



P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 32 Nomor 3, DESEMBER 2017

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

Daur Ulang Refraktori Bekas Pakai *Kiln* dan *Fly Ash* Batu Bara
dengan Variasi Tekanan *Greenbody*

Pengaruh Waktu *Milling* terhadap Mikrostruktur
dan Sifat Magnetik Komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$

Peningkatan Ketahanan Aus pada Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr AISI 410
setelah Proses Austenisasi dan *Tempering*

Stress Corrosion Cracking of Cage Superheater Tubes of A Newly Built Boiler

Studi Awal Sintesis dan Karakterisasi Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O
dengan Penambahan *Carbon Nanotube* dan TiO_2
Menggunakan Metoda Reaksi Padatan dan Proses *Sintering* Berulang

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



METALURGI

VOLUME 32 NOMOR 3, DESEMBER 2017
P-ISSN 0126-3188
E-ISSN 2443-3926

Penanggung Jawab :

Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

Ketua Dewan Redaksi :

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

Dewan Editor :

Prof. Dr. Ir. F. Firdiyono (P2MM – LIPI)
Dr. Ir. Rudi Subagja (P2MM - LIPI)
Prof. Dr. Ir. Rochim Suratman (ITB)
Prof. Dr. Ir. Akhmad Herman Yuwono,
M.Phil. Eng (UI)
Dr. I Nyoman Jujur, M.Eng (BPPT)

Mitra Bestari :

Dr. Anawati, M.Sc (Fakultas MIPA,
Universitas Indonesia)
Dr. Witha Berlian Kesuma Putri S.Si, M.Si
(Pusat Penelitian Fisika – LIPI)
Dr. Yulianti Herbani, M.Sc (Pusat Penelitian
Fisika - LIPI)
Dr. M. Zaki Mubarak (Teknik Metalurgi,
Institut Teknologi Bandung)
Dr. Asep Ridwan S. (Teknik Mesin, Institut
Teknologi Bandung)
Alfirano, ST, MT, Ph.D (Teknik Metalurgi,
Universitas Sultan Ageng Tirtayasa)
Nofrijon Sofyan, Ph. D (Fakultas Teknik,
Universitas Indonesia)
Ir. Soesaptri Oediyani, ME (Teknik
Metalurgi, Universitas Sultan Ageng
Tirtayasa)
Timotius Pasang (Auckland University of
Technology, New Zealand)

Redaksi :

Lia Andriyah, M.Si
Tri Arini, M.T

Disain Grafis :

Arif Nurhakim, S.Sos

Website :

Daniel Panghuhutan, M.Si
Adi Noer Syahid, A.Md
M. Satrio Utomo, M.Sc

Sekretariat dan Penerbit :

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material –
LIPI Ged. 470, Kawasan Puspiptek Serpong,
Tangerang Selatan, 15310
Telp: (021) 7560911

E-mail:

ejurnal.material.metalurgi@gmail.com

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

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

Pengantar Redaksi.....xxv

Abstrak.....xxvii

**Daur Ulang Refraktori Bekas *Kiln* dan *Fly Ash*
Batubara dengan Variasi Tekanan *Greenbody*
Ayu Septriana,dkk.....97-104**

**Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap
Mikrostruktur dan Sifat Magnetik Komposit
 $NiFe_2O_4-NdFeO_3$
Ade Mulyawan,dkk.....105-114**

**Peningkatan Ketahanan Aus pada Baja Tahan
Karat Martensitik 13Cr AISI 410 Setelah Proses
Austenisasi dan *Tempering*
Annisa Siti Apriani, dkk.....115-122**

**Stress-Corrosion Cracking of Cage Superheater
Tubes of A Newly Built Boiler
Dewa Nyoman Adnyana.....123-136**

**Studi Awal Sintesis dan Karakterisasi Bi(Pb)-
Sr-Ca-Cu-O dengan Penambahan *Carbon*
Nanotube dan TiO_2 Menggunakan Metoda
Reaksi Padatan dan Proses *Sintering* Berulang
Rizki Svahfina,dkk.....137-142**

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Syukur Alhamdulillah Majalah Metalurgi Volume 32 Nomor 3, Desember 2017 kali ini menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama hasil penelitian disampaikan oleh Ayu Septriana dan kawan-kawan menulis tentang *Daur Ulang Refraktori Bekas Kiln dan Fly Ash Batubara dengan Variasi Tekanan Greenbody*. Selanjutnya Ade Mulyawan dan kawan-kawan menulis tentang *Pengaruh Waktu Milling Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Magnetik Komposit NiFe₂O₄-NdFeO₃*. Annisa Siti Apriani dan kawan-kawan menulis tentang *Peningkatan Ketahanan Aus pada Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr AISI 410 Setelah Proses Austenisasi dan Tempering*. Selanjutnya, Dewa Nyoman Adnyana menulis tentang *Stress-Corrosion Cracking of Cage Superheater Tubes of A Newly Built Boiler*. Terakhir yaitu Rizki Syahfina dan kawan-kawan menulis tentang *Studi Awal Sintesis dan Karakterisasi Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O dengan Penambahan Carbon Nanotube dan TiO₂ Menggunakan Metoda Reaksi Padatan dan Proses Sintering Berulang*.

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

REDAKSI

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

UDC (OXDCF) 620.21

Ayu Septriana^a, Azhar^a, Widi Astuti^b

(^aJurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung, ^bBalai Penelitian Teknologi Mineral – LIPI)

Daur Ulang Refraktori Bekas *Kiln* dan *Fly Ash* Batubara dengan Variasi Tekanan *Greenbody*

Metalurgi, Vol 32 No. 3 Desember 2017

Refraktori merupakan salah satu jenis bahan keramik yang tahan terhadap panas (temperatur tinggi) dan memiliki kemampuan untuk mempertahankan kondisinya baik secara fisik maupun kimia pada temperatur tinggi tersebut. Pembuatan refraktori pada penelitian ini menggunakan bahan baku refraktori bekas pakai *kiln* pabrik semen dengan tambahan 15% *fly ash* batu bara. Penelitian ini menganalisis pengaruh tekanan *green body* dari campuran refraktori bekas pakai dan *fly ash* batu bara yang dihasilkan terhadap sifat fisik refraktori tersebut. Bahan baku refraktori bekas pakai dihaluskan dengan distribusi ukuran agregat besar -40+80 *mesh* dan ukuran agregat kecil -80 *mesh*, sedangkan *fly ash* batu bara berukuran -100 *mesh*. Pemadatan bahan baku dilakukan dengan menggunakan alat *press hydraulic*, dengan cetakan berbentuk kubus dengan ukuran 5 x 5 x 5 cm. Dilakukan variasi tekanan campuran *green body* sebesar 8, 9, 10, 11, 12, dan 13 ton. Pengujian produk dilakukan dengan uji porositas (*apparent porosity*) dan densitas (*bulk density*) dengan metode archimedes, kuat tekan (*cold crushing strenght*), dan uji konduktivitas termal bahan dilakukan dengan metode *guarded hot plate* menggunakan standar ASTM (C 177-04). Pengaruh tekanan *green body* dari campuran *fly ash* batu bara dan refraktori bekas pakai *kiln* terhadap sifat fisik refraktori adalah semakin tinggi tekanan pencetakan *green body*, maka semakin tinggi nilai kuat tekan dan densitasnya, sedangkan nilai konduktivitas termal dan porositas akan semakin rendah. Nilai tertinggi untuk kuat tekan dan densitas adalah 4,48MPa; 1,119 gr/cm³; nilai terendah konduktivitas termal dan porositas adalah 11,60 W/m.K; 22,034 %. Nilai-nilai tersebut didapatkan dari tekanan *green body* 13 ton.

Kata Kunci: Refraktori, kiln, fly ash batu bara, tekanan green body

Recycling of Used Refractory of Kiln and Coal Fly Ash by Various of Greenbody Presure

Refractory is one type of ceramic material which is thermostable (high temperature resistant) and has the ability to maintain a good physical and chemical condition at high temperature. Manufacture of refractory in this study using used kiln refractory from cement industry and 15% coal fly ash as additional. This research analyzed the effect of green body pressure produced by physical properties of refractory which made from mixture of used refractory and coal fly ash. Used refractory crushed into large aggregate size -40 +80 mesh and small aggregate size -80 mesh, while fly ash -100 mesh. Then, the two of material mixed. Raw material pressed by press hydrauliuic, with a cube-shaped mold in 5 x 5 x 5 cm size. The pressure of green body varied in 8, 9, 10, 12, and 13 tons. The product tested by archimedes methode to getting apparent porosity and bulk density, and guarded hot plate methode standard use ASTM (C 177-04) to getting the cold crushing strenght and thermal conductivity. Higher pressure molding green body product was obtained with higher compressive strength and bulk density, with lower value of the apparent thermal conductivity and porosity. The highest value for the compressive strength and bulk density was 4.48 MPa; 1.119 g / cm³; the lowest value of thermal conductivity and apparent porosity is 11.60 W / m.K; 22.034%. Those values obtained from green pressure body 13 tons.

Keywords: Refractory, kiln, fly ash coal, green body pressure

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

UDC (OXDCF) 621.91

Ade Mulyawan, Yunasfi, Wisnu Ari Adi (Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM) – BATAN)

Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Magnetik Komposit NiFe₂O₄-NdFeO₃

Metalurgi, Vol 32 No. 3 Desember 2017

Pengembangan bahan penyerap gelombang elektromagnetik dan gelombang mikro sangat penting dilakukan untuk mengatasi masalah interferensi gelombang elektromagnetik pada teknologi komunikasi dan juga dalam pengembangan bahan radar untuk kepentingan militer. Pada penelitian ini berhasil dilakukan pembuatan material penyerap gelombang elektromagnetik komposit fasa NiFe₂O₄-NdFeO₃ dengan menggunakan Fe₂O₃, NiO, dan Nd₂O₃ melalui reaksi padatan. Material komposit dilakukan *milling* dengan variasi waktu 10, 15, 20, dan 25 jam dan selanjutnya disinter pada suhu 1200 °C selama 3 jam. Identifikasi fasa dilakukan dengan XRD (*x-ray diffractometer*) menunjukkan bahwa komposit hanya terdiri dari fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃. Ukuran kristalit fasa NiFe₂O₄ berada pada kisaran 59-68 nm, sedangkan fasa NdFeO₃ pada kisaran 62-65 nm. Pengamatan morfologi permukaan dilakukan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*). Berdasarkan hasil karakterisasi sifat magnetik menggunakan VSM (*vibrating sample magnetometer*), diketahui bahwa parameter sifat magnetik seperti magnetisasi saturasi (Ms), magnetisasi remanen (Mr), dan koersivitas (Hc) sangat bergantung pada fraksi massa, ukuran kristalit, dan homogenitas fasa yang terbentuk.

Kata Kunci: Penyerap gelombang elektromagnetik, komposit NiFe₂O₄-NdFeO₃, waktu *milling*, sifat magnet

Influence Of Milling Time on Microstructure and Magnetic Properties of NiFe₂O₄-NdFeO₃ Composite

*The development of electromagnetic wave and microwave absorbing materials was important to overcome the electromagnetic wave interference in communication technology and in the development of radar materials for military purposes. In this study the composite which contained two different phases of NiFe₂O₄-NdFeO₃ has successfully synthesized using Fe₂O₃, NiO, and Nd₂O₃ as starting materials through solid state reaction method. The composites were made by varying milling times from 10, 15, 20, and 25 hours then followed by sintering process at 1200 °C for 3 hours. Phase identification was performed using XRD (*x-ray diffractometer*) which revealed only NiFe₂O₄ and NdFeO₃ phases. The crystallite size of the NiFe₂O₄ phase is in the range of 59-68 nm, and NdFeO₃ in the range of 62-65 nm. The agglomeration of particles was observed by using SEM (*scanning electron microscope*). Referring to the characterization result of the magnetic properties by using VSM (*vibrating sample magnetometer*), it is known that the parameters of the magnetic properties such as magnetization saturation (Ms), magnetization remanence (Mr), and coercivity (Hc) are highly dependent on the mass fraction, crystallite size, and the homogeneity of the phase composition.*

Keywords: Electromagnetic wave absorbing, NiFe₂O₄-NdFeO₃ composite, milling time, magnetic properties

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

UDC (OXDCF) 620.112

Annisa Siti Apriani^a, Mochamad Syaiful Anwar^b, Rusnaldy^a, Efendi Mabru^b
(^aJurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro, ^bPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Peningkatan Ketahanan Aus pada Baja Tahan Karat Martensitik 13Cr AISI 410 setelah Proses Austenisasi dan *Tempering*

Metalurgi, Vol 32 No. 3 Desember 2017

Sudu (*blade*) turbin yang terbuat dari baja tahan karat martensitik 13Cr yang selalu beroperasi pada kecepatan putaran yang tinggi pada pembangkit listrik tenaga uap sering ditemukan kegagalan pada material tersebut. Salah satu penyebab kegagalan ini adalah adanya benda asing yang memberikan dampak aus pada permukaan sudu turbin. Penelitian ini bertujuan untuk mengamati pengaruh perlakuan panas austenisasi dan *tempering* terhadap kekerasan dan ketahanan aus baja tahan karat martensitik 13Cr. Pengujian yang dilakukan adalah uji kekerasan Rockwell C dan uji ketahanan aus. Hasil penelitian ini adalah nilai kekerasan optimum ditemukan pada baja tahan karat martensitik 13Cr yang mengalami austenisasi pada suhu 1050 °C dengan suhu *tempering* 600 °C. Kenaikan suhu *tempering* pada baja tahan karat 13Cr tidak memberikan pengaruh negatif secara linier terhadap ketahanan aus baja tersebut.

Kata Kunci: *Baja tahan karat martensitik 13Cr, sudu turbin uap, austenisasi, tempering*

Improvement of Wear Resistance of 13Cr AISI 410 Martensitic Stainless Steel after Austenitizing and Tempering Process

The turbine blades that were developed from martensitic stainless steel 13Cr are usually operate on high rotation speed in steam power plants and often found to be failures in the material. One of the failure causes is the presence of foreign material that gives the abrasion impact on the surface of the turbine blade. The aim of this study is observed the effect of austenitization and tempering temperatures on the hardness and abrasion resistance of 13Cr martensitic stainless steel. The examinations were carried out i.e. hardness Rockwell C and abrasion resistance. The optimum hardness values obtained on 13Cr martensitic stainless steel which austenitizing at 1050 °C and tempering of 600 °C. The increasing of tempering temperature in the 13Cr stainless steel does not give a linear negative effect on the abrasion resistance of the steel.

Keywords: *13Cr martensitic stainless steel, steam turbine blade, austenitizing, tempering*

METALURGI
(Metallurgy)

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

Vol 32 No. 3 Desember 2017

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

UDC (OXDCF) 620.112

Dewa Nyoman Adnyana (Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology
The National Institute of Science and Technology - ISTN)

Korosi Retak Tegang pada Pipa Superheater Ketel Uap yang Baru Dibangun

Metalurgi, Vol 32 No. 3 Desember 2017

Sejumlah pipa penukar panas lanjut pada sebuah ketel uap yang baru dibangun ditemukan bocor selama operasi komisioning yang pertama. Kebocoran terjadi ketika ketel uap baru saja mencapai tekanan 23,7 barg dan temperatur 405 °C dari tekanan dan temperatur operasi yang direncanakan yaitu 53 barg dan 485 °C. Dalam makalah ini dibahas jenis kerusakan dan faktor-faktor yang kemungkinan telah menyebabkan terjadinya kebocoran pada pipa penukar panas lanjut tersebut. Penelitian/pengujian metalurgi telah dilakukan dengan mempersiapkan sejumlah benda uji yang diperoleh dari salah satu potongan pipa yang bocor tersebut. Berbagai pengujian laboratorium telah dilakukan meliputi: uji makro, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan dan uji SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan analisis EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil penelitian/pengujian metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa pipa penukar panas lanjut yang bocor tersebut telah mengalami retak korosi tegangan yang disebabkan oleh efek kombinasi antara korosi dan tegangan tarik. Unsur korosif yang kemungkinan dapat menimbulkan terjadinya retak korosi tegangan pada pipa penukar panas lanjut adalah kaustik sodium (Na) dan elemen-elemen lainnya pada tingkatan yang relatif rendah seperti Ca, Cl, S dan P.

Kata Kunci: *Pipa penukar panas lanjut, retak korosi tegangan, kaustik sodium (Na)*

Stress Corrosion Cracking of Cage Superheater Tubes of a Newly Built Boiler

A number of cage superheater tubes of a newly built steam boiler have been leaking during boiler's first start-up commissioning. Leaking occurred when the boiler had just reached a pressure of 23.7 barg and temperature 405 °C from the intended operating pressure of 53 barg and temperature of 485 °C. Type of failure and factors that may have caused the leakage of the cage superheater tube are discussed in this paper. The metallurgical assessment was conducted by preparing a number of specimens from the as received leaked cage superheater tube. Various laboratory examinations were performed including 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 leaked cage superheater tubes have been experiencing stress-corrosion cracking (SCC) caused by the combined effect of corrosion and tensile stress. The corrosion agent that may have been responsible for the occurrence of SCC in the tube was mostly due to caustic sodium (Na) and other elements in a lesser extent such as Ca, Cl, S and P.

Keywords: *Cage superheater tube, stress-corrosion cracking (SCC) caustic sodium (Na)*

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

UDC (OXDCF) 620.5

Rizki Syahfina^a, Bintoro Siswayanti^b, Sigit Dwi Yudanto^b, Agung Imaduddin^b, Nurul Suhada^a, Fauzan Amri^a, dan Mukti Hamjah Harahap^a (^aJurusan Fisika, Universitas Negeri Medan; ^bPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Studi Awal Sintesis dan Karakterisasi Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O dengan Penambahan *Carbon Nanotube* dan TiO₂ Menggunakan Metoda Reaksi Padatan dan Proses *Sintering* Berulang

Metalurgi, Vol 32 No. 3 Desember 2017

Telah dilakukan sintesis Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} dengan penambahan CNT (*carbon nanotube*) dan penambahan TiO₂ menggunakan metode reaksi padatan dengan proses *sintering* berulang. Penambahan CNT sebesar 0,1 %berat dan TiO₂ sebesar 5 %berat dan *sintering* berulang dilakukan untuk mempelajari pengaruhnya terhadap pembentukan fasa 2223 beserta pengotornya, dan mempelajari perubahan morfologi Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ}. Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} yang dibuat dianalisis dengan XRD (*x-ray diffractometer*) dan SEM (*scanning electron microscopy*). Berdasarkan hasil XRD, penambahan 0,1 %berat CNT dan TiO₂ sebesar 5 %berat pada superkonduktor Bi(Pb)-2223 diketahui menghasilkan fasa 2223, fasa 2212, dan juga fasa pengotor. Namun proses *sintering* berulang mampu mengurangi fasa impuritas, meningkatkan fraksi volume 2223, serta menurunkan fraksi volume 2212. Berdasarkan pengamatan struktur morfologi melalui SEM, penambahan CNT pada superkonduktor Bi(Pb)-2223 membentuk serpihan memanjang dengan ruang porositas yang besar sedangkan penambahan TiO₂ membentuk gumpalan pada struktur morfologi Bi(Pb)-2223. Proses *sintering* berulang mampu memperbaiki struktur morfologi B-CNT dan B-TiO menjadi semakin rapat dan ruang porositas yang semakin kecil.

Kata Kunci: Bi(Pb)-2223, carbon nanotubes, TiO₂, metoda padatan, *sintering* berulang

Preliminary Study Synthesis and Characterization of Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O By Addition of Carbon Nanotube and TiO₂ Using Solid Reaction Method and Recurrent Sintering Process

Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} with the addition of carbon nanotubes (CNT) and TiO₂ have been synthesized using solid state reaction method with the repeated sintering process. 0.1 wt % of CNT and 5 wt% of TiO₂ have been added to analyze the effect on the synthesizing of 2223 phases. The superconductors were analyzed using XRD (*x-ray diffractometer*) and SEM (*scanning electron microscopy*). Based on the XRD, the addition of CNTs and TiO₂ at this composition results, 2223, 2212, and impurities. However, the repeated sintering process in the B-CNT and B-TiO eliminates the impurities phase thus increasing the volume fraction 2223 and decreasing the volume fraction 2212. Based on morphological structure through SEM observation, the addition of CNT in the Bi(Pb)-2223 formed longer plates with large porosity spaces while the addition of TiO₂ formed clumps on the Bi(Pb)-2223 morphological structure. However, the repeated sintering process improves the morphological structure of B-CNT and B-TiO to become denser and decreases porosity space.

Keywords: Bi(Pb)-2223, carbon nanotubes, TiO₂, solid state method, repeated sintering



DAUR ULANG REFRAKTORI BEKAS PAKAI *KILN* DAN *FLY ASH* BATU BARA DENGAN VARIASI TEKANAN *GREENBODY*

Ayu Septriana^a, Azhar^a, Widi Astuti^b,

^aJurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brodjonegoro No.1 Bandar Lampung, Provinsi Lampung 35145

^bBalai Penelitian Teknologi Mineral – LIPI

Jl. Ir. Sutami Km. 15, Tanjung Bintang, Lampung Selatan, Provinsi Lampung 35361

E-mail: widi.mineral@gmail.com

Masuk Tanggal : 21-08-2017, revisi tanggal : 09-11-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 08-01-2018

Intisari

Refraktori merupakan salah satu jenis bahan keramik yang tahan terhadap panas (temperatur tinggi) dan memiliki kemampuan untuk mempertahankan kondisinya baik secara fisik maupun kimia pada temperatur tinggi. Pembuatan refraktori pada penelitian ini menggunakan bahan baku refraktori bekas pakai *kiln* pabrik semen dengan tambahan 15% *fly ash* batu bara. Penelitian ini menganalisis pengaruh tekanan *green body* dari campuran refraktori bekas pakai dan *fly ash* batu bara yang dihasilkan terhadap sifat fisik refraktori tersebut. Bahan baku refraktori bekas pakai dihaluskan dengan distribusi ukuran agregat besar -40+80 *mesh* dan ukuran agregat kecil -80 *mesh*, sedangkan *fly ash* batu bara berukuran -100 *mesh*. Pemadatan bahan baku dilakukan dengan menggunakan alat *press hydraulic*, dengan cetakan berbentuk kubus dengan ukuran 5 x 5 x 5 cm. Dilakukan variasi tekanan campuran *green body* sebesar 8, 9, 10, 11, 12, dan 13 ton. Pengujian produk dilakukan dengan uji porositas (*apparent porosity*) dan densitas (*bulk density*) dengan metode archimedes, kuat tekan (*cold crushing strenght*), dan uji konduktivitas termal bahan dilakukan dengan metode *guarded hot plate* menggunakan standar ASTM (C 177-04). Pengaruh tekanan *green body* dari campuran *fly ash* batu bara dan refraktori bekas pakai *kiln* terhadap sifat fisik refraktori adalah semakin tinggi tekanan pencetakan *green body*, maka semakin tinggi nilai kuat tekan dan densitasnya, sedangkan nilai konduktivitas termal dan porositas akan semakin rendah. Nilai tertinggi untuk kuat tekan dan densitas adalah 4,48 MPa; 1,119 gr/cm³; nilai terendah konduktivitas termal dan porositas adalah 11,60 W/m.K; 22,034 %. Nilai-nilai tersebut didapatkan dari tekanan *green body* 13 ton.

Kata Kunci: Refraktori, *kiln*, *fly ash* batu bara, tekanan *green body*

Abstract

Refractory is one type of ceramic material which is thermostable (high temperature resistant) and has the ability to maintain a good physical and chemical condition at high temperature. Manufacture of refractory in this study using used kiln refractory from cement industry and 15% coal fly ash as additional. This research analyzed the effect of green body pressure produced by physical properties of refractory which made from mixture of used refractory and coal fly ash. Used refractory crushed into large aggregate size -40 +80 mesh and small aggregate size -80 mesh, while fly ash -100 mesh. Then, the two of material mixed. Raw material pressed by press hydraulic, with a cube-shaped mold in 5 x 5 x 5 cm size. The pressure of green body varied in 8, 9, 10, 12, and 13 tons. The product tested by archimedes methode to getting apparent porosity and bulk density, and guarded hot plate methode standard use ASTM (C 177-04) to getting the cold crushing strenght and thermal conductivity. Higher pressure molding green body product was obtained with higher compressive strength and bulk density, with lower value of the apparent thermal conductivity and porosity. The highest value for the compressive strength and bulk density was 4.48 MPa; 1.119 g / cm³; the lowest value of thermal conductivity and apparent porosity is 11.60 W/m.K; 22.034%. Those values obtained from green pressure body 13 tons.

Keywords: Refractory, *kiln*, *fly ash* coal, green body pressure

1. PENDAHULUAN

Refraktori adalah material konstruksi (material keramik) yang mampu mempertahankan bentuk dan kekuatannya pada temperatur sangat tinggi di bawah beberapa kondisi seperti tegangan mekanik (*mechanical stress*) dan serangan kimia (*chemical attack*) dari gas-gas panas, cairan atau leburan dan semi leburan dari gelas, logam atau slag. Kebutuhan akan refraktori semakin meningkat seiring dengan perkembangan peradaban dan teknologi [1]. Keunggulan dari refraktori menunjukkan kualitas dari proses manufakturnya, dan selama proses perbaikan sangat dipengaruhi oleh kekuatan, ketahanan terhadap slag, aliran gas dan cairan, konduktivitas panas dan ketahanan terhadap *thermal shock* [2].

Refraktori untuk *rotary kiln* di pabrik semen biasanya menggunakan refraktori alumina, dimana kandungan alumina berkisar 45% s.d 95% atau mengandung bahan yang memiliki kadar alumina tinggi [3].

Menurut Rupnarayan [4], *fly ash* merupakan abu ringan dari batu bara yang keluar bersama gas saat proses pembakaran dalam sistem boiler. *Fly ash* memiliki karakteristik *pozzolanic* yaitu bahan yang mampu bereaksi secara kimiawi dengan kalsium hidroksida pada suhu yang biasa untuk membentuk senyawa sehingga memiliki karakteristik seperti semen. *Fly ash* juga memiliki karakteristik dapat menyimpan energi panas, memiliki kesamaan fasa mikrokristalin dari unsur-unsur dalam tanah liat saat dipanaskan misal pada temperatur 1000 °C.

Pembuatan refraktori atau daur ulang refraktori dengan bahan baku refraktori bekas pakai *rotary kiln* dengan penambahan *fly ash* batubara untuk menghasilkan refraktori daur ulang yang memiliki sifat fisik lebih baik dari refraktori bekas tersebut merupakan suatu kajian yang sangat menarik selain dalam hal pemanfaatan *fly ash* dan refraktori bekas tetapi juga untuk mengurangi limbah padat dan mengurangi biaya pengadaan refraktori baru. *Fly ash* batubara sangat mudah didapatkan, yaitu dari beberapa PLTU yang ada di Indonesia salah satunya PLTU Unit Tarahan, Provinsi Lampung.

Ada beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam pembuatan refraktori yang berpengaruh pada kekuatan refraktori, salah satunya adalah tekanan yang digunakan pada pembuatan refraktori. Pada penelitian ini akan dilakukan studi tentang pengaruh tekanan *green body* yang digunakan pada pembuatan atau daur

ulang refraktori bekas terhadap sifat-sifat penting refraktori yaitu CCS (*cold crushing strength*), konduktivitas panas, porositas, dan bulk density.

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh tekanan pada campuran refraktori bekas pakai dan *fly ash* batubara terhadap sifat fisik refraktori yang terbentuk. Sifat fisik yang dimaksud antara lain, konduktivitas panas (*thermal conductivity*), porositas (*apparent porosity*), densitas (*bulk density*), dan kuat tekan (*cold crushing strenght*).

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Metode yang digunakan dalam proses daur ulang ini sama dengan metode pembuatan refraktori pada umumnya yaitu penghancuran, pengayakan, penekanan dan pembakaran (*sintering*). Proses *sintering* merupakan proses pembentukan sifat-sifat yang akan dimiliki oleh refraktori, dengan kondisi pemanasan serbuk yang telah dipadatkan berubah menjadi padatan yang lebih menyatu pada temperatur di bawah titik lelehnya. Faktor yang memengaruhi proses *sintering* adalah temperatur *sintering*, waktu *sintering*, ukuran partikel, komposisi campuran bahan, dan densitas serbuk yang dipadatkan (*powder compact*) [5].

Penambahan tekanan pada saat pencetakan sampel dapat memberikan susunan yang lebih baik dan berperan pada pengurangan porositas karena tekanan semakin besar akan memiliki sruktur padatan yang lebih rapat. Porositas merupakan ruang kosong yang terdapat pada suatu padatan termasuk refraktori. Berdasarkan teori, semakin besar tekanan maka akan semakin kecil porositasnya, oleh karena itu perlunya melihat pengaruh tekanan pada refraktori bekas pakai yang di daur ulang terhadap sifat fisik refraktori. Memberikan tekanan pada saat penekanan pada seluruh permukaannya sampai menghasilkan sampel uji yang padat dan tidak rapuh, akan menghasilkan densitas yang berbeda-beda.

Proses pembuatan refraktori pada penelitian ini berbahan dasar refraktori bekas pakai *kiln* pabrik semen. Tahap awal yang dilakukan adalah penghancuran refraktori bekas pakai *kiln* hingga berbentuk serbuk. Bahan yang akan ditambahkan adalah 15% *fly ash batubara*. Tahap selanjutnya, pengayakan (*screening*) dengan ukuran partikel -40+80 *mesh* sebanyak 55,76% (167,28g refraktori), -80 *mesh* sebanyak 29,24% (87,72g refraktori) dan -100 *mesh* sebanyak 15% (45 g *fly ash*) sehingga berat total sampel 300 g. Terlebih dahulu dilakukan analisis SEM-EDS (*scanning*

electron microscopy-energy dispersive spectroscopy) untuk mengetahui permukaan dan komposisi yang terkandung pada bahan baku. Dilakukan pencampuran bahan baku refraktori dan *fly ash* menggunakan alat *mixing tank*. Dilakukan penambahan air sebanyak 27 ml atau 9% dari berat total sampel. Pencetakan serbuk menjadi padatan (*green body*) dengan variasi tekanan 8, 9, 10, 11, 12, dan 13 ton. Proses *sintering greenbody* di dalam *furnace* pada temperatur 1200 °C, waktu *sintering* 6 jam. Setelah dilakukan *sintering*, dilakukan pengukuran. Pengukuran *apparent porosity* dan *bulk density* dilakukan berdasarkan metode *archimedes* standar pengujian ASTM C20-00. Sedangkan pengukuran *thermal conductivity* dilakukan dengan metode *guarded hot plate* menggunakan standar ASTM (C 177-04) (ASTM C177-04, 2015) [6].

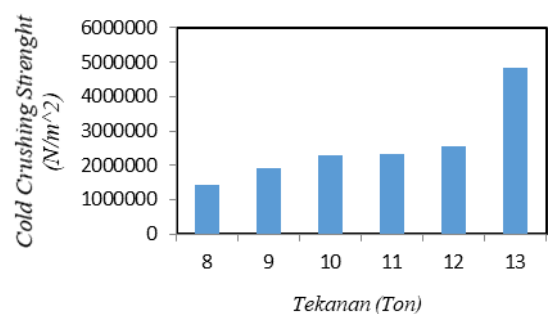
3. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Pengaruh Tekanan Pencetakan terhadap Cold Crushing Strength (CCS)

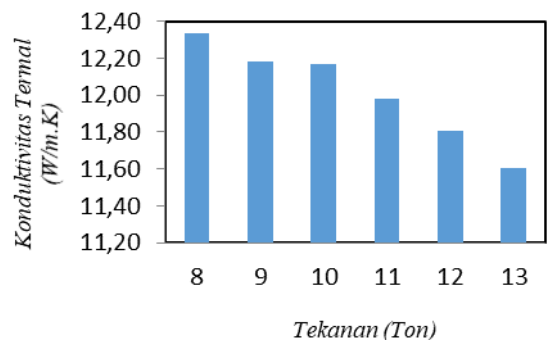
CCS (*cold crushing strength*) merupakan resistansi refraktori terhadap tekanan pada temperatur kamar. Digunakan sebagai salah satu indikator resistansi terhadap abrasi [7]. Tabel 3 menunjukkan hasil uji karakteristik fisik daur ulang refraktori dari campuran *fly ash* batubara dengan variasi tekanan *green body* 8, 9, 10, 11, 12, dan 13 ton. Hubungan antara besarnya tekanan terhadap nilai kuat tekan atau CCS untuk refraktori campuran bahan baku *fly ash* ditunjukkan pada Gambar 1. Dari Gambar 1, diketahui bahwa dengan penekanan sebesar 8 ton pada saat pencetakan, nilai kuat tekan yang dihasilkan sebesar 1,44 Mpa, dan ketika digunakan tekanan yang lebih tinggi yaitu antara 9-13 ton, nilai kuat tekan yang dihasilkan meningkat menjadi sebesar 1,94-2,84 Mpa. Hal ini terjadi karena penekanan pada saat mencetak membantu terisinya partikel-partikel kosong, sehingga terjadi difusi solid-solid yang mengakibatkan nilai CCS yang semakin tinggi. N. Toniolo, dkk [8] memperoleh hasil terkait refraktori geopolimer dengan bahan baku *fly ash* memiliki kekuatan yang tinggi sebesar 75±14 MPa. Sebagai acuan refraktori dengan kekuatan tekan di atas 70 MPa diklasifikasikan sebagai refraktori dengan kekuatan tinggi [9].

Tabel 3. Hasil uji karakteristik fisik daur ulang refraktori dari campuran *fly ash* batubara

| Sampel Tekanan (Ton) | CCS/ Kuat tekan (Mpa) | Apparent Porosity (%) | Bulk Density gr/cm ³ | Konduktivitas Termal (200 °C) (W/m.K) |
|----------------------|-----------------------|-----------------------|---------------------------------|---------------------------------------|
| 8 | 1,44 | 26,312 | 1,099 | 12,34 |
| 9 | 1,92 | 24,330 | 1,102 | 12,19 |
| 10 | 2,30 | 24,172 | 1,106 | 12,17 |
| 11 | 2,34 | 23,650 | 1,108 | 11,98 |
| 12 | 2,56 | 22,643 | 1,111 | 11,81 |
| 13 | 4,84 | 22,034 | 1,119 | 11,60 |



Gambar 1. Grafik hubungan tekanan terhadap nilai kuat tekan/*cold crushing strength* (produk/campuran refraktori dan *fly ash* batubara)



Gambar 2. Grafik hubungan tekanan terhadap *thermal conductivity* atau konduktivitas termal (produk/campuran refraktori dan *fly ash* batubara)

3.2 Pengaruh Tekanan Pencetakan terhadap Konduktivitas Termal (k)

Nilai konduktivitas termal suatu bahan melambangkan kemampuan refraktori tersebut dalam melakukan transfer panas atau kemampuan refraktori dalam menghantarkan panas ketika kontak dengan suhu tinggi. Dalam hal ini perpindahan panas yang terjadi pada refraktori merupakan perpindahan panas secara konduksi, di mana peristiwa tersebut tergantung pada nilai konduktivitas termal bahan (k). Konduktivitas termal tergantung pada komposisi kimia, mineral, kandungan silika pada refraktori, dan suhu penggunaan (biasanya berubah dengan naiknya suhu). Gambar 2

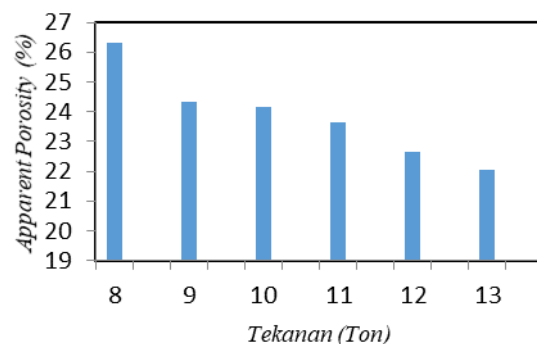
menunjukkan bahwa dengan penekanan sebesar 8 ton, nilai konduktivitas termal yang dihasilkan sebesar 12,34 W/m.K, sedangkan ketika tekanan dinaikkan menjadi 9-13 ton, nilai konduktivitas termal yang dihasilkan menurun menjadi sebesar 12,19- 11,60 W/m.K. Hal tersebut bertolak belakang dengan teori, seharusnya refraktori dengan tekanan yang tinggi akan memiliki struktur padatan yang lebih rapat, sehingga menghasilkan pori yang lebih sedikit atau rapat. Dengan pori yang lebih rapat maka kemampuan refraktori untuk menghantarkan panas akan semakin cepat. Pada penelitian ini terjadi penurunan konduktivitas termal dengan tekanan yang semakin meningkat dikarenakan bahan yang terkandung adalah *fly ash* batubara. *Fly ash* batubara mengandung SiO₂. Menurut Sarker, dkk. [10] dan N. Toniolo, dkk. [8] *fly ash* dari hasil bakaran batu bara merupakan limbah material yang sangat baik untuk pembuatan refraktori berbasis geopolimer dengan bahan baku dari limbah yang mengandung komposisi alumina-silikat serta memiliki sifat pozzolanic.

Nilai konduktivitas termal yang tinggi tidak diinginkan karena sifat refraktori yang diperlukan adalah tahan terhadap suhu tinggi. Semakin rendah nilai konduktivitas termal semakin baik suatu refraktori tersebut sebagai isolator (penghambat panas) dan semakin besar ketahanan refraktori nya terhadap temperatur. Dari penjelasan di atas, dapat dikatakan bahwa untuk nilai konduktivitas termal sebagai produk refraktori lebih baik mempunyai nilai yang rendah. Semakin rendah nilai konduktivitas termal maka akan semakin baik pula sifat refraktori tersebut sebagai isolator. Pada penelitian ini semakin tinggi nya tekanan *green body* maka semakin rendah nilai konduktivitas termal karena mengandung *fly ash* batubara yang artinya refraktori tersebut mampu menjadi isolator. Pada penelitian ini, nilai terbaik refraktori yang memiliki sifat konduktivitas termal yang rendah sebagai isolator adalah sebesar 11,60 W/m.K, pada tekanan 13 ton.

3.3 Pengaruh Tekanan Pencetakan terhadap Porositas

Porositas merupakan volume pori-pori yang terbuka, di mana cairan dapat menembus, sebagai persentase volum total refraktori. Sifat ini penting ketika refraktori melakukan kontak dengan terak dan isian yang leleh. Porositas yang nampak rendah mencegah bahan leleh menembus refraktori. Gambar 3 menunjukkan grafik hubungan pengaruh *apparent porosity* (porositas) untuk refraktori campuran bahan

baku *fly ash*. Dari Gambar 3 terlihat bahwa dengan penekanan pada saat pencetakan sebesar 8 ton, nilai *apparent porosity* (porositas) yang dihasilkan sebesar 26,312%, sedangkan dengan tekanan yang lebih tinggi yaitu 9-13 ton, nilai *apparent porosity* (porositas) yang dihasilkan semakin menurun menjadi sebesar 24,330-22,034%. Dilihat dari nilai tersebut menunjukkan bahwa semakin besar tekanan yang diberikan pada saat pencetakan akan menyebabkan nilai *apparent porosity* (porositas) yang semakin kecil. Hal ini disebabkan oleh refraktori yang diberikan tekanan yang tinggi atau besar pada saat pencetakan *green body* akan memiliki struktur padatan yang lebih rapat, jika struktur padatan rapat maka pori atau porositas atau *apparent porosity* yang dimiliki refraktori akan semakin sedikit atau kecil. Hal ini sangat menguntungkan karena suatu refraktori yang memiliki nilai *apparent porosity* atau porositas yang tinggi akan mengakibatkan kerusakan pada refraktori seperti korosi. Menurut M. B. Berger [2] *density* dan *porosity* yang dihasilkan sangat berpengaruh terhadap ketahanan refraktori saat dipenuhi oleh slag atau ketahanan penetrasi saat proses gas berlangsung.



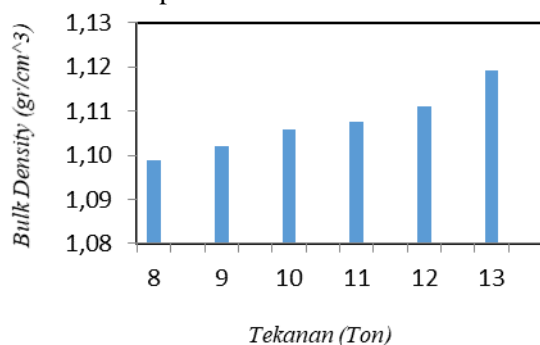
Gambar 3. Grafik hubungan tekanan terhadap *apparent porosity* (produk/campuran refraktori dan *fly ash* batubara)

3.4 Pengaruh Tekanan Pencetakan terhadap Bulk Density

Bulk density merupakan jumlah bahan refraktori dalam suatu volum (kg/m³). Kenaikan *bulk density* refraktori akan menaikkan stabilitas volum, kapasitas panas dan tahanannya terhadap penetrasi terak. Dari gambar 4 diketahui bahwa dengan penekanan sebesar 8 ton pada saat pencetakan, nilai *bulk density* atau densitas refraktori campuran yang dihasilkan sebesar 1,099 g/cm³, sedangkan dengan tekanan 9-13 ton, densitas yang dihasilkan meningkat menjadi sebesar 1,102-

1,119 g/cm³. Dari hasil ini dapat dilihat bahwa pemberian nilai tekanan yang semakin besar pada saat pencetakan akan menghasilkan nilai densitas yang besar pula. Hal tersebut disebabkan pada saat proses pemberian tekanan pada saat mencetak membantu terjadinya partikel-partikel kosong terisi, sehingga terjadi difusi solid-solid. Partikel-partikel dapat mengisi atau masuk ke ruang yang kosong juga dikarenakan adanya perbedaan ukuran pada bahan baku. Pada saat dipenekanan volume refraktori akan menurun. Menurunnya volume refraktori dikarenakan refraktori yang diberi tekanan semakin besar akan memiliki struktur padatan yang lebih rapat, karena hal tersebut maka nilai densitasnya pun akan semakin besar, karena hal itu sehingga semakin besar tekanan maka akan semakin besar pula densitasnya.

Berdasarkan hasil SEM pada Gambar 5 dan 6 terlihat bahwa sampel refraktori bekas pakai kiln pabrik semen susunan partikelnya lebih padat jika dibandingkan sampel daur ulang refraktori campuran.

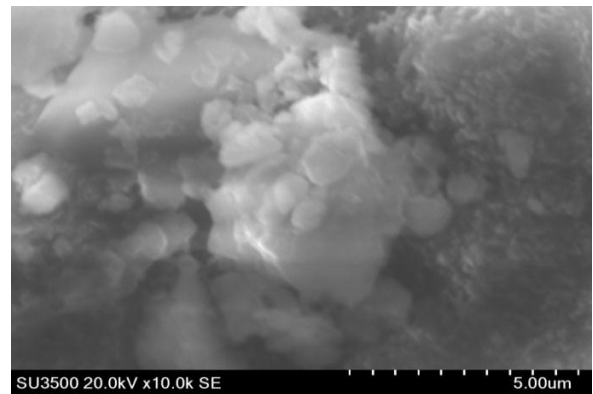


Gambar 4. Grafik hubungan tekanan terhadap *bulk density* (produk/campuran refraktori dan *fly ash* batubara)

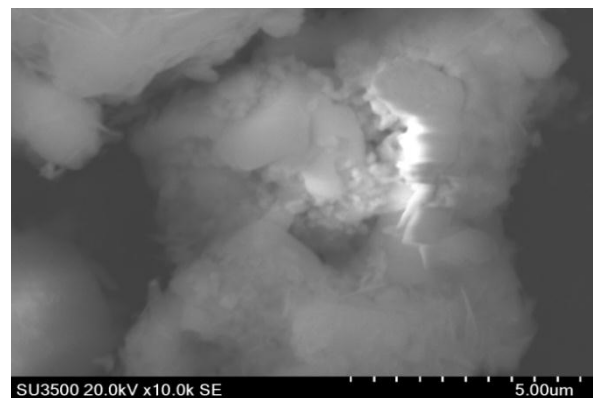
Pada foto refraktori daur ulang campuran masih terlihat jelas celah antar partikel. Artinya bahwa refraktori daur ulang campuran yang dibuat masih belum mengalami proses *sintering* secara sempurna. Sedangkan untuk sampel daur ulang refraktori murni terlihat bahwa celahnya lebih sedikit dibanding kedua sampel lainnya. Faktor yang mendukung terjadinya *sintering* pada proses pembakaran pada tanur bakar, yaitu lama waktu *sintering* dan temperatur *sintering*. Jika dilihat dari hasil tersebut, faktor temperatur *sintering* sangat mempengaruhi, yaitu bahwa pada *sintering* dengan temperatur 1200 °C masih belum cukup untuk menghasilkan refraktori daur ulang yang ter-*sintering* dengan baik. Jika variasi ukuran partikel lebih ditingkatkan ada kemungkinan bahwa celah-celah kosong yang ada pada foto SEM tersebut akan terisi oleh partikel yang lebih kecil. Dan menjadi lebih padat jika variasi

tekanan pencetakan ditingkatkan dari tekanan pencetakan sebelumnya yaitu 8, 9, 10, 11, 12, dan 13 ton.

Tabel 1 menunjukkan hasil EDS elemen penyusun refraktori bekas pakai kiln pabrik semen yang digunakan sebagai bahan baku utama. Dari Tabel 1 dapat diketahui bahwa penyusun terbanyak refraktori bekas pakai kiln pabrik semen tersebut adalah senyawa MgO yang berasal dari elemen Mg. Sehingga dapat disimpulkan refraktori bahwa bekas pakai kiln pabrik semen yang dipakai adalah *magnesia fire brick* atau refraktori MgO.



Gambar 5. Foto SEM sampel refraktori bekas pakai kiln pabrik semen (bahan baku refraktori murni)



Gambar 6. Foto SEM produk/campuran refraktori dan *fly ash* batubara pada T = 1200 °C, P = 13ton, t = 6 jam.

Tabel 1. Senyawa penyusun refraktori bekas pakai kiln (bahan baku)

| No | Element | Massa (m) | |
|----|--------------------------------------|-----------|---------|
| | | gram | % |
| 1 | C (CaCO ₃) | 6,8858 | 30,2867 |
| 2 | O (SiO ₂) | 8,9198 | 39,2327 |
| 3 | Na (Albite) | 0,1854 | 0,8155 |
| 4 | Mg (MgO) | 2,9748 | 13,0845 |
| 5 | Al (Al ₂ O ₃) | 0,1164 | 0,5118 |
| 6 | Si (SiO ₂) | 0,1063 | 0,4675 |
| 7 | P (GaP) | 0,0180 | 0,0792 |

| | | | |
|-------|-----------------------|---------|----------|
| 8 | S (FeS ₂) | 0,2955 | 1,2997 |
| 9 | Cl (Kcl) | 0,6100 | 2,6829 |
| 10 | K (MAD) | 2,1090 | 9,2764 |
| 11 | Ca (WA) | 0,4907 | 2,1582 |
| 12 | Mn (Mn) | 0,0015 | 0,0066 |
| 13 | Fe (Fe) | 0,0180 | 0,0792 |
| 14 | W (W) | 0,0000 | 0,0000 |
| 15 | Po (not) | 0,0000 | 0,0000 |
| 16 | Br (KBr) | 0,0043 | 0,0190 |
| Total | | 22,7355 | 100,0000 |

Tabel 2 menunjukkan komposisi elemen senyawa penyusun *fly ash* batubara. *Fly ash* batubara senyawa penyusun yang dominan adalah silika dan alumina. Unsur silika dan alumina mempunyai sifat *pozzolanic* dan sifat kimiawi yang mampu mengikat bahan ketika ditambahkan dengan air serupa dengan yang dilakukan oleh S. Rupnarayan [4].

Tabel 2. Senyawa penyusun *fly ash* batubara (bahan baku tambahan)

| No | Element | Massa (m) | |
|-------|--------------------------------------|-----------|----------|
| | | gram | % |
| 1 | C (CaCO ₃) | 5,3133 | 22,6298 |
| 2 | O (SiO ₂) | 11,2526 | 47,9255 |
| 3 | Na (Albite) | 0,2942 | 1,2532 |
| 4 | Mg (MgO) | 0,1508 | 0,6424 |
| 5 | Al (Al ₂ O ₃) | 3,7940 | 16,1589 |
| 6 | Si (SiO ₂) | 1,9419 | 8,2705 |
| 7 | P (GaP) | 0,0093 | 0,0398 |
| 8 | S (FeS ₂) | 0,0090 | 0,0383 |
| 9 | Ti (Ti) | 0,0541 | 0,2304 |
| 10 | K (MAD) | 0,0032 | 0,0137 |
| 11 | Ca (WA) | 0,5632 | 2,3986 |
| 12 | Mn (Mn) | 0,0046 | 0,0196 |
| 13 | Fe (Fe) | 0,0752 | 0,3203 |
| 14 | Zr (Zr) | 0,0078 | 0,0332 |
| 15 | Ag (Ag) | 0,0021 | 0,0089 |
| 16 | Ln (LnAs) | 0,0040 | 0,0169 |
| Total | | 23,4794 | 100,0000 |

4 KESIMPULAN

Pengaruh tekanan *green body* dari campuran *fly ash* batu bara dan refraktori bekas pakai *kiln* terhadap sifat fisik refraktori adalah semakin tinggi tekanan *green body*, maka semakin tinggi nilai kuat tekan dan *bulk density*, dengan nilai sebesar 4,84 MPa dan 1,119 g/cm³.

Sedangkan nilai konduktivitas termal dan *apparent porosity* akan semakin rendah, dengan nilai sebesar 11,60 W/m.K dan 22,034 %. Nilai terbaik tersebut didapatkan pada tekanan 13 ton. Pengaruh penambahan *fly ash* batu bara pada pembuatan refraktori bekas pakai *kiln* berpengaruh baik sebagai produk refraktori. Pengaruh baik tersebut untuk nilai kuat tekan dan konduktivitas termal, dengan nilai sebesar 2,30 MPa dan 12,17 W/m.K pada tekanan 10 ton. Sifat fisik refraktori *recycle* campuran dan *recycle* refraktori murni belum sebaik refraktori bekas pakai. Nilai dari refraktori bekas pakai diantaranya, kuat tekan sebesar 48,1920 MPa, *apparent porosity* sebesar 6,7385 %, *bulk density* sebesar 2,8072 g/cm³, dan konduktivitas termal sebesar 11,24 W/m.K. Sifat fisik refraktori *recycle* campuran dan *recycle* refraktori murni belum sesuai standar refraktori baru yang ada di pasaran.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Balai Penelitian Teknologi Mineral (BPTM) Tanjung Bintang – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Lampung atas dukungan sarana dan prasarana sehingga penelitian ini dapat berjalan lancar.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M. Schutte, "Refractory recycling earning your environmental brownie points," *The Southern African Institute of Mining and Metallurgy Refractories Conference*, 2010, pp. 75-86.
- [2] M. B. Berger, "The importance and testing of density/porosity/permeability/pore size for refractories," *The Southern African Institute of Mining and Metallurgy Refractories Conference*, 2010, pp. 101-116.
- [3] L. Sylvia, "Types of refractory materials and their applications," *linked in*, 26, october, 2015 [online]. Available: <https://www.linkedin.com/pulse/types-refractory-materials-applications-le-sylvia> [Accessed: 10, Agust, 2017].
- [4] S. Rupnarayan, "Fly ash: characteristics, problems and possible utilization," *Advances in Applied Science Research*, vol. 8, no. 3, pp. 32-50, 2017.
- [5] Harbinson & Walker, "Brick products," *Handbook of Refractory Practice*, Moon Township: Harbinson-Walker Refractory Company, pp. 1-2, 2005.

- [6] ASTM C177-04," Standard test method for steady-state heat flux measurements and thermal transmission properties by means of the guarded-hot-plate," Annu. B. ASTM Stand., 552, pp.1-23, 2015.
- [7] E. Brochen, "Cold crushing strength," *Review and Improvement of Testing Standard for Refractory Product*, 1, october, 2013. [Online] Available:<https://www.restar.eu/home/testing-standards-for-refractories/cold-crushing-strength>. [Accessed: 10, Agust, 2017].
- [8] N. Toniolo, K. Hurle, G. Taveri, dan A. R. Boccaccini, "Fly-ash-based geopolymers: How the addition of recycled glass or red mud waste influences the structural and mechanical properties," *Journal of Ceramic Science and Technology*, vol. 8, no. 3, pp. 411-419, 2017.
- [9] P. K. Sarker, R. Haque, dan K. V. Ramgolam," Fracture behaviour of heat cured fly ash based geopolymer concrete," *Mater. Des.*,vol. 44, pp. 580-586, 2013.
- [10] P. C. Aitcin, "High-performance concrete demystified," *Concrete International*, vol. 15, no. 1, pp. 21-26, 1993.



PENGARUH WAKTU *MILLING* TERHADAP MIKROSTRUKTUR DAN SIFAT MAGNETIK KOMPOSIT $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$

Ade Mulyawan^{*}, Yunasfi, Wisnu Ari Adi

Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM) – BATAN
Gedung 40 Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

*E-mail: ademulyawan@batan.go.id

Masuk Tanggal : 15-01-2017, revisi tanggal : 08-11-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 08-01-2018

Intisari

Pengembangan bahan penyerap gelombang elektromagnetik dan gelombang mikro sangat penting dilakukan untuk mengatasi masalah interferensi gelombang elektromagnetik pada teknologi komunikasi dan juga dalam pengembangan bahan radar untuk kepentingan militer. Pada penelitian ini berhasil dilakukan pembuatan material penyerap gelombang elektromagnetik komposit fasa $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ dengan menggunakan Fe_2O_3 , NiO , dan Nd_2O_3 melalui reaksi padatan. Material komposit dilakukan *milling* dengan variasi waktu 10, 15, 20, dan 25 jam dan selanjutnya disinter pada suhu 1200 °C selama 3 jam. Identifikasi fasa dilakukan dengan XRD (*x-ray diffractometer*) menunjukkan bahwa komposit hanya terdiri dari fasa NiFe_2O_4 dan NdFeO_3 . Ukuran kristalit fasa NiFe_2O_4 berada pada kisaran 59-68 nm, sedangkan fasa NdFeO_3 pada kisaran 62-65 nm. Pengamatan morfologi permukaan dilakukan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*). Berdasarkan hasil karakterisasi sifat magnetik menggunakan VSM (*vibrating sample magnetometer*), diketahui bahwa parameter sifat magnetik seperti magnetisasi saturasi (M_s), magnetisasi remanen (M_r), dan koersivitas (H_c) sangat bergantung pada fraksi massa, ukuran kristalit, dan homogenitas fasa yang terbentuk.

Kata Kunci: Penyerap gelombang elektromagnetik, komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$, waktu *milling*, sifat magnet

Abstract

The development of electromagnetic wave and microwave absorbing materials was important to overcome the electromagnetic wave interference in communication technology and in the development of radar materials for military purposes. In this study the composite which contained two different phases of $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ has successfully synthesized using Fe_2O_3 , NiO , and Nd_2O_3 as starting materials through solid state reaction method. The composites were made by varying milling times from 10, 15, 20, and 25 hours then followed by sintering process at 1200 °C for 3 hours. Phase identification was performed using XRD (*x-ray diffractometer*) which revealed only NiFe_2O_4 and NdFeO_3 phases. The crystallite size of the NiFe_2O_4 phase is in the range of 59-68 nm, and NdFeO_3 in the range of 62-65 nm. The agglomeration of particles was observed by using SEM (*scanning electron microscope*). Referring to the characterization result of the magnetic properties by using VSM (*vibrating sample magnetometer*), it is known that the parameters of the magnetic properties such as magnetization saturation (M_s), magnetization remanence (M_r), and coercivity (H_c) are highly dependent on the mass fraction, crystallite size, and the homogeneity of the phase composition.

Keywords: Electromagnetic wave absorbing, $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ composite, milling time, magnetic properties

1. PENDAHULUAN

Pemanfaatan gelombang elektro-magnetik pada rentang frekuensi berorde gigahertz (GHz) saat ini sudah umum digunakan seiring dengan pengembangan sistem radar dan teknologi telekomunikasi dan informasi yang tengah berkembang pesat. Namun masalah seperti

interferensi gelombang elektromagnetik dapat menyebabkan beberapa kerusakan yang berujung pada kegagalan sistem dan kerusakan teknologi tersebut [1]. Hal ini menjadikan penelitian dan pengembangan bahan penyerap gelombang elektromagnetik yang mampu menyerap gelombang elektromagnetik yang tidak diinginkan untuk menurunkan tingkat

interferensi gelombang elektromagnetik menjadi sangat penting dan menarik untuk dilakukan.

Material magnetik ferit berstruktur kristal kubik dengan formula umum MFe_2O_4 ($M = Ni, Co, Mn, Zn, Mg, Fe, dsb$) merupakan kandidat bahan magnetik yang tepat untuk pemanfaatan bahan absorber dikarenakan fleksibilitas pemanfaatan dan performa elektromagnetik yang tinggi pada rentang frekuensi yang luas [2]. Di antara grup ferit berstruktur kristal AFe_2O_4 ini, Nikel ferit ($NiFe_2O_4$) merupakan salah satu yang sangat menarik untuk dikembangkan dikarenakan memiliki struktur magnetik yang unik, kestabilan fasa yang baik, dan nilai magnetisasi saturasi yang tinggi [3]. Untuk meningkatkan karakteristik bahan penyerap gelombang elektromagnetik, pada penelitian ini dilakukan proses sintesa bahan komposit dengan dua fasa penyusun yang berbeda yakni $NiFe_2O_4$ dan logam tanah jarang berbasis *perovskite* $NdFeO_3$. $NdFeO_3$ diketahui mempunyai karakteristik *spin* yang terorientasi bergantung terhadap suhu yang menjadikan material ini memiliki sifat yang unik seperti nilai permitivitas dan koefisien dielektrik yang tinggi bahkan pada beberapa penelitian sebelumnya yang pernah dilakukan mengungkapkan bahwa $NdFeO_3$ memiliki sifat fero elektrik pada suhu ruang [4]-[6].

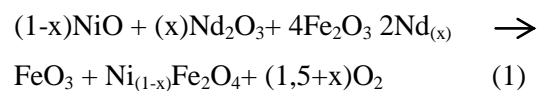
Sintesa komposit dengan material penyusun $NiFe_2O_4$ - $NdFeO_3$ diharapkan akan terbentuk komposit yang memiliki sifat berbeda dibandingkan ketika material penyusun tersebut berdiri sendiri. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Gaikwad, dkk. [7] menjelaskan bahwa komposit bahan magnetik kubik ferit ketika dikompositkan dengan logam tanah jarang akan sangat menjanjikan untuk dimanfaatkan sebagai bahan *multiferroic*, yakni material yang memiliki sifat magnetik dan dielektrik yang dapat berpasangan dengan kuat. Sehingga material yang dibuat selain bermanfaat sebagai bahan penyerap gelombang elektromagnetik juga dapat dimanfaatkan sebagai material *multiferroic*. Kombinasi bahan magnetik ferit kubik dengan tipe *perovskite* seperti $BiFeO_3$, $BaTiO_3$, dan $LaFeO_3$ sudah lebih dahulu dikembangkan namun untuk tipe $NdFeO_3$ sejauh penelusuran yang dilakukan oleh penulis, masih belum dilakukan [8]. Sintesis bahan magnetik berbasis $NiFe_2O_4$ telah banyak dilakukan dengan berbagai metode baik secara fisika maupun secara kimia [9]. Pada penelitian sebelumnya, Yunasfi, dkk. [10] telah berhasil mensintesis $NiFe_2O_4$ fasa tunggal dengan teknik *milling* selama 10 jam dan

Mashadi, dkk. [11] juga telah berhasil mensintesis $NiFe_2O_4$ fasa tunggal dengan metode sol-gel. Pada penelitian ini dilakukan sintesis komposit $NiFe_2O_4$ - $NdFeO_3$ menggunakan teknik *milling* dengan variasi waktu 10, 15, 20, dan 25 jam yang diharapkan dapat menghasilkan komposit $NiFe_2O_4$ - $NdFeO_3$ yang bersifat sebagai bahan absorber gelombang elektromagnetik. Adapun penelitian ini bertujuan untuk memahami pengaruh waktu *milling* terhadap sifat magnetik komposit tersebut.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan magnetik nikel ferit disubstitusi neodimium dilakukan dengan metode reaksi padatan. Bahan oksida logam yang digunakan sebagai penyusun utama sampel komposit ($NiFe_2O_4$ - $NdFeO_3$) dalam penelitian ini adalah oksida besi (Fe_2O_3), oksida nikel (NiO), dan oksida neodimium (Nd_2O_3) masing-masing dalam bentuk serbuk dengan kemurnian $\geq 99,9\%$ dan ukuran serbuk $< 10 \mu m$ produksi Sigma Aldrich.

Serbuk Fe_2O_3 , NiO , dan Nd_2O_3 masing-masing ditimbang sesuai stoikiometri yang telah dibuat dengan total massa 10 gram (lihat persamaan 1).



Masing-masing komposisi kemudian dimasukkan ke dalam vial baja tahan karat dan ditambahkan bola baja dengan perbandingan massa sampel terhadap massa bola baja sebesar 1:5. Perbandingan ini digunakan sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Yunasfi dkk. [10] dimana dapat menghasilkan paduan yang homogen. Selanjutnya, dilakukan proses *milling* dengan variasi waktu 10, 15, 20, dan 25 jam. Setelah proses *milling*, masing-masing komposisi dipanaskan pada suhu $1200^\circ C$ selama 3 jam untuk kemudian digerus hingga halus.

Proses identifikasi fasa tiap komposisi dilakukan menggunakan XRD (*x-ray diffractometer*) tipe Panalytical Phillips dengan rentang sudut 10° hingga 80° . Sedangkan untuk mengetahui ukuran kristalit dilakukan menggunakan persamaan Debye-Scherrer [12]

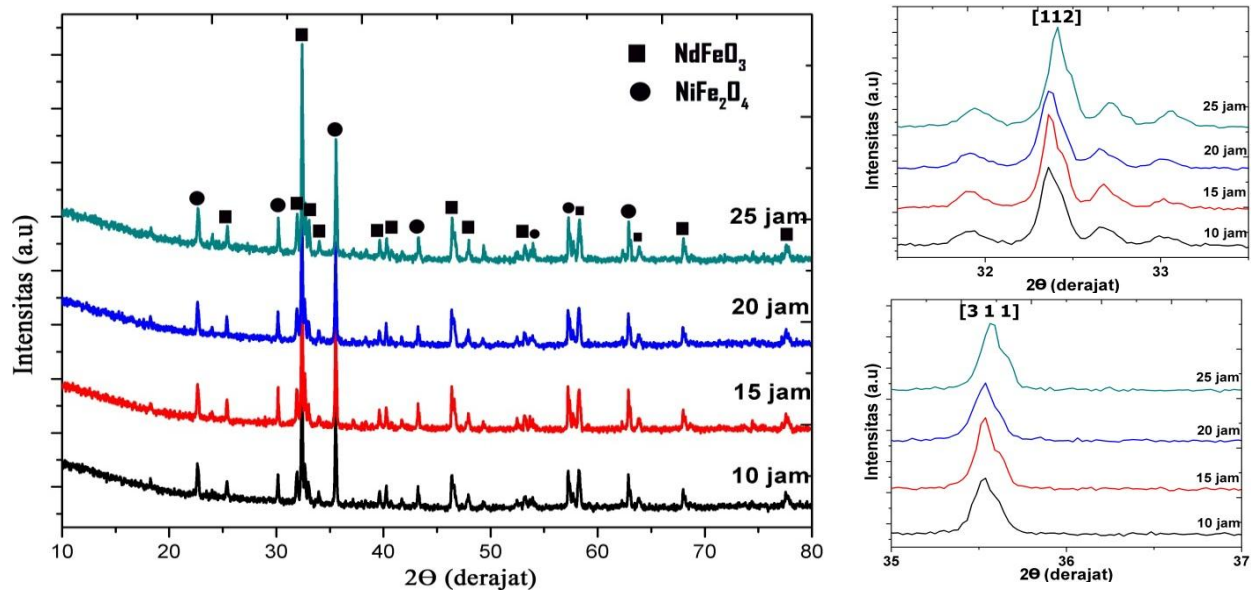
$$d = \frac{B\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2)$$

dimana d merupakan nilai ukuran kristalit dari fasa yang diamati, B merupakan konstanta Scherrer sebesar 0,94; λ merupakan panjang gelombang dari sinar-x yang digunakan, dan β

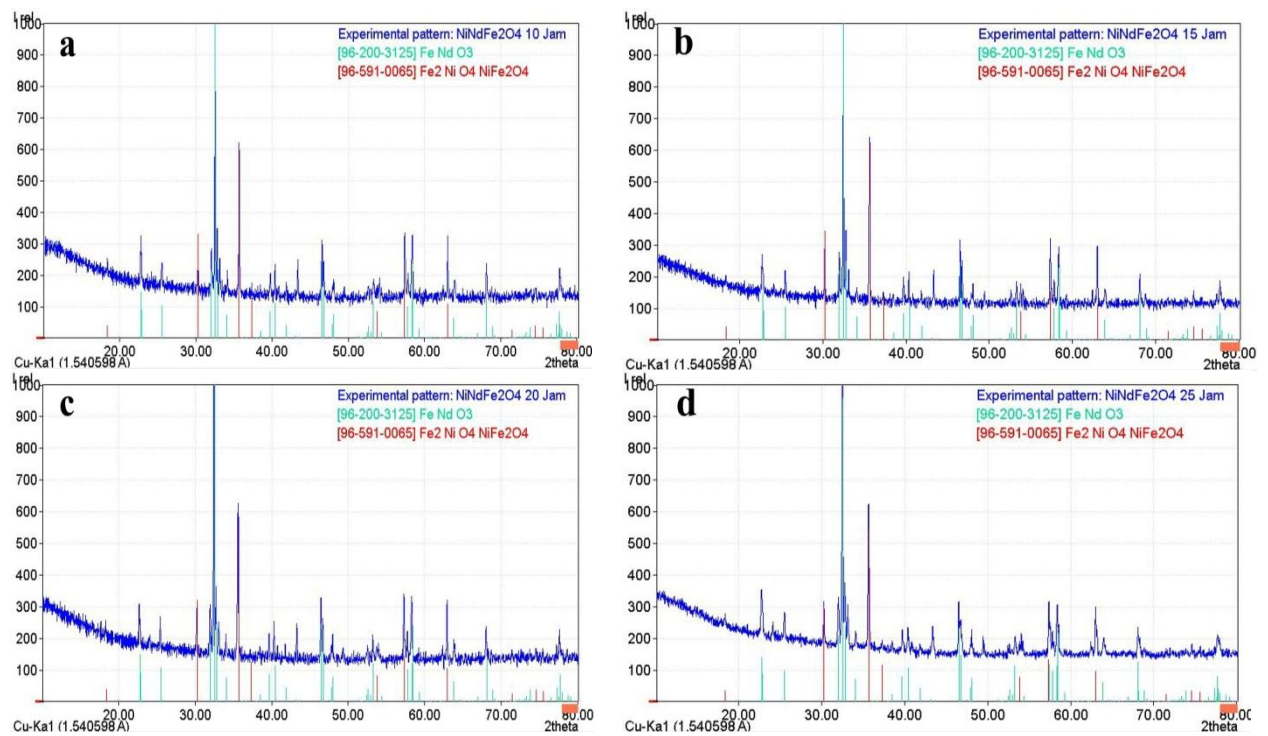
merupakan nilai FWHM (*full width at half maximum*) yang didapatkan menggunakan perangkat lunak Origin Pro 8 dengan fitur *Gaussian fitting analysis*, sedangkan θ merupakan sudut difraksi Bragg. Pengamatan morfologi permukaan dilakukan dengan SEM (*scanning electron microscopy*) merk JEOL JSM-6510 LA, dan pengukuran sifat magnetic dilakukan dengan VSM (*vibrating sample magnetometer*) merk Oxford dengan magnetisasi 1 Tesla.

3. HASIL DAN DISKUSI

Pada Gambar 1 ditampilkan hasil pola difraksi dari komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ dengan variasi proses *milling* masing-masing mulai dari 10, 15, 20 dan 25 jam. Pola difraksi yang dihasilkan beserta data intensitas relatifnya disesuaikan dengan pola difraksi material tertentu dengan posisi puncak dan intensitas yang paling sesuai menggunakan perangkat lunak Match edisi ke-3.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-x untuk komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ dengan variasi waktu *milling* 10, 15, 20, dan 25 jam (●: fasa NiFe_2O_4 ; ■: fasa NdFeO_3)



Gambar 2. Hasil identifikasi fasa komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ dengan variasi waktu *milling*: (a) 10 jam, (b) 15 jam, (c) 20 jam, dan (d) 25 jam

Tabel 1. Parameter ukuran kristalit fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃ pada komposit dengan variasi waktu *milling*: (a) 10 jam, (b) 15 jam, (c) 20 jam, dan (d) 25 jam

| Waktu <i>milling</i> | Fasa | 2θ (°) | θ (°) | cos θ (rad) | β (*10 ⁻² rad) | Ukuran kristalit (nm) |
|----------------------|----------------------------------|--------|--------|-------------|---------------------------|-----------------------|
| 10 jam | NiFe ₂ O ₄ | 35,539 | 17,769 | 0,952 | 0,244 | 59,580 |
| | NdFeO ₃ | 32,380 | 16,190 | 0,960 | 0,229 | 62,830 |
| 15 jam | NiFe ₂ O ₄ | 35,542 | 17,771 | 0,952 | 0,211 | 68,990 |
| | NdFeO ₃ | 32,383 | 16,191 | 0,960 | 0,210 | 68,650 |
| 20 jam | NiFe ₂ O ₄ | 35,535 | 17,768 | 0,952 | 0,235 | 61,840 |
| | NdFeO ₃ | 32,375 | 16,187 | 0,960 | 0,221 | 65,490 |
| 25 jam | NiFe ₂ O ₄ | 35,577 | 17,789 | 0,952 | 0,233 | 62,520 |
| | NdFeO ₃ | 32,418 | 16,209 | 0,960 | 0,219 | 65,810 |

Berdasarkan identifikasi fasa yang telah dilakukan (lihat Gambar 2), diketahui bahwa seluruh puncak utama yang terbentuk memiliki posisi sudut difraksi dan intensitas yang sesuai dengan fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃. Merujuk pada pola difraksi yang terbentuk diketahui bahwa, seiring dengan penambahan waktu *milling* tidak terbentuk fasa lain selain fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃. Kondisi ini yang diharapkan karena masing-masing fasa berhasil terbentuk secara terpisah sebagai komposit sesuai dengan stoikiometri yang terdapat pada persamaan 1. Berdasarkan hasil ini diketahui bahwa pada waktu *milling* 10 jam sudah terbentuk komposit fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃. Fasa NiFe₂O₄ dibandingkan dengan data referensi dari COD (*crystallography open database*) dengan nomor 96-591-0065 sedangkan fasa NdFeO₃ dibandingkan dengan data referensi nomor 96-200-3125.

Berdasarkan analisa fasa yang terbentuk pada seluruh komposit diketahui bahwa fasa NdFeO₃ memiliki intensitas relatif tertinggi pada posisi sudut $2\theta = 32,38 \pm 0,01^\circ$ dengan bidang kristalografi [112] sedangkan untuk fasa NiFe₂O₄ memiliki intensitas relatif tertinggi pada posisi $2\theta = 35,60 \pm 0,01^\circ$ yang bersesuaian dengan bidang kristalografi [311]. Karakteristik khusus yang dimiliki oleh material ferit dengan sistem kristal kubik dengan grup ruang Fd3m (227) [13]. Kedua puncak utama untuk fasa NdFeO₃ dan NiFe₂O₄ akan digunakan untuk menentukan ukuran kristalit masing-masing komposit dengan berbagai variasi waktu *milling* menggunakan persamaan 1.

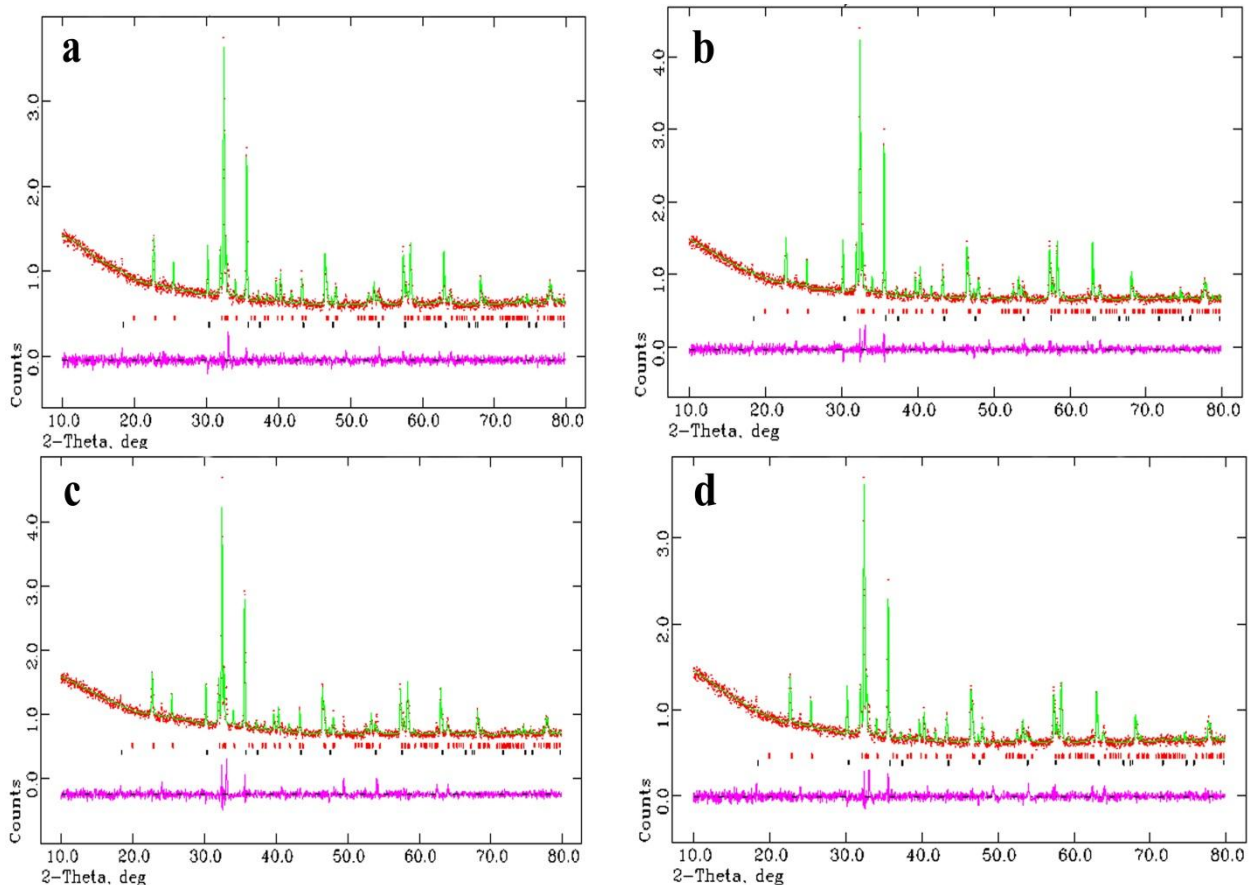
Pada Tabel 1 ditampilkan hasil ukuran kristalit dari fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃ yang terbentuk. Berdasarkan hasil ini dapat diketahui bahwa komposit dengan waktu *milling* 15 jam memiliki ukuran kristalit lebih besar untuk fasa NiFe₂O₄ maupun fasa NdFeO₃ jika dibandingkan dengan variasi waktu *milling*

lainnya, hal ini menandakan bahwa pembentukan fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃ lebih baik dibandingkan material komposit lainnya. Ukuran kristalit pada kedua fasa pada variasi waktu *milling* 15 jam juga memiliki ukuran kristalit yang seragam yakni berada pada rentang 68-69 nm. Hazra, dkk. [1] menuturkan bahwa hal tersebut dapat terjadi dikarenakan homogenitas pada material komposit dengan waktu *milling* 15 jam telah tercapai dengan baik. Nilai ukuran kristalit komposisi selain 15 jam mempunyai ukuran yang lebih kecil, menurut penelitian yang dilakukan oleh Nabiyouni, dkk. [14]. Hal ini disebabkan oleh tingkat homogenitas fasa penyusun yang lebih rendah dan dapat pula disebabkan oleh tidak meratanya sebaran distribusi kation pada saat pembentukan fasa. Bagaimanapun, nilai kristalit komposit yang dihasilkan pada seluruh material komposit jika dibandingkan dengan ukuran kristalit fasa NiFe₂O₄ dan NdFeO₃ yang dibuat secara terpisah memiliki nilai yang lebih besar, yakni sekitar 31 nm untuk fasa NiFe₂O₄ [15] dan 36,5 nm untuk fasa NdFeO₃ [16]. Ini dikarenakan difusi antar butir pada masing-masing fasa saat proses *milling* sehingga menyebabkan batas butir mengembang dan membuat nilai kristalit menjadi lebih besar dibandingkan fasa utama yang dibuat secara mandiri [17].

Pada Tabel 2 dan Gambar 3 ditampilkan hasil proses *refinement* untuk seluruh komposit NiFe₂O₄-NdFeO₃ menggunakan GSAS (*general structure analysis system*). Berdasarkan proses *refinement* ini diperoleh nilai *criteria of fit* (faktor R) dan *goodness of fit* (faktor χ^2) pada rentang kurang dari 2 dengan selisih faktor R (ωR_p dan R_p) kurang dari 2%. Ini mengindikasikan bahwa kualitas *fitting* yang baik dan sesuai dengan dugaan fasa yang terbentuk. Berdasarkan hasil ini diketahui bahwa parameter kisi fasa NiFe₂O₄ hasil sintesa

memiliki nilai yang sama dengan rujukan COD yakni $a = b = c = 8,34 \pm 0,1$ Å. Nilai ini juga sesuai dengan hasil penelitian yang sebelumnya dilakukan oleh Kavas [9] yang menghasilkan parameter kisi $a = b = c = 8,34 \pm 0,02$ Å. Pada fasa NdFeO_3 diperoleh parameter kisi sesuai rujukan COD yakni $a = 5,57 \pm 0,01$ Å; $b = 7,76 \pm 0,01$ Å; dan $c = 5,45 \pm 0,01$ Å. Berdasarkan hasil *refinement* ini ternyata diperoleh kesesuaian antara perbandingan fraksi massa (Tabel 2) dengan keseragaman ukuran kristalit dari fasa NiFe_2O_4 dan NdFeO_3 yang terbentuk (Tabel 1), dimana pada material komposit dengan waktu *milling* 15 jam dengan ukuran kristalit yang seragam ternyata memiliki perbandingan fraksi massa fasa penyusun hampir sama besar yakni 48,30% untuk fasa NiFe_2O_4 dan 51,70% untuk fasa NdFeO_3 . Hasil ini sesuai dengan teori yang dikemukakan oleh

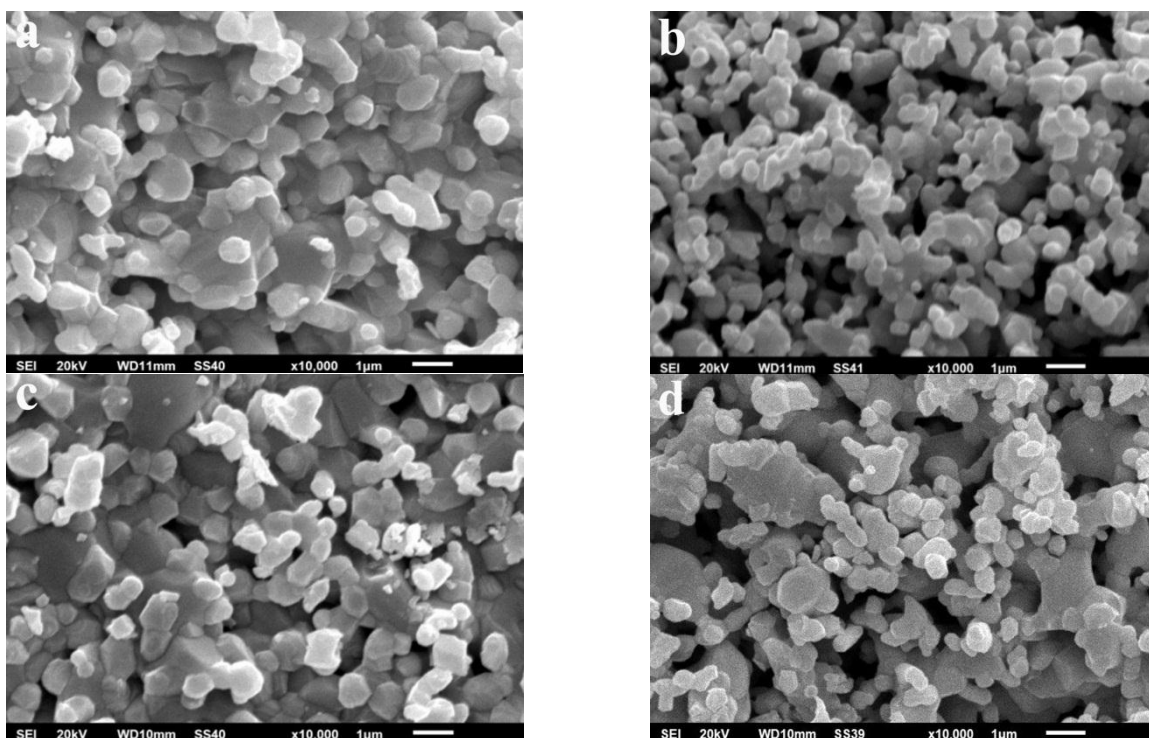
Hazra dan Wisnu Ari Adi [1,18]. Berdasarkan gambar mikrostruktur permukaan komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ (Gambar 3), terdapat kesesuaian antara hasil mikrostruktur permukaan dengan hasil fraksi massa dan ukuran kristalit dari masing masing fasa penyusun (Tabel 1 dan 2). Pada Gambar 4 diketahui bahwa komposit dengan variasi waktu *milling* 15 jam memiliki ukuran butiran yang seragam dengan tingkat keterbentukan aglomerasi yang jauh lebih rendah dibandingkan seluruh komposit yang lain, sedangkan untuk material komposit dengan variasi waktu 10, 20, dan 25 jam diketahui bahwa seiring dengan semakin besar nilai perbedaan fraksi massa dan ukuran kristalit dari masing-masing fasa penyusun menyebabkan terbentuknya aglomerasi pada permukaan komposit.



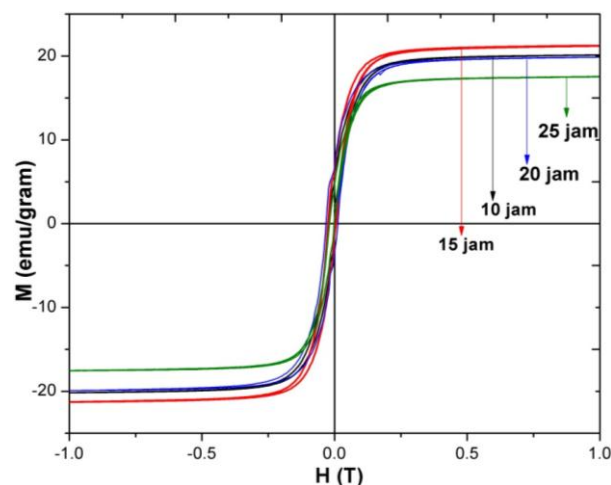
Gambar 3. Hasil proses *refinement* untuk material komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ dengan variasi waktu *milling*: (a) 10 jam, (b) 15 jam, (c) 20 jam, dan (d) 25 jam

Tabel 2. Parameter kisi dari masing-masing komposit untuk variasi waktu *milling*, faktor R dan chi-kuadrat sebagai penentu kualitas *fitting* hasil pola difraksi sinar-x

| Variasi Waktu <i>Milling</i> | Parameter kisi | | | | | Fraksi massa (%) | Faktor R | | χ^2 (chi-kuadrat) |
|------------------------------|----------------------------------|-------|-------|-------|-----------------------|------------------|----------------|-------|------------------------|
| | Fasa | a(Å) | b(Å) | c(Å) | $\alpha=\beta=\gamma$ | | ω Rp(%) | Rp(%) | |
| 10 jam | NiFe ₂ O ₄ | 8,326 | 8,326 | 8,326 | 90 | 46,90 | 4,37 | 3,30 | 1,520 |
| | NdFeO ₃ | 5,572 | 7,753 | 5,446 | 90 | 53,10 | | | |
| 15 jam | NiFe ₂ O ₄ | 8,327 | 8,327 | 8,327 | 90 | 48,30 | 4,25 | 3,29 | 1,525 |
| | NdFeO ₃ | 5,573 | 7,753 | 5,446 | 90 | 51,70 | | | |
| 20 jam | NiFe ₂ O ₄ | 8,326 | 8,326 | 8,326 | 90 | 46,20 | 4,42 | 3,28 | 1,557 |
| | NdFeO ₃ | 5,573 | 7,754 | 5,447 | 90 | 53,80 | | | |
| 25 jam | NiFe ₂ O ₄ | 8,325 | 8,325 | 8,325 | 90 | 46,00 | 4,67 | 3,29 | 1,991 |
| | NdFeO ₃ | 5,574 | 7,752 | 5,445 | 90 | 54,00 | | | |



Gambar 4. Mikrostruktur permukaan hasil SEM dari material komposit NiFe₂O₄-NdFeO₃ dengan variasi *milling*: (a) 10 jam, (b) 15 jam, (c) 20 jam, dan (d) 25 jam



Gambar 5. Kurva magnetisasi untuk komposit NiFe₂O₄-NdFeO₃ dengan variasi waktu *milling* 10, 15, 20, dan 25 jam

Tabel 3. Ukuran kristalit, fraksi massa, magnetisasi saturasi (Ms), magnetisasi remanensi (Mr), dan koersivitas (Hc)

| Komposit dengan variasi waktu <i>milling</i> | Ms (emu/gram) | Mr (emu/gram) | Hc (Oe) |
|----------------------------------------------|---------------|---------------|---------|
| 10 jam | 20,10 | 5,25 | 148,50 |
| 15 jam | 21,20 | 5,70 | 164,00 |
| 20 jam | 19,90 | 5,05 | 148,00 |
| 25 jam | 17,50 | 4,76 | 150,50 |

Pada Gambar 5 ditunjukkan kurva magnetisasi M-H yang menunjukkan sifat magnetik lunak (*soft magnetic*) dari seluruh komposisi yang dibuat, yang ditandai dengan nilai koersivitas (Hc) kurang dari 200 Oe, sedangkan untuk bahan dengan sifat magnetik keras (*hard magnetic*) mempunyai nilai koersivitas lebih besar dari 100 Oe [18]. Pada penelitian ini diketahui bahwa besarnya pembentukan aglomerasi serta lama waktu *milling* dapat mempengaruhi sifat magnetik komposit tersebut. Pada material komposit dengan waktu *milling* 15 jam yang memiliki sebaran ukuran fasa $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ seragam dengan tingkat aglomerasi rendah dan koersivitas paling tinggi juga disebabkan oleh ukuran kristalit yang besar. Jika dibandingkan dengan material komposit yang lain, hasil ini juga sesuai dengan apa yang telah dilakukan oleh penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Chen dan Nejadi [11] yang menyatakan bahwa meningkatnya ukuran kristalit dapat meningkatkan tingkat saturasi magnetisasi dan remanensi yang tinggi pada fasa NiFe_2O_4 sehingga dapat saling berinteraksi menimbulkan efek *spin canting* dan meningkatkan interaksi pertukaran antara ion Ni^{2+} dan Fe^{3+} yang terdapat pada bagian tetrahedral dan oktahedral fasa tersebut. Hal ini menyebabkan nilai saturasi magnetisasi tertinggi terdapat pada material dengan waktu *milling* 15 jam sebesar 21,20 emu/gram (Tabel 3). Hal serupa juga terjadi terhadap nilai koersivitas material komposit, namun pada penelitian kali ini diketahui bahwa NdFeO_3 memiliki peranan utama dalam menentukan besarnya nilai koersivitas masing-masing material komposit. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Thankachan [19] mengungkapkan bahwa fasa logam tanah jarang dapat meningkatkan nilai koersivitas. Walaupun fraksi massa NdFeO_3 pada material komposit dengan variasi waktu *milling* 15 jam lebih kecil dibandingkan material komposit yang lain, dikarenakan ukuran butiran yang seragam mengakibatkan

interaksi magnetik antara komponen penyusun seperti Nd-Nd, Nd-Fe, Fe-Fe and Fe-O-Fe dapat terjalin [19]. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Issa [20] yang mengungkapkan bahwa terbentuknya aglomerasi partikel memiliki dampak langsung terhadap momen magnetik komposit yang terbentuk. Faktor penting lain yang menyebabkan material komposit dengan variasi waktu *milling* 15 jam memiliki nilai saturasi magnetisasi, remanensi, dan magnetisasi saturasi dan remanensinya [3],[9]. Hasil pengamatan dan karakterisasi terhadap seluruh material komposit dengan variasi waktu *milling* antara 10, 15, 20, 25 jam pada material komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$ sebagai kandidat bahan penyerap gelombang elektromagnetik dan gelombang mikro menunjukkan bahwa waktu terbaik untuk proses *milling* adalah selama 15 jam.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa sintesa komposit dengan masing-masing fasa NiFe_2O_4 dan NdFeO_3 terpisah dan membentuk suatu komposit telah berhasil dilakukan. Seiring dengan penambahan waktu *milling* tidak terjadi penambahan fasa selain fasa komposit yang ingin dibentuk dengan merujuk pada data COD dan proses *refinement*. Terdapat hubungan yang berkesinambungan antara fraksi masa, ukuran kristalit, dan faktor terbentuknya aglomerasi dari fasa NiFe_2O_4 dan NdFeO_3 terhadap sifat magnetik material komposit. Pada penelitian ini dihasilkan waktu terbaik proses *milling* selama 15 jam merujuk pada parameter sifat magnetik dan analisa struktur kristal, sehingga dapat dijadikan kandidat yang tepat untuk dikembangkan sebagai bahan RAM (*radar absorber materials*).

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih kepada Drs.Gunawan, M.Sc selaku Kepala Pusat Sains dan Teknologi

Bahan Maju (PSTBM)-BATAN dan kepada Dr. Abu Khalid Rivai selaku Kepala BSBM yang telah memberikan kesempatan untuk melaksanakan kegiatan penelitian ini yang didanai dari DIPA PSTBM kegiatan litbang smart magnetik tahun 2015-2019.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Hazra, M. K. Fatra, dan B. K. Ghosh, "A novel 'one-pot' synthetic method for preparation of $(\text{Ni}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Fe}_2\text{O}_4)_x(\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19})_1$ nanocomposites and study of their microwave absorption and magnetic properties," *Powder Technology*, vol. 279, pp.1017, 2015.
- [2] W. Zhu, L. Wang, R. Zhao, J. Ren, G. Lu, dan Y. Wang, "Electromagnetic and microwave-absorbing properties of magnetic nickel ferrite nanocrystals," *Nanoscale*, vol. 3, pp. 2862-64, 2011.
- [3] Nejati, Kamellia, dan R. Zabihi, "Preparation and magnetic properties of nano size nickel ferrite particles using hydrothermal method," *Chemistry Central Journal*, vol. 6, pp. 1-6, 2012.
- [4] G. Song, B. Kang, J. Jiang, dan S. Cao, "Spin reorientation transition process in single crystal NdFeO_3 ," *Solid State Communications*, vol. 211, pp. 47-51, 2016.
- [5] S. J. Yuan, W. Ren, F. Hong, Y. B. Wang, J. C. Zhang, L. Bellaiche, S. X. Cao, dan G. Cao, "Spin switching and magnetization reversal in single-crystal NdFeO_3 ," *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, vol. 87, pp.1-6, 2013.
- [6] A. Manaf, dan W. A. Adi, "Analisis struktur single phase sistem $\text{Ba}_{1-x}\text{LaxMnO}_3$ ($0 < X < 0,3$)," *Indonesian Journal of Material Science*, vol. 14, pp. 136-41, 2013.
- [7] R. Mukherjee, G. Lawes, dan B. Nadgorny, "Enhancement of dielectric constant in $\text{LaFeO}_3\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ composites," *Proceedings of the 14th Asian Conference on Solid State Ionics*, 2014, pp.187-196.
- [8] B. Bajac, J. Vukmirović, I. Tokić, S. Ognjanović, dan V. V. Srdić, "Synthesis and characterization of multilayered $\text{BaTiO}_3/\text{NiFe}_2\text{O}_4$ thin films," *Processing and Application of Ceramics*, vol. 7, pp. 15–20, 2013.
- [9] H. Kavas, N. Kasapoğlu, A. Baykal, dan Y. Köseoğlu, "Characterization of NiFe_2O_4 nanoparticles synthesized by various methods," *Chemical Papers*, vol. 63, pp. 450-55, 2009.
- [10] Yunasfi, W. A. Adi, Mashadi, dan P. A. Rahmy, "Magnetic and microwave absorption properties of nickel ferrite ($\text{Ni}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$) by HEM technique," *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, vol. 13, no. 3, pp. 203-206, 2017.
- [11] Mashadi, Yunasfi, dan W. A. Adi, "Analisis struktur kristal dan gugus fungsi NiFe_2O_4 hasil sintesis dengan metoda sol gel," *Indonesian Journal of Material Science*, vol. 17, no. 3, pp.131-135, 2016.
- [12] N. Chen dan M. Gu, "Microstructure and microwave absorption properties of Y-substituted Ni-Zn Ferrite," *Open Journal of Metal*, vol. 2, pp. 37-41, 2012.
- [13] M. Kurian, S. Thankachan, D. S. Nair, E. K. Aswathy, A. Babu, A. Thomas, dan K. T. B. Krishna, "Structural, magnetic, and acidic properties of cobalt ferrite nanoparticles synthesised by wet chemical methods," *Journal of Advanced Ceramics*, vol. 4, pp.199-205, 2015.
- [14] G. Nabiyouni, M. J. Fesharaki, M. Mozafari dan J. Amighian, "Characterization and magnetic properties of nickel ferrite nanoparticles prepared by ball milling technique," *Chin. Phys. Lett.*, vol. 27, no. 12, pp. 126401(1-4), 2010.
- [15] P. V. Serna, C. G. Campos, F. S. De Jesús, A. M. B. Miró, J. A. J. Lorán, dan J. Longwell, "Mechanosynthesis, crystal structure and magnetic characterization of neodymium orthoferrite," *Materials Research*, vol. 19, pp. 389-393, 2016.
- [16] M. G. Naseri, E. B. Saion, dan A. H. Shaari, "Role of PVP on the phase composition and morphology of manganese ferrite nanoparticles prepared by thermal treatment method," *International Nano Letters*, vol. 48, pp. 169-73, 2012.
- [17] W. A. Adi, "Mekanisme pembentukan fasa Mg_2Ni dengan metode mechanical alloying," *Indonesian Journal of Material Science*, vol. 1, pp. 60-65, 2008.
- [18] S. Thankachan, M. Kurian, D. S. Nair, S. Xavier, dan E. M. Mohammed, "Effect of rare earth doping on structural, magnetic, electrical properties of magnesium ferrite and its catalytic activity," *International*

- Journal of Engineering Science and Innovative Technology (IJESIT)*, vol. 3, no. 4, pp. 529-537, 2014.
- [19] P. R. Babu dan R. Babu, "Starch assisted sol gel syntheses and characterization of NdFeO₃." *International Journal of ChemTech Research*, vol. 9, no. 4, pp. 364-373, 2016.
- [20] B. Issa, I. M. Obaidat, B. A. Albiss, dan Y. Haik, "Magnetic nanoparticles: Surface effects and properties related to biomedicine applications," *International Journal of Molecular Sciences*, vol. 14, no. 11, pp. 21266–305, 2013.



PENINGKATAN KETAHANAN AUS PADA BAJA TAHAN KARAT MARTENSITIK 13Cr AISI 410 SETELAH PROSES AUSTENISASI DAN TEMPERING

Annisa Siti Apriani^a, Mochamad Syaiful Anwar^b, Rusnaldy^a, Efendi Mabruri^{b*}

^aJurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

Jl. Prof. Sudharto, SH., Semarang, Jawa Tengah 50275

^bPusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspipetek, Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

*E-mail: effe004@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 14-08-2017, revisi tanggal : 08-11-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 08-01-2018

Intisari

Sudu (*blade*) turbin yang terbuat dari baja tahan karat martensitik 13Cr yang selalu beroperasi pada kecepatan putaran yang tinggi pada pembangkit listrik tenaga uap sering ditemukan kegagalan pada material tersebut. Salah satu penyebab kegagalan ini adalah adanya benda asing yang memberikan dampak aus pada permukaan sudu turbin. Penelitian ini bertujuan untuk mengamati pengaruh perlakuan panas austenisasi dan *tempering* terhadap kekerasan dan ketahanan aus baja tahan karat martensitik 13Cr. Pengujian yang dilakukan adalah uji kekerasan Rockwell C dan uji ketahanan aus. Hasil penelitian ini adalah nilai kekerasan optimum ditemukan pada baja tahan karat martensitik 13Cr yang mengalami austenisasi pada suhu 1050 °C dengan suhu *tempering* 600 °C. Kenaikan suhu *tempering* pada baja tahan karat 13Cr tidak memberikan pengaruh negatif secara linier terhadap ketahanan aus baja tersebut.

Kata Kunci: Baja tahan karat martensitik 13Cr, sudu turbin uap, austenisasi, *tempering*

Abstract

The turbine blades that were developed from martensitic stainless steel 13Cr are usually operate on high rotation speed in steam power plants and often found to be failures in the material. One of the failure causes is the presence of foreign material that gives the abrasion impact on the surface of the turbine blade. The aim of this study is observed the effect of austenitization and tempering temperatures on the hardness and abrasion resistance of 13Cr martensitic stainless steel. The examinations were carried out i.e. hardness Rockwell C and abrasion resistance. The optimum hardness values obtained on 13Cr martensitic stainless steel which austenitizing at 1050 °C and tempering of 600 °C. The increasing of tempering temperature in the 13Cr stainless steel does not give a linear negative effect on the abrasion resistance of the steel.

Keywords: 13Cr martensitic stainless steel, steam turbine blade, austenitizing, *tempering*

1. PENDAHULUAN

Sudu turbin uap merupakan bagian terpenting untuk menggerakkan generator pada sistem pembangkit listrik bertenaga uap. Salah satu kegagalan atau kerusakan yang sering terjadi pada sudu turbin yaitu ketika adanya benda asing yang ikut serta di dalam aliran fluida yang dapat mengakibatkan aus pada permukaan sudu turbin [1]. Aus yang terjadi berdampak pada kerusakan fisik pada sudu turbin seperti

keropos pada komponen turbin, perubahan bentuk pada komponen, timbul suara gaduh, penurunan kecepatan rotasi turbin, penurunan kecepatan putaran torsional poros generator, penurunan efisiensi turbin dan daya mampu produksi juga ikut menurun [2]. Kegagalan biasanya dapat terjadi karena patah atau akibat dari keausan, meski ada kemungkinan penyebab lainnya. Kegagalan dapat terjadi dalam beberapa mekanisme keausan seperti

abrasi, adhesi dan korosi. Oleh karena itu, dalam kasus baja tahan karat martensitik, kombinasi yang baik dari sifat mekanik dapat dicapai dengan memvariasikan suhu austenitisasi dan *tempering* [3]. Baja tahan karat martensitik AISI 410 merupakan baja yang memiliki kadar karbon tinggi atau rendah dan memiliki kadar krom sekitar kurang lebih 12%. Baja tahan karat martensitik yang telah melalui proses *temper* memunculkan sifat kekerasan baja yang luar biasa dan berkualitas tinggi. Sedangkan baja tahan karat martensitik tanpa *temper* menghasilkan baja dengan kekuatan rendah dan rapuh [4].

C.J. Scheuer, dkk. [5], telah melakukan investigasi tentang sifat mekanik dan struktur mikro pada baja tahan karat martensitik 420 setelah melalui proses perlakuan panas. Nilai kekerasan yang dihasilkan dipengaruhi oleh laju pendinginan dan suhu *tempering*. Nilai kekerasan material merupakan salah satu parameter yang mempengaruhi sifat ketahanan aus. Selain itu, beberapa usaha yang telah dilakukan untuk meningkatkan masa layanan sudu turbin adalah dengan cara memperbaiki kualitas uap yang berasal dari *boiler*, *coating* dan pemilihan material yang tepat [6]-[9].

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengamati pengaruh perlakuan panas *austenisasi* dan *tempering* terhadap kekerasan dan ketahanan aus baja tahan karat martensitik 13Cr tipe AISI 410.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Sampel baja tahan karat 13Cr tipe AISI 410 (Tabel 1) dibuat dengan cara peleburan dalam tungku induksi dan dicor untuk menjadi ingot dengan ukuran 20 x 5 x 5 cm³. Ingot baja kemudian dilakukan proses tempa panas (*hot forging*) pada suhu awal 1125 °C sampai mencapai ukuran p=27,5; t=3; l=2,7 cm. Kemudian, sampel dipanaskan kembali sampai pada suhu 750 °C selama 4 jam dan didinginkan di dalam tungku (*annealing*) selama 21 jam. Proses *annealing* ini bertujuan untuk menurunkan kekerasan sampel sehingga proses pembubutan sampel lebih mudah. Setelah itu, dilakukan proses pembubutan sampai mencapai ukuran p=13 cm dan d=1,3 cm dan kemudian dilakukan pemotongan sampel hingga mencapai ketebalan 1 cm. Kemudian, sampel-sampel tersebut dibedakan dalam dua kelompok. Kelompok pertama yaitu variasi suhu austenisasi pada satu suhu *tempering*. Pada kelompok ini, masing-masing sampel dilakukan proses austenisasi pada suhu 950, 1000, 1050, dan 1100 °C selama 1 jam

dan didinginkan cepat (*quenching*) di dalam oli. Masing-masing sampel yang telah diaustenisasi selanjutnya dilakukan proses *tempering* pada suhu 600 °C dengan waktu tahan selama 1 jam, kemudian dilakukan pendinginan dengan media udara. Kelompok dua yaitu suhu austenisasi tetap pada variasi suhu *tempering*. Pada kelompok ini, sampel yang telah diaustenisasi pada suhu 1050 °C (*as quench*) dilakukan proses *tempering* pada suhu 300, 400, 500, 550, 600, 650 dan 700 °C.

Pengujian kekerasan baja tahan karat martensitik 13Cr tipe 410 dengan menggunakan *Rockwell C Hardness Tester* mengacu pada standar ASTM E18-11. Pengujian kekerasan dilakukan sebanyak 5 kali pada setiap sampel dan kemudian dihitung rata-rata kekerasannya.

Uji ketahanan aus pada material dilakukan secara *rotary* menggunakan mesin uji ADAMEL LHOMARGY pada sampel berbentuk silinder dimana sampel yang permukaannya telah rata tersebut diletakan di bawah kertas SiC no. 120 yang berputar dengan kecepatan 100 rpm sebanyak 100, 400, 600, 800, dan 1000 putaran dengan pembebanan 100, 500 dan 1000 g pada suhu ruang. Setelah itu, sampel dibersihkan dari partikel debu yang dihasilkan setelah pengujian menggunakan kuas dan kemudian dicuci dengan air dan etanol dan dikeringkan menggunakan tisu. Nilai ketahanan aus dihitung menggunakan metode kehilangan berat.

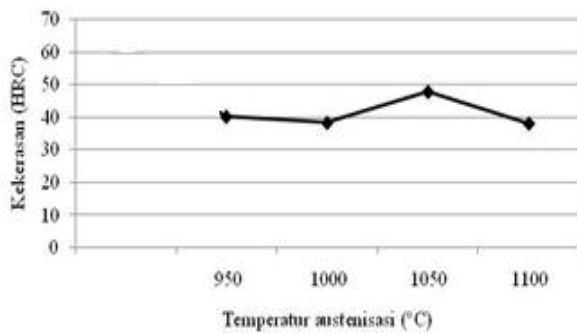
Tabel 1. Komposisi kimia baja tahan karat AISI 410

| Unsur | % berat |
|-------|---------|
| C | 0,03 |
| S | 0,0012 |
| P | 0,0162 |
| Mn | 0,34 |
| Si | 0,68 |
| Cr | 12,8 |
| Mo | 0,002 |
| Ni | 0,155 |
| Fe | Sisa |

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Uji Kekerasan Rockwell C

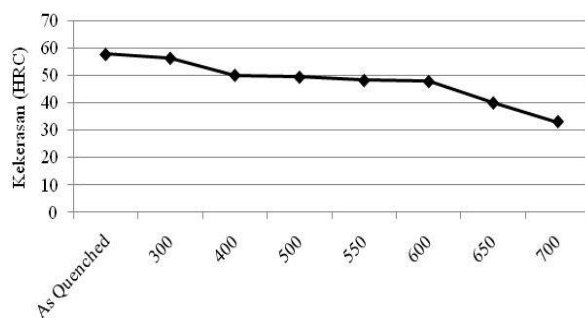
Uji kekerasan baja tahan karat martensitik 13Cr tipe 410 dengan menggunakan *Rockwell C Hardness Tester* mengacu pada standar ASTM E18-11. Gambar 1 menunjukkan kekerasan Rockwell C pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi pada suhu 950-1100 °C dan *tempering* pada suhu 600 °C.



Gambar 1. Nilai kekerasan baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 950-1100 °C pada suhu *temper* 600 °C

Dari Gambar 1 dapat dilihat bahwa terdapat penurunan dan kenaikan nilai kekerasan pada beberapa suhu austenisasi. Pada suhu austenisasi 1000 °C nilai kekerasan mengalami penurunan dibanding pada suhu 950 °C, sedangkan pada suhu austenisasi 1050 °C terjadi peningkatan nilai kekerasan dari suhu 1000 °C, lalu pada suhu austenisasi 1100 °C mengalami penurunan kembali dibanding suhu 1050 °C. Secara keseluruhan gambar di atas menunjukkan bahwa nilai tertinggi ditunjukkan pada suhu austenisasi 1050 °C yaitu sebesar 49,7 HRC, sedangkan nilai terendah ditunjukkan pada suhu austenisasi 1000 °C yaitu sebesar 38,2 HRC.

Gambar 2 menunjukkan kekerasan Rockwell C pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 1050 °C pada suhu *temper* 300-700 °C.



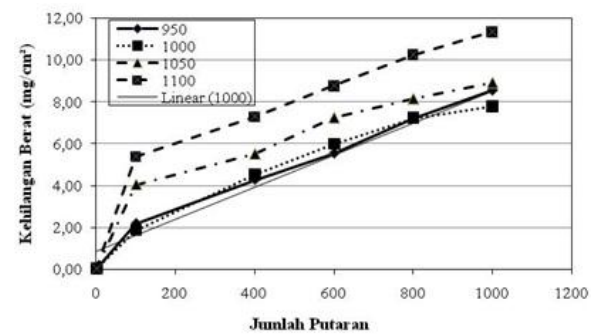
Gambar 2. Nilai kekerasan baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 1050 °C pada suhu *temper* 300-700 °C

Dari Gambar 2 menunjukkan bahwa nilai tertinggi ditunjukkan pada suhu *tempering* 300 °C yaitu sebesar 57,3 HRC, sedangkan nilai terendah ditunjukkan pada suhu *tempering* 700 °C yaitu sebesar 32,9 HRC. Semakin tinggi suhu *tempering* pada baja 13Cr tipe 410 maka semakin turun nilai kekerasannya. Bisa dilihat pada suhu 300 °C nilai kekerasan cukup tinggi, kemudian pada suhu 400 – 600 °C kekerasannya turun dengan nilai yang relatif

tidak terlalu jauh. Tetapi pada suhu 650 - 700 °C nilai kekerasan mulai turun relatif jauh. Hal ini disebabkan karena *tempering* memiliki fungsi untuk meningkatkan nilai keuletan suatu material sehingga semakin tinggi suhu *tempering* maka akan semakin menurun nilai kekerasan suatu material [10]. Menurut penelitian A. Rajasekhar [11] suhu *tempering* memiliki pengaruh yang besar pada kandungan austenit yang dipertahankan, *tempering* di bawah 600 °C pada dasarnya tidak efektif dalam mengurangi nilai kekerasan.

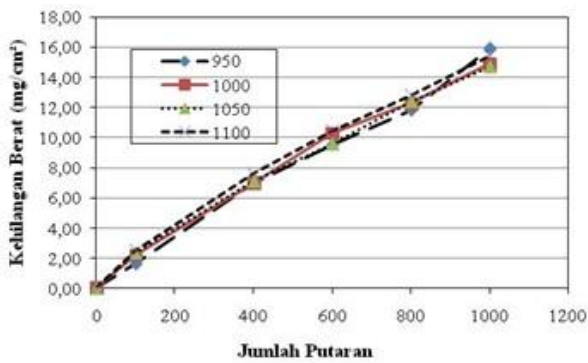
3.2 Uji Ketahanan Aus

Uji ketahanan aus baja tahan karat martensitik 13Cr tipe 410 menggunakan mesin ADAMEL LHOMARGY yang mengacu pada standar ASTM G 132-96. Gambar 3-5 menunjukkan pengaruh suhu austenisasi terhadap nilai ketahanan aus baja tahan karat martensitik 13Cr tipe 410 pada suhu *tempering* 600 °C dengan pembebanan 100, 500 dan 1000 g.



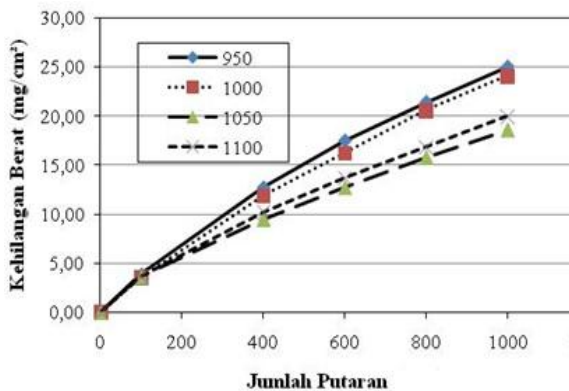
Gambar 3. Kehilangan berat pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 950-1100 °C pada suhu *temper* 600 °C dengan beban 100 g

Dari Gambar 3 menunjukkan bahwa perbedaan ketahanan aus pada 100 kali putaran berubah signifikan. Pada putaran 400 kali baja 13Cr tipe 410 dengan suhu austenisasi 950 °C dan 1000 °C menunjukkan ketahanan aus yang relatif hampir sama. Pada putaran ke 1000 kali menunjukkan bahwa nilai ketahanan aus yang relatif tinggi ditemukan pada baja tahan karat 13Cr AISI 410 yang telah mengalami proses austenisasi pada suhu 1000 °C, yaitu dengan nilai kehilangan berat sebesar 7,76 mg/cm², sedangkan pada baja tahan karat 13Cr AISI 410 yang telah mengalami proses austenisasi pada suhu 1100 °C pada putaran 1000 kali memiliki nilai ketahanan aus terendah yang ditunjukkan dengan nilai kehilangan berat sebesar 11,36 mg/cm².



Gambar 4. Kehilangan berat pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 950-1100 °C pada suhu *temper* 600 °C dengan beban 500 g

Dari Gambar 4 menunjukkan bahwa ketahanan aus keempat jenis suhu austenisasi dengan pembebanan 500 g. Pada gambar ini, ketahanan aus baja tahan karat 13Cr AISI 410 pada keempat suhu austenisasi relatif sama pada 100 – 1000 putaran. Secara keseluruhan menunjukkan bahwa nilai tertinggi ketahanan aus ditunjukkan pada suhu *austenisasi* 1050 °C yaitu dengan kehilangan berat sebesar 14,76 mg/cm², sedangkan nilai ketahanan aus terendah ditunjukkan pada suhu austenisasi 950 °C dengan kehilangan berat sebesar 15,41 mg/cm².

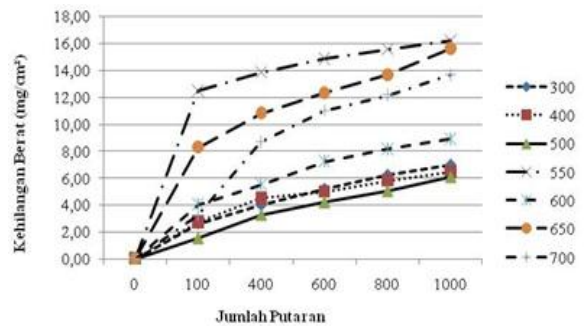


Gambar 5. Kehilangan berat pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 950-1100 °C pada suhu *temper* 600 °C dengan beban 1000 g

Dari Gambar 5 menunjukkan bahwa ketahanan aus ke empat jenis suhu austenisasi dengan pembebanan 500 g. Perbedaan ketahanan aus pada 100 putaran di keempat suhu austenisasi berubah turun dengan nilai relatif sama. Pada putaran 400, baja tahan karat 13Cr AISI 410 pada suhu austenisasi 1050 °C dan 1100 °C memiliki penurunan ketahanan aus yang relatif sama, berbeda pada suhu 950 °C dan 1000 °C keduanya memiliki penurunan ketahanan aus yang relatif sama tetapi lebih besar kehilangan beratnya dibanding dua suhu lainnya. Pada putaran di

atas 600 kali menunjukkan nilai ketahanan aus yang relatif semakin menurun atau kehilangan beratnya semakin banyak di setiap variasi suhu austenisasi pada baja 13Cr tipe 410. Tetapi, pada suhu 950 °C dan 1000 °C lebih banyak kehilangan beratnya daripada suhu 1050 °C dan 1100 °C. Secara keseluruhan menunjukkan bahwa nilai tertinggi ketahanan aus ditunjukkan pada suhu austenisasi 1050 °C yaitu dengan kehilangan berat sebesar 18,54 mg/cm², sedangkan nilai ketahanan aus terendah ditunjukkan pada suhu austenisasi 950 °C dengan kehilangan berat sebesar 24,10 mg/cm².

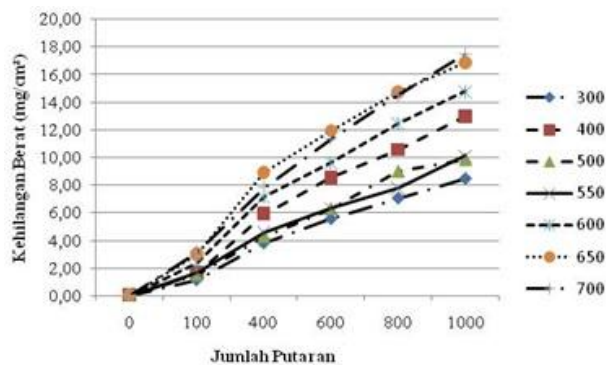
Adapun pengaruh suhu *tempering* terhadap nilai ketahanan aus baja tahan karat martensitik 13Cr tipe 410 pada suhu austenisasi 1050 °C dengan beban 100, 500 dan 1000 g ditunjukkan pada Gambar 6-8.



Gambar 6. Kehilangan berat pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 1050 °C pada suhu *temper* 300-700 °C dengan beban 100 g

Dari Gambar 6 menunjukkan bahwa perbedaan ketahanan aus pada 100 kali putaran berubah signifikan pada suhu 550 °C dan 650 °C yaitu menurunnya nilai kekuatan aus, pada sisa suhu lainnya perubahan relatif sama dengan menurunnya nilai kekuatan aus. Pada putaran 400 kali baja 13Cr tipe 410 dengan suhu *tempering* 550, 600 dan 650 °C menunjukkan ketahanan aus yang relatif sama-sama turun karena kehilangan beratnya semakin banyak, sementara di suhu yang lain perubahan relatif sama-sama turun tetapi jumlah kehilangan beratnya lebih sedikit dibanding tiga suhu lainnya. Pada putaran di atas 600 kali menunjukkan nilai ketahanan aus yang relatif semakin menurun atau kehilangan beratnya semakin banyak di suhu *tempering* 500, 600 dan 650 °C. Sementara di suhu lainnya terjadi perubahan yang relatif sama menurun tetapi kehilangan beratnya tidak terlalu banyak. Secara keseluruhan menunjukkan bahwa nilai tertinggi ketahanan aus ditunjukkan pada suhu *tempering* 500 °C yaitu dengan kehilangan berat sebesar

6,09 mg/cm², sedangkan nilai ketahanan aus terendah ditunjukkan pada suhu *tempering* 550 °C dengan kehilangan berat sebesar 16,23 mg/cm².

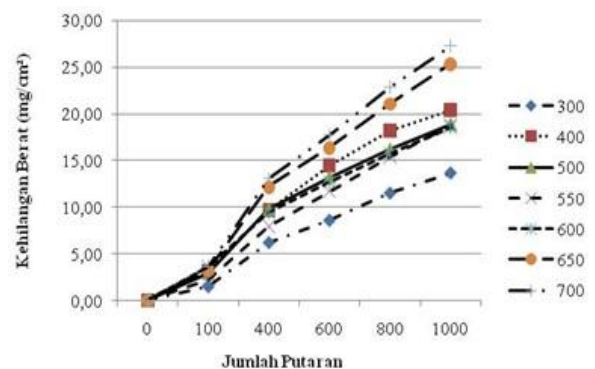


Gambar 7. Kehilangan berat pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 1050 °C pada suhu *temper* 300-700 °C dengan beban 500 g

Dari Gambar 7 menunjukkan bahwa perbedaan ketahanan aus pada 100 kali putaran berubah relatif sama pada semua suhu. Pada putaran 400 kali baja 13Cr tipe 410 dengan suhu *tempering* 650 °C dan 700 °C menunjukkan ketahanan aus yang relatif sama-sama turun dan kehilangan beratnya lebih banyak dibanding suhu lainnya, sementara di suhu 400 °C dan 600 °C perubahan relatif sama-sama turun tetapi jumlah kehilangan beratnya lebih sedikit dibanding dua suhu sebelumnya, dan pada suhu 500, 550 dan 300 °C memiliki ketahanan aus yang relatif sama dan kehilangan beratnya paling sedikit diantara suhu lainnya. Pada putaran di atas 600 kali menunjukkan nilai ketahanan aus yang relatif semakin menurun atau kehilangan beratnya semakin banyak di setiap suhunya. Secara keseluruhan menunjukkan bahwa nilai tertinggi ketahanan aus ditunjukkan pada suhu *tempering* 300 °C yaitu dengan kehilangan berat sebesar 8,46 mg/cm², sedangkan nilai ketahanan aus terendah ditunjukkan pada suhu *tempering* 700 °C dengan kehilangan berat sebesar 17,45 mg/cm². Pada Gambar 8 tersebut menunjukkan bahwa perbedaan ketahanan aus pada 100 putaran berubah relatif sama pada semua suhu.

Pada baja 13Cr tipe 410 dengan putaran 400 kali dimana suhu *tempering* 650 °C, 700 °C menunjukkan ketahanan aus yang relatif sama menurun dan kehilangan beratnya lebih banyak dibanding suhu lainnya. Sementara pada suhu 400, 500 dan 600 °C perubahan relatif sama-sama turun tetapi jumlah kehilangan beratnya lebih sedikit dibanding dua suhu sebelumnya, dan pada suhu 550 °C dan 300 °C memiliki

ketahanan aus yang relatif sama dan kehilangan beratnya paling sedikit diantara suhu lainnya.



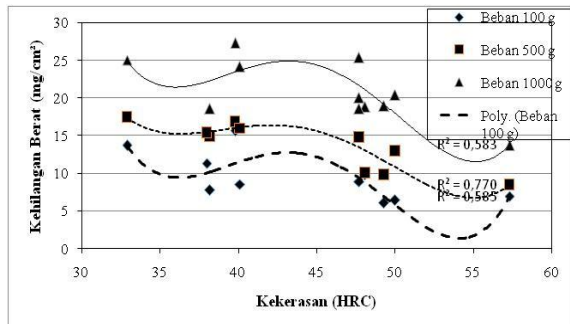
Gambar 8. Kehilangan berat pada baja 13Cr tipe 410 yang diaustenisasi 1050 °C pada suhu *temper* 300-700 °C dengan beban 1000 g

Pada putaran di atas 600 kali baja 13Cr tipe 410 dengan suhu *tempering* 650 dan 700 °C menunjukkan ketahanan aus yang relatif sama-sama turun dan kehilangan beratnya lebih banyak dibanding suhu lainnya, sementara di suhu 400, 500, 550 dan 600 °C perubahan relatif sama-sama turun tetapi jumlah kehilangan beratnya lebih sedikit dibanding empat suhu sebelumnya, dan pada suhu 300 °C memiliki ketahanan aus yang paling bagus dengan menunjukkan kehilangan berat yang paling sedikit diantara semua suhu. Secara keseluruhan menunjukkan bahwa nilai tertinggi ketahanan aus ditunjukkan pada suhu *tempering* 300 °C yaitu dengan kehilangan berat sebesar 13,72 mg/cm², sedangkan nilai ketahanan aus terendah ditunjukkan pada suhu *tempering* 700 °C dengan kehilangan berat sebesar 27,32 mg/cm².

3.3 Korelasi antara Kekerasan dan Ketahanan Aus

Gambar 9 menunjukkan korelasi antara kekerasan dan ketahanan aus baja tahan karat 13Cr tipe 410. Dari Gambar 9 ditunjukkan bahwa dengan bertambahnya pembebanan aus maka kehilangan berat yang dihasilkan pada masing-masing baja 13Cr tipe 410 juga bertambah. Hal tersebut mengindikasikan bahwa ketahanan aus pada masing-masing baja 13Cr tipe 410 menjadi berkurang dengan bertambahnya pembebanan. Namun, nilai kekerasan (HRC) pada masing-masing baja 13Cr tipe 410 tidak menunjukkan peningkatan secara linier dengan peningkatan nilai kehilangan berat. Nilai kehilangan berat yang paling sedikit ditemukan pada baja 13Cr tipe 410 dengan nilai kekerasan 49,3 HRC pada beban 100 g dengan kehilangan berat 6,09

mg/cm², sedangkan nilai kehilangan berat yang paling banyak ditemukan pada baja 13Cr tipe 410 yang memiliki kekerasan 39,8 HRC pada beban 100 g dengan kehilangan berat 15,64 mg/cm², sedangkan pada baja 13Cr tipe 410 dengan nilai kekerasan 57,3 HRC pada beban 100 g kehilangan beratnya 6,97 mg/cm².



Gambar 9. Hubungan kekerasan dengan ketahanan aus (kehilangan berat) pada baja 13Cr tipe 410 dengan 1000 kali putaran dan pembebanan berbeda

Jadi korelasi antara kekerasan dan ketahanan aus pada penelitian ini adalah baja 13Cr tipe 410 dengan nilai kekerasan tinggi tidak selalu memiliki sifat ketahanan aus yang tinggi. Begitu juga untuk untuk baja 13Cr tipe 410 dengan nilai kekerasan rendah tidak selalu memiliki sifat ketahanan aus yang paling rendah juga. Hal tersebut disebabkan karena adanya pengaruh dari nilai kekerasan dan struktur mikro yang terbentuk selama proses perlakuan panas pada masing-masing baja 13Cr tipe 410. Menurut nilai *R square*, nilai terbaik yaitu 0,7705 yang berarti hasil paling baik ada pada pembebanan 500 g.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil beberapa kesimpulan bahwa proses perlakuan panas austenisasi dan *tempering* pada baja tahan karat 13Cr AISI 410 dapat mempengaruhi nilai kekerasannya. Pada perlakuan panas austenisasi dengan suhu *tempering* 600 °C, bahwa nilai kekerasan tertinggi terdapat pada suhu austenisasi 1050 °C yaitu sebesar 49,7 HRC, sedangkan nilai terendah terdapat pada suhu austenisasi 1000 °C yaitu sebesar 38,2 HRC. Sedangkan saat *tempering* pada suhu austenisasi 1050 °C, nilai tertinggi terdapat pada suhu *tempering* 300 °C yaitu sebesar 57,3 HRC, sedangkan nilai terendah terdapat pada suhu *tempering* 700 °C yaitu sebesar 32,9 HRC.

Kemudian, ketahanan aus dari baja 13Cr tipe 410 yang telah di austenisasi pada suhu *tempering* 600 °C paling baik terdapat pada

beban 1000 g dengan nilai tertinggi ketahanan aus pada suhu austenisasi 1050 °C yaitu dengan kehilangan berat sebesar 18,54 mg/cm², sedangkan nilai ketahanan aus terendah ditunjukkan pada suhu austenisasi 950 °C dengan kehilangan berat sebesar 24,10 mg/cm². Sementara ketahanan aus pada *tempering* dengan suhu austenisasi 1050 °C hasil paling baik terdapat pada beban 1000 g dengan nilai tertinggi ketahanan aus terdapat pada suhu *tempering* 300 °C yaitu dengan kehilangan berat sebesar 13,72 mg/cm², sedangkan nilai ketahanan aus terendah terdapat pada suhu *tempering* 700 °C dengan kehilangan berat sebesar 27,32 mg/cm². Menurut nilai *r square*, nilai terbaik yaitu 0,7175 yang berarti pembebanan paling baik ada di pembebanan 500 g.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) yang telah mendanai penelitian ini melalui kegiatan Kompetensi Inti pada tahun anggaran 2017.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] T. K. Patel, P. K. Sen, dan R. Sharma, "Review on common failure of steam turbine blade," *International Journal of Research (IJR)*, vol. 2, issue 11, 137-141, 2015.
- [2] S. Rowbotham, O. Chung, M. Ko dan J. Wong, "Failure mechanisms encountered in geothermal steam service," *Proceedings World Geothermal Congress 2015*, Australia, 2015, pp. 1-8.
- [3] G. Rozing, V. Alar, dan V. Marusic, "Study of stainless steel resistance in condition of tribocorrosion wear," *Interdisciplinary Description of Complex Systems*, vol.13, no. 3, pp. 461-471, 2015.
- [4] V. Krishna, dan R. Subbaiah, "Wear conduct investigation of 410 by cryogenic process," *SSRG International Journal of Mechanical Engineering (SSRG-IJME)*, vol. 4, pp. 1-4, 2017.
- [5] C. J. Scheuer, R. A. Fraga, R. P. Cardoso, dan S. F. Brunatto, "Effects of heat treatment conditions on microstructure and mechanical properties of AISI 420 steel," 21° CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Brasil, 2014, pp. 5857-5867.

- [6] S. Pavuluri, dan A. S. Kumar," Experimental investigation on design of high pressure steam turbine blade," *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, vol. 2, issue 5, pp. 1469-1476, 2013.
- [7] I. S. Rout, A. Gaikwad, V. K. Verma, dan M. Tariq, "Thermal analysis of steam turbine power plants," *IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering (IOSR-JMCE)*, vol. 7, issue 2, pp. 28-36, 2013.
- [8] A. D. Kushwaha, A. Soni, dan L. Garewal, "Critical review paper of steam turbine blades corrosion and its solutions," *International Journal of Scientific Research Engineering & Technology (IJSRET)*, vol. 3, issue 4, pp. 776-784, 2014.
- [9] M. S. Anwar dan E. Mabruhi," Ketahanan aus abrasif dari beberapa jenis modifikasi 13Cr baja tahan karat martensit," *Majalah Metalurgi*, vol. 30, no. 3, pp.149-154, 2015.
- [10] G. D. Haryadi, "Pengaruh suhu tempering terhadap kekerasan, kekuatan tarik dan struktur mikro pada baja K-460," *Rotasi*, vol. 8, no. 2, pp.1-8, 2006.
- [11] A. Rajasekhar," Heat treatment methods applied to AISI 431 martensitic stainless steels," *International Journal of Scientific & Engineering Research*, vol. 6, issue 4, pp. 547-553, 2015.



STRESS CORROSION CRACKING OF CAGE SUPERHEATER TUBES OF A NEWLY BUILT BOILER

Dewa Nyoman Adnyana

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

Masuk Tanggal : 03-11-2017, revisi tanggal : 26-12-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 08-01-2018

Intisari

Sejumlah pipa penukar panas lanjut pada sebuah ketel uap yang baru dibangun ditemukan bocor selama operasi komisioning yang pertama. Kebocoran terjadi ketika ketel uap baru saja mencapai tekanan 23,7 barg dan temperatur 405 °C dari tekanan dan temperatur operasi yang direncanakan yaitu 53 barg dan 485 °C. Dalam makalah ini dibahas jenis kerusakan dan faktor-faktor yang kemungkinan telah menyebabkan terjadinya kebocoran pada pipa penukar panas lanjut tersebut. Penelitian/pengujian metalurgi telah dilakukan dengan mempersiapkan sejumlah benda uji yang diperoleh dari salah satu potongan pipa yang bocor tersebut. Berbagai pengujian laboratorium telah dilakukan meliputi: uji makro, analisa komposisi kimia, uji metalografi, uji kekerasan dan uji SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan analisis EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil penelitian/pengujian metalurgi yang diperoleh menunjukkan bahwa pipa penukar panas lanjut yang bocor tersebut telah mengalami retak korosi tegangan yang disebabkan oleh efek kombinasi antara korosi dan tegangan tarik. Unsur korosif yang kemungkinan dapat menimbulkan terjadinya retak korosi tegangan pada pipa penukar panas lanjut adalah kaustik sodium (Na) dan elemen-elemen lainnya pada tingkatan yang relatif rendah seperti Ca, Cl, S dan P.

Kata Kunci: Pipa penukar panas lanjut, retak korosi tegangan, kaustik sodium (Na)

Abstract

A number of cage superheater tubes of a newly built steam boiler have been leaking during boiler's first start-up commissioning. Leaking occurred when the boiler had just reached a pressure of 23.7 barg and temperature 405 °C from the intended operating pressure of 53 barg and temperature of 485 °C. Type of failure and factors that may have caused the leakage of the cage superheater tube are discussed in this paper. The metallurgical assessment was conducted by preparing a number of specimens from the as received leaked cage superheater tube. Various laboratory examinations were performed including 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 leaked cage superheater tubes have been experiencing stress-corrosion cracking (SCC) caused by the combined effect of corrosion and tensile stress. The corrosion agent that may have been responsible for the occurrence of SCC in the tube was mostly due to caustic sodium (Na) and other elements in a lesser extent such as Ca, Cl, S and P.

Keywords: Cage superheater tube, stress-corrosion cracking (SCC) caustic sodium (Na)

1. INTRODUCTION

The failure of industrial boiler has been a prominent feature in fossil fuel-fired power plants. The contribution of several factors appears to be responsible for failures, culminating in the partial or complete shutdown of the plant. A survey of the literature [1]-[6] pertaining to the performance of steam boilers during the last 30 years shows that abundant cases have been referred to, concerned with the failure of boilers due to fuel ash corrosion, overheating, hydrogen attack, carburization and decarburization, corrosion fatigue cracking, stress-corrosion cracking, caustic embrittlement, erosion, etc.

The majority of forced outages of power boilers are due to premature failure of boiler components [1]-[7]. Boiler tube failures are the main cause of forced outages of power generating units. The contribution of total tube failure can be grouped as furnace water wall tubing 61%, superheater and reheater tubes 20%, and skin casing 19% [7]. The superheater tube is one of the critical components of a power boiler in the production of superheated steam. In this case, an investigation has been carried out on a failed superheater tube in a newly built coal fired power plant. One piece of the failed tube of about 300 mm in length received for conducting the failure analysis. This tube piece was one of a number of cage superheater tubes that had been leaking during boiler's first start-up commissioning when the boiler had just reached a pressure of 23.7 barg and temperature of 405 °C (see Figure 1), where the intended operating pressure and temperature of the boiler was 53 bar and 485 °C, respectively. The original outside diameter and wall thickness of the failed tube were 50.61 and 5.12 mm, respectively. The tube was made of ASME SA-192 a standard specification for seamless carbon steel boiler tubes for high-pressure service, which is typical low carbon steel. According to the plant site information, prior to the first start-up commissioning, the newly built boiler was in idle condition for several months. During in its idle time, the power boiler was provided with some mixing chemicals into its boiler tubes such as NaOH and/or others. The aim was to reduce any formation of internal oxidation/corrosion occurring in the tubes.

The purpose of this metallurgical assessment is to verify the material properties and determine whether the material used for the cage superheater tube met the specification or suitable for its operating condition.



Figure 1. Photograph of cage superheater tubes after the accident showing locations of tube leakages

Furthermore, this assessment is also aimed to establish the type, cause and mode of failure of the leaked superheater tube, and based on the determination some corrective or remedial action may be initiated that will prevent similar failure in the future.

2. MATERIALS AND METHOD

In performing this metallurgical assessment, one tube piece of the leaking tube of about 300 mm in length shown in Figure 2 is used and a number of specimens were prepared for laboratory examinations. Macroscopic examination on surface damage of the cage superheater tube performed using a stereo microscope, whereas chemical analysis carried out using an optical spark emission spectrometer. The purpose of this chemical analysis was to determine whether the material used for the cage superheater tube met the specification. Metallographic examinations also performed using an optical light microscope at various magnifications. The metallographic specimens were mounted using epoxy and prepared by grinding, polishing and etching. The etchant used was 5% Nital solution. A hardness survey also carried out on the same specimens for the metallographic examination using Vickers hardness method at a load of 5 kg (HV 5). Moreover, examination on some surface fracture of the leaked superheater tube also performed using a SEM (scanning electron microscopy) to determine the surface damage topography and nature of the failure. This SEM examination was also equipped with an EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis to detect the presence of any corrosion by-product.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Macroscopic Examination on Fracture Surface of the Leaked Superheater Tube

The as-received tube section shown in Figure 2 revealed longitudinal cracks on both sides of the tube. As seen in Figure 2, the

cracks length on the tube surface that facing to the insulation wall (wall side) was about 66 mm, whereas on the tube surface that facing to the fire side, its crack length was about 117 mm.

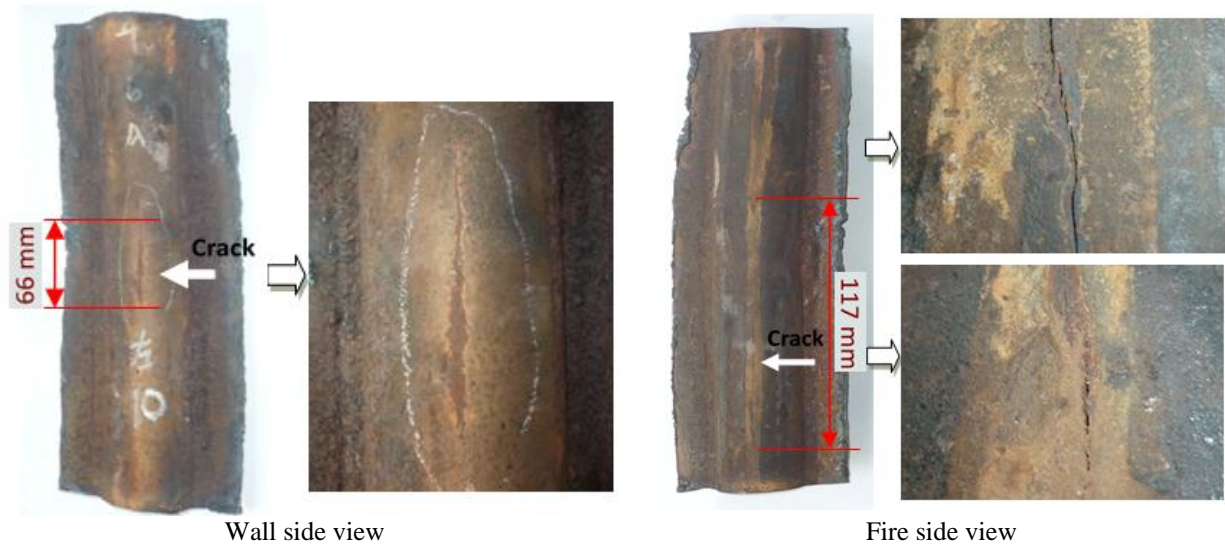


Figure 2. The as-received leaked cage superheater tube

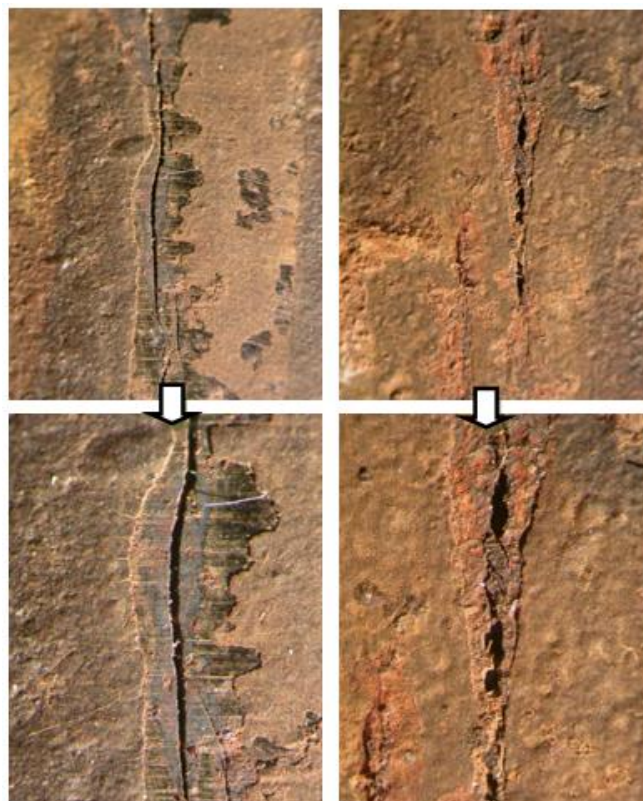


Figure 3. Macroscopic view of some longitudinal cracks area obtained from the external surface of the tube shown in Figure 2

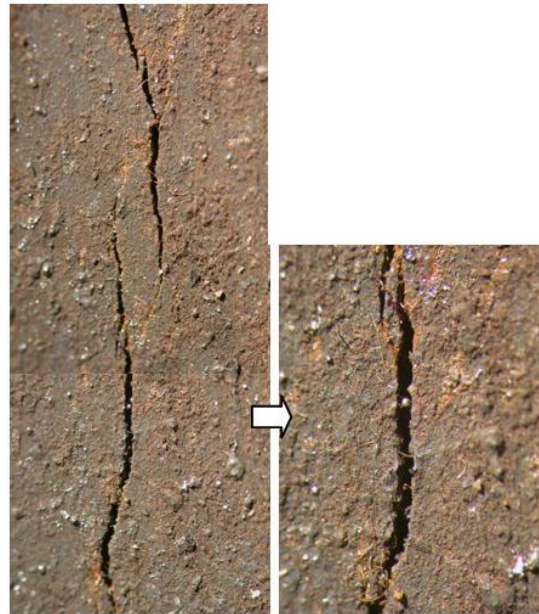


Figure 4. Macroscopic view of some longitudinal cracks area obtained from the internal wall of the tube shown in Figure 2

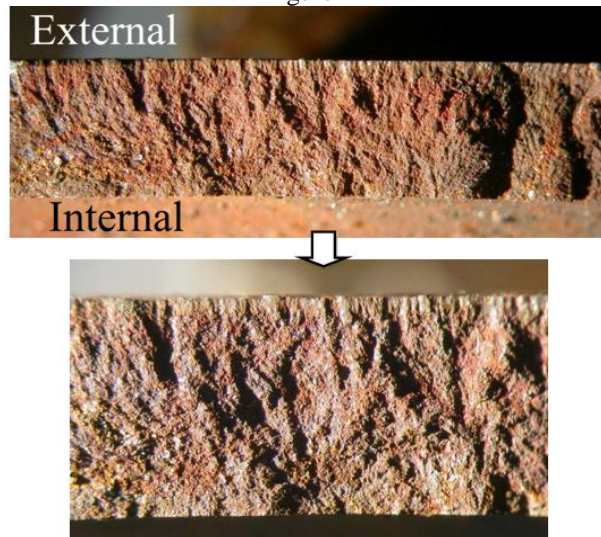


Figure 5. Fracture surface of the fire side tube portion

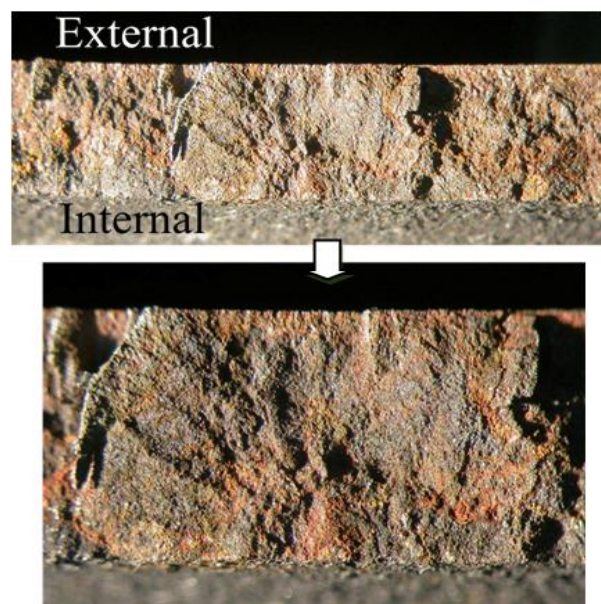


Figure 6. Fracture surface of the wall side tube portion

The cracks on the external tube surfaces were originally coming from the cracks formed on the internal wall of the tube. Enlargement of some longitudinal cracks that formed on the external surface of the tube at the fire side position is shown in Figure 3. Some fireside deposits also observed to have formed on most of the tube external surface. There also seen in Figure 4 that the tube internal wall slightly covered by some deposits. One section of the fire side tube portion was cut away for macroscopic examination and fracture surface of the fire side tube portion obtained from some longitudinal cracks are presented in Figure 5, showing brittle fracture appearance with the cracks were originated from the internal wall of the tube where pits were present [8]-[10]. In addition, one section of the wall side tube portion was also cut away for macroