particular main bore area after it has been subjected to sulfuric anodizing process. This defective machined aileron block was made of aluminum alloy AA 2618 forging, designed to accommodate some moving parts internally and connected to a mechanism that may allow the movement of aircraft aileron. In order to determine type and factors that may have caused the occurrence of surface defect on the main bore area of the machined aileron block, it was considered to perform a metallurgical assessment. A number of specimens were prepared for laboratory examinations which included macroscopic examination, chemical composition analysis, metallographic examination, hardness test and SEM (<i>scanning electron microscopy</i>) examination equipped with EDS (<i>energy dispersive spectroscopy</i>) analysis. Results of the metallurgical assessment obtained show that the surface defect occurred on the main bore area of the machined aileron block is mainly influenced by the presence of large precipitates in the aluminum matrix phase of the aileron block material. Formation of these large precipitates may have reduced their coherency with the matrix phase of the aluminum alloy and hence could easily detach them from the surface during machining and formed several abandoned pits thereon.</i></p>	
<p>Keywords: Aileron block, aluminium alloy AA 2618 forging, surface defect, precipitates, abandoned pits</p>	

METALURGI (Metallurgy)	
P-ISSN 0126-3188 E-ISSN 2443-3926	Vol 31 No. 3 Desember 2016
Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.	
UDC (OXDCF) 620.112	
Dhyah Annur ^a , Franciska P. L ^a , Aprilia Erryani ^a , M. Ikhlasul Amal ^a , Lyandra S. Sitorus ^b , dan Ika Kartika ^a ^a Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, LIPI dan ^b Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Banten)	
Struktur Mikro, Sifat Mekanik, Dan Ketahanan Korosi Paduan Mg-Zn-Ca Yang Dihasilkan Melalui Proses Metalurgi Serbuk	
Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016	
<p>Magnesium (Mg), dengan kemampuan mampu luruh dan biokompatibilitas, merupakan salah satu logam yang kini dikembangkan sebagai material implan mampu luruh. Namun, penggunaan Mg dalam aplikasi biomedis masih terkendala kekuatan dan ketahanan korosi yang rendah. Pada penelitian kali ini proses metalurgi serbuk dipilih untuk membuat paduan Mg-3Zn-1Ca, Mg-29Zn-1Ca, and Mg-53Zn-4.3Ca (dalam %berat) dengan variasi waktu tahan <i>sintering</i> lima jam dan sepuluh jam. Karakterisasi struktur mikro paduan Mg dilakukan dengan menggunakan SEM (<i>scanning electron microscope</i>) dan juga XRD (<i>x-ray diffraction</i>). Pengujian kuat tekan dilakukan untuk mengetahui nilai kekuatan paduan sedangkan ketahanan korosi dianalisis dengan menggunakan pengujian elektrokimia. Waktu tahan <i>sintering</i> selama 10 jam meningkatkan kekuatan mekanik namun menurunkan ketahanan korosi paduan. Laju korosi yang terbaik (0,32 mmpy) ditunjukkan oleh paduan Mg-29Zn-1Ca dan Mg-53Zn-4Ca dengan waktu tahan lima jam. Oleh karena itu, waktu tahan <i>sintering</i> yang optimum adalah lima jam untuk menghasilkan paduan Mg-Zn-Ca untuk material implan.</p>	
Kata Kunci: Paduan Mg-Zn-Ca, metalurgi serbuk, waktu tahan <i>sinter</i> , implan mampu luruh	
<i>Microstructure, Mechanical And Corrosion Properties of Mg-Zn-Ca Alloy via Powder Metallurgy</i>	
<p><i>Magnesium (Mg), known for its biodegradable and biocompatible properties, currently is being developed for biodegradable implant material. Unfortunately, application of Mg in biomedical devices was limited due to its low mechanical strength and low corrosion resistance. In this study, powder metallurgy was selected to process Mg-3Zn-1Ca, Mg-29Zn-1Ca, and Mg-53Zn-4.3Ca (in weight%) alloys. Holding time of sintering were varied for five and ten hours. Microstructure of Mg alloy was characterized by SEM (scanning electron microscope) and also XRD (x-ray diffraction). Compression testing was done to show the mechanical strength of Mg alloy, while corrosion resistance was examined through electrochemical testing. This study showed that ten hours of sintering time would increase mechanical properties of Mg alloy but would reduce corrosion resistance. The lowest corrosion rate was 0.32 mmpy given by Mg-29Zn-1Ca alloy and Mg-53Zn-4Ca alloy which were sintered for five hours. Therefore, sintering time for five hours was found to be the optimum time to process Mg-Zn-Ca alloy for biodegradable implant material.</i></p>	
Keywords: Mg-Zn-Ca alloy, powder metallurgy, sintering time, biodegradable implant	

UDC (OXDCF) 553.1

Fendy Rokhmanto^{a,b,*}, Bambang Soegijono^b, Ika Kartika^a (^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI dan ^bProgram Studi Magister Ilmu Material, Departemen Fisika, Fakultas MIPA, UI)

Pengaruh Penambahan Karbon Dan Nitrogen Terhadap Mikrostruktur, Kekuatan Tarik Dan Mampu Bentuk Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni

Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016

Paduan Co-Cr-Mo banyak digunakan sebagai material implan tulang dan gigi, dimana komposisi paduan mengacu kepada standar material implan ASTM F75. Paduan Co-Cr-Mo memiliki sifat mekanis yang baik, bersifat biokompatibilitas dan memiliki ketahanan korosi yang tinggi. Tujuan penelitian ini adalah melihat pengaruh penambahan karbon dan nitrogen terhadap kekuatan tarik dan mampu bentuk paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni untuk memenuhi aplikasi di atas. Karbon ditambahkan ke dalam paduan sebesar 0,08; 0,15 dan 0,25 %berat, sedangkan nitrogen sebesar 0,2 %berat. Paduan hasil coran (*as cast*) kemudian dihomogenisasi pada temperatur 1200 °C selama 6 jam, lalu dilakukan proses *hot roll* dengan pemanasan awal 1200 °C selama 1 jam dilanjutkan dengan *quenching* dalam media air. Paduan *as cast* maupun *hasil hot roll* kemudian diamati strukturnya dengan menggunakan mikroskop optik dan SEM serta dilakukan uji tarik untuk mengetahui sifat mekanik dan fraktografi patahan. Kekuatan tarik paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni meningkat seiring dengan meningkatnya penambahan karbon dalam paduan, sedangkan penambahan nitrogen meningkatkan mampu bentuk paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni.

Kata Kunci: Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni, karbon, nitrogen, mikrostruktur, kekuatan tarik, mampu bentuk

Influence of Additional Carbon And Nitrogen on Microstructure, Tensile Strength And Workability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni

*Co-Cr-Mo alloys are widely used as bone and dental implant materials, where the composition of the alloy refers to the standard ASTM F75. Co-Cr-Mo alloys has good mechanical properties, biocompatibility and high corrosion resistance. Objective of this paper is to investigate the influence of Carbon and Nitrogen on tensile strength and workability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni when used to that applications. Carbon is added into the alloys of 0.08; 0.15 and 0.25 (% weight), whereas nitrogen at 0.2 (% weight). As cast ingot homogenized at 1200 °C for 6 h, and then hot rolled with preheating 1200 °C for 1 h and then water quenched. The alloys (*as cast* and after hot rolling) were characterized with optical microscope and SEM to investigate the microstructure and the tensile test to investigate the mechanical properties and fraktografi. The tensile strength of the alloy Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni increased with the addition of carbon in the alloy, while the addition of nitrogen increased work ability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni alloy.*

Keywords: *Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni, carbon, nitrogen, microstructure, tensile strength, workability*

METALURGI (Metallurgy)	
P-ISSN 0126-3188 E-ISSN 2443-3926	Vol 31 No. 3 Desember 2016
Kata Kunci bersumber dari artikel. Lembar abstrak ini boleh diperbanyak tanpa izin dan biaya.	
UDC (OXDCF) 620.112	
Rapli Nur Ahmadi ^a , Soesaptri Oediyani ^a , Gadang Priyotomo ^{b,*} (^a Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, ^b Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI)	
<i>Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Internal Pipa API 5L X-52 Pada Artificial Brine Water Dengan Injeksi Gas CO₂</i>	
Metalurgi, Vol 31 No. 3 Desember 2016	
<p><i>Crude oil</i> yang mengandung <i>brine water</i> dengan kadar NaCl dan HCO₃⁻ yang tinggi serta adanya gas CO₂ yang terlarut dapat meningkatkan potensi korosi pada pipa. Penggunaan inhibitor korosi alami menjadi alternatif baru untuk menyelesaikan masalah tersebut. Bahan alam dipilih sebagai alternatif karena bersifat aman, mudah didapatkan, bersifat <i>biodegradable</i>, biaya murah, dan ramah lingkungan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan ekstrak tembakau terhadap laju korosi dan efisiensi inhibisi yang dihasilkan dengan menambahkan pembaharuan penelitian berupa penginjeksian gas CO₂ secara kontinu yang belum ada pada penelitian sebelumnya. Pengujian pada penelitian ini menggunakan <i>spectroscopy</i> untuk mengetahui komposisi kimia sampel baja API 5L X-52, TLC. Densitometri digunakan untuk mengetahui kadar nikotin pada sampel tembakau. <i>Gamry Potentiostat Type 6.25</i> digunakan untuk pengujian polarisasi Tafel dan EIS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa data laju korosi baja API 5L X-52 mengalami penurunan dengan penambahan ekstrak tembakau. Penurunan optimum laju korosi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau pada larutan ABW 1 sebesar 8,95 mpy dan ABW 2 sebesar 9,87 mpy. Peningkatan optimum efisiensi inhibisi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau, untuk larutan ABW 1 sebesar 79,51% dan ABW 2 sebesar 80,94%. Efisiensi inhibisi mulai mengalami penurunan kembali pada penambahan 80 ppm, untuk larutan ABW 1 sebesar 42,32% dan ABW 2 sebesar 68,71%.</p>	
Kata Kunci: <i>Baja API 5L X-52, inhibitor korosi, ekstrak tembakau, laju korosi, polarisasi</i>	
<i>Effect of Addition of Extracted Tobacco Inhibitor to The Corrosion Rate of Internal Steel Pipe API 5L X-52 in Artificial Brine Water With CO₂ Gas Injection</i>	
<p><i>Crude oil containing brine water with high concentration of NaCl and HCO₃ and the presence of dissolved CO₂ gas may increase the potential for corrosion in the pipeline. The use of natural corrosion inhibitor is one of the alternative to solve these problem. Natural materials were chosen as an alternative because it is safe, readily available, biodegradable, low cost, and environmentally friendly. This study was conducted to determine the effect of tobacco extracts on the rate of corrosion and inhibition efficiency. The novelty of this research is a continuous injection of CO₂ gas that does not exist in previous research. Spectroscopy analysis was conducted to determine the chemical composition of samples of steel API 5L X-52, TLC densitometry was used to determine the levels of nicotine in tobacco sauce. Gamry Potentiostat Type 6:25 was used for testing the corrosion behavior, using the Tafel polarization and EIS methods. The results show that, the corrosion rate of samples decreased with the addition of tobacco extracts. The addition of 60 ppm of tobacco extract in a solution decrease corrosion rate samples at 8.95 mpy in ABW 1 and 9.87 mpy in ABW 2. Optimum inhibition efficiency occurs upon the addition of 60 ppm tobacco extracts, for the solution of ABW 1 by 79.51% and amounted to 80.94% ABW 2. The inhibition efficiency began to decline by the addition of 80 ppm, to 42.32% in ABW 1 and 68.71% in ABW 2.</i></p>	
Keywords: <i>Steel of API 5L X-52, corrosion inhibitor, tobacco extracts, rate of corrosion, polarization</i>	



PENGARUH ADITIF DALAM LARUTAN *WATTS BUFFER SITRAT* TERHADAP KARAKTERISTIK DEPOSIT NIKEL PADA PROSES PELAPISAN BAJA KARBON RENDAH

Bambang Widyanto* dan **Dewi Idamayanti**

Program Studi Teknik Material Institut Teknologi Bandung
Jl.Taman Sari No.10 Bandung
E-Mail: * bambwid@cbn.net.id

Masuk Tanggal : 21-07-2016, revisi tanggal : 30-08-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 09-01-2017

Intisari

Penelitian mengenai substitusi asam borat dalam larutan Watts untuk elektroplating nikel telah dilakukan dengan mempergunakan asam sitrat. Nikel didepositkan pada baja karbon rendah dengan metode elektroplating pada suhu 50 °C, pH 4, dan rapat arus 0,17A/cm² selama 5 menit. Aditif yang digunakan untuk menghasilkan deposit *bright nickel* adalah natrium lauril sulfat sebagai surfaktan, *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* sebagai *brightener*. Hasil penelitian menunjukkan buffer sitrat dalam larutan Watts meningkatkan kekerasan deposit nikel sampai 431 ± 9 VHN, deposit cenderung lebih getas dan menghasilkan porositas. Natrium lauril sulfat 0,08 g/L efektif dapat menghilangkan porositas, sedikit meningkatkan kekerasan deposit menjadi 482 ± 4 VHN dan cenderung menjadi lebih ulet. Sinergi *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* (1,5 : 0,15 g/L) sebagai *brightener* menghasilkan permukaan yang *bright* dan meningkatkan kekerasannya lagi sampai 587 ± 6 VHN. Daya rekat deposit nikel pada baja karbon rendah relatif kuat yang telah dibuktikan dengan melakukan *bend test*. Penggunaan *brightener* dapat berperan juga sebagai *grain refinement* pada proses pelapisan ini yang ditunjukkan oleh hasil pengamatan morfologi permukaan deposit, dimana butir yang diamati lebih halus bila dibandingkan dengan hasil pelapisan tanpa *brightener*. Ketebalan deposit yang dihasilkan belum dapat sepenuhnya berada dalam kondisi yang homogen, dimana tebal pada bagian tengah adalah 6,8 – 11 µm dan pada bagian tepi adalah 12 – 33 µm.

Kata Kunci: *Lapis listrik nikel, larutan Watts, elektrolit asam borat, elektrolit asam sitrat*

Abstract

Research on the substitution of boric acid with citric acid in Watts electrolyte for nickel electroplating on low carbon steel has been conducted. Nickel was deposited on low carbon steel by electroplating method at 50 °C, pH 4, and the current density 0,17A / cm² for 5 minutes. The additives that used to produce a bright nickel deposit are sodium lauryl sulfate as a surfactant, saccharin and 2-butyne-1,4- diol as a brightener. The results showed Watts citrate buffer solution can increase the hardness of nickel deposits up to 431 ± 9 VHN, deposits tend to be more brittle and generate porosity. Lauryl sulfate 0.08 g / L can effectively eliminate porosity, slightly increase the hardness of the deposit be 482 ± 4 VHN and tend to be more resilient. Synergies saccharin and 2-butyne-1,4-diol (1.5 to 0.15 g/L) as the brightener produces bright surface and harden up to 587 ± 6 VHN. Adhesion to deposit nickel on low carbon steel is relative strong which has been proved by performing bend test. The use of brightener can play a role as well as grain refinement in the coating process. It is shown by the results of morphological observation surface of nickel deposit that deposit grains with brightener is finer than without brightener. The thickness of deposit can not fully be homogeneous which the middle area is thicker 6.8 to 11 µm than the edge 12-33 µm.

Keywords: *Nickel electroplating, Watts solution, boric acid electrolyte, citric acid electrolyte*

1. PENDAHULUAN

Proses lapis listrik (*electroplating*) nikel merupakan metode pengolahan permukaan yang

ekonomis untuk membentuk deposit nikel pada permukaan logam lain melalui proses elektrolisis. Penggunaan proses lapis nikel tidak hanya untuk aplikasi dekoratif tapi juga

untuk meningkatkan ketahanan abrasi dan korosi pada logam dasar seperti baja karbon rendah. Salah satu logam yang biasa dikenai *electroplating* dengan nikel adalah baja karbon rendah. Tujuannya yaitu meningkatkan nilai dekorasi, melindungi baja terhadap korosi dan meningkatkan kekerasan serta ketahanan aus permukaan baja. Tampilan permukaan lapisan nikel dapat terlihat kusam, sedikit mengkilap atau mengkilap. Karakteristik lapisan nikel yang didepositkan diatur melalui kontrol komposisi elektrolit, penambahan aditif dan kondisi proses. Pada aplikasi industri, biasanya *electroplating* nikel menggunakan larutan *Watts* yang terdiri dari nikel sulfat, nikel klorida dan asam borat sebagai *buffer*. Asam borat selain dapat menyangga pH elektrolit, juga meningkatkan kehalusan permukaan dan keuletan deposit^[1].

Penggunaan asam borat sudah dilarang oleh pemerintah Indonesia dan juga beberapa negara maju seperti Jepang terkait dengan toksisitas lingkungan karena memberikan efek racun terhadap manusia dan lingkungan. Doi dan Mizumoto^[1] sudah merekomendasikan asam sitrat sebagai pengganti asam borat karena lebih murah, tidak beracun dan meningkatkan harga kekerasan deposit nikel sampai 450 VHN.

Konsentrasi penelitian ini difokuskan pada proses lapis listrik nikel untuk aplikasi dekoratif (*bright nickel*) yang mengutamakan penampilan selain ketahanan korosinya. Dalam penelitian ini akan dilakukan kajian mengenai pengaruh asam sitrat sebagai pengganti asam borat dalam larutan *Watts* dan menganalisis pengaruh surfaktan/*wetting agent* yaitu natrium lauril sulfat serta *brightener* yaitu *saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* terhadap sifat deposit nikel pada baja karbon rendah. Karakterisasi yang dilakukan meliputi ketebalan, kekerasan, homogenitas lapisan, morfologi permukaan, dan daya lekat deposit.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

A. Bahan

Sebagai katoda diambil baja karbon rendah dengan spesifikasi sesuai dengan Tabel 1 di bawah dalam dimensi 2 cm x 3 cm. Katoda dihaluskan bertingkat dengan ampelas sampai ukuran 1000 kemudian dipoles. Setelah itu dilakukan *degreasing* dengan mempergunakan trikloroetilen dan akhirnya *pickling* dengan HCl 10%.

Anoda yang dipergunakan adalah nikel murni yaitu 99,5% nikel berbentuk kubus

kemudian dirol sehingga dimensi akhirnya 2 cm x 5 cm dengan ketebalan 2 mm.

Tabel 1. Komposisi baja karbon rendah dari pengujian spektrometer emisi

Unsur	%berat	Unsur	%berat
C	0,03831	Cu	0,13917
Si	0,01278	W	0,00110
S	0,00591	Ti	0,00177
P	0,00704	Sn	0,01115
Mn	0,14799	Al	0,03201
Ni	0,04849	Pb	0,00130
Cr	0,03557	Zn	0,00563
Mo	0,00129	Fe	Balanced

Cairan elektrolit *Watts* yang dipergunakan ditunjukkan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Cairan dan kondisi proses *electroplating*

Komposisi	Watts asam (g/L)	buffer borat (g/L)	Watts asam (g/L)	buffer sitrat (g/L)
NiSO ₄ ·2H ₂ O	280		280	
NiCl ₂ ·2H ₂ O	45		45	
Asam borat	40		-	
Asam sitrat	-		17	
Na-lauril sulfat	0,08		0,08	
<i>Saccharin</i>	0,5 -2,0		0,5 -2,0	
<i>2-butyne-1,4-diol</i>	0,05-0,2		0,05-0,2	
Kondisi proses	pH 4,0 (diatur dengan NaOH 40%), rapat arus 0,17 A/cm ² , suhu 50 °C, waktu <i>plating</i> 5 menit			

Semua bahan mempunyai kemurnian teknis. *Electroplating* dilakukan menggunakan elektrolit *Watts buffer* sitrat dan *Watts buffer* borat sebagai pembanding.

B. Karakterisasi

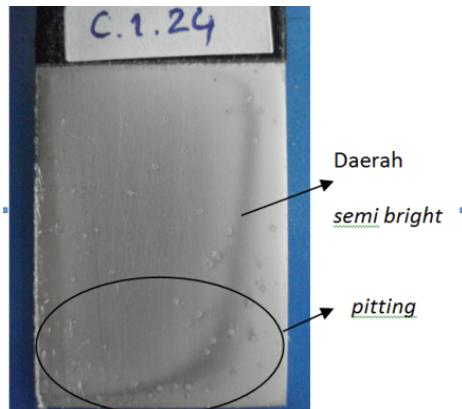
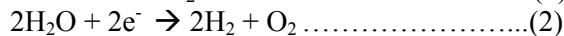
Karakterisasi yang dilakukan pada deposit nikel adalah uji keras dengan *microvickers* pada arah melintang, pengukuran ketebalan dengan mikroskop optik, pengamatan morfologi permukaan dan komposisi deposit dengan SEM-EDS (*scanning electron microscope-energy dispersive spectrometer*), pengujian kualitatif daya rekat dengan *bending test* serta ketahanan korosi dengan *salt spray* dalam lingkungan NaCl 5%.

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Pengaruh Asam Sitrat sebagai *Buffer*

Hasil deposisi nikel pada permukaan baja karbon rendah sangat dipengaruhi oleh jenis *buffer*. *Buffer* sitrat menghasilkan banyak cacat berbentuk *pitting* pada deposit nikel. Adanya

pitting diakibatkan oleh menempelnya gelembung gas terutama hidrogen pada permukaan katoda (baja karbon rendah). Hidrogen dihasilkan dari reaksi kompetitif pada katoda berasal dari H^+ atau dari reduksi air melalui reaksi :



Gambar 1. Foto makro deposit nikel menggunakan elektrolit Watts buffer sitrat

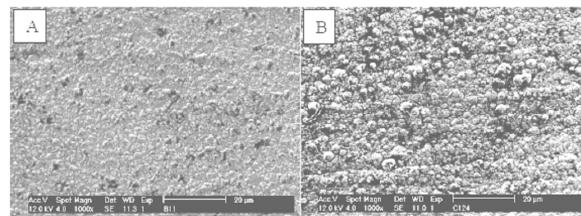
Penggunaan *buffer* borat cenderung menghasilkan sedikit *pitting* dibanding *buffer* sitrat hal ini disebabkan *buffer* borat selain berfungsi sebagai penyangga pH juga dapat menurunkan tegangan permukaan sehingga dapat meminimalisir terikatnya hidrogen pada permukaan baja^[2]. Diduga *buffer* sitrat tidak mempunyai efek menurunkan tegangan permukaan sehingga hidrogen tetap terikat pada permukaan baja.

Adanya hidrogen pada permukaan baja akan menghalangi proses deposisi. Nikel terdepositkan dan tumbuh di sekitar gelembung hidrogen. Daerah tersebut akhirnya akan menghasilkan *pitting* dan menjadi sumber porositas deposit nikel. Menurut Bicelli dkk^[3], porositas deposit nikel berkaitan erat dengan terikatnya hidrogen.

Senyawa sitrat memberikan efek menghalangi proses deposisi nikel pada permukaan katoda (baja). Mekanismenya asam sitrat membentuk senyawa kompleks dengan nikel (disimbolkan dengan NiCit) yang dapat teradsorpsi pada permukaan katoda (baja) dan menghalangi sisi aktif untuk reduksi Ni^{2+} menjadi Ni.

Melalui pengamatan morfologi permukaan deposit, *buffer* sitrat mempengaruhi terbentuknya ukuran butir. Pada Gambar 2 butir deposit dari *buffer* sitrat menyerupai *cauli flower*. Menurut penelitian Li Chao-qun dkk^[2], butir *cauli flower* ini terdiri dari koloni-koloni

besar yang merupakan akumulasi dari deposit bola-bola halus. Bicelli^[3] menyebutkan asam sitrat berfungsi pula sebagai penghalus butir (*grain refinement*). Butir-butir halus terbentuk karena kecepatan pengintian deposit (*nucleation rate*) lebih tinggi dari kecepatan pertumbuhan butir (*growth rate*).



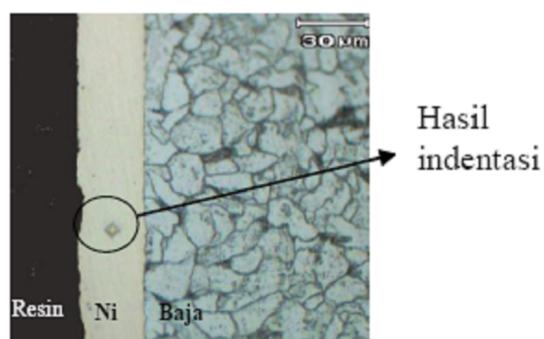
Gambar 2. Hasil SEM deposit nikel menggunakan buffer borat 40 g/L(A) dan sitrat 40 g/L (B)

Hal ini menunjukkan asam sitrat lebih efektif menghalangi sisi aktif pertumbuhan butir dari pada asam borat dan cenderung meningkatkan kecepatan pengintian sehingga menghasilkan ukuran butir deposit yang lebih halus. Efek penghalusan butir inilah yang diduga dapat meningkatkan kekerasan deposit nikel secara signifikan. Sesuai dengan persamaan (3) *Hall Petch* yaitu penurunan ukuran butir (d) akan meningkatkan kekerasan material (H).

$$H = H_0 + k.d^{-1/2} \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

Kekerasan deposit nikel dari *buffer* sitrat yang diuji pada arah *cross section* (Gambar 3) mencapai 431 ± 9 VHN, sedangkan deposit nikel dari *buffer* borat 275 ± 18 VHN.

Merujuk pada hasil penelitian yang sudah dilakukan Doi dan Mizumoto^[1] yaitu kekerasan deposit nikel dari Watts-sitrat dihasilkan 450 VHN.



Gambar 3. Hasil indentasi deposit dengan microvickers beban 25 gf. Etsa Nital 2%

B. Pengaruh Natrium Lauril Sulfat sebagai Surfaktan/Wetting Agent

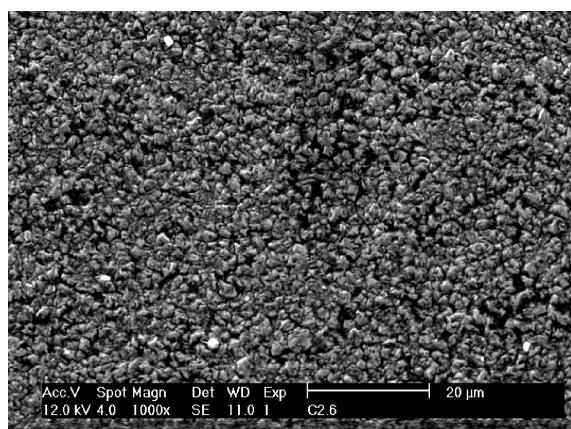
Natrium lauril sulfat merupakan surfaktan anionik yang bekerja menurunkan tegangan

permukaan. Penambahan natrium lauril sulfat dalam elektrolit *Watts buffer* sitrat efektif menurunkan/mengontrol jumlah *pitting* akibat adsorpsi hidrogen pada permukaan baja seperti tampak pada Gambar 4. Konsentrasi natrium lauril sulfat yang ditambahkan mengacu pada penelitian Burzyn'ska dan Rudnik^[2] yaitu 0,08 g/L.



Gambar 4. Foto makro penambahan natrium lauril sulfat 0,08 g/L terhadap permukaan deposit nikel menggunakan elektrolit *Watts buffer* sitrat

Harga kekerasan deposit nikel yang dipengaruhi oleh natrium lauril sulfat sedikit meningkat 482 ± 4 VHN sementara morfologi permukaan deposit (Gambar 5) cenderung berubah terlihat dari pola butir deposit yang berbeda dibandingkan tanpa penambahan lauril sulfat (Gambar 2B).



Gambar 5. Hasil SEM deposit nikel akibat penambahan natrium lauril sulfat 0,08 g/L pada *Watts buffer* sitrat

C. Pengaruh *Saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* sebagai *brightener*

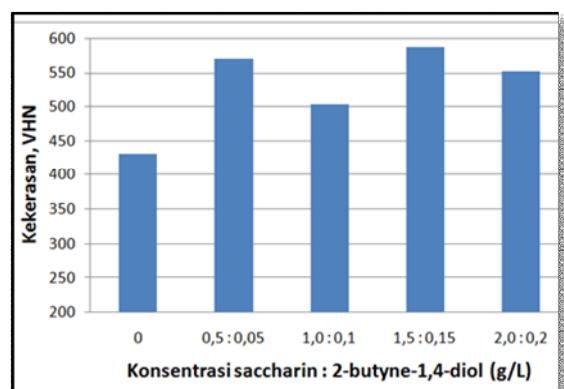
C.1 Pengaruh Terhadap Ukuran Butir dan Kekerasan

Saccharin merupakan *brightener* kelas I sedangkan *2-butyne-1,4-diol* merupakan *brightener* kelas II. Sinergi keduanya dapat

menghaluskan butir, meningkatkan *brightness* juga meningkatkan kekerasan deposit. Sesuai dengan aturan *Hall-Petch*, penurunan diameter butir sebanding dengan peningkatan kekerasannya. *Saccharin* yang teradsorpsi menghalangi difusi permukaan atom dan dapat menurunkan tegangan dalam deposit akibat *2-butyne-1,4-diol* serta mereduksi ukuran butir sampai tingkat nanometer^[2]. Dapat dibuktikan pada Gambar 7, pengaruh dari *brightener saccharin* dan *2-butyne-1,4-diol* menghasilkan ukuran butir deposit sedemikian halusnya.

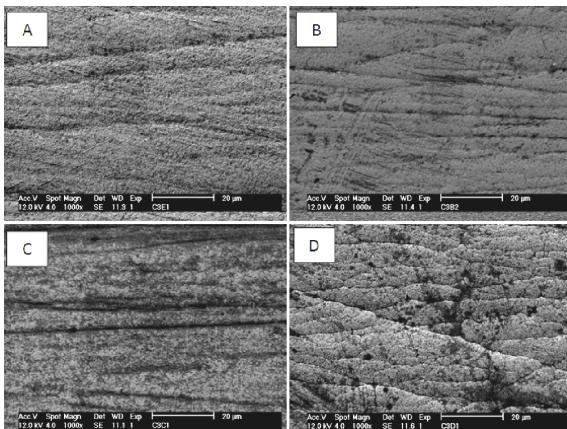
Saccharin mengandung sulfur dan *2-butyne-1,4-diol* mengandung karbon, keduanya ikut terdepositkan (*codeposition*) pada deposit nikel dan berperan sebagai *solid solution strengthenener* tetapi dapat menyebabkan *intergranular embrittlement*^[5]. *Embrittlement* terjadi karena pembentukan lapisan getas nikel sulfida pada batas butir^[4]. Namun demikian kehadiran sulfur maupun karbon dalam deposit nikel tidak dapat ditentukan secara kuantitatif dengan EDS yang terintegrasi pada alat SEM. Pengujian EDS dilakukan pada deposit *Watts-sitrat* yang mengandung *brightener* dan hasilnya menunjukkan bahwa deposit mengandung 100% nikel. Dapat disimpulkan bahwa peningkatan kekerasan deposit dapat diakibatkan oleh pengaruh *brightener* melalui mekanisme reduksi ukuran butir (*grain refinement*), juga adanya *solid solution strengthenener* dari kodeposisi sulfur dan karbon.

Bertambahnya konsentrasi *brightener* meningkatkan kekerasan deposit nikel ditunjukkan pada Gambar 6. Kekerasan tertinggi dari deposit *Watts-sitrat* 587 ± 6 VHN pada konsentrasi *brightener saccharin : 2-butyne 1,4-diol* (1,5 : 0,15)g/L.



Gambar 6. Pengaruh *brightener* terhadap kekerasan deposit nikel dari *Watts buffer* sitrat

Peningkatan harga kekerasan deposit nikel sebagai akibat semakin halusnya butir deposit (Gambar 7).



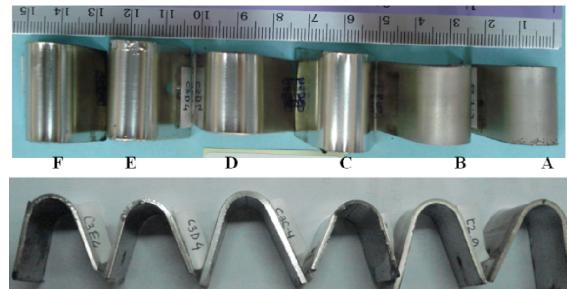
Gambar 7. SEM morfologi deposit nikel dari Watts-sitrat mengandung natrium lauril sulfat 0,08 g/L + *brightener saccharin* : 2-butyne 1,4-diol [A] (0,5:0,05), [B] (1,0:0,1), [C] (1,5:0,15) [D] (2,0:0,2) g/L

C.2 Pengaruh Terhadap Daya Rekat Deposit

Daya rekat deposit diuji dengan metode *bend test* seperti pada Gambar 8. *Bend test* merupakan salah satu pengujian kualitatif terhadap daya rekat dan tingkat keuletan deposit^[1]. Hasil pengujian menunjukkan deposit nikel *Watts*-sitrat terikat relatif kuat pada baja, bagian yang mengalami *bending* tidak retak. Retak hanya terjadi pada bagian tepi dan merupakan daerah yang paling tebal deposit nikelnya. Dari hasil *bend test*, asam sitrat selain meningkatkan kekerasan juga menyebabkan deposit nikel menjadi getas sedangkan asam borat menghasilkan deposit yang lebih ulet dari asam sitrat. Diduga penggetasan deposit *Watts*-sitrat diakibatkan oleh adanya *hydrogen embrittlement* dan *stress* yang tinggi seperti hasil penelitian Doi dan Mizumoto^[1] bahwa larutan *Watts* tanpa aditif akan menghasilkan *stress* yang lebih tinggi pada deposit. Dengan penambahan natrium lauril sulfat, deposit *Watts*-sitrat menjadi lebih ulet. Deposit nikel dari *Watts*-sitrat yang mengandung *brightener saccharin* : 2-butyne-1,4-diol (0,5:0,05 g/L) juga cenderung lebih ulet dibandingkan deposit nikel tanpa aditif, tetapi pada *brightener saccharin* : 2-butyne-1,4-diol (2,0 : 0,2 g/L) terjadi pengelupasan bagian tepi dan deposit menjadi lebih getas. Diduga pada konsentrasi *brightener* tersebut terjadi peningkatan *stress* dan peningkatan nikel sulfida pada batas butir sehingga menyebabkan *intergranular cracking*^[6-7].

Ketebalan deposit yang dihasilkan tidak merata, bagian tengah 6,8 – 11,0 µm, bagian tepi 12,0 – 33,0 µm. Dari hasil pengukuran ketebalan deposit, adanya aditif tidak mempengaruhi terhadap kecepatan deposisi. Hal ini dibuktikan dengan ketebalan deposit

yang dihasilkan baik dengan atau tanpa aditif relatif sama.



Gambar 8. Hasil *bend test* deposit nikel *Watts*-sitrat. [A] Tanpa aditif, [B] mengandung 0,08 g/L Na-lauril sulfat, [C-F] mengandung 0,08 g/L Na-lauril sulfat dan *brightener saccharin* : 2-butyne-1,4-diol dengan perbandingan: [F] (0,5:0,05), [C] (1,0:0,1 g/L), [D] (1,5:0,15 g/L), [E] (2,0:0,2 g/L)

Berdasarkan mekanisme pembentukan deposit, atom nikel hasil reduksi yang teradsorpsi permukaan baja akan berdifusi terlebih dahulu pada sisi tumpukan atom, sisi tangga atom, sudut, dan tepi karena pada daerah ini terdapat medan listrik yang paling tinggi sehingga kecepatan deposisi pun menjadi lebih tinggi dari pada daerah datar dan menghasilkan deposit yang lebih tebal^[3].

4. KESIMPULAN

Substitusi asam borat oleh asam sitrat sebagai *buffer* dalam larutan *Watts* dapat menghasilkan kekerasan secara signifikan mencapai 431 ± 9 VHN. Peningkatan kekerasan terjadi dengan mekanisme *grain refinement*. Natrium lauril sulfat efektif sebagai surfaktan, mereduksi *pitting* akibat hidrogen dan meningkatkan kekerasan deposit nikel *Watts*-sitrat sampai 482 ± 4 VHN. Sinergi *brightener saccharin* dan 2-butyne-1,4-diol dapat menghasilkan deposit *Watts*-sitrat *bright homogen*, menghaluskan butir dan meningkatkan kekerasan sampai 587 ± 6 VHN pada komposisi *saccharin* : 2-butyne-1,4-diol (1,5 : 0,15 g/L). Daya lekat deposit relatif kuat, deposit *Watts*-sitrat tanpa aditif cenderung lebih getas. Penambahan natrium lauril sulfat meningkatkan keuletan deposit. Semakin tinggi konsentrasi *brightener* cenderung menghasilkan deposit yang getas pula.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih sebesar-besarnya kepada Koordinator Laboratorium Metalurgi, Program Studi Teknik Material ITB yang telah memberikan kesempatan luas untuk melakukan

penelitian ini, dan juga kepada para teknisi laboratorium yang telah membantu membuat percobaan yang dilakukan, sehingga penelitian ini dapat memberi hasil yang memuaskan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Doi,T. and Mizumoto, K, "Bright Nickel Plating from Nickel Citrate Electroplating Baths," *Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute.*, 2004.
- [2] Li Chao-qun, Li Xin-hai, Wang Zhi-xin, Guo, Hua-jun, "Nickel Electrodeposition from Novel Citrate Bath," *Trans Nonferrous Met. Soc.China.*, Vol. 17, pp. 1300-1306, 2007.
- [3] Bicelli, L.P., Bozzini, B., Mele,C., D'Urzo, L., "A Review Of Nanostructural Aspects Of Metal Electrodeposition," *Int. J. Electrochem. Sci.*, Vol. 3, pp. 356 – 408, 2008.
- [4] Kim, S.H., Sohn, H.J., Joo, Y.C., Yim,T.H., Lee,H.Y., Kang,T, "Effect of Saccharin Addition on The Microstructure of Electrodeposited Fe-36 wt.% Ni alloy," *Surface & Coatings technology.*, Vol. 199, pp. 43-48, 2005.
- [5] Dini, J.W., "Electrodeposition : The Materials Science Of Coatings & Substrates," by *Noyes Publications, United States of America.*, 1993.
- [6] Burzyn'ska,L. and Rudnik, E, "The Influence of Electrolysis Parameters on The Composition and Morphology Of Co-Ni Alloys," *Hydrometallurgy.*, Vol. 54, pp. 133–149, 2000.
- [7] Chauhan, K.S. and Lakra, S.K, "Effect Of Substrate Texture On Electroplating, Bachelor Of Technology In Metallurgical And Materials Engineering," *National Institute Of Technology Rourkela.*, 2010.



METALLURGICAL ASSESSMENT OF MAIN BORE SURFACE DEFECT OF A MACHINED ALUMINUM ALLOY AILERON BLOCK

D. N. Adnyana

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

Masuk Tanggal : 30-09-2016, revisi tanggal : 14-11-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 09-01-2017

Abstract

A newly machined aileron block was reportedly exhibiting several pits on its particular main bore area after it has been subjected to sulfuric anodizing process. This defective machined aileron block was made of aluminum alloy AA 2618 forging, designed to accommodate some moving parts internally and connected to a mechanism that may allow the movement of aircraft aileron. In order to determine type and factors that may have caused the occurrence of surface defect on the main bore area of the machined aileron block, it was considered to perform a metallurgical assessment. A number of specimens were prepared for laboratory examinations which included macroscopic examination, chemical composition analysis, metallographic examination, hardness test and SEM (scanning electron microscopy) examination equipped with EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis. Results of the metallurgical assessment obtained show that the surface defect occurred on the main bore area of the machined aileron block is mainly influenced by the presence of large precipitates in the aluminum matrix phase of the aileron block material. Formation of these large precipitates may have reduced their coherency with the matrix phase of the aluminum alloy and hence could easily detach them from the surface during machining and formed several abandoned pits thereon.

Keywords: Aileron block, aluminum alloy AA 2618 forging, surface defect, precipitates, abandoned pits

Intisari

Sebuah aileron block hasil proses permesinan dilaporkan memperlihatkan sejumlah sumuran pada dinding bagian dalam dari lubang utama setelah diberi proses anodisasi sulfurik. Aileron block yang cacat tersebut terbuat dari paduan aluminium AA 2618 hasil proses tempa dan dirancang untuk mengakomodasi pergerakan komponen-komponen di dalamnya yang terhubung dengan suatu mekanisme sehingga memungkinkan terjadi gerakan pada aileron di bagian sayap pesawat terbang. Untuk menentukan jenis dan faktor-faktor yang mungkin telah menyebabkan terjadinya cacat permukaan pada bagian lubang utama dari aileron block tersebut, maka diperlukan untuk melakukan pengujian dan analisis metalurgi. Sejumlah benda uji disiapkan untuk pengujian laboratoriumnya itu terdiri dari uji makroskopik, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan dan uji SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan analisa EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil pengujian dan analisis metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa cacat permukaan yang terjadi pada dinding bagian lubang utama aileron block tersebut utamanya dipengaruhi oleh pembentukan endapan partikel (presipitat) berukuran besar di dalam matriks fasa aluminium aileron block tersebut. Pembentukan partikel/presipitat yang besar tersebut telah menurunkan ikatan koherensi dengan matriks fasa aluminium dan mengakibatkan pertikel tersebut mudah terlepas dari permukaan selama proses permesinan dan membentuk/meninggalkan sejumlah lubang sumuran di sana.

Kata Kunci: Aileron block, paduan aluminium AA 2618 hasil tempa, cacat permukaan, presipitat, sumuran

1. INTRODUCTION

A newly machined aileron block was reportedly exhibiting several pits on its

particular main bore area after it has been subjected to sulfuric anodizing process (see Figure 1). This machined aileron block was

made of aluminum alloy AA 2618 forging, designed to accommodate some moving parts internally and connected to a mechanism that may allow the movement of aircraft aileron. An aileron is a hinged flight control surface usually forming part of the trailing edge of each wing of a fixed-wing aircraft (see Figure 2). As seen in Figure 2, ailerons are used in pairs to control the aircraft in roll (or movement around the aircraft's longitudinal axis), which normally results in a change in flight path due to the tilting of the lift vector^[1]. Movement around this axis is called rolling or banking. Ailerons are usually situated near the wing tip, but may sometimes also be situated nearer the wing root. Modern airliners may also have a second pair of ailerons on their wings, and the terms "outboard aileron" and "inboard aileron" are used to describe these positions, respectively.

The aluminum alloy AA 2618 used for the aileron block is an age hardening alloy containing with copper and magnesium^[2]. It has high strength, good machinability and is fair resistance to atmospheric corrosion. It is typically used in aerospace and defense components for pistons and rotating aircraft parts due to its ability to work in higher temperature applications. For the aileron block application, T61-type temper is developed by solution heat treating, quenching in a medium that provides a moderate cooling rate and then precipitation heat treating at a temperature higher than those used to develop T6-type temper^[2]. The time at the nominal solution heat-treating temperature (soak time) required to effect a satisfactory degree of solution of the un-dissolved or precipitated soluble phase constituents and to achieve good homogeneity of the solid solution is a function of microstructure before heat treatment. The selection of these heat treating parameters would be very much affecting to the microstructure morphology obtained such as the matrix grain size and the corresponding precipitate size and distribution. Under any improper heat treating condition, the alloy may produce some large size of the precipitates that could reduce their coherency with the matrix phase.

The purpose of this assessment has been to verify the material properties and determine whether the material used for the aileron block meets the specification or corresponding with the microstructure obtained. Furthermore, this assessment is also aimed to establish the type, cause and mode of defect of the machined aileron block in relation with its microstructure.

Based on the results of metallurgical assessment obtained some corrective or remedial action may be initiated that will prevent similar defect in the future.



Figure 1. As received machined aileron block that revealed several pits on some of its main bore area

2. METHOD

In performing this metallurgical assessment, a defective machined aileron block shown in Figure 1 has been used and a number of specimens were prepared for laboratory examinations (see also Figure 3). Macroscopic examination on surface defect of the machined aileron block was performed using a stereo microscope, whereas chemical analysis on the prepared samples was carried out using an optical spark emission spectrometer. In performing this metallurgical assessment, a defective machined aileron block shown in Figure 1 has been used and a number of specimens were prepared for laboratory examinations (see also Figure 3). Macroscopic examination on surface defect of the machined aileron block was performed using a stereo microscope, whereas chemical analysis on the prepared samples was carried out using an optical spark emission spectrometer.

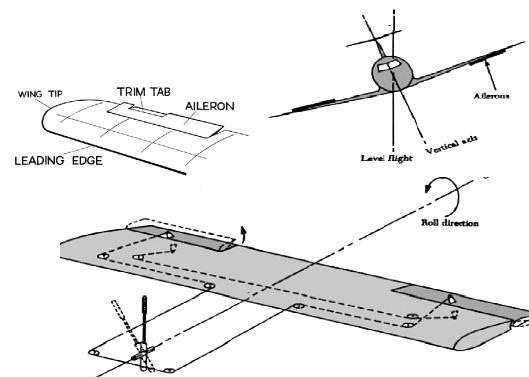


Figure 2. Schematic drawing of an aileron located at the trailing edge on each wing of a fixed-wing aircraft

The purpose of this chemical analysis is to determine whether the material used for the

defective machined aileron block met the specification or not. In addition, metallographic examinations were also performed on the prepared samples using an optical light microscope at various magnifications. The metallographic samples were mounted using epoxy and prepared by grinding, polishing and etching. A hardness survey was also carried out on the same samples for the metallographic examination using Vickers hardness method at a load of 5 kg (HV 5). Moreover, examination on some surface defect of the defective machined aileron block was also performed using a scanning electron microscope (SEM) to determine the surface defect topography and nature of the defect. This SEM examination was also equipped with an EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis to detect the presence of any manufacturing defect or corrosion by-product.

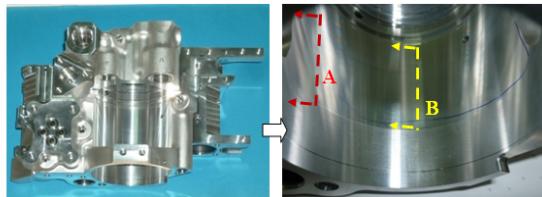


Figure 3. Two transverse sectioned specimens were cut away from locations A and B of the received machined aileron block for metallographic examination

3. RESULT AND DISCUSSION

A. Macroscopic Examination and Analysis

The defective machined aileron block that revealed several pits on its particular main bore area has been presented in Figure 1. These pits were observed after the machined aileron block was subjected to sulfuric anodizing process. Surface topography obtained from some main bore area of the machined aileron block shows machining marks that formed parallel to one another (see Figure 4). As indicated in Figure 4, there is also possibly seen a few number of surface defects or pits.

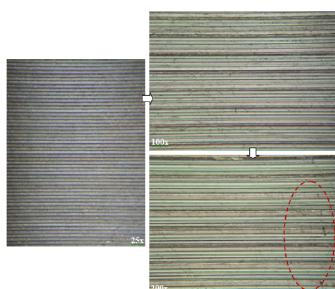


Figure 4. Surface topography obtained from some main bore area of the machined aileron block

B. Chemical Composition Analysis

Results of chemical analysis of the aileron block material in comparison with the standard material are presented in Table 1. Most of the elements content of the aileron block material is very much close and met to the material specification of Al-Alloy 2618. This Al-Alloy 2618 is a high strength aluminum alloy which contains both copper (Cu) and magnesium (Mg). It is a heat treatable alloy, and therefore it can be heat treated by solution heating and aging treatment to obtain the effect of precipitation hardening that could increase its mechanical property quite significantly^[2-3].

Table 1. Results of chemical analysis of the aileron block material in comparison with the standard material

Element	Composition, Wt-%	
	Aileron Block Material	Standard Al-Alloy 2618
Al	93.4	Rem
Si	0.205	0.10 - 0.25
Fe	0.983	0.9 - 1.3
Cu	<2.64	1.9 - 2.7
Mn	<0.020	-
Mg	1.47	1.3 - 1.8
Ni	1.11	0.9 - 1.2
Zn	<0.015	0.10 max
Ti	0.089	0.04 - 0.10
Other Each	Cr = 0.022	0.05 max
Others		
Total	Be < 0.001	0.15 max
	Ca< 0.001	
	Pb< 0.005	
	Sn< 0.005	
	Sr< 0.001	
	V = 0.0086	
	Bi < 0.010	
	Zr< 0.002	
	B < 0.001	
	Ga< 0.001	
	Cd = 0.004	
	Co = 0.003	
	Ag = 0.002	

Note: This chemical analysis was performed using an Optical Emission Spectrometer

C. Metallographic Examination and Analysis

A number of samples were made from the machined aileron block within its main bore area that revealed several pits formation for laboratory examination. For metallographic examination, specimens A and B were also sectioned in transverse direction at locations shown in Figure 3. Photomicrographs obtained from the un-etched specimen A at different magnifications show a few black particles and a quite large number of grey particles that form many islands within the matrix of the

aileron block material (see Figure 5). In addition, the photomicrographs also exhibit some wavy surface topography which corresponds to the machining marks shown in Figure 4. Most likely, the black particles as indicated in Figure 5 and 6 may be associated with some manufacturing inclusions, while the grey particles are associated with the precipitates of intermetallic phase that formed mostly on the grain boundaries of the aileron block material.

Photomicrographs obtained from the un-etched specimen B of the machined surface of the aileron block within its main bore area (see Figure 7) show similar pattern of photomicrographs with that obtained from specimen A shown in Figure 5 and 6. Many islands of grey particles are also formed along with several black particles. Some particles located at the machined surface in the main bore area appear to have left the material to form several abandoned pits thereon (see Figure 7).

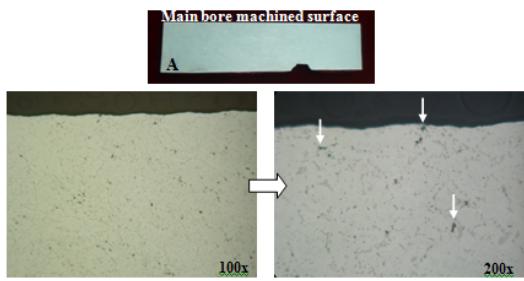


Figure 5. Photomicrographs of un-etched specimen A at different magnifications

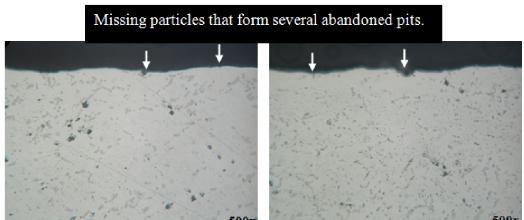


Figure 6. Similar photomicrographs as shown in Figure 5 of specimen A (without being etched) at different locations

Microstructures obtained from specimen A after being etched at different magnifications show typical microstructures of aluminum alloy 2618 containing with several second phase particles or precipitates that formed along the grain boundaries of the aluminum matrix phase^[4]. All of these precipitates which were previously appeared in the form of grey color islands in un-etched specimens (see Figure 5 to 7), now they appear black in color after being etched. These precipitates are intermetallic

phases of aluminum with other alloying elements that may have formed during hot forging and/or during heat treating process which includes solution heating and aging treatment^[5]. It is also seen that some precipitates that formed on the machined surface of the aileron block within the main bore area may have left the machined surface and formed several abandoned pits (see Figure 8).

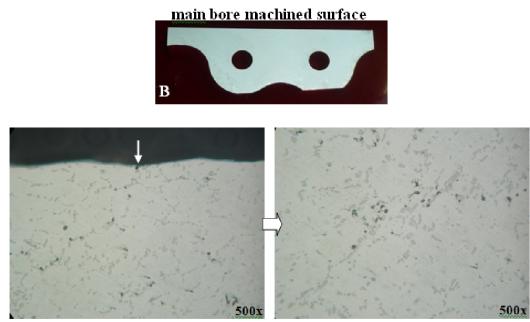


Figure 7. Photomicrographs of un-etched specimen B obtained from the machined surface of the aileron block main bore area showing similar pattern of photomicrographs with that obtained from specimen A shown in Figure 5 and 6

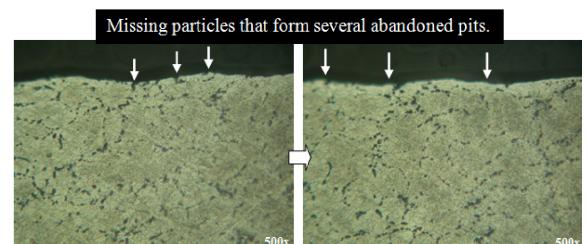


Figure 8. Microstructures obtained from specimen A after being etched, showing typical microstructures of aluminum alloy 2618 containing with several second phase particles or precipitates that formed along the grain boundaries of the aluminum matrix phase (etched with Keller's reagent)

Microstructures obtained from specimen B after being etched, show similar microstructures as that obtained from specimen A shown in Figure 8. All of the grey particles or precipitates that were observed in un-etched specimen have appeared black and formed islands of second phase particles or precipitates along the grain boundaries of the aluminum alloy 2618 matrix phase. Some of these second phase particles or precipitates that may have formed during its thermo-mechanical processing may have left the machined surface of the main bore area to form several abandoned pits thereon (see Figure 9), especially when the particle size of the precipitates increased significantly and lose their coherency with the matrix phase.

Due to inappropriate thermo-mechanical processing that may have occurred during hot forging and/or during heat treating of the aileron block material, the particle size of the precipitates may have increased significantly and lose their coherency with the matrix phase, and this may have caused the large particle easily to detach from the main bore surface during machining and formed several abandoned pits thereon. In addition, formation of pits on the machined surface of the aileron block within the main bore area may have also to some extent been affected by the presence of inclusions in the forging stock material due to inappropriate manufacturing process.

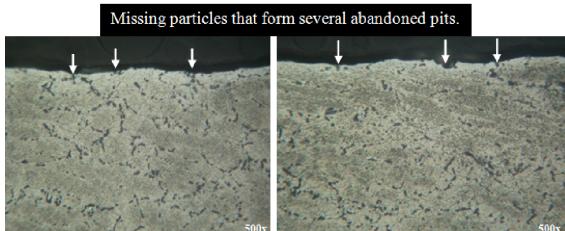


Figure 9. Microstructures obtained from specimen B after being etched, showing similar microstructures as that obtained from specimen A shown in Figure 8 (etched with Keller's reagent)

D. Hardness Test and Analysis

Results of hardness test performed on specimens A and B at different test locations using Vickers hardness method are presented in Table 2. The average hardness values obtained are in the range of 133.5 - 135.5 HB. These average hardness values are relatively higher compared to the hardness value of the forged product of Al-Alloy 2618 with the temper condition of T-61 in which its hardness value is 115.0 HB^[3,6]. Temper T-61 is a type of heat treatment in which Al-Alloy 2618 is solution heat treated and then artificially aged. It applies to forgings which receive a boiling water quench to avoid internal quenching stress^[2,5]. The high hardness values obtained in the aileron block material under study indicate that the forging and the subsequent heat treating processes applied to form the forging stock may have not been appropriately performed. And this may also be associated with formation of a large number of course precipitate particles along the grain boundaries of the matrix phase of Al-Alloy 2618 aileron block material, which are corresponding to the results of metallographic examination shown in Figure 5 to 9.

Table 2. Results of hardness test on specimens A and B at different test points using Vickers hardness (HV) method

Test Point	Hardness Value (HV) Sample A	Hardness Value (HV) Sample B
1	143	140
2	143	140
3	143	145
4	143	143
5	140	138
6	143	138
	142.50 HV	140.67 HV
Average	or	or
	135.50 HB	133.50 HB

E. SEM Examination and EDS Analysis

SEM photomicrograph obtained from some machined surface of the aileron block within its main bore area apparently shows several abandoned pits that were previously occupied by some particles or precipitates (see Fig.10). In addition, some of these abandoned pits may have also been related with some manufacturing inclusions. EDS spectrum of elements of some machined surface of the aileron block within its main bore area shows a number of elements from which the aileron block material was made using of aluminum alloy 2618, including Al as a major element and other alloying elements such as Cu, Mg and some small amount of Si. No any corrosive agent is apparently observed in most of the EDS test results obtained (see Figure 11 and 12). From the results of SEM examination and EDS analysis obtained that formation of several pits on the machined surface within the main bore area of the aileron block is most likely caused by the presence of large particles or precipitates and/or inclusions within the aluminum matrix phase. This condition could lower their coherency with the aluminum matrix phase and hence they were easily being detached from the material during machining^[2,7]. In addition, there is also no any corrosive agent observed that could promote formation of pitting corrosion on the machined surface of the main bore area of the aileron block.

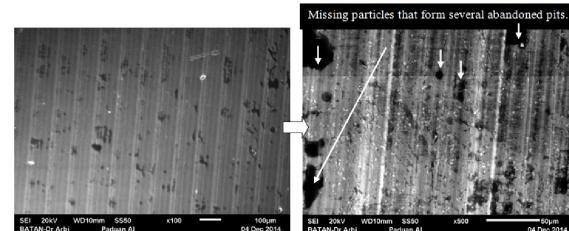


Figure 10. SEM photomicrograph obtained from some machined surface of the aileron block within its main bore area

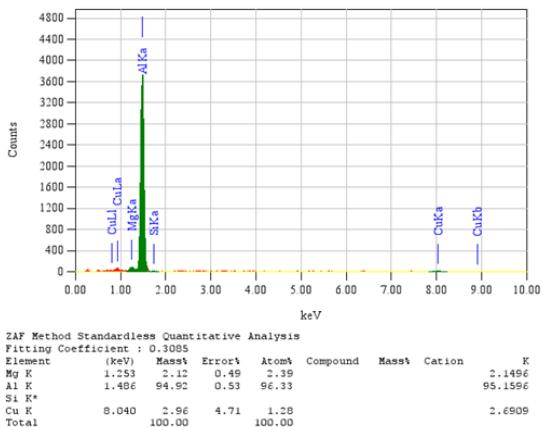


Figure 11. EDS spectrum of elements of some machined surface of the aileron block main bore area

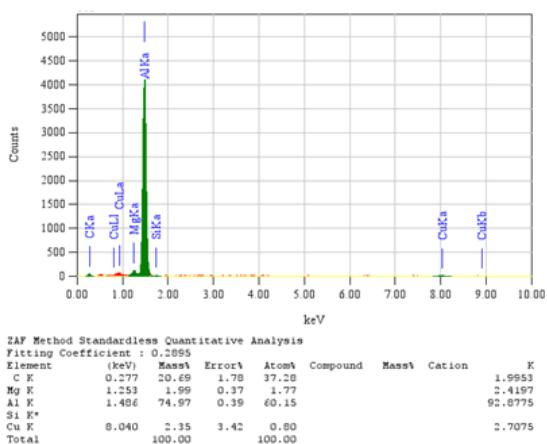


Figure 12. EDS spectrum of elements of some machined surface of the aileron block main bore area at different location from that shown in Figure 11

4. CONCLUSION

The chemical composition of the defective machined aileron block material is very much close and met to the material specification of Al-Alloy 2618. Its microstructures consist of aluminum matrix phase containing a large number of second phase particles or precipitates and/or several inclusions. These precipitates are intermetallic phases between aluminum and its alloying elements and formed during the production process of the Al-Alloy 2618 forging. Most of the precipitates observed are relatively large in size and distributed or dispersed along the grain boundaries of the aluminum matrix phase. This large size of precipitates may have contributed to the high hardness values obtained in the aileron block material. According to the machined surface topography and mode of defect, formation of several pits on the machined surface of the aileron block within its main bore area is mainly influenced by the presence of large

precipitates in the aluminum matrix phase of the aileron block material. Formation of these large precipitates may have reduced their coherency with the matrix phase and hence they could easily detach from the surface during machining and form several abandoned pits thereon. In addition, some inclusions that may be containing in the aileron block material may have also to some extent contributed to the formation of several abandoned pits on its machined surface within the main bore area. Formation of large precipitates as well as some inclusions within the aileron block material is very much influenced by inappropriate production method that may have been applied, starting from casting, hot forging and up to the heat treating process such as solution heating and aging treatment. From the results of EDS analysis obtained, it apparently demonstrates that there is no any corrosive agent observed in most of the EDS spectrum of elements on the machined surface of the aileron block within the main bore area, and this further confirms that the pits formation observed on the machined aileron block has not been associated with any corrosion.

ACKNOWLEDGEMENTS

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

REFERENCES

- [1] "Flight Control Surfaces", https://en.wikipedia.org/wiki/Flight_control_surfaces#Ailerons
- [2] "Heat Treating: Heat Treating of Aluminum Alloys", *ASM Handbook*; vol.04, pp.1861-1960, ASM International, 1995.
- [3] N. Chobaut, D. Carron, J.M. Drezet, "Characterization of Precipitation upon Cooling of an AA 2618 Al-Cu-Mg Alloy," *Journal of Alloys and Compounds.*, vol. 654, pp. 56-62, Elsevier, 2016.
- [4] H.Lu, P.Kadolkar, K. Nakazawa, T. Ando, C.A. Blue, "Precipitation Behavior of AA 2618," *Metal. Mater. Trans. A* 38., pp.2379-2388, 2007.
- [5] N. Chobaut, P. Saelzle, G. Michel, D. Carron, J.M. Drezet, "Quench-Induced Stresses in AA 2618 forgings for

- Impellers," *Journal of Metals.*, vol.67, pp.984-990, 2015.
- [6] Kun Yun, Wenxian Li, Songrui Li, Jun Zhao, "Mechanical Properties and Microstructures of Aluminum Alloy 2618 with Al₃(Sc, Zr) Phases," *Material Science and Engineering A* 368., pp.88-93, Elsevier, 2004.
- [7] Yulin Liu, Ming Liu, Lei Luo, Jijie Wang and Chunzhong Liu, "The Solidification Behavior of AA 2618 Aluminum Alloy and Influence of Cooling Rate," *Materials* 7., pp.7875-7890, 2014.



STRUKTUR MIKRO, SIFAT MEKANIK, DAN KETAHANAN KOROSI PADUAN Mg-Zn-Ca YANG DIHASILKAN MELALUI PROSES METALURGI SERBUK

Dhyah Annur^{a,*}, Franciska P. L^a, Aprilia Erryani^a, M. Ikhlasul Amal^a, Lyandra S. Sitorus^b, dan Ika Kartika^a

^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material, LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspitek Serpong Tangerang Selatan, 15314, Indonesia

^bUniversitas Sultan Ageng Tirtayasa, Banten
E-Mail: * dhyah001@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 20-09-2016, revisi tanggal : 05-12-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 09-01-2017

Intisari

Magnesium (Mg), dengan kemampuan mampu luruh dan biokompatibilitas, merupakan salah satu logam yang kini dikembangkan sebagai material implan mampu luruh. Namun, penggunaan Mg dalam aplikasi biomedis masih terkendala kekuatan dan ketahanan korosi yang rendah. Pada penelitian kali ini proses metalurgi serbuk dipilih untuk membuat paduan Mg-3Zn-1Ca, Mg-29Zn-1Ca, and Mg-53Zn-4.3Ca (dalam %berat) dengan variasi waktu tahan *sintering* lima jam dan sepuluh jam. Karakterisasi struktur mikro paduan Mg dilakukan dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscope*) dan juga XRD (*x-ray diffraction*). Pengujian kuat tekan dilakukan untuk mengetahui nilai kekuatan paduan sedangkan ketahanan korosi dianalisis dengan menggunakan pengujian elektrokimia. Waktu tahan *sintering* selama 10 jam meningkatkan kekuatan mekanik namun menurunkan ketahanan korosi paduan. Laju korosi yang terbaik (0,32 mmpy) ditunjukkan oleh paduan Mg-29Zn-1Ca dan Mg-53Zn-4Ca dengan waktu tahan lima jam. Oleh karena itu, waktu tahan *sintering* yang optimum adalah lima jam untuk menghasilkan paduan Mg-Zn-Ca untuk material implan.

Kata Kunci: Paduan Mg-Zn-Ca, metalurgi serbuk, waktu tahan *sinter*, implan mampu luruh

Abstract

Magnesium (Mg), known for its biodegradable and biocompatible properties, currently is being developed for biodegradable implant material. Unfortunately, application of Mg in biomedical devices was limited due to its low mechanical strength and low corrosion resistance. In this study, powder metallurgy was selected to process Mg-3Zn-1Ca, Mg-29Zn-1Ca, and Mg-53Zn-4.3Ca (in weight%) alloys. Holding time of sintering were varied for five and ten hours. Microstructure of Mg alloy was characterized by scanning electron microscope (SEM) and also x-ray diffraction analysis (XRD). Compression testing was done to show the mechanical strength of Mg alloy, while corrosion resistance was examined through electrochemical testing. This study showed that ten hours of sintering time would increase mechanical properties of Mg alloy but would reduce corrosion resistance. The lowest corrosion rate was 0.32 mmpy given by Mg-29Zn-1Ca alloy and Mg-53Zn-4Ca alloy which were sintered for five hours. Therefore, sintering time for five hours was found to be the optimum time to process Mg-Zn-Ca alloy for biodegradable implant material.

Keywords: Mg-Zn-Ca alloy, powder metallurgy, sintering time, biodegradable implant

1. PENDAHULUAN

Penelitian terkait paduan Mg-Zn-Ca telah banyak dilakukan, dimana metode *casting* adalah pilihan utama untuk memproses paduan Mg-Zn-Ca. Tidak banyak penelitian paduan Mg-Zn-Ca yang menggunakan metode metalurgi serbuk dalam proses pembuatannya. Padahal, metalurgi serbuk adalah metode yang

mudah digunakan untuk memodifikasi komposisi kimia dan juga menghasilkan produk yang hampir sesuai dengan bentuk jadi^[1]. Pada metalurgi serbuk, proses berlangsung dalam keadaan *solid state* dimana pada proses *sintering* terjadi densifikasi *green compact* dengan pemberian energi termal di bawah temperatur leleh. Banyak faktor yang

mempengaruhi keberhasilan proses manufaktur paduan dengan metalurgi serbuk, diantaranya ukuran partikel, laju pemanasan, temperatur *sintering*, waktu tahan *sintering*, dan atmosfer *sintering*^[2]. Waktu tahan *sintering* adalah salah satu faktor yang perlu dipertimbangkan untuk mendapatkan efisiensi proses.

Magnesium (Mg) dikenal sebagai material logam dengan densitas yang rendah sehingga seringkali digunakan pada aplikasi otomotif. Kini, Mg juga dikembangkan sebagai material bahan medis karena bersifat mampu luruh dan biokompatibilitas^[3-6]. Dengan adanya kemampuan mampu luruh, tidak diperlukan operasi lanjutan setelah pemasangan implan Mg karena implan akan terlarut dalam tubuh seiring dengan tumbuhnya sel tulang baru. Dibandingkan dengan implan logam lain seperti paduan titanium, paduan kobal-krom (Co-Cr), *stainless steel*, dan juga hidroksiapatit sintetis, Mg memiliki sifat mekanik yang relatif lebih dekat dengan tulang (lihat Tabel 1)^[7].

Meskipun demikian, paduan Mg memiliki kekurangan dari segi ketahanan korosi. Paduan Mg dengan mudah terdegradasi jika terekspos ke cairan tubuh^[8-9]. Kalsium (Ca) dan seng (Zn) merupakan unsur yang dapat ditambahkan untuk memperbaiki sifat paduan Mg pada aplikasi biomedis. Penambahan Ca untuk paduan Mg dilatarbelakangi oleh sifat dasar Ca yang merupakan unsur penyusun tulang manusia dan juga dapat mempercepat proses pemulihan^[10]. Selain Ca, Zn merupakan salah satu unsur penting dalam tubuh manusia sehingga dapat digunakan dalam aplikasi komponen biomedis^[9]. Tidak hanya itu, penambahan Zn terhadap Mg juga akan meningkatkan ketahanan korosi serta sifat mekanik paduan^[9, 11]. Penambahan Zn pada paduan Mg dapat meningkatkan kekuatan mekanik melalui mekanisme *solid solution strengthening* dan juga dapat menghaluskan ukuran butir^[12].

Untuk mendapatkan hasil yang optimal maka paduan Mg-Zn-Ca pun dikembangkan. Di antara penelitian yang telah dilakukan, penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa paduan *bulk metallic glass*. Magnesium dengan komposisi Mg70Zn25Ca (dalam % atom, setara

dengan Mg-53Zn-4Ca dalam % berat) akan meningkatkan kekuatan tekan mencapai tiga kali lipat Mg murni^[3]. Paduan ini juga terlihat memiliki potensial korosi yang lebih baik dan morfologi korosi yang dihasilkan lebih seragam jika dibandingkan dengan Mg murni. Dalam penelitian sebelumnya terkait penambahan Ca pada paduan biner Mg-Ca menunjukkan bahwa penambahan Ca akan mempengaruhi pembentukan fasa intermetalik Mg₂Ca. Adanya fasa Mg₂Ca dalam paduan biner Mg-Ca akan meningkatkan laju korosi paduan dan menurunkan potensial korosinya^[4].

Studi pendahuluan yang dilakukan sebelumnya juga menunjukkan bahwa paduan Mg-Zn-Ca yang dihasilkan dengan metode metalurgi serbuk memiliki ketahanan korosi yang lebih baik dibandingkan dengan logam Mg^[13]. Untuk memberikan pengetahuan yang lebih mendalam mengenai pengaruh parameter proses metalurgi serbuk terhadap paduan Mg-Zn-Ca, penelitian kali ini menggunakan dua waktu tahan sintering yang berbeda dengan tiga komposisi paduan Mg-Zn-Ca.

2. PROSEDUR PENELITIAN

A. Persiapan Material

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan serbuk Mg (ukuran partikel: 0,06-0,3 mm), padatan Ca, dan serbuk Zn (kemurnian>98%, ukuran partikel: ± 63 µm). Dilakukan *pre-treatment* pada padatan Ca dengan proses *milling* di dalam *shaker mill* selama 2 jam. Setelah proses *pre-treatment* pada Ca, dilakukan proses *dry milling* untuk mencampur serbuk Mg, Ca, dan Zn dalam *shaker mill* selama 2 jam sesuai dengan komposisi paduan pada Tabel 2. Setelah proses *dry milling*, campuran serbuk dimasukkan ke dalam cetakan dan dikompaksi dengan beban 100 MPa selama 10 menit. Dari hasil kompaksi diperoleh *green compact* dengan diameter 10 mm. Proses metalurgi serbuk kemudian dilanjutkan dengan *sintering* pada temperatur konstan 550 °C dalam atmosfer argon (Ar) dengan waktu tahan 5 dan 10 jam. Sampel hasil *sintering* kemudian dikarakterisasi lebih lanjut dari struktur mikro, kekuatan mekanik, dan ketahanan korosi paduan.

Tabel 1. Perbandingan sifat mekanik tulang dengan bahan implan logam^[7]

Sifat Material	Tulang	Mg	Paduan Ti	Paduan Co-Cr	<i>Stainless Steel</i>	Hidroksiapatit sintetis
Densitas (g/cm ³)	1,8-2,1	1,74- 2	4,4-4,5	8,3-9,2	7,9-8,1	3,1
Elastisitas (GPa)	3-20	41-45	110-117	230	189-205	71-117
Kekuatan tekan (MPa)	130-180	65-100	758-1117	450-1000	170-310	600

Tabel 2. Komposisi sampel yang digunakan dalam penelitian ini

Kode Sampel	Persen Berat (%)		
	Mg	Zn	Ca
Mg-3Zn-1Ca	96	3	1
Mg-29Zn-1Ca	70	29	1
Mg-53Zn-4Ca	42,7	53	4,3

B. Karakterisasi dan Struktur Mikro

Struktur mikro paduan Mg-Zn-Ca diamati dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscope*). Spesimen dipreparasi dengan prosedur standar metalografi tanpa etsa dilanjutkan dengan pelapisan emas. Sedangkan analisis XRD (*x-ray diffraction*) digunakan untuk mengetahui fasa dari paduan Mg-Ca yang telah dilakukan proses *sintering*. Scan XRD dilakukan pada 2θ dari 10° hingga 80° . Pengukuran XRD dioperasikan pada 35 mA dan 40 kV, menggunakan radiasi Cu K α .

C. Pengujian Tekan

Untuk mengetahui nilai kekuatan mekanik paduan, dilakukan pengujian tekan. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan *universal testing machine* (Shimadzu AGS-10 KN) pada temperatur ruangan dengan laju kompresi 1,33 mm/menit. Spesimen uji tekan berbentuk silinder dengan diameter 10 mm dan tinggi 10 mm. Pengujian tekan dilakukan mengikuti standar ASTM D-695-02.

D. Pengujian Elektrokimia

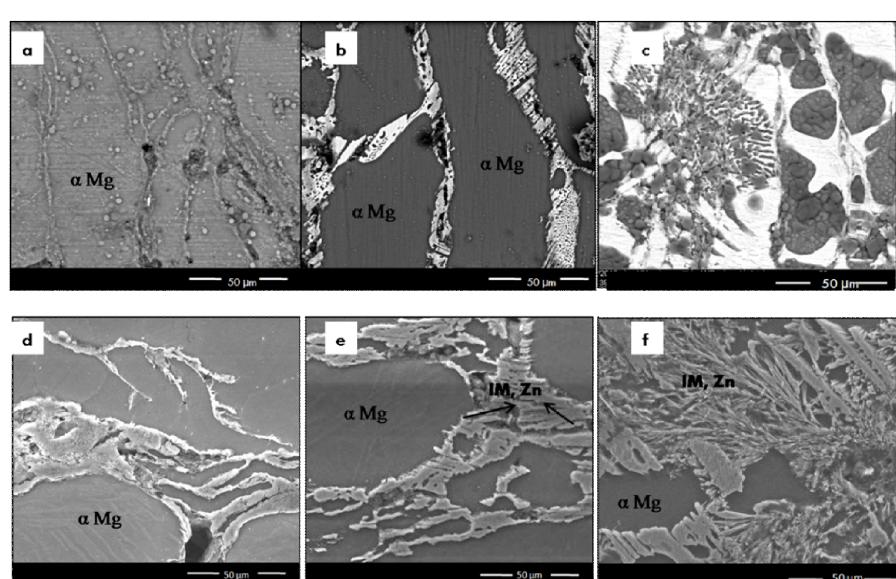
Pengujian ketahanan korosi *in-vitro* sesuai dengan standar ASTM G5-94, diuji secara elektrokimia dengan menggunakan polarisasi potensiodinamik dalam larutan Hank's^[14] pada pH 7,4 dan temperatur 37 °C di udara terbuka.

Tiga elektroda digunakan dalam pengujian ini, diantaranya elektroda kalomel (SCE), elektroda grafit (sebagai elektroda lawan) dan sampel sebagai elektroda kerja. Pengujian potensiodinamik polarisasi dilakukan dari -200 mV sampai dengan +200 mV dengan kecepatan *scan* 1 mV/detik.

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Struktur Mikro dan Analisis XRD

Berdasarkan struktur mikro yang terlihat pada Gambar 1(a)- 1(b), dan Gambar 1(d)-1(e) dapat dilihat bahwa penambahan Zn hingga 29 %berat membentuk presipitat pada batas butir paduan. Hal ini diakibatkan tingginya tingkat energi pada batas butir dibandingkan dengan daerah dalam butir. Seiring dengan bertambahnya kadar Zn, dihasilkan bentuk butir yang lebih halus. Hal ini senada dengan literatur yang menyebutkan bahwa penambahan Zn dapat menghaluskan ukuran butir dari paduan Mg secara signifikan karena dengan penambahan unsur akan terjadi pembatasan *grain growth* akibat proses difusi^[9]. Tidak hanya itu, dengan meningkatnya kadar Zn terutama pada batas butir, akan terjadi mekanisme penguatan material paduan yang dikenal dengan *grain boundary strengthening*^[15]. Adapun dengan penambahan Zn mencapai 29 %berat menunjukkan terbentuknya struktur mikro yang didominasi fasa α -Mg (berupa matriks) dan presipitat yang dihasilkan membentuk struktur *lamellae*. Hal ini berbeda ketika kadar Zn mencapai 53%berat (Gambar 1(c),1(f)) dimana struktur mikro yang terbentuk tidak lagi didominasi fasa α -Mg.

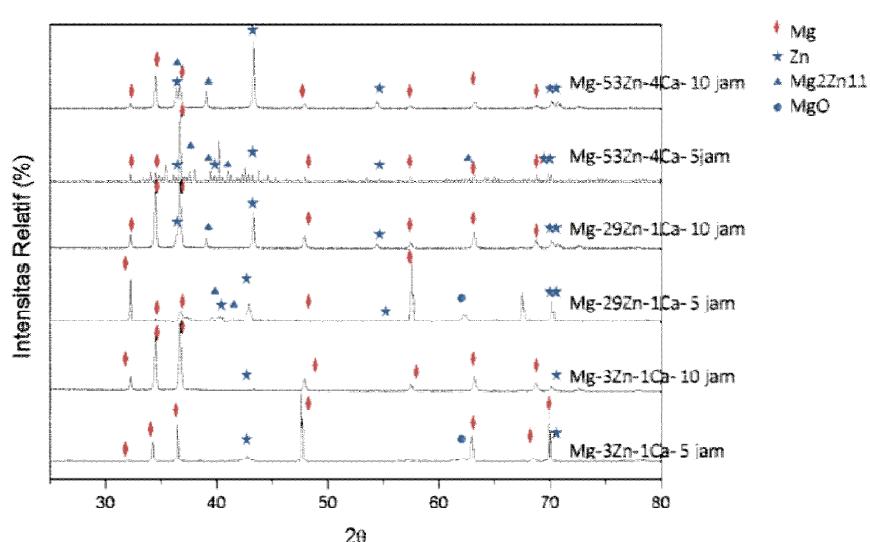


Gambar 1. Foto SEM untuk paduan (a) Mg-3Zn-1Ca, (b) Mg-29Zn-1Ca, dan (c) Mg-53Zn-4Ca dengan waktu tahan 5 jam dan paduan (d) Mg-3Zn-1Ca, (e) Mg-29Zn-1Ca, dan (f) Mg-53Zn-4Ca dengan waktu tahan 10 jam.

Pengamatan lebih lanjut pada Gambar 1(a)-1(f) menunjukkan pengaruh waktu tahan *sintering* terhadap paduan Mg-Zn-Ca. Dengan waktu tahan yang lebih lama (Gambar 1(d)-1(f)) akan dihasilkan presipitat yang lebih besar dan lebar dibandingkan paduan dengan waktu tahan *sintering* selama 5 jam (Gambar 1(a)-1(c)). Waktu tahan *sintering* yang lebih panjang akan memberikan waktu yang cukup untuk proses difusi. Dengan waktu tahan 10 jam, struktur *lamellae* yang dihasilkan lebih rapi dan homogen dibandingkan dengan waktu tahan 5 jam (Gambar 1 (b)-1(c), dan 1 (e)-1(f)). Struktur *lamellae* yang terbentuk menunjukkan adanya fasa baru yang terbentuk karena kadar Zn melebihi kelarutan maksimalnya dalam Mg^[16]. Karakterisasi lebih lanjut diperlukan untuk mendeteksi fasa baru yang terbentuk karena fasa intermetalik memiliki sifat yang berbeda dengan komponen penyusunnya. Berdasarkan kurva XRD pada Gambar 2, terlihat perbedaan puncak karakteristik yang terbentuk dari tiap perlakuan paduan Mg. Pada paduan Mg-3Zn-1Ca, fasa yang terbentuk adalah fasa Mg, Zn serta MgO (hanya terdapat pada paduan dengan waktu tahan *sintering* selama 5 jam). Sedangkan untuk paduan Mg-29Zn-Ca terbentuk fasa Mg, Zn, Mg₂Zn₁₁, dan juga MgO (hanya terdapat pada paduan dengan waktu tahan *sintering* selama 5 jam). Sedangkan pada paduan Mg-53Zn-4Ca terdapat puncak karakteristik untuk Mg, Zn, dan Mg₂Zn₁₁. Adanya fasa intermetalik akan mempengaruhi sifat mekanik paduan Mg, dimana fasa Mg₂Zn₁₁ diketahui akan meningkatkan kekerasan paduan Mg-Zn-Ca^[17]. Fasa intermetalik Mg₂Zn₁₁ ditemukan pada paduan Mg-29Zn-Ca dan Mg-53Zn-4Ca namun

tidak ditemukan pada paduan Mg-3Zn-1Ca. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan sebanyak 3% berat Zn pada paduan Mg tidak akan terlalu banyak mengubah sifat paduan Mg-Zn-Ca.

Dari analisis XRD, dapat dilihat bahwa dua waktu tahan *sintering* tidak banyak memberikan pengaruh yang berbeda dari puncak-puncak karakteristik fasa yang terbentuk. Hal ini menunjukkan pengaruh komposisi lebih dominan dalam membentuk fasa intermetalik yang akan meningkatkan kekuatan paduan Mg. Hanya saja, terlihat dengan waktu tahan 10 jam, pada paduan Mg-29Zn-1Ca dan Mg-3Zn-1Ca tidak ditemukan fasa MgO. Waktu tahan hingga 10 jam akan memberikan durasi difusi Zn yang lebih panjang untuk dapat bereaksi dengan Mg dan mengurangi kecenderungan terbentuknya MgO. MgO sendiri merupakan fasa yang dihindari karena akan mengurangi kekuatan paduan Mg. Selain itu, pada paduan Mg-3Zn-1Ca terlihat perbedaan puncak utama karakteristik antara sampel dengan waktu tahan 5 jam dan 10 jam. Untuk paduan Mg-3Zn-1Ca dan Mg-29Zn-1Ca, puncak karakteristik utama paduan Mg adalah pada $2\theta = 36,7^\circ$, namun terlihat pada paduan Mg-3Zn-1Ca-5 jam puncak karakteristik utama adalah pada $2\theta = 47,8^\circ$, sedangkan paduan Mg-29Zn-1Ca-5 jam puncak karakteristik utama adalah pada $2\theta = 57,4^\circ$. Perbedaan puncak karakteristik dapat diakibatkan perubahan orientasi kristal paduan sebagai akibat pemberian tekanan kompaksi yang uniaksial. Penambahan waktu *sintering* hingga 10 jam akan mengembalikan puncak karakteristik paduan Mg pada $2\theta = 36,7^\circ$, sehingga proses rekristalisasi dapat terjadi.



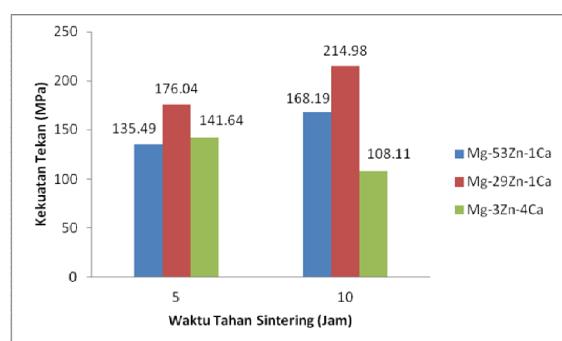
Gambar 2. Kurva XRD untuk paduan Mg setelah proses *sintering*

B. Pengujian Tekan

Berdasarkan Gambar 3, dengan waktu tahan yang sama diketahui bahwa paduan Mg-29Zn-1Ca memiliki nilai kekuatan tekan yang paling tinggi. Peningkatan kekuatan tekan paduan Mg-29Zn-1Ca dipengaruhi oleh terbentuknya fasa intermetalik seperti terlihat pada struktur mikro paduan (Gambar 1). Hal ini sejalan dengan hasil analisis XRD bahwa ditemukan fasa intermetalik Mg_2Zn_{11} (Gambar 2). Pada paduan Mg-53Zn-4Ca juga diperoleh fasa intermetalik Mg_2Zn_{11} , namun dengan nilai dasar kekuatan tekan Zn yang lebih rendah dibandingkan dengan kekuatan Mg maka nilai penguatan paduan tidak akan maksimal.

Penambahan waktu tahan *sintering* dari 5 jam hingga 10 jam meningkatkan kekuatan tekan paduan Mg-29Zn-1Ca dan juga Mg-53Zn-4Ca. Peningkatan kekuatan tekan didasari penambahan durasi difusi Zn pada paduan Mg. Hal ini sejalan dengan struktur mikro pada Gambar 1 dimana presipitasi berbentuk *lamellae* yang dihasilkan lebih lebar dan seragam. Mekanisme penguatan paduan dikenal dengan *grain boundary strengthening*^[15]. Peningkatan kekuatan paduan Mg-29Zn-1Ca dari 176 MPa hingga 214 MPa, membuat paduan Mg memiliki nilai kekuatan tekan yang lebih besar dari tulang^[7].

Hal yang berbeda terlihat pada paduan Mg-3Zn-1Ca, adanya penambahan waktu tahan *sintering* mengurangi kekuatan tekan paduan. Pada paduan dengan 3% berat Zn tidak ditemukan fasa intermetalik sehingga peningkatan kekuatan tekan tidak optimal. Dengan tidak terbentuknya fasa intermetalik, maka tidak ada pula pembatasan *grain growth* yang dapat terjadi dengan penambahan waktu tahan *sintering*.

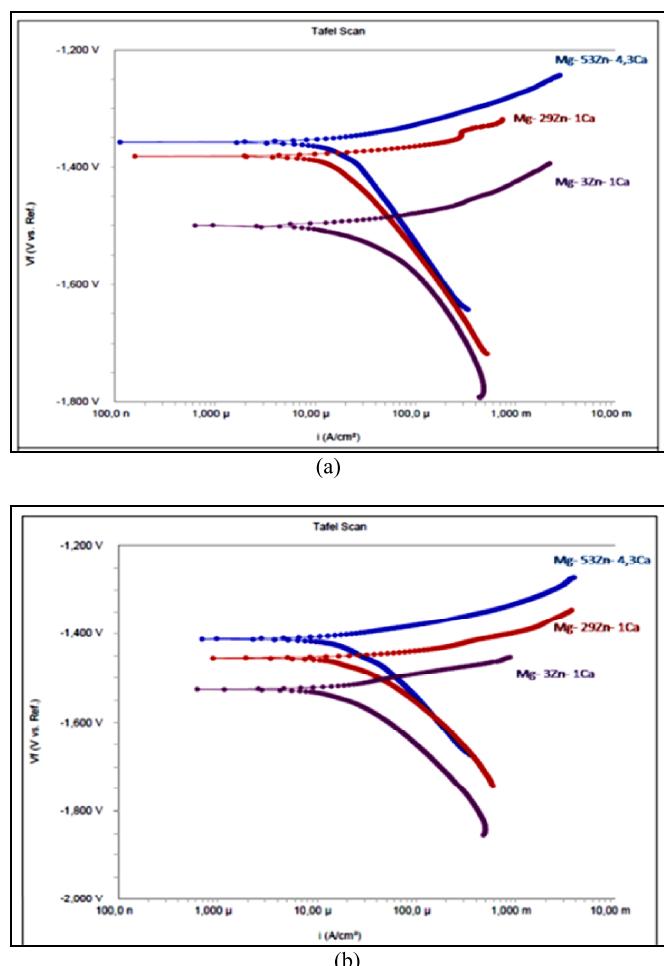


Gambar 3. Grafik kekuatan tekan vs waktu tahan *sintering*

C. Pengujian Elektrokimia

Gambar 4 menunjukkan kurva Tafel hasil pengujian elektrokimia pada paduan Mg dalam larutan Hank's, sedangkan data

parameter elektrokimia ketahanan korosi dapat dilihat pada Tabel 3. Berdasarkan Tabel 3, Paduan Mg-3Zn-1Ca-10 jam memiliki nilai potensial korosi yang paling rendah (-1,53 V_{SCE}) sedangkan paduan Mg-53Zn-4Ca-5 jam memiliki nilai potensial korosi yang paling tinggi (-1,36 V_{SCE}). Dapat dilihat bahwa terjadi perbaikan sifat ketahanan korosi dengan penambahan Zn. Peningkatan nilai potensial korosi diakibatkan oleh perbedaan potensial korosi Zn yang lebih positif jika dibandingkan dengan Mg^[3].



Gambar 4. Kurva Tafel polarisasi potensiodinamik pada paduan Mg dalam larutan Hank's dengan waktu tahan; (a) 5 jam dan (b) 10 jam

Tidak hanya dipengaruhi penambahan Zn, terlihat dalam Tabel 3 bahwa dengan penambahan waktu *sintering* hingga 10 jam akan menurunkan nilai potensial korosi paduan Mg (Mg-3Zn-1Ca dari -1,5 menjadi -1,53 V_{SCE}; Mg-29Zn-1Ca dari -1,38 menjadi -1,45; dan Mg-53Zn-4Ca dari -1,36 menjadi -1,4). Pengaruh waktu tahan terhadap ketahanan korosi sesuai dengan pengaruh waktu tahan terhadap struktur mikro paduan (Gambar 1) dimana presipitasi berbentuk *lamellae* yang

dihasilkan lebih lebar dan seragam. Terbentuknya presipitasi yang lebar pada batas butir dalam paduan terner Mg-Zn-Ca menimbulkan kondisi yang lebih galvanik antara α -Mg dengan fasa intermetalik.

Tabel 3. Parameter elektrokimia paduan Mg-Zn-Ca dalam larutan Hank's dari pengujian polarisasi

Kode Paduan	Waktu Tahan (jam)	Potensial Korosi E_{corr} (V _{SCE})	Laju Korosi (mmpy)
Mg-3Zn-1Ca	5	-1,5	0,49
Mg-3Zn-1Ca	10	-1,53	0,46
Mg-29Zn-1Ca	5	-1,38	0,32
Mg-29Zn-1Ca	10	-1,45	0,48
Mg-53Zn-4Ca	5	-1,36	0,32
Mg-53Zn-4Ca	10	-1,41	0,38

Fenomena ini diakibatkan oleh tidak mampunya lapisan intermetalik Mg-Zn-Ca untuk membentuk lapisan pasivasi yang stabil sehingga ketahanan korosi pun menurun^[5]. Meskipun terjadi penurunan potensial korosi, nilai potensial korosi yang diperoleh lebih baik dibandingkan dengan potensial Mg murni dalam larutan Hank's (-1,9 V_{SCE})^[18].

Tidak hanya itu, Tabel 3 juga menggambarkan laju korosi paduan Mg berada pada 0,32-0,49 mmpy. Penambahan waktu tahan sintering mempertinggi laju korosi paduan Mg-29Zn-1Ca dan Mg-53Zn-4Ca. Meskipun demikian, nilai ketahanan korosi yang diperoleh lebih baik dibandingkan dengan laju korosi paduan Mg pada literatur (Mg-Ca-xZn: 4,12-7,26 mmpy)^[6].

4. KESIMPULAN

Pada studi kali ini, dilakukan optimasi waktu tahan sintering dalam proses metalurgi paduan Mg-3Zn-1Ca, Mg-29Zn-1Ca, dan Mg-53Zn-4Ca. Analisis struktur mikro menunjukkan bahwa penambahan waktu tahan sintering hingga 10 jam akan menyebabkan terbentuknya presipitat yang lebih besar dan lebar dibandingkan paduan dengan waktu tahan sintering selama 5 jam. Sedangkan dari hasil analisis XRD, diketahui bahwa paduan Mg-29Zn-1Ca dan Mg-53Zn-1Ca tersusun atas fasa α -Mg, fasa intermetalik, dan juga MgO. Waktu tahan sintering yang lebih lama akan memberikan durasi proses difusi Zn yang lebih panjang sehingga waktu tahan sintering selama 10 jam mengurangi kecenderungan terbentuknya fasa MgO yang tidak diinginkan dalam paduan Mg-Zn-Ca. Pengujian kuat tekan yang telah dilakukan menunjukkan bahwa

paduan Mg-29Zn-1Ca memiliki nilai kekuatan tekan yang paling tinggi dibandingkan dengan paduan lain untuk waktu tahan sintering yang sama. Penambahan waktu tahan sintering dari 5 jam hingga 10 jam meningkatkan kekuatan tekan paduan Mg-29Zn-1Ca dan juga Mg-53Zn-4Ca, namun menurunkan kekuatan tekan paduan Mg-3Zn-1Ca. Tetapi, penambahan waktu tahan sintering terlihat menurunkan ketahanan korosi paduan Mg. Oleh sebab itu, waktu sintering yang optimum pada studi kali ini adalah selama 5 jam. Selain itu, dari pengujian elektrokimia terlihat bahwa paduan Mg yang dihasilkan memiliki laju korosi yang relatif baik sehingga dapat diteliti lebih lanjut untuk diaplikasikan sebagai implan biomedis.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI yang telah mendanai penelitian ini melalui Kegiatan Kompetensi Inti tahun 2015.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] G. J. Kipouros, W. F. Caley, and D. P. Bishop, "On the advantages of using powder metallurgy in new light metal alloy design," *Metallurgical and Materials Transactions A.*, vol. 37, pp. 3429-3436, 2006.
- [2] M. Yusoff and Z. Hussain, "Effect of Sintering Parameters on Microstructure and Properties of Mechanically Alloyed Copper-Tungsten Carbide Composite," *International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing IJMMM.*, vol. 1, pp. 283-286, 2013.
- [3] X. Gu, Y. Zheng, S. Zhong, T. Xi, J. Wang, and W. Wang, "Corrosion of, and cellular responses to Mg-Zn-Ca bulk metallic glasses," *Biomaterials.*, vol. 31, pp. 1093-1103, 2010.
- [4] Franciska P. Lestari, Ardi Tri, Dhyah Annur, I Nyoman GPA, M.Syaiful Anwar, Ika Kartika, "Studi Penambahan Unsur Ca pada paduan Biner Mg-Ca terhadap pembentukan Fasa dan Korosi In-Vitro untuk Aplikasi Implan Mampu Luruh," *Metalurgi.*, vol. 30, No. 2, pp.63-70, 2015.
- [5] W.-C. Kim, J.-G. Kim, J.-Y. Lee, and H.-K. Seok, "Influence of Ca on the corrosion properties of magnesium for biomaterials," *Materials Letters.*, vol. 62, pp. 4146-4148, 2008.

- [6] H. R. Bakhsheshi-Rad, E. Hamzah, A. Fereidouni-Lotfabadi, M. Daroonparvar, M. A. M. Yajid, M. Mezbahul-Islam, *et al.*, “Microstructure and bio-corrosion behavior of Mg–Zn and Mg–Zn–Ca alloys for biomedical applications,” *Materials and Corrosion.*, vol. 65, pp. 1178-1187, 2014.
- [7] M. P. Staiger, A. M. Pietak, J. Huadmai, and G. Dias, “Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: A review,” *Biomaterials*, vol. 27, pp. 1728-1734, 2006.
- [8] Y. Q. Wang, M. Z. Li, C. Li, X. Y. Li, L. Q. Fan, and T. Jia, “The effect of Ca on corrosion behavior of heat-treated Mg–Al–Zn alloy,” *Materials and Corrosion.*, vol. 63, pp. 497-504, 2012.
- [9] E. Zhang, D. Yin, L. Xu, L. Yang, and K. Yang, “Microstructure, mechanical and corrosion properties and biocompatibility of Mg–Zn–Mn alloys for biomedical application,” *Materials Science and Engineering: C.*, vol. 29, pp. 987-993, 2009.
- [10] Z. Li, X. Gu, S. Lou, and Y. Zheng, “The development of binary Mg–Ca alloys for use as biodegradable materials within bone,” *Biomaterials.*, vol. 29, pp. 1329-1344, 2008.
- [11] Y. Sun, B. Zhang, Y. Wang, L. Geng, and X. Jiao, “Preparation and characterization of a new biomedical Mg–Zn–Ca alloy,” *Materials & Design.*, vol. 34, pp. 58-64, 2012.
- [12] Z. S. Seyedraoufi and S. Mirdamadi, “Synthesis, microstructure and mechanical properties of porous Mg-Zn scaffolds,” *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.*, vol. 21, pp. 1-8, 2013.
- [13] D. Annur, F. P. L., A. Erryani, M. I. Amal, L. S. Sitorus, and I. Kartika, “The synthesis and characterization of Mg-Zn-Ca alloy by powder metallurgy process,” *AIP Conference Proceedings.*, vol. 1725, p. 020032, 2016.
- [14] H. Kuwahara, Y. Al-Abdullat, N. Mazaki, S. Tsutsumi, and T. Aizawa, “Precipitation of Magnesium Apatite on Pure Magnesium Surface during Immersing in Han'k Solution,” *Materials Transactions.*, vol. 42, pp. 1317-1321, 2001.
- [15] S. Zhang, X. Zhang, C. Zhao, J. Li, Y. Song, C. Xie, *et al.*, “Research on an Mg–Zn alloy as a degradable biomaterial,” *Acta Biomaterialia.*, vol. 6, pp. 626-640, 2010.
- [16] Y. F. Zheng, X. N. Gu, and F. Witte, “Biodegradable metals,” *Materials Science and Engineering: R: Reports.*, vol. 77, pp. 1-34, 2014.
- [17] H. R. A. Bidhendi and M. Pouranvari, “Corrosion Study of Metallic Biomaterials in Simulated Body Fluid,” *Metalurgija- MJoM.*, vol. 17, pp. 13-22, 2011.
- [18] N. T. Kirkland, N. Birbilis, J. Walker, T. Woodfield, G. J. Dias, and M. P. Staiger, “In-vitro dissolution of magnesium–calcium binary alloys: Clarifying the unique role of calcium additions in bioresorbable magnesium implant alloys,” *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials.*, vol. 95B, pp. 91-100, 2010.



PENGARUH PENAMBAHAN KARBON DAN NITROGEN TERHADAP MIKROSTRUKTUR, KEKUATAN TARIK DAN MAMPU BENTUK PADUAN Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni

Fendy Rokhmanto^{a,b,*}, Bambang Soegijono^b, Ika Kartika^a

^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPi

Gedung 470, Kawasan Puspittek Serpong Tangerang Selatan, 15314, Indonesia

^bProgram Studi Magister Ilmu Material, Departemen Fisika, Fakultas MIPA, UI

e-mail: *fendy.rokhmanto@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 28-09-2016, revisi tanggal : 19-12-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 09-01-2017

Intisari

Paduan Co-Cr-Mo banyak digunakan sebagai material implan tulang dan gigi, dimana komposisi paduan mengacu kepada standar material implan ASTM F75. Paduan Co-Cr-Mo memiliki sifat mekanis yang baik, bersifat biokompatibilitas dan memiliki ketahanan korosi yang tinggi. Tujuan penelitian ini adalah melihat pengaruh penambahan karbon dan nitrogen terhadap kekuatan tarik dan mampu bentuk paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni untuk memenuhi aplikasi di atas. Karbon ditambahkan ke dalam paduan sebesar 0,08; 0,15 dan 0,25 %berat, sedangkan nitrogen sebesar 0,2 %berat. Paduan hasil coran (*as cast*) kemudian dihomogenisasi pada temperatur 1200 °C selama 6 jam, lalu dilakukan proses *hot roll* dengan pemanasan awal 1200 °C selama 1 jam dilanjutkan dengan *quenching* dalam media air. Paduan *as cast* maupun *hasil hot roll* kemudian diamati strukturnya dengan menggunakan mikroskop optik dan SEM serta dilakukan uji tarik untuk mengetahui sifat mekanik dan fraktografi patahan. Kekuatan tarik paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni meningkat seiring dengan meningkatnya penambahan karbon dalam paduan, sedangkan penambahan nitrogen meningkatkan mampu bentuk paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni.

Kata Kunci: Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni, karbon, nitrogen, mikrostruktur, kekuatan tarik, mampu bentuk

Abstract

Co-Cr-Mo alloys are widely used as bone and dental implant materials, where the composition of the alloy refers to the standard ASTM F75. Co-Cr-Mo alloys has good mechanical properties, biocompatibility and high corrosion resistance. Objective of this paper is to investigate the influence of Carbon and Nitrogen on tensile strength and workability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni when used to that applications. Carbon is added into the alloys of 0.08; 0.15 and 0.25 (% weight), whereas nitrogen at 0.2 (% weight). As cast ingot homogenized at 1200 °C for 6 h, and then hot rolled with preheating 1200 °C for 1 h and then water quenched. The alloys (as cast and after hot rolling) were characterized with optical microscope and SEM to investigate the microstructure and the tensile test to investigate the mechanical properties and fraktografi. The tensile strength of the alloy Co-28Cr-6mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni increased with the addition of carbon in the alloy, while the addition of nitrogen increases work ability of Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni alloy.

Keywords: Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni, carbon, nitrogen, microstructure, tensile strength, workability

1. PENDAHULUAN

Paduan Co-Cr-Mo F75 merupakan salah satu material implan khususnya *hip* dan *knee joint* yang digunakan dalam kedokteran orthopaedi karena memiliki sifat mekanis yang baik, biokompatibilitas dan memiliki ketahanan korosi yang tinggi^[1-6]. Paduan Co-Cr-Mo hasil cor terkadang masih memiliki cacat-cacat cor

seperti mikroporositas dan masih memiliki struktur dengan matriks dendritik. Kondisi ini membutuhkan peningkatan keuletan dan kekuatan dari paduan Co-Cr-Mo.

Penambahan unsur C dan N dapat digunakan untuk memodifikasi sifat mekanis dengan membentuk presipitat pada skala mikro dalam paduan Co-Cr-Mo. Karbon dalam

paduan Co -Cr-Mo merupakan unsur pembentuk presipitat, semakin tinggi kandungan karbon maka presipitat yang terbentuk semakin banyak^[7-8]. Karbon pada paduan Co-Cr-Mo dapat meningkatkan kekuatan tarik^[9]. Menurut M. Herrera dan timnya penambahan karbon hingga 0,30% dapat meningkatkan nilai kekuatan tarik hingga lebih dari 700 MPa pada paduan Co-Cr-Mo hasil coran. Sedangkan P.V Muterlle dan timnya menyebutkan bahwa penambahan 0,23% karbon mampu meningkatkan kekuatan tarik paduan menjadi 789 MPa pada hasil sinter paduan Co-Cr-Mo. Kekuatan tarik juga akan meningkat ketika dilakukan proses *heat treatment*^[10]. Peningkatan kandungan karbon juga meningkatkan nilai kekerasan paduan Co-Cr-Mo sehingga material menjadi getas. Nikel merupakan salah satu unsur yang dapat meningkatkan mampu bentuk, elongasi dan keuletan (*ductility*)^[11-12] atau menurunkan kegetasan. Menurut L.Z. Zhuang dan E.W Langer penambahan nikel hingga 9% dapat meningkatkan elongasi sebesar 20%. Pada penelitian yang dilakukan oleh Ika kartika dan kawan-kawan^[11], ditambahkan unsur mangan dalam paduan Co-Cr-Mo. Penambahan unsur mangan adalah untuk tetap mempertahankan sifat mampu bentuk dalam paduan, menggantikan nikel karena bersifat alergi dalam tubuh manusia. Nitrogen merupakan salah satu unsur yang digunakan untuk meningkatkan mampu bentuk dan sifat mekanis dalam paduan Co-Cr-Mo^[13]. Peningkatan mampu bentuk paduan karena penambahan nitrogen diakbiatkan karena pembentukan athermal ε (HCP) martensite terhambat sehingga paduan tetap dalam fasa γ (FCC)^[14]. Nitrogen juga mengakibatkan pembentukan presipitat dalam skala nano pada matriks γ sehingga kekuatan paduan meningkat^[14]. Oleh karena itu karbon dan nitrogen perlu

ditambahkan dalam paduan untuk memperbaiki keuletan dan mampu bentuk paduan.

Pada penelitian ini karbon dan nitrogen ditambahkan dalam paduan Co-Cr-Mo F75 untuk memperbaiki sifat mekanis dan mampu bentuk paduan.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material awal (*raw material*) yang digunakan dalam penelitian ini adalah merujuk pada standar ASTM F75 yaitu berupa ingot paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni (paduan CCM) dengan penambahan 0,08 – 0,25 %berat C dan 0,2 %berat N yang diperoleh dari Yoneda Advance Casting Co. Ltd Takaoka, Jepang (Tabel 1).

Ingot paduan kemudian dipotong dan dibuat sampel dengan ukuran 30 x 20 x 10 mm. Sampel paduan kemudian dilakukan proses homogenisasi dalam kondisi *inert* selama 6 jam pada temperatur 1200 °C. Proses selanjutnya adalah *hot rolling* dengan reduksi 80% dengan pemanasan awal 1200 °C selama 1 jam, yang diikuti dengan proses *quenching* dengan media pendingin air.

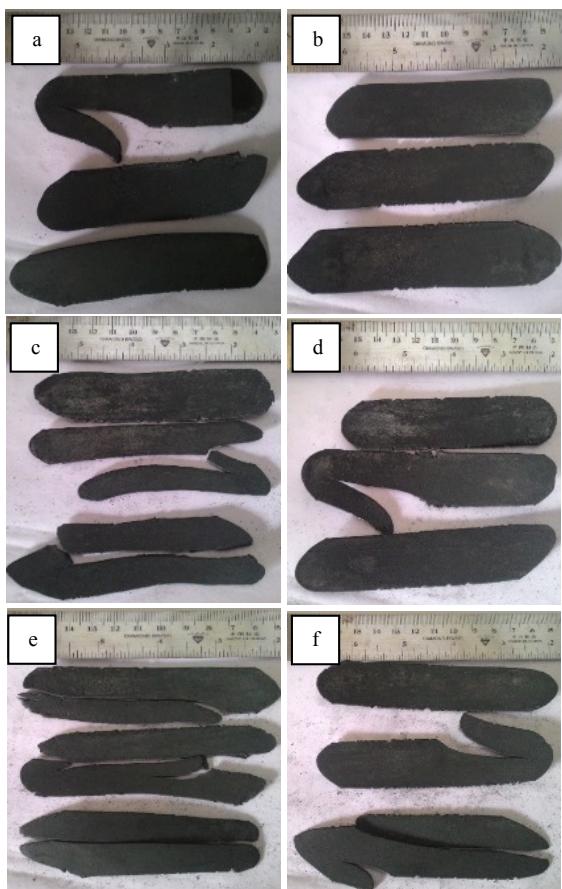
Pengamatan metalografi dilakukan dengan mikroskop optik (*optical microscopy*-OM) dan SEM (*scanning electron microscopy*) pada sampel paduan setelah homogenisasi, dan setelah proses *hot rolling*. Sampel paduan diampas menggunakan kertas amplas hingga grid 1200, dilanjutkan *polishing* dengan larutan poles alumina hingga grid 0,01 μ m. Sampel hasil *polishing* kemudian dietsa dengan metode *electrolytic etching* dengan tegangan 6 volt, menggunakan metanol 10% dan H₂SO₄. Uji tarik dilakukan dengan menggunakan standar JIS Z 2201: 1998. Fraktografi patahan pada sampel paduan akan diamati sehingga diketahui dengan penambahan karbon dan atau nitrogen akan diketahui jenis patahan yang terjadi dalam paduan.

Tabel 1. Komposisi kimia paduan dalam penelitian ini dan kodefikasi sampel

UNSUR (% berat)										Kode Sampel
Co	Cr	Mo	Si	Mn	Fe	Ni	C	N		
Bal	28	6	0,8	0,8	0,4	0,2	0,08	-		0.08C
Bal	28	6	0,8	0,8	0,4	0,2	0,08	0,2		0.08CN
Bal	28	6	0,8	0,8	0,4	0,2	0,15	-		0.15C
Bal	28	6	0,8	0,8	0,4	0,2	0,15	0,2		0.15CN
Bal	28	6	0,8	0,8	0,4	0,2	0,25	-		0.25C
Bal	28	6	0,8	0,8	0,4	0,2	0,25	0,2		0.25CN

3. HASIL DAN DISKUSI

Gambar 1 menunjukkan foto paduan CCM pada kondisi setelah proses *hot roll* dengan reduksi 80%. Gambar 1(a), 1(c), 1(e) merupakan foto paduan CCM dengan penambahan karbon. Dari gambar tersebut terlihat bahwa dengan semakin meningkatnya penambahan karbon dalam paduan CCM semakin banyak paduan yang mengalami pecah. Pada Gambar 1 (b) dimana kandungan karbon yang ditambahkan hanya 0,08%berat beserta 0,2 %berat nitrogen, hampir seluruh paduan CCM tidak mengalami retak setelah dilakukan proses *hot roll*. Akan tetapi pada penambahan karbon di atas 0,08% dan 0,2 %berat nitrogen ditambahkan dalam paduan CCM hasil *hot roll* (Gambar 1 (d) dan 1(f)), retakan diperoleh akan tetapi tidak sebanyak dalam paduan CCM yang hanya ditambahkan karbon saja (Gambar 1(a), 1(c), 1(e)).



Gambar 1. Foto visual paduan CCM setelah *hot roll* dengan kode sampel; (a) 0.08C; (b) 0.08CN; (c) 0.15C; (d) 0.15CN; (e) 0.25C; (f) 0.25CN

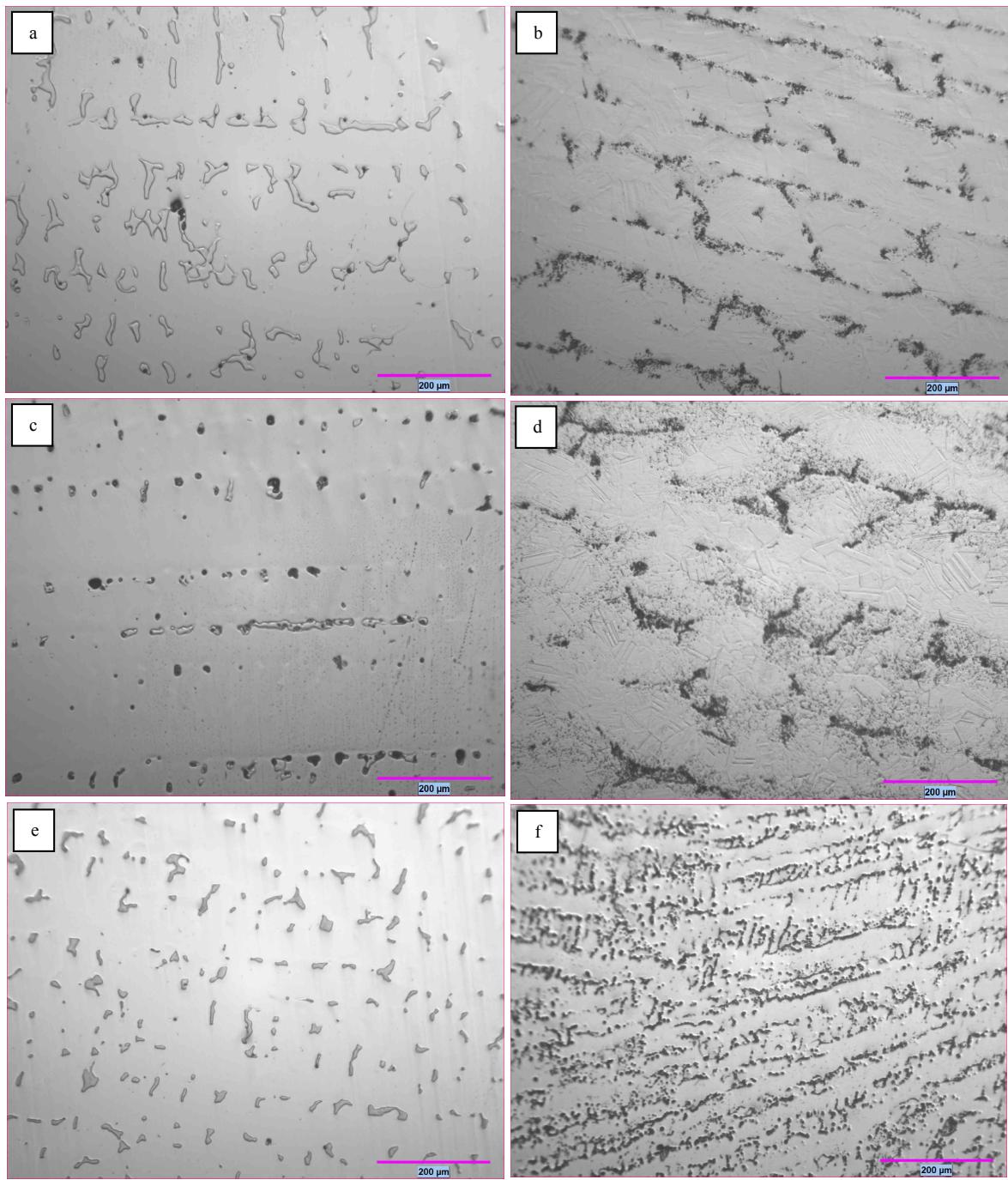
Gambar 2(a)-2(f) menunjukkan mikrostruktur paduan CCM dengan penambahan karbon yang diamati menggunakan OM. Gambar 2(a), 2(c) dan 2(e) adalah paduan CCM hasil cor (*as cast*). Pada

gambar tersebut teramat presipitat $M_{23}C_6$ dalam matriks dendritik cobalt dan teramat sejumlah besar interdendritik presipitat. Gambar 2(b), 2(d), 2(f) merupakan mikrostruktur paduan CCM setelah proses *hot roll*, dimana dengan meningkatnya kadar karbon, teramat presipitat makin meningkat di dalam butir dan pada batas butir. Pada Gambar 2(d) dan 2(f) teramat butir *equiaxed* denganmatriks γ , beberapa *annealing twinning* dan striasi dari ϵ martensit di dalam butir. Gambar 3(a)-3(f) menunjukkan kondisi seperti dalam Gambar 2 yang diamati menggunakan SEM. Tampak bahwa morfologi presipitat karbida $M_{23}C_6$ berbentuk *blocky dense* dan *globular* dalam matriks dendritik (Gambar 3(a), 3(c) dan 3(e)). Pada Gambar 3(b), 3(d) dan 3(f) teramat presipitat karbida $M_{23}C_6$ dengan bentuk *blocky dense* dan *globular* yang berada pada batas butir dan di dalam butir, serta striasi dari ϵ martensit dalam butir matriks γ .

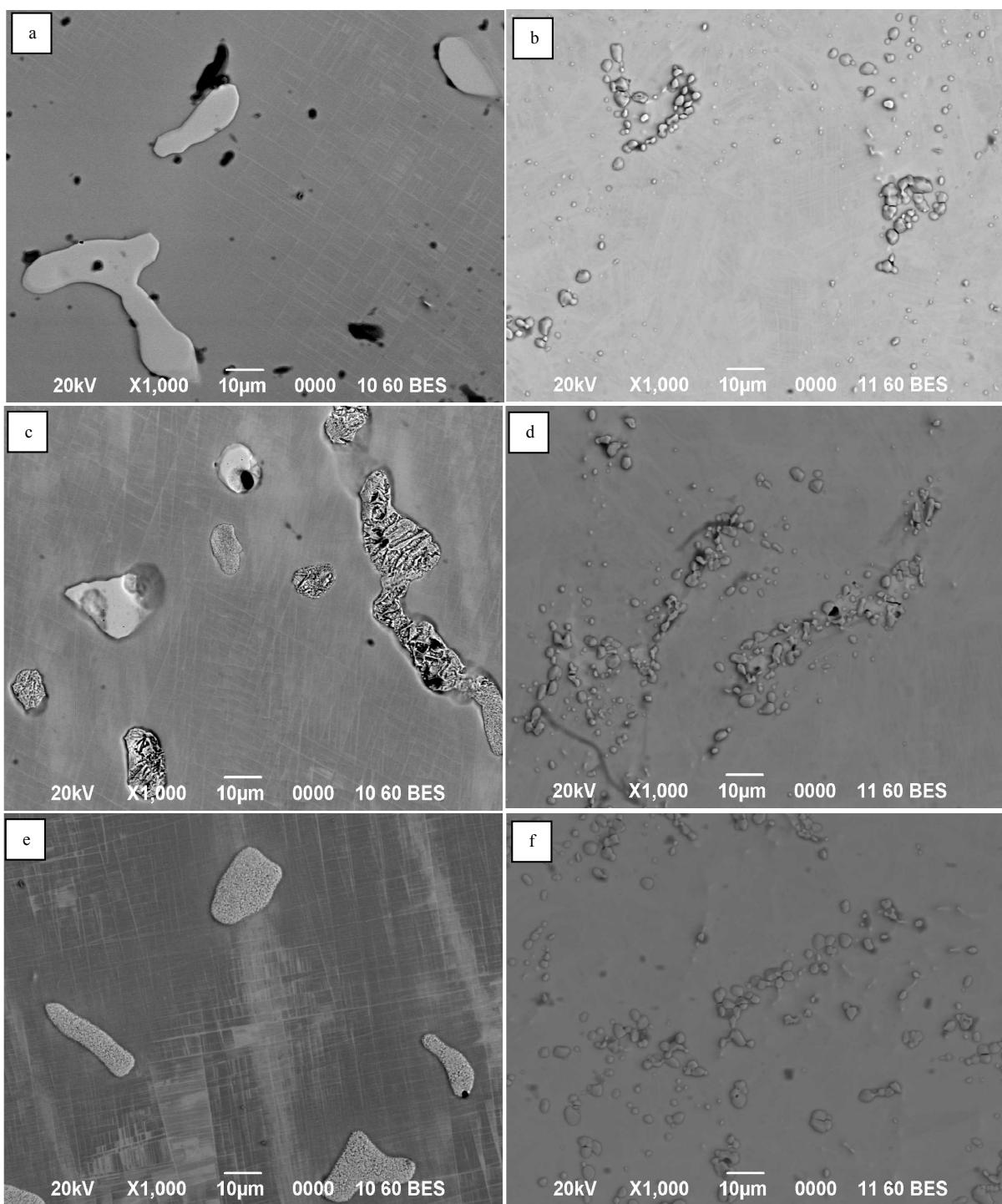
Gambar 4(a)-4(f) menunjukkan mikrostruktur dengan OM dari paduan CCM dengan penambahan karbon dan nitrogen. Pada Gambar 4(a), 4(c) dan 4(e) kondisi *as cast* tampak bahwa interdendritik karbida $M_{23}C_6$ berbentuk *blocky dense* dalam matriks dendritik cobalt. Gambar 4(b), 4(d), 4(f) merupakan mikrostruktur paduan CCM setelah proses *hot roll* dimana presipitat $M_{23}C_6$ terbentuk pada batas butir dan di dalam butir *equiaxed*. Gambar 5(a)-5(f) adalah kondisi paduan CCM seperti pada Gambar 4 yang diamati menggunakan SEM. Gambar 5(a), 5(c), 5(e) merupakan mikrostruktur paduan pada kondisi *as cast*, tampak bahwa morfologi presipitat $M_{23}C_6$ berbentuk *blocky dense* dalam matriks dendritik cobalt. Pada Gambar 5(b) teramat dengan penambahan 0,08 %berat karbon dan 0,2 %berat nitrogen, presipitat $M_{23}C_6$ dengan ukuran yang sangat halus lebih banyak terbentuk dibandingkan penambahan karbon yang lebih tinggi (Gambar 5(d), 5(f)). *Annealing twin*, striasi dari fasa ϵ martensit juga teramat dalam gambar tersebut. Menurut Shingo Kurosu dan tim^[15] pada paduan Co-29Cr-6Mo kondisi *as cast*, fasa yang terbentuk adalah γ (FCC) dan ϵ (HCP) akibat transformasi martensit menjadi γ dan ϵ selama pendinginan. Gambar 5(b), 5(d), 5(f) merupakan mikrostruktur paduan CCM setelah mengalami proses *hot roll*, teramat striasi dari ϵ martensit di dalam butir *equiaxed* dan beberapa *annealing twin*. Yamanaka dan tim menjelaskan bahwa pada paduan Co-29Cr-6Mo yang ditambahkan N, *annealing twin* akan terbentuk akibat adanya penyimpangan pada

area pertemuan tiga butir ($\Sigma 3$) yang mempunyai keterkaitan dengan kisi kristal. Kondisi ini bisa dihasilkan dalam paduan CCM yang

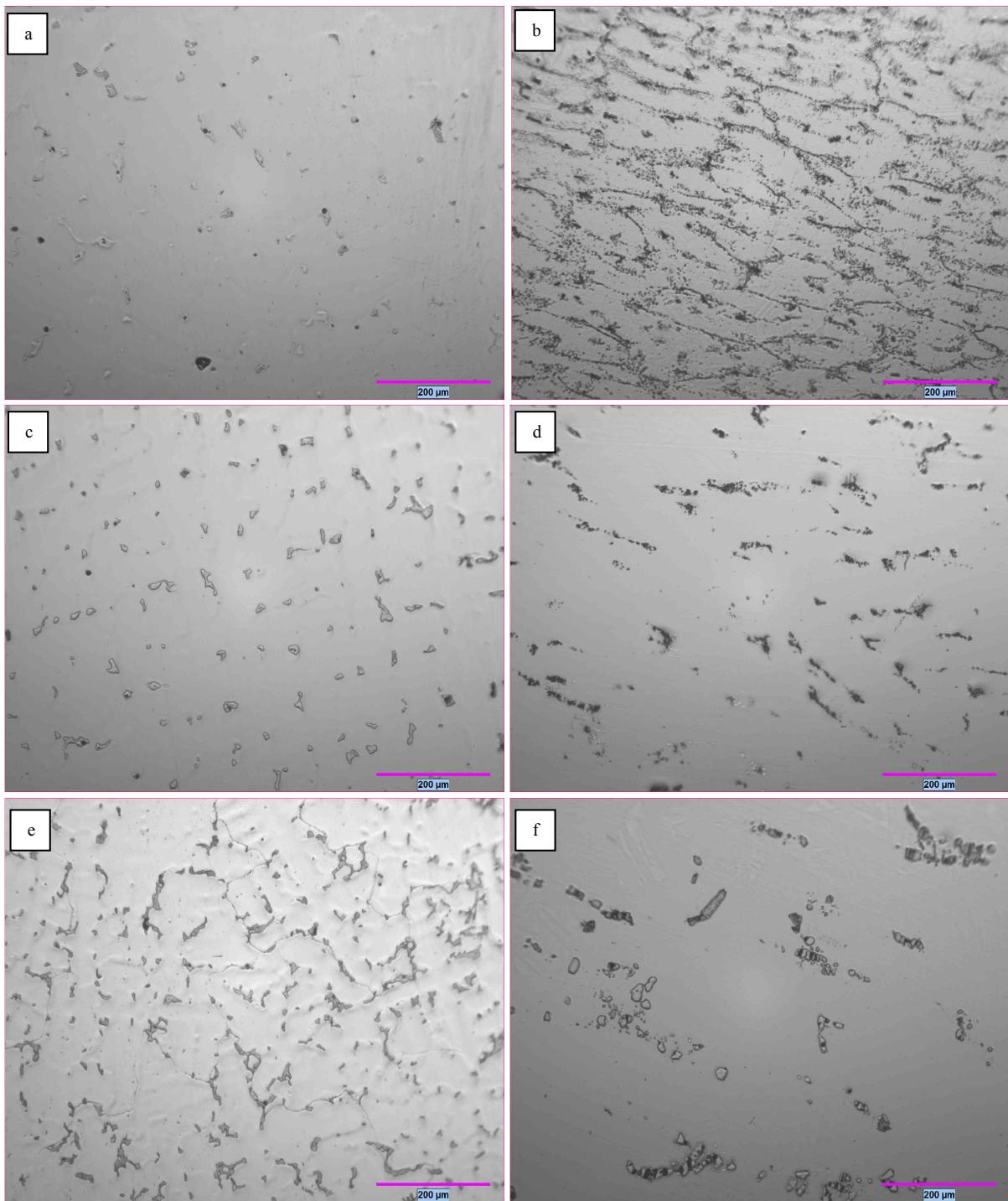
mengalami proses pengeraan panas (*hot deformation*)^[16].



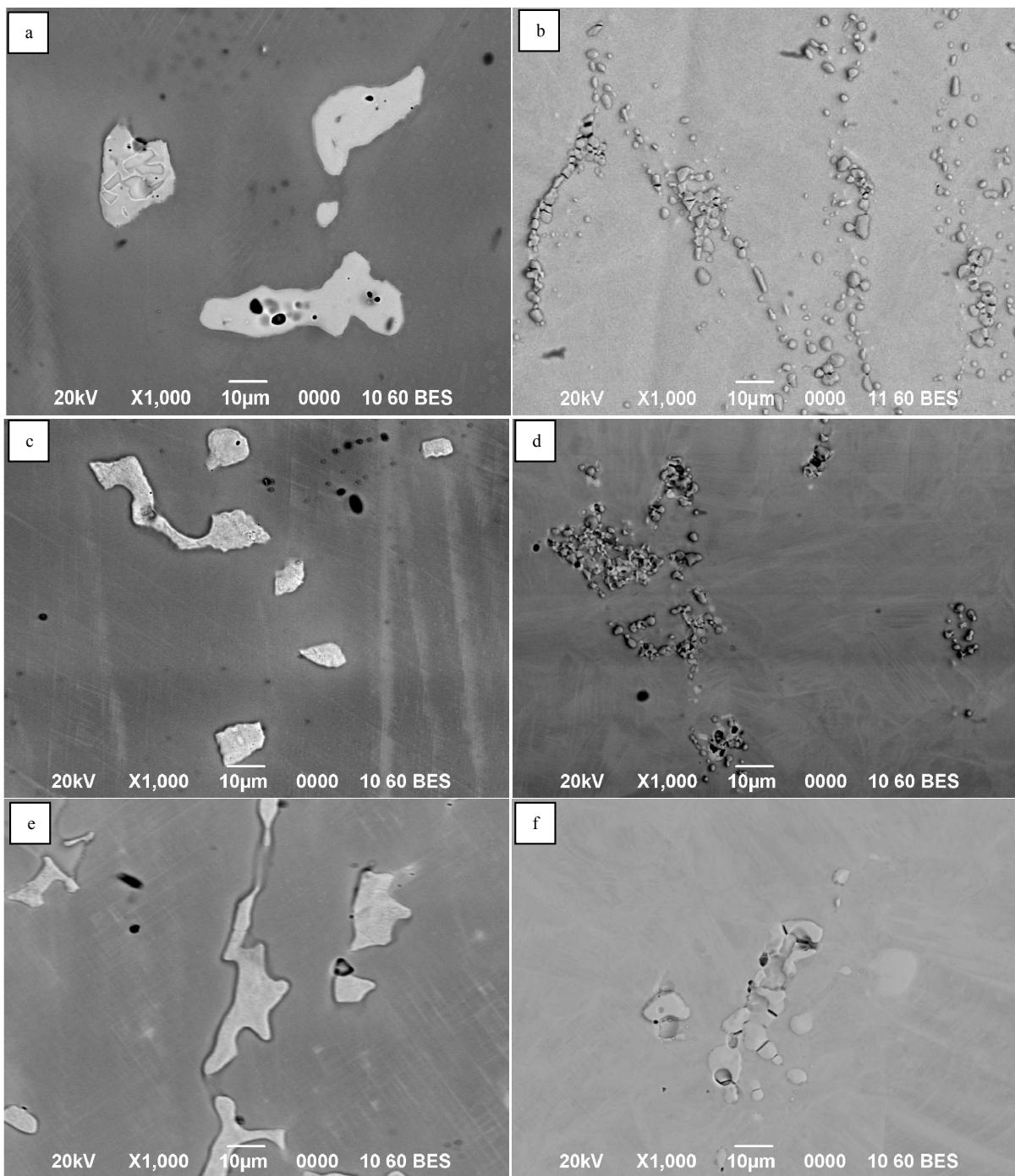
Gambar 2. Struktur mikro paduan CCM dengan mikroskop optik pada penambahan karbon dengan kode sampel: (a,b) 0.08C; (c,d) 0.15C; (e-f) 0.25C. Paduan hasil *as cast* (kiri) dan paduan hasil *hot roll* dengan reduksi 80% (kanan). Elektro etsa metanol 10% H_2SO_4



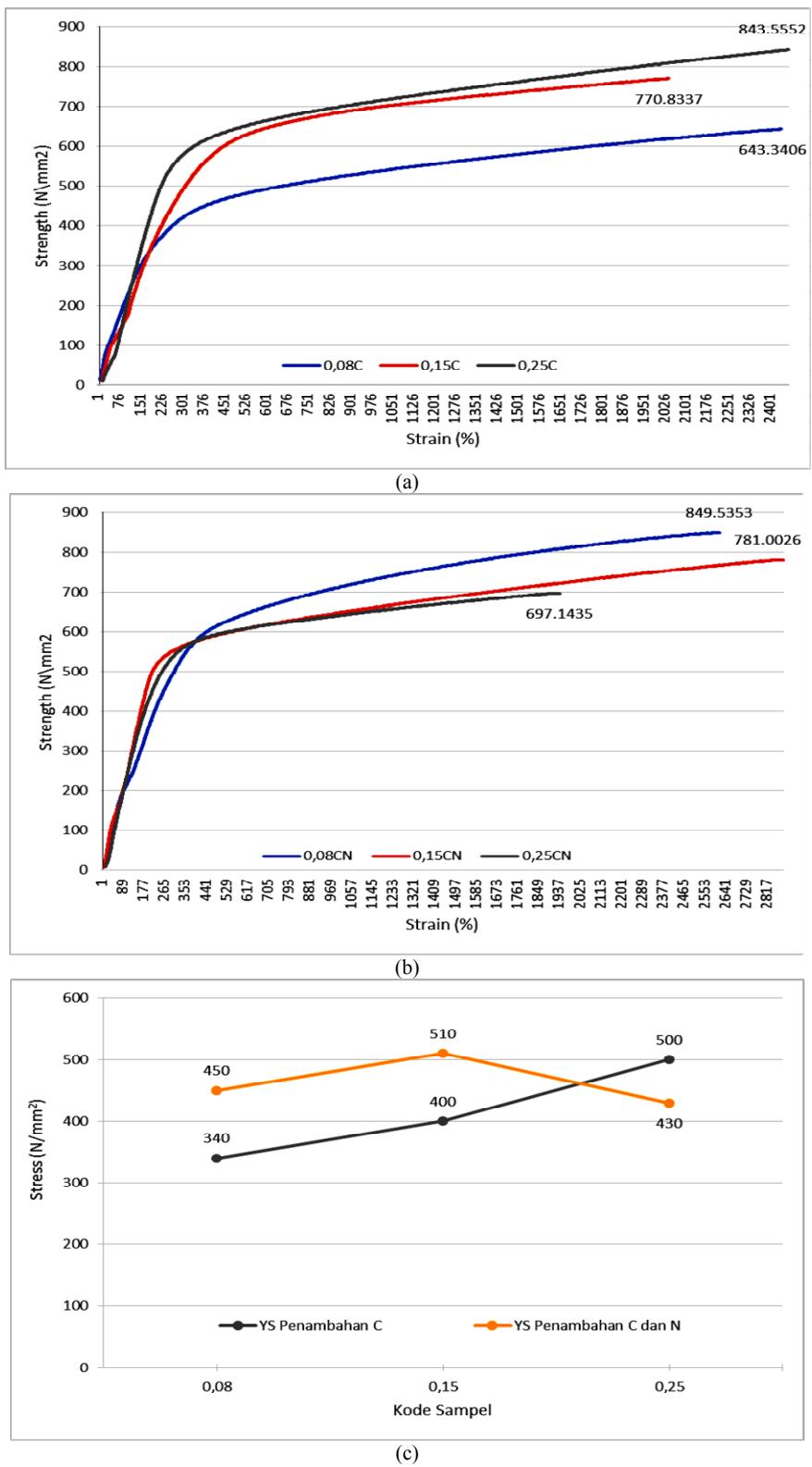
Gambar 3. Foto mikrostruktur dengan SEM dari paduan CCM dengan penambahan karbon pada sampel kode: (a,b) 0.08C; (c,d) 0.15C; (e,f) 0.25C. Paduan kondisi *as cast* (kiri), dan paduan hasil *hot roll* dengan reduksi 80% (kanan). Elektro etsa metanol 10% H₂SO₄



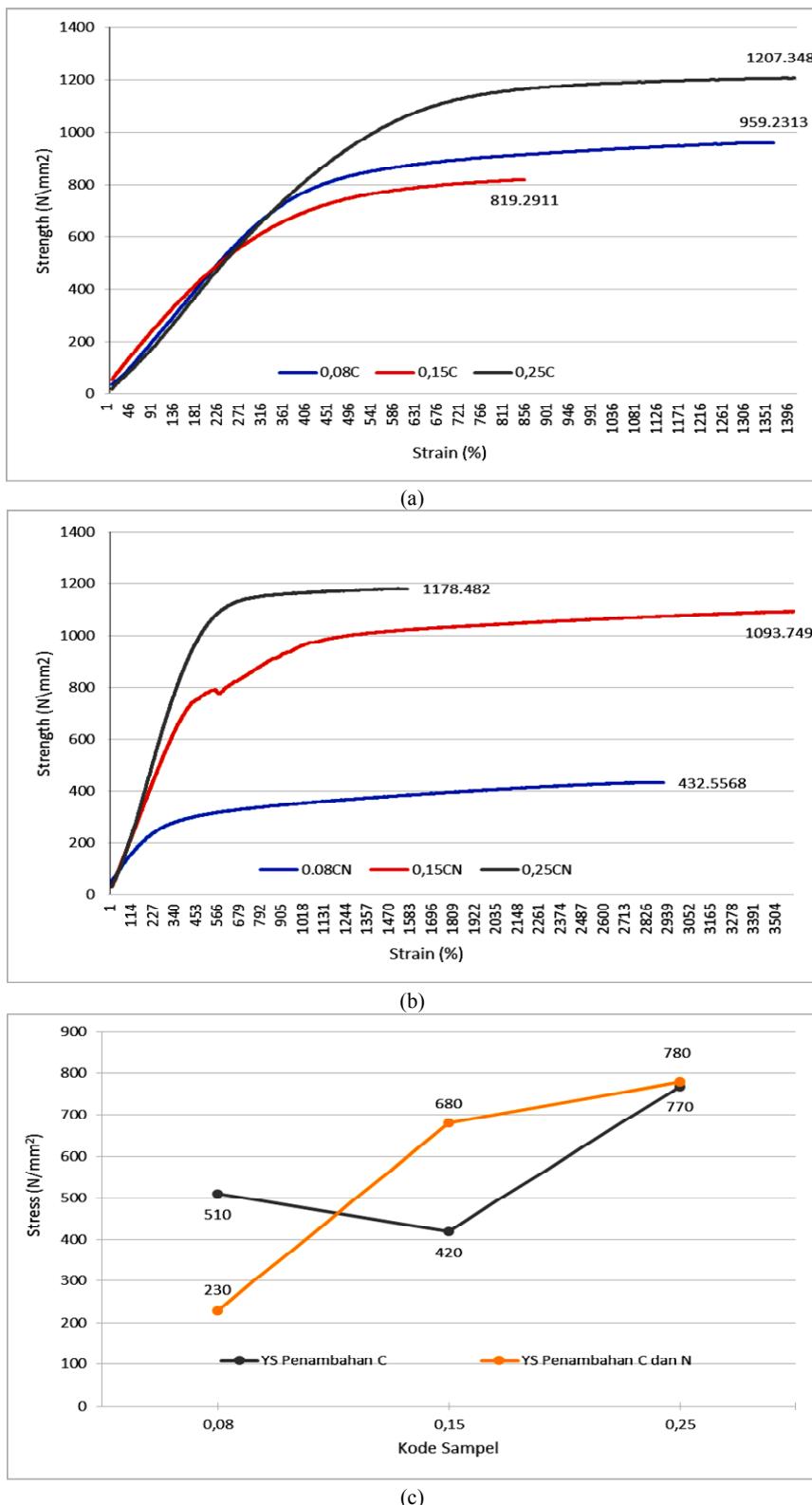
Gambar 4. Mikrostruktur paduan CCM menggunakan mikroskop optik dengan penambahan karbon dan nitrogen pada kode sampel: (a,b) 0.08CN ; (c,d) 0.15CN; (e,f) 0.25CN. Paduan kondisi *as cast* (kiri) dan paduan hasil *hot roll* dengan reduksi 80% (kanan). Elektro etsa metanol 10% H_2SO_4



Gambar 5. Mikrostruktur paduan CCM menggunakan SEM dengan penambahan karbon dan nitrogen pada kode sampel: (a,b) 0.08CN ; (c,d) 0.15CN; (e,f) 0.25CN. Paduan kondisi *as cast* (kiri) dan paduan hasil *hot roll* dengan reduksi 80% (kanan). Elektro etsa metanol 10% H_2SO_4



Gambar 6. Grafik tegangan vs regangan dari paduan CCM kondisi *as cast* untuk paduan dengan: (a) penambahan karbon; (b) penambahan karbon dan nitrogen; (c) *yield stress* (N/mm²) pada kondisi (a) dan (b)



Gambar 7. Grafik tegangan vs regangan dari paduan CCM hasil *hot roll* untuk paduan dengan: (a) penambahan karbon; (b) penambahan karbon dan nitrogen; (c) yield stress (N/mm²) pada kondisi (a) dan (b)

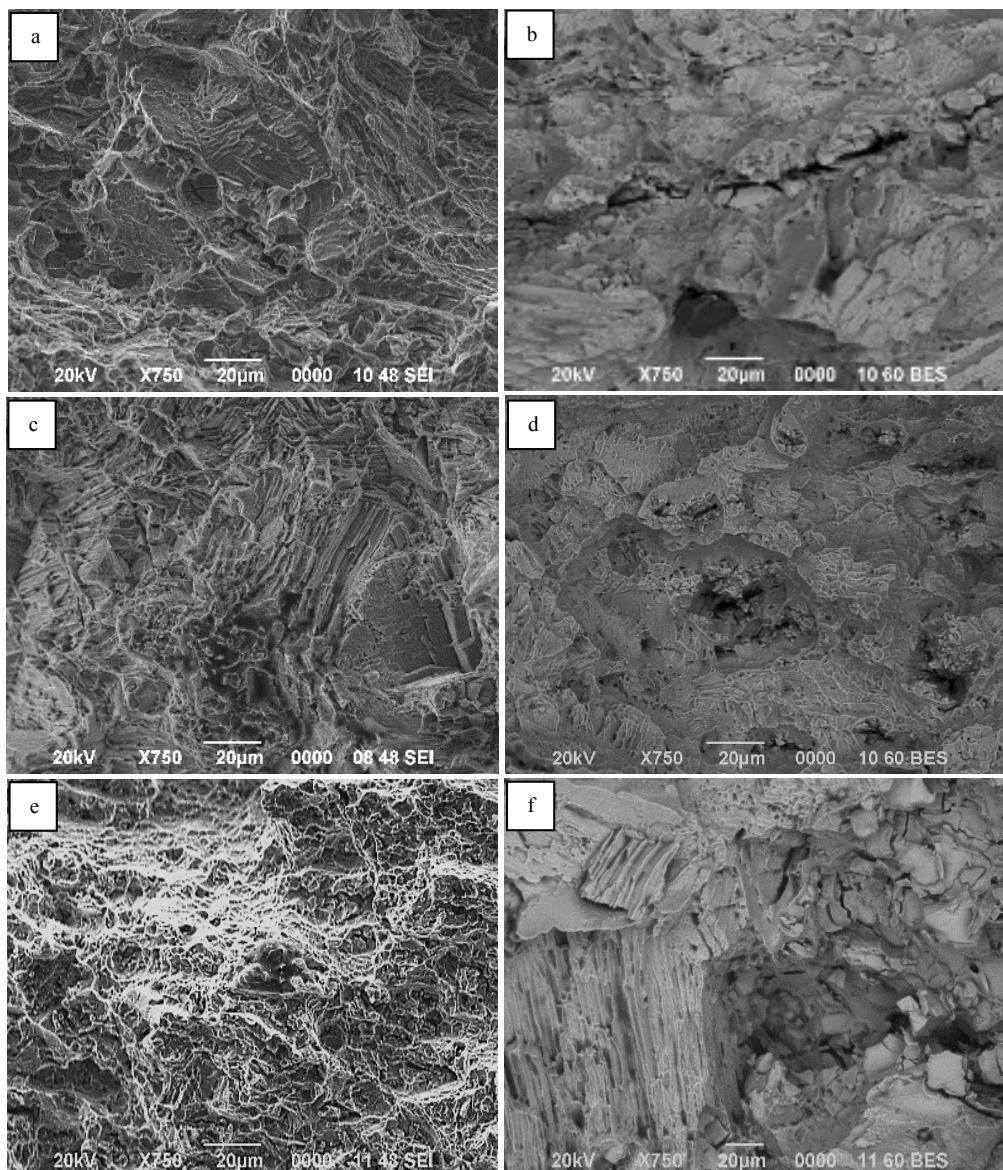
Gambar 6(a) – 6(c) menunjukkan grafik hasil uji tarik *as cast* paduan CCM yang mendapat penambahan karbon, penambahan karbon dan nitrogen serta nilai kekuatan luluhnya (*YS-yield strength*). Dari grafik pada gambar tersebut terlihat bahwa kekuatan tarik maksimum dan kekuatan luluh meningkat

seiring dengan peningkatan penambahan karbon. Pada penambahan karbon 0,08 %berat kekuatan tarik berkisar 643 N/mm² dengan YS 340 N/mm², sedangkan pada penambahan karbon 0,15 %berat kekuatan tarik berkisar 770 N/mm² dengan YS 400 N/mm², dan pada penambahan 0,25 %berat karbon kekuatan tarik

meningkat menjadi 843 N/mm^2 dengan YS 500 N/mm^2 . Akan tetapi, pada penambahan karbon dan nitrogen (Gambar 6(b)), kekuatan tarik dan YS adalah berbanding terbalik dengan kondisi pada Gambar 6(a), dimana dengan peningkatan unsur karbon yang ditambahkan dan 0,2% berat nitrogen, kekuatan tarik dan YS semakin berkurang. Kekuatan tarik maksimum paduan pada kondisi di atas adalah sebesar 849 N/mm^2 dengan YS 450 N/mm^2 ; 781 N/mm^2 dengan YS 510 N/mm^2 ; dan 697 N/mm^2 dengan YS 430 N/mm^2 berturut-turut pada penambahan 0,08; 0,15 dan 0,25 %berat karbon dan 0,2 %berat nitrogen.

Gambar 7(a)-7(c) menunjukkan grafik hasil uji tarik dari paduan CCM hasil *hot roll* yang ditambahkan karbon, ditambahkan karbon dan nitrogen serta kekuatan luluhan (YS). Dari grafik pada gambar tersebut tidak terlihat tren

bahwa kekuatan tarik maksimum dan kekuatan luluhan meningkat seiring dengan peningkatan %berat karbon. Pada penambahan karbon 0,08 %berat, kekuatan tarik berkisar 959 N/mm^2 dengan YS 510 N/mm^2 , sedangkan pada penambahan karbon 0,15 %berat kekuatan tarik hanya berkisar 819 N/mm^2 dengan YS sebesar 420 N/mm^2 , dan pada 0,25 %berat karbon, kekuatan tarik meningkat menjadi 1207 N/mm^2 dengan YS sebesar 770 N/mm^2 . Akan tetapi kekuatan mekanik meningkat seiring dengan peningkatan kadar karbon dan 0,2 %berat nitrogen (Gambar 7(b) dan 7(c)). Kekuatan tarik berkisar 432 N/mm^2 dengan YS 230 N/mm^2 ; 1093 N/mm^2 dengan YS 680 N/mm^2 dan 1178 N/mm^2 dengan YS 780 N/mm^2 berturut-turut pada penambahan 0,08; 0,15 dan 0,25 %berat karbon dan 0,2 %berat nitrogen.



Gambar 8. Fraktografi hasil SEM paduan CCM hasil *hot roll* dengan kodefikasi sampel; (a) 0.08C; (b) 0.08CN; (c) 0.15C; (d) 0.15CN; (e) 0.25C; (f) 0.25CN

Gambar 8 menunjukkan foto fraktografi hasil uji tarik dengan SEM dari paduan CCM hasil *hot roll*. Gambar 8(a), 8(c) dan 8(e) adalah paduan CCM hasil *hot roll* yang hanya ditambahkan karbon, dimana patah getas teramat pada permukaan patahan dengan presipitat $M_{23}C_6$ di batas dan di dalam butir *equiaxed*. Gambar 8(b), 8(d) dan 8(f) adalah paduan CCM hasil *hot roll* yang ditambahkan karbon dan nitrogen. Patah getas dengan beberapa area yang menunjukkan patahan ulet terlihat pada gambar tersebut.

Peningkatan kekuatan tarik dan kekuatan luluhan pada paduan CCM yang ditambahkan karbon terjadi karena pembentukan presipitat karbida $M_{23}C_6$ seperti yang tampak pada Gambar 2 dan Gambar 3. Kekuatan tarik paduan CCM hasil roll dengan penambahan karbon sebesar 0,25% berat meningkat menjadi 1207 N/mm² dengan YS 770 N/mm² dibanding dengan paduan CCM yang ditambahkan karbon sebesar 0,08 dan 0,15 (Gambar 7(a)-7(b)). Permukaan patahan hasil uji tarik dari paduan CCM hasil roll yang hanya ditambahkan karbon 0,08 dan 0,15 %berat menunjukkan patah getas, teramat pada permukaan *chrystrallographic faceted* dengan striasi ε martensit dan *annealing twin*, serta presipitasi karbida $M_{23}C_6$ pada batas butir (Gambar 8 (a) dan 8(c)). Tetapi dengan meningkatnya penambahan karbon menjadi 0,25 %berat, tampak presipitat $M_{23}C_6$ semakin banyak berada di dalam dan di batas butir, dan permukaan patahan menunjukkan patah getas (Gambar 8 (c)). Sang Hak Lee dan tim^[17] membuktikan dalam paduan Co29Cr6Mo yang ditambahkan 0,18 %berat karbon, presipitat karbida $M_{23}C_6$ tumbuh di batas butir dan di dalam butir. Kehadiran karbida di batas butir adalah meningkatkan sifat mekanik, sedangkan karbida di dalam butir memberikan pengaruh kekuatan yang homogen dalam material paduan. Dengan peningkatan kadar karbon sampai dengan 0,18 %berat dalam paduan Co29Cr6Mo, maka dapat meningkatkan fraksi volume dari fasa γ , sehingga menekan pembentukan fasa ε . Hal ini akan meningkatkan ketahanan paduan saat di tempa, karena kestabilan fasa γ ^[17].

Nitrogen dalam sistem paduan Co-Cr-Mo adalah unsur representatif sebagai penstabil γ , memiliki kesamaan dengan Ni dan C^[16]. Li dan Tim^[18] menemukan adanya *short range order* antara atom Cr dan atom N terbentuk dalam paduan Co-29Mo-6Cr yang ditambahkan N, dimana penambahan N ini akan berpengaruh terhadap transformasi kinetik dari *athermal*

martensite dan menstabilkan fasa γ . Dengan stabilnya fasa γ maka keuletan dari paduan akan tercapai. Kondisi ini dibuktikan secara visual pada paduan CCM hasil roll yang tidak mengalami retak setelah ditambahkan N dibanding paduan yang hanya diberikan karbon saja (Gambar 1). Kekuatan tarik dalam paduan CCM yang ditambahkan karbon 0,25 %berat dan 0,2 %berat N adalah 1178 N/mm², nilai ini lebih rendah dibanding kekuatan tarik paduan yang hanya diberikan karbon saja (C= 0,25 %berat) yaitu 1207 N/mm². Hasil fraktografi pada paduan CCM dengan penambahan karbon dan nitrogen menunjukkan patah getas (Gambar 8(b)), tetapi pada beberapa area menunjukkan ciri-ciri patah ulet (Gambar 8(d) dan 8(f)). Pada permukaan patahan dari paduan CCM hasil roll yang ditambahkan C dan N ini teramat presipitat karbida $M_{23}C_6$ berbentuk globular pada butir dan batas butir serta terlihat beberapa pola patahan dari *annealing twin*.

4. KESIMPULAN

Dari penelitian terhadap paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni (paduan CCM) dengan variasi penambahan karbon 0,08; 0,15 0,25 %berat dan 0,2 %berat nitrogen, dapat diambil kesimpulan bahwa paduan CCM hasil homogenisasi pada T = 1200 °C selama 6 jam dan dilanjutkan dengan *hot roll* pada reduksi 80% memiliki struktur presipitat karbida $M_{23}C_6$ pada batas butir dan di dalam butir, striasi dari ε martensit serta *annealing twin* dalam matriks γ yang *equiaxed*. Penambahan karbon dalam paduan CCM akan meningkatkan pembentukan presipitat karbida $M_{23}C_6$ dengan bentuk *blocky dense* dan *globular*. Hal ini meningkatkan kekuatan tarik dan kekuatan luluhan paduan. Pada penambahan 0,25 %berat karbon dihasilkan kekuatan tarik sebesar 1207 N/mm² dengan YS sebesar 770 N/mm². Pada penambahan karbon dan 0,2 %berat nitrogen, pembentukan presipitat karbida $M_{23}C_6$ juga semakin meningkat dengan adanya peningkatan kadar karbon, serta terbentuknya *annealing twin*. Kekuatan tarik pada 0,25 %berat karbon dihasilkan 1178 N/mm² dengan YS sebesar 780 N/mm². Rendahnya kekuatan tarik dibandingkan paduan CCM yang hanya ditambahkan karbon saja disebabkan karena pembentukan *annealing twin*. Hasil *hot roll* dalam paduan CCM menunjukkan bahwa dengan hanya ditambahkan karbon menghasilkan *workability* yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan penambahan karbon dan nitrogen. Permukaan patahan paduan CCM yang ditambahkan karbon

menunjukkan patah getas, sedangkan paduan CCM yang ditambahkan karbon dan nitrogen memiliki beberapa area yang menunjukkan ciri dari patah ulet.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada P2MM-LIPI yang telah mendanai penelitian ini dari kegiatan Kompetensi Inti tahun 2015.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Black, Jonathan and Hastings, Garth, "Handbook of Biomaterial Properties," Springer Science+Business Media Dordrecht, 1998.
- [2] ASM Hand Book, "ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys," ASM International, 2000.
- [3] Davis, J.R, "Handbook of Materials for Medical Devices," ASM International, 2003.
- [4] Korusu. Shinugo, Nomura. Naoyuki, and Chiba. Akihiko, "Effect of Sigma Phase in Co-29Cr-6Mo Alloy on Corrosion Behavior in Saline Solution," *Materials Transactions The Japan Institute of Metals.*, Vol. 47, No. 8 pp. 1961 to 1964, 2006.
- [5] Niinomi. Mitsuo, Nakai. Masaaki, Hieda. Junko, "Development of new metallic alloys for biomedical applications," *Acta Biomaterialia.*, Vol. 8, pp.3888–3903, 2012.
- [6] Hermawan. Hendra, Ramdan. Dadan and Djuansjah. Joy R. P, "Metals for Biomedical Applications" *Biomedical Engineering – From Theory to Applications*, www.intechopen.com.
- [7] Minieta. Shingo, Alfirano, Namba. Shigenobu Yoneda. Takashi, Ueda. Kyosuke, And Narushima. Takayuki, "Precipitates in Biomedical Co-28Cr-6Mo-(0–0.41)C Alloys Heat-Treated at 1473 K to 1623 K (1200 C to 1350 C)," *Metallurgical And Materials Transactions*, Vol. 4A, 2012.
- [8] Minieta, Shingo, Alfirano, Namba. Shigenobu Yoneda. Takashi, Ueda. Kyosuke, And Narushima. Takayuki, "Phase and Formation/Dissolution of Precipitates in Biomedical Co-Cr-Mo Alloys with Nitrogen Addition," *Metallurgical and Materials Transaction.s*, Vol. 44A, 2013.
- [9] Herrera. M, Espinoza. A, Mendez. J, Castro. M, Lopez. J, Rendon. J, "Effect of C Contain on The Mechanical Properties of Solution Treated As-Cast ASTM F-75 Alloys," *Journal of Material Science: Material in Medicine.*, 16, 607-611, 2005.
- [10] Muterlle, P.V, Zendron. M, Perina. M, Bardini. R, Molinari. A, "Microstructure and Tensile Properties of Metal Injection Molding Co-29Cr-6Mo-0.23C alloy," *Journal Material Science.*, vol. 45, pp.1091-1099, 2010.
- [11] Zhuang, L.V and Langer E.W, "Effect of Alloy Addition on The Microstructures and Tensile Properties of Co-Cr-Mo Alloy Used for Surgical Implants" *Journal Material Science.*, vol. 24, pp. 4324-4330, 1989.
- [12] Ika Kartika, "Pengaruh Penambahan Mangan Terhadap Sifat Mampu Tempa Paduan Co-35Cr-5Mo untuk Aplikasi Implan", *Metalurgi.*, vol. 27 No. 2, 2012.
- [13] Narushima, Takayuki, Minieta. Shingo, Kurihara. Yuto, Ueda. Kyosuke, "Precipitates in Biomedical Co-Cr Alloys" *JOM.*, Vol. 65 No.4, 2013.
- [14] Kenta. Yamanaka, Manami. Mori, Chiba. Akihiko, "Effects of Nitrogen Addition on Microstructure and Mechanical Behavior of Biomedical Co-Cr-Mo Alloys," *Journal of The Mechanical Behavior of Biomedical Materials.*, vol. 29 P.417 – 426, 2014.
- [15] Shingo. Kurosu, Nomura. Naoyuki Chiba. Akihiko, "Effect of sigma phase in Co-29Cr-6Mo Alloy on Corrosion behavior in saline solution," *Material Transaction.*, vol. 47, No. 8, pp. 1961-1964, 2006.
- [16] Yamanaka. Kenta, Manami. Mori, Chiba. Akihiko, "Enhanced mechanical Properties of As-Forged Co-Cr-Mo-N Alloys with Ultrafine-Grained Structures," *Metallurgical and Material Transactions A.*, Vol. 43A, pp. 5243-5257, 2012.
- [17] Lee. Sang Hak, Takahashi. Eiji, Nomura. Naoyuki, and Chiba. Akihiko, "Effect of Carbon edition on Microstructure and Mechanical Properties of a wrought Co-Cr-Mo Implant Alloy," *Material Transactions.*, Vol. 47, No. 2, pp. 287-290, 2006.
- [18] Y.P. Li J.S. Yu, Kurosu. S, Koizumi. Y, Matsumoto, H, and Chiba Akihiko, "Role of nitrogen addition in stabilizing the γ phase of Biomedical Co-29Cr-6Mo alloy" *Material Chemistry Physic*, Vol. 133, pp. 29-32, 2012.



PENGARUH PENAMBAHAN INHIBITOR EKSTRAK TEMBAKAU TERHADAP LAJU KOROSI INTERNAL PIPA API 5L X-52 PADA ARTIFICIAL BRINE WATER DENGAN INJEKSI GAS CO₂

Rapli Nur Ahmadi^a, Soesaptri Oediyan^a, Gadang Priyotomo^{b,*}

^aJurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa
Jalan Jendral Sudirman Km 3, Cilegon, Indonesia, 42435

^bPusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI
Kawasan PUSPIPTEK, Gd. 474, Setu, Tangerang Selatan, Banten, 15314
E-Mail: *gada001@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 27-08-2016, revisi tanggal : 30-12-2016, diterima untuk diterbitkan tanggal 09-01-2017

Intisari

Crude oil yang mengandung *brine water* dengan kadar NaCl dan HCO₃⁻ yang tinggi serta adanya gas CO₂ yang terlarut dapat meningkatkan potensi korosi pada pipa. Penggunaan inhibitor korosi alami menjadi alternatif baru untuk menyelesaikan masalah tersebut. Bahan alam dipilih sebagai alternatif karena bersifat aman, mudah didapatkan, bersifat *biodegradable*, biaya murah, dan ramah lingkungan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan ekstrak tembakau terhadap laju korosi dan efisiensi inhibisi yang dihasilkan dengan menambahkan pembaharuan penelitian berupa penginjeksian gas CO₂ secara kontinu yang belum ada pada penelitian sebelumnya. Pengujian pada penelitian ini menggunakan *spectroscopy* untuk mengetahui komposisi kimia sampel baja API 5L X-52, TLC. Densitometri digunakan untuk mengetahui kadar nikotin pada sampel tembakau. *Gamry Potentiostat Type 6.25* digunakan untuk pengujian polarisasi Tafel dan EIS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa data laju korosi baja API 5L X-52 mengalami penurunan dengan penambahan ekstrak tembakau. Penurunan optimum laju korosi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau pada larutan ABW 1 sebesar 8,95 mpy dan ABW 2 sebesar 9,87 mpy. Peningkatan optimum efisiensi inhibisi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau, untuk larutan ABW 1 sebesar 79,51% dan ABW 2 sebesar 80,94%. Efisiensi inhibisi mulai mengalami penurunan kembali pada penambahan 80 ppm, untuk larutan ABW 1 sebesar 42,32% dan ABW 2 sebesar 68,71%.

Kata Kunci: Baja API 5L X-52, inhibitor korosi, ekstrak tembakau, laju korosi, polarisasi

Abstract

Crude oil containing brine water with high concentration of NaCl and HCO₃⁻ and the presence of dissolved CO₂ gas may increase the potential for corrosion in the pipeline. The use of natural corrosion inhibitor is one of the alternative to solve these problem. Natural materials were chosen as an alternative because it is safe, readily available, biodegradable, low cost, and environmentally friendly. This study was conducted to determine the effect of tobacco extracts on the rate of corrosion and inhibition efficiency. The novelty of this research is a continuous injection of CO₂ gas that does not exist in previous research. Spectroscopy analysis was conducted to determine the chemical composition of samples of steel API 5L X-52, TLC densitometry was used to determine the levels of nicotine in tobacco sauce. Gamry Potentiostat Type 6:25 was used for testing the corrosion behavior, using the Tafel polarization and EIS methods. The results show that, the corrosion rate of samples decreased with the addition of tobacco extracts. The addition of 60 ppm of tobacco extract in a solution decrease corrosion rate samples at 8.95 mpy in ABW 1 and 9.87 mpy in ABW 2. Optimum inhibition efficiency occurs upon the addition of 60 ppm tobacco extracts, for the solution of ABW 1 by 79.51% and amounted to 80.94% ABW 2. The inhibition efficiency began to decline by the addition of 80 ppm, to 42.32% in ABW 1 and 68.71% in ABW 2.

Keywords: Steel of API 5L X-52, corrosion inhibitor, tobacco extracts, rate of corrosion, polarization

1. PENDAHULUAN

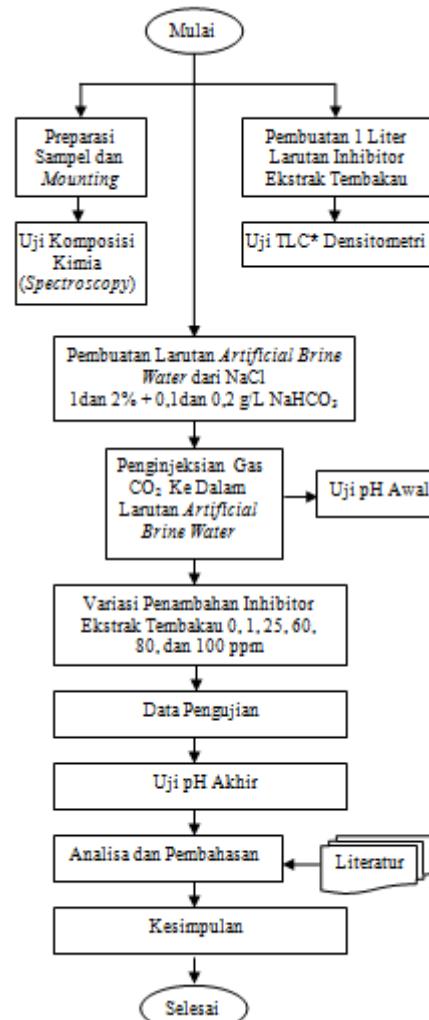
Korosi adalah kerusakan akibat reaksi kimia antara logam atau paduan logam dengan lingkungannya^[1]. Pada tahun 2003, Saudi Aramco melakukan studi untuk mengetahui biaya akibat korosi terhadap produksi minyak dan pemurniannya^[2]. Hasil studi menunjukkan bahwa 25% biaya perawatan *plant gassweetening* dikeluarkan untuk pengendalian korosi, 17% biaya perawatan *plant gas fractionation* untuk korosi, 28% biaya perawatan operasi produksi *onshore*, sedangkan untuk *offshore* dibutuhkan 60-70% biaya perawatan untuk korosi. Dalam proses pendistribusian minyak mentah (*crude oil*), sering dijumpai adanya masalah yang dapat mengganggu aliran fluida yang melewati pipa, khususnya pipa API 5L X-52 yang digunakan dalam aplikasi tersebut^[3]. Salah satu problematika yang sering terjadi pada proses pendistribusian *crude oil* adalah adanya *brine water* yang mengandung NaCl dan HCO₃⁻ yang tinggi serta adanya gas CO₂ yang terlarut. Adanya senyawa-senyawa tersebut pada pipa penyalur *crude oil* dapat meningkatkan potensi korosi, ditambah lagi dengan adanya injeksi gas CO₂ pada sumur minyak dapat menyebabkan korosi CO₂ pada pipa semakin meningkat^[4]. Selama ini, metode untuk memperlambat laju korosi internal di ladang-ladang minyak khususnya di dalam pipa penyalur *crude oil* adalah dengan menginjeksikan bahan-bahan kimia (inhibitor) ke dalam pipa tersebut. Oleh karena itu, salah satu cara efektif untuk mengisolir logam dari bahan korosi tersebut adalah dengan menggunakan inhibitor korosi.

Pemanfaatan tumbuhan sebagai inhibitor korosi (anti karat) merupakan suatu alternatif yang perlu dikaji terus menerus karena bahan alam biasanya lebih aman dan ramah lingkungan dibandingkan senyawa kimia buatan. Indonesia yang kaya dengan berbagai jenis tumbuhan, sangat memungkinkan menyimpan potensi yang bisa dimanfaatkan sebagai bahan anti karat. Literatur ilmiah korosi telah mencatat sejumlah penelitian mengenai inhibitor dari bahan organik. Salah satu bahan inhibitor korosi yang memiliki potensi untuk digunakan yaitu ekstrak tembakau. Ilim *et al*^[4] pada tahun 2007 melaporkan bahwa dengan penambahan 100 ppm larutan ekstrak tembakau pada sampel uji *mild steel* yang direndam dalam air laut buatan dengan penambahan bubbling CO₂ menghasilkan efisiensi inhibisi sebesar 61,52%. Namun, kekurangan dari penelitian tersebut yaitu masih besarnya penambahan larutan ekstrak tembakau dan

efisiensi inhibisi yang masih kecil. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian kembali untuk mengetahui pengaruh penambahan inhibitor ekstrak tembakau terhadap laju korosi dan mengetahui efisiensi inhibisi yang dihasilkan secara optimal.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

A. Diagram Alir Penelitian



*TLC = Thin Layer Chromato Scanner

Gambar 1. Diagram alir penelitian yang dilakukan

B. Peralatan Penelitian

Pada penelitian ini, digunakan beberapa peralatan yaitu, *Gamry potentiostat type 6.25*, *OES (optical emission spectroscopy)*, sel polarisasi, *auxiliary electrode* grafit, *standard electrode Hg/HgCl₂*, mesin *polishing*, *beaker glass 100, 500, dan 1000 ml*, labu ukur 1000 ml, *electric stove*, neraca digital, regulator gas CO₂, termometer, cawan petri, kertas amplas 240#, 400#, dan 600#, *blender*, PH meter, *magnetic stirrer*, pipet tetes 1 ml, pengaduk kaca, *screening* ukuran 40 #, plastik *wrap*, dan kertas saring.

C. Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah tembakau kering sebanyak $\frac{1}{4}$ kg, NaCl pro analisis, NaHCO₃ pro analisis, Baja API 5L X-52 (15 x 15 x 10 mm), Resin dan *hardener*, kabel listrik, *aquadest* dan gas CO₂.

D. Prosedur Penelitian

Sampel Baja API 5L X-52 untuk pengujian *spectroscopy*, pengamatan struktur mikro dan pengujian polarisasi dengan ukuran 15x15x10 mm.

Preparasi ekstrak tembakau sebanyak $\frac{1}{4}$ kg yang dilarutkan dalam 1500 ml *aquadest* pada temperatur 80 °C dan didiamkan selama 24 jam. 50 ml ekstrak tembakau untuk dilakukan pengujian kadar nikotin dengan TLC Densitometri.

Preparasi pembuatan blanko yaitu 0,1 dan 0,2 g/L NaHCO₃ + Variasi NaCl 1 dan 2% + injeksi gas CO₂.

Uji PH awal sebelum pengujian polarisasi. Uji Polarisasi Tafel dan EIS dengan variasi 0, 1, 25, 60, 80, dan 100 ppm, kemudian melakukan uji PH akhir sesudah pengujian polarisasi.

3. HASIL DAN DISKUSI

A. Pengaruh Penambahan Inhibitor Ekstrak Tembakau Terhadap Laju Korosi Pipa Baja API 5L X-52

Sampel baja API 5L X-52 yang digunakan pada penelitian ini, sebelumnya dilakukan pengujian karakterisasi kembali untuk memastikan sampel yang digunakan adalah baja API 5L X-52. Tabel 1 menunjukkan salah satu hasil pengujian karakterisasi yaitu komposisi kimia sampel baja API 5L X-52 dengan menggunakan *spectroscopy*.

Apabila dibandingkan dengan standar baja API 5L yakni *standar specification for line pipe*, spesifikasi baja API 5L X-52 memiliki spesifikasi komposisi sebagai berikut yaitu kadar C maksimal 0,28%, Mn maksimal 1,4%, dan Ti maksimal 0,04%^[5]. Berdasarkan perbandingan hasil pengujian karakterisasi dengan *specification for line pipe* maka dapat disimpulkan bahwa baja yang digunakan dalam penelitian ini adalah benar baja API 5L X-52.

Tabel 1. Komposisi kimia sampel Baja API 5L X-52

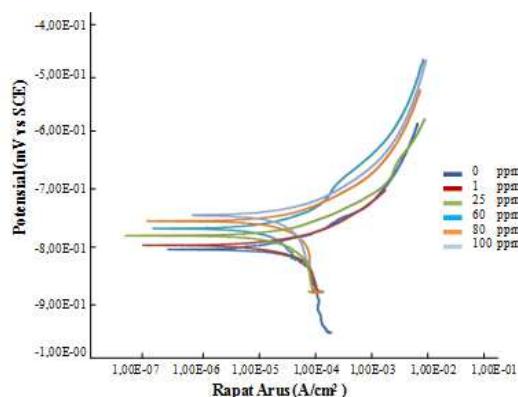
Kandungan Unsur Kimia	Kadar (%)	Kandungan Unsur Kimia	Kadar (%)
C	0,1506	W	0,0013
Si	0,2368	Ti	0,0013
S	0,0028	Sn	0,0083
P	0,0156	Al	0,0402
Mn	0,6744	Pb	-0,0004
Ni	0,0037	Nb	0,0015
Cr	0,0098	Zr	-0,0001
Mo	-0,0018	Zn	0,1816
V	0,0020	Fe	98,676
Cu	0,0055		

Selain itu, dilakukan pula pengujian kadar nikotin pada ekstrak tembakau dengan menggunakan *Thin Layer Chromato Scanner* (TLC) Densitometri. Hasil pengujian tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengujian TLC densitometri

Sampel	Replikasi	Nikotin	Kadar	AVG (% b/v)
		Dalam Sampel (μ g)	Nikotin (% b/v)	
Ekstrak	1	5,279	0,106	0,11
Tembakau	2	5,767	0,115	

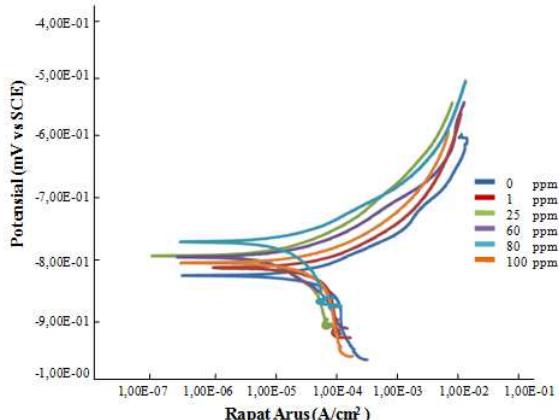
Berdasarkan data dari Tabel 2, dapat diketahui bahwa kandungan nikotin dalam sampel tembakau yang digunakan pada penelitian ini sebesar 0,11 % b/v, sedangkan menurut penelitian Murdiyati, *et al* tahun 1991^[6], kandungan nikotin pada tembakau sekitar 0,5-8% b/v dari berat kering tembakau. Dapat disimpulkan bahwa kandungan nikotin dalam sampel tembakau penelitian ini sangat sedikit apabila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya.



Gambar 2. Kurva polarisasi baja API 5L X-52 dalam campuran larutan NaCl 1%, 0,1 g/L NaHCO₃, yang diinjeksi gas CO₂ dengan variasi penambahan inhibitor ekstrak tembakau

Berdasarkan hasil pengujian polarisasi elektrokimia metode *tafel* dengan *software Gamry* 6.25, didapatkan nilai laju korosi untuk setiap penambahan ekstrak tembakau pada sampel baja API 5L X-52 yang direndam dalam

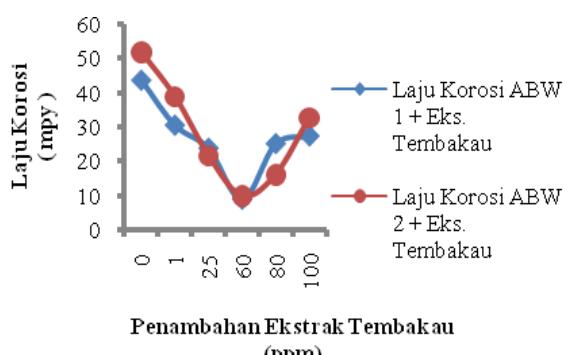
campuran larutan NaCl 1 dan 2%, NaHCO₃ 0,1 dan 0,2 g/L, yang diinjeksi gas CO₂ secara kontinu. Hasil pengamatan tersebut dapat dilihat pada Gambar 2 dan 3.



Gambar 3. Kurva polarisasi baja API 5L X-52 dalam campuran larutan NaCl 2%, 0,2 g/L NaHCO₃, yang diinjeksi gas CO₂ dengan variasi penambahan inhibitor ekstrak tembakau

Gambar 2 dan 3 menunjukkan bahwa penambahan inhibitor ekstrak tembakau dari 1 sampai 60 ppm dapat menurunkan rapat arus anodik dan katodik yang mengakibatkan laju korosi mengalami penurunan sebagaimana yang dapat dilihat pada Tabel 3 dan 4 serta Gambar 4.

Berdasarkan data pada Tabel 4 dan Gambar 4, penurunan optimum laju korosi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau pada larutan ABW 1 sebesar 8,95 mpy dan ABW 2 sebesar 9,87 mpy. Penurunan laju korosi ini terjadi karena zat nikotin pada tembakau bereaksi dengan ion besi pada baja API 5L X-52 menjadi ion heksaamin besi (II).



Gambar 4. Grafik hasil pengamatan laju korosi pada baja API 5L X-52

Tabel 3. Hasil pengukuran nilai E_{corr} dan I_{corr}

Penambahan Ekstrak Tembakau	Gambar 2		Gambar 3	
	E _{corr} (mV)	I _{corr} (A/cm ²)	E _{corr} (mV)	I _{corr} (A/cm ²)
0	-801,9	95,47 E ⁻⁶	-769,7	113,1 E ⁻⁶
1	-742,1	66,82 E ⁻⁶	-757,4	84,93 E ⁻⁶
25	-786,0	52,10 E ⁻⁶	-739,0	47,21 E ⁻⁶
60	-766,6	19,56 E ⁻⁶	-740,9	21,56 E ⁻⁶
80	-754,2	55,06 E ⁻⁶	-717,1	35,40 E ⁻⁶
100	-744,3	60,00 E ⁻⁶	-748,9	71,49 E ⁻⁶

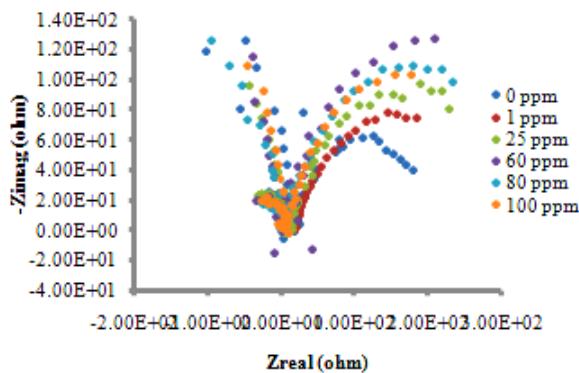
Tabel 4. Hasil pengamatan laju korosi ekstrak tembakau

Penambahan Ekstrak Tembakau (ppm)	Laju Korosi pada ABW 1 (mpy)	Laju Korosi pada ABW 2 (mpy)
0	43,69	51,77
1	30,58	38,87
25	23,85	21,61
60	8,95	9,87
80	25,20	16,20
100	27,46	32,72

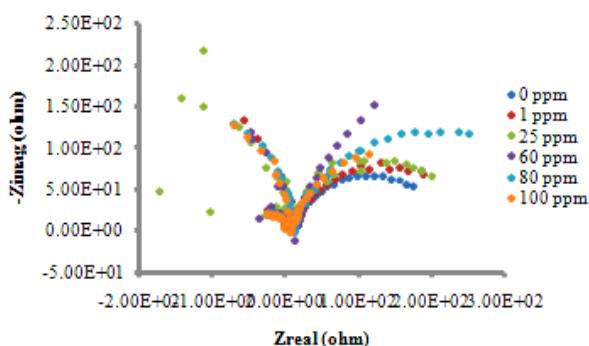
Pada reaksi tersebut, ion Fe²⁺ diikat oleh atom N dengan ikatan rangkap. Senyawa kompleks ini bersifat stabil, tidak mudah dioksidasi dan akan menyelubungi permukaan logam besi sehingga proses korosi pun bisa dihambat^[7]. Setelah dilakukan penambahan 80 dan 100 mpy ekstrak tembakau pada ABW 1 dan ABW 2, laju korosi kembali meningkat. Fenomena ini dapat terjadi karena senyawa pada inhibitor yang digunakan tidak lagi sesuai dengan material dan PH lingkungannya sehingga kemampuan dalam menahan laju korosi menurun^[8].

Berdasarkan data pada Tabel 3, dapat dilihat perubahan nilai E_{corr} penambahan inhibitor ekstrak tembakau dari 0 sampai 100 ppm. Pada kolom data Gambar 2 perubahannya mencapai -59,8 mV dan kolom data Gambar 3 mencapai -12,3 mV. Sedangkan dengan penambahan optimum 100 ppm perubahannya mencapai -57,6 mV untuk data Gambar 2 dan -20,8 mV untuk data Gambar 3. Menurut Ferreira *et. al*(2004)^[9], apabila perubahan potensial korosi pada baja setelah ditambahkan inhibitor korosi > 85 mV, maka inhibitor tersebut dapat dikategorikan sebagai tipe katodik atau anodik. Apabila perubahan potensial korosi pada baja setelah ditambahkan inhibitor korosi < 85 mV, maka inhibitor tersebut dikategorikan sebagai inhibitor campuran. Hasil percobaan ini menunjukkan bahwa inhibitor ekstrak tembakau dapat dikatakan sebagai tipe inhibitor campuran yaitu inhibitor yang mengendalikan korosi dengan cara menghambat proses korosi di katodik maupun anodik secara bersamaan. Data nilai rapat arus (I_{corr}) korosi ekstrak tembakau untuk kurva polarisasi pada Gambar 2 maupun

3 mengalami penurunan dengan penambahan jumlah inhibitor. Semakin kecil nilai rapat arus, maka laju korosi semakin turun. Efektivitas ekstrak tembakau sebagai inhibitor korosi tidak terlepas dari kandungan nitrogen yang terdapat dalam senyawa kimia. Unsur nitrogen yang dikandung berfungsi sebagai pendonor elektron terhadap logam Fe^{2+} untuk membentuk senyawa kompleks. Medium korosif seperti CO_2 akan menghasilkan FeCO_3 , kemudian oksidasi lanjutan membentuk Fe_2CO_3 . Kemudian ditambahkan inhibitor nikotin, yang akan bereaksi dengan Fe^{2+} menghasilkan senyawa kompleks ion heksan nikotin besi (II) sehingga mempunyai ketstabilitan yang tinggi dibanding dengan Fe saja, akibatnya sampel besi atau baja yang diberikan inhibitor ekstrak nikotin akan lebih tahan (ter-proteksi) terhadap korosi^[7].



Gambar 5. Kurva nyquist EIS baja API 5L X-52 dalam campuran larutan NaCl 1%, 0,1 g/L NaHCO_3 , yang diinjeksi gas CO_2 dan variasi penambahan inhibitor ekstrak tembakau



Gambar 6. Kurva nyquist EIS baja API 5L X-52 dalam campuran larutan NaCl 2%, 0,2 g/L NaHCO_3 , yang diinjeksi gas CO_2 dengan variasi penambahan inhibitor ekstrak tembakau

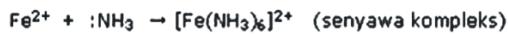
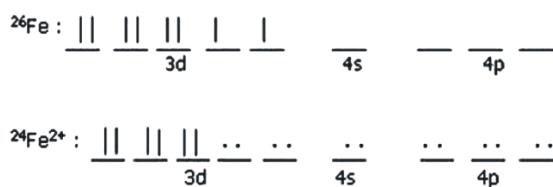
Pada penelitian ini, dilakukan pula pengujian EIS yang bertujuan untuk mengetahui adanya perubahan tahanan permukaan baja API 5L X-52 pada lingkungan campuran NaCl 1 dan 2%, NaHCO_3 0,1 dan 0,2 g/L, gas CO_2 dan variasi penambahan inhibitor ekstrak tembakau. Perubahan impedansi ini dapat menjadi indikasi dan meningkatkan

kemungkinan terjadinya korosi pada baja. Perubahan tahanan tersebut dapat dilihat pada Gambar 5 dan 6 serta Tabel 5.

Tabel 5. Hasil pengukuran tahanan polarisasi (R_p)

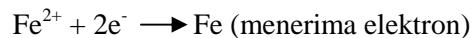
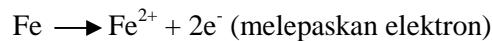
Penambahan Ekstrak Tembakau (ppm)	Gambar 5 R_p (ohm)	Gambar 6 R_p (ohm)
0	123,8	127,5
1	150,1	149,1
25	152,2	142,2
60	179,8	233,9
80	154,1	132,7
100	152,8	130,1

Berdasarkan Gambar 5 dan 6 serta Tabel 3, penambahan inhibitor menyebabkan diameter lingkaran semi kurva nyquist semakin besar hingga 60 ppm dibandingkan tanpa inhibitor. Secara umum, hal ini dapat dijelaskan bahwa jumlah elektron atau ion-ion mengalir melalui antar muka sangat kecil, yaitu tingkat nilai impedansi yang besar menimbulkan penurunan aktivitas antar muka, sehingga laju korosi semakin turun^[9]. Mekanisme proses tersebut dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Mekanisme proteksi inhibitor pada pembentukan senyawa kompleks besi^[7]

Berdasarkan mekanisme proteksi inhibitor pada Gambar 7. Reaksi yang terjadi antara logam Fe^{2+} dengan medium korosif seperti CO_2 diperkirakan menghasilkan FeCO_3 , oksidasi lanjutan menghasilkan $\text{Fe}_2(\text{CO}_3)_3$ dan reaksi antara Fe^{2+} dengan inhibitor ekstrak bahan alam menghasilkan senyawa kompleks. Inhibitor ekstrak bahan alam yang mengandung nitrogen mendonorkan sepasang elektronnya pada permukaan logam *mild steel* ketika ion Fe^{2+} terdifusi ke dalam larutan elektrolit, reaksinya adalah



Dari reaksi tersebut produk yang terbentuk mempunyai ketstabilitan yang tinggi dibanding dengan Fe saja, sehingga sampel besi/baja yang diberikan inhibitor ekstrak bahan alam akan

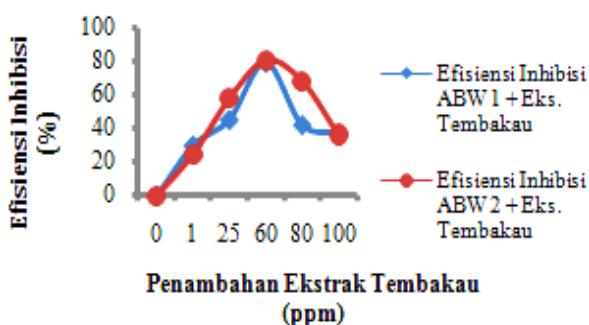
lebih tahan (terproteksi) terhadap korosi. Berdasarkan data hasil pengujian pada Tabel 5. Penambahan inhibitor ekstrak tembakau dapat meningkatkan dan juga menurunkan nilai tahanan larutan. Data kurva *nyquist* pada Gambar 5 dan 6 mengalami peningkatan nilai R_p dari 123,8 ohm (0 ppm) hingga 179,8 ohm (60 ppm) dan mengalami penurunan 154,1 hingga 152 ohm (80 dan 100 ppm). Sedangkan untuk data kurva *nyquist* pada Gambar 7 mengalami peningkatan nilai R_p dari 127,5 ohm (0 ppm) hingga 233,9 ohm (60 ppm) dan mengalami penurunan 132,7 hingga 130,1 ohm (80 dan 100 ppm).

B. Efisiensi Inhibisi Yang Dihasilkan Dari Setiap Penambahan Ekstrak Tembakau

Berdasarkan pengujian polarisasi elektrokimia dengan *software Gamry* 6.25, dilakukan perhitungan efisiensi inhibisi terhadap penambahan ekstrak tembakau berdasarkan data hasil uji laju korosi. Hasil perhitungan tersebut dapat dilihat pada Tabel 6 dan Gambar 8.

Tabel 6. Hasil perhitungan efisiensi inhibisi ekstrak tembakau

Penambahan Ekstrak Tembakau (ppm)	Efisiensi Inhibisi pada ABW 1 (%)	Efisiensi Inhibisi pada ABW 2 (%)
0	0	0
1	30,01	24,92
25	45,41	58,26
60	79,51	80,94
80	42,32	68,71
100	37,15	36,79



Gambar 8. Grafik hasil perhitungan efisiensi inhibisi

Salah satu contoh perhitungan untuk mendapatkan efisiensi inhibisi tersebut yaitu sebagai berikut:

Efisiensi Inhibisi :

$$\frac{\text{Laju Korosi Blanko} - \text{Laju Korosi Setelah Penambahan Inhibitor}}{\text{Laju Korosi Blanko}} \times 100\%$$

Efisiensi Inhibisi Artificial Brine Water 1

(AWB 1) :

$$\frac{\text{Laju Korosi ABW 1} - \text{Laju Korosi dengan 1 ppm Ekstrak Tembakau}}{\text{Laju Korosi ABW 1}} \times 100\%$$

$$\frac{43,69 \text{ mpy} - 30,58 \text{ mpy}}{43,69 \text{ mpy}} \times 100\%$$

Efisiensi inhibisi *artificial brine water* 1 (AWB 1) = 30,01%

Berdasarkan data hasil perhitungan efisiensi inhibisi ekstrak tembakau pada Tabel 7, dapat diketahui bahwa efisiensi inhibisi mengalami peningkatan dengan penambahan ekstrak tembakau. Peningkatan optimum efisiensi inhibisi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau, untuk larutan ABW 1 sebesar 79,51% dan ABW 2 sebesar 80,94%. Sedangkan efisiensi inhibisi mulai mengalami penurunan kembali pada penambahan 80 ppm, untuk larutan ABW 1 sebesar 42,32% dan ABW 2 sebesar 68,71%. Hal ini terjadi karena jumlah elektron atau ion-ion yang mengalir melalui antar muka sangat kecil, yaitu tingkat nilai impedansi yang besar menimbulkan penurunan aktivitas antar muka, sehingga laju korosi semakin turun^[9].

4. KESIMPULAN

Laju korosi mengalami penurunan dengan penambahan ekstrak tembakau. Penurunan optimum laju korosi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau pada larutan ABW 1 sebesar 8,95 mpy dan ABW 2 sebesar 9,87 mpy. Efisiensi inhibisi mengalami peningkatan dengan penambahan ekstrak tembakau. Peningkatan optimum efisiensi inhibisi terjadi pada penambahan 60 ppm ekstrak tembakau, untuk larutan ABW 1 sebesar 79,51% dan ABW 2 sebesar 80,94%. Sedangkan efisiensi inhibisi mulai mengalami penurunan kembali pada penambahan 80 ppm, untuk larutan ABW 1 sebesar 42,32% dan ABW 2 sebesar 68,71%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah mendanai penelitian ini dari kegiatan Kompetensi Inti tahun 2015. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada PT. KHI Pipe Industries Cilegon yang telah memberikan sampel pipa baja API 5L X-52 untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Jones, D.A., "Principle and Prevention of Corrosion", Mc. Millan Publishing Company, New York, 1991.
- [2] R. Tems, & A.M. Al-Zahrani, "Cost of Corrosion in Oil Production & Refining", *Saudi Aramco Journal of Technology.*, pp. 2-14, 2006.
- [3] M. Syahri, & B. Sugiarto, "Scale Treatment pada Pipa Distribusi Crude Oil secara Kimiawi," *Prosiding Seminar Nasional Teknoin, Bidang Teknik Kimia dan Tekstil.*, ISBN: 978-979-3980-15-7, 2008.
- [4] Ilim, Kamsiah D dan Sudrajat, "Studi Penggunaan Tumbuhan Tembakau, Teh dan Kopi Sebagai Inhibitor Korosi Baja Lunak Dalam Air Laut Buatan yang Jenuh CO₂," *Jurnal Sains MIPA UNILA.*, ISSN : 1978 – 1873, 2007.
- [5] American Petroleum Institute. *API Specification 5L for Pipeline 43rd*. Edition. American Petroleum Institute. 2004.
- [6] Murdiyati, A.S., Joko-Hartono, S.H. Isdijoso, dan Suwarso, "Upaya penelitian tembakau voor-oogst dalam mengantisipasi penerapan ketentuan kandungan nikotin dan tar," *Makalah disampaikan dalam Rapat Teknis Perkebunan di Solo Jawa Tengah, tanggal 4-5 November 1991*. Balittas, Malang, 1991.
- [7] Drastinawati dan Sri Irianty, Rozanna, "Pemanfaatan Ekstrak Nikotin Limbah Puntung Rokok sebagai Inhibitor Korosi," *Jurnal Teknobiologi.*, IV(2), pp. 91 – 97, 2013.
- [8] P.R. Roberge, *Handbook of Corrosion Engineering*. New York : McGraw Hill, pp. 835, 1999.
- [9] E.S. Ferreira, et. Al, "Evaluation of the Inhibitor Effect of L-ascorbic Acid on the Corrosion of Mild Steel," *Materials Chemistry and Physics.*, Vol. 83, issue. 1, pp. 129-134, 2004.
- [10] 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 Chloro Aluminate Ionic Liquid," *Corrosion Science.*, Vol. 53, No.12, pp. 4318-4323, 2011.

INDEKS PENULIS

A

Aprilia Erryani, 130

B

Bambang Widyanto, 116
Bambang Soegijono, 138

D

Dewi Idamayanti, 116
D.N. Adnyana, 122
Dhyah Annur, 130

F

Fendy Rokhmanto, 138

G

Gadang Priyotomo, 150

I

Ika Kartika, 130, 138

L

Lyandra S. Sitorus, 130

M

M. Ikhlasul Amal, 130

R

Rapli Nur Ahmadi, 150

S

Soesaptri Oediyani, 150

INDEKS KATA

A

Aileron block, 122

B

Baja API 5L X-52, 150

C

Cacat permukaan, 122

E

Elektrolit asam borat, 116

Elektrolit asam sitrat, 116

Ekstrak tembakau, 150

I

Implan mampu luruh, 130

Inhibitor korosi, 150

K

Karbon, 138

Kekuatan tarik, 138

L

Lapis listrik nikel, 116

Larutan *Watts*, 116

Laju korosi, 150

M

Metalurgi serbuk, 130

Mikrostruktur, 138

Mampu bentuk, 138

N

Nitrogen, 138

P

Paduan aluminium AA 2618 hasil tempa, 122

Presipitat, 122

Paduan Mg-Zn-Ca, 130

Paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni, 138

Polarisasi, 150

S

Sumuran, 122

W

Waktu tahan sinter, 130

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 untuk memakai aturan nasional atau internasional. Apabila digunakan sistem satuan maka harus diterapkan Sistem Internasional (SI)

12. Kutipan atau Sitasi

- Penulisan kutipan ditunjukkan dengan membubuhkan angka (dalam format superscript) sesuai urutan.
- Angka kutipan ditulis **sebelum** tanda titik akhir kalimat tanpa spasi, dengan tanda kurung siku dan **tidak** ditebalkan (**bold**).
- Jika menyebut nama, maka angka kutipan langsung dibubuhkan setelah nama tersebut.
- Tidak perlu memakai catatan kaki.
- Urutan dalam Daftar Pustaka ditulis sesuai dengan nomor urut kutipan dalam naskah. **Contoh:** Struktur mikro baja SS 316L^[2].

13. Penyitiran pustaka dilakukan dengan memberikan nomor di dalam tanda kurung. Daftar pustaka itu sendiri dicantumkan pada bagian akhir dari naskah. Susunan penulisan dari pustaka 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. Poeppelmeier, 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 CaMnO₃–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

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://ejurnalmaterialmetalurgi.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 Pecobaan

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

I. Hasil dan Diskusi

Hasil berupa data primer temuan (bentuk kata dan angka) disajikan secara sistematik 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 mengijinkan publikasi ilmiah serta telah diberikan pengakuan.

4. PERSIAPAN NASKAH

L. Gambar

Gambar se bisa 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 dari 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 diakhiri 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.

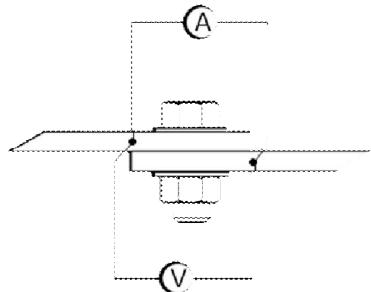


Figure 1. Figure caption

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% dari 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, bulanhari, 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 andhandbooks*: 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

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 transcation, Jurnal. Template ini juga mengacu pada panduan yang dibuat oleh Journal MEV.

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. Poeppelmeier, 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 CaMnO₃–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 ↑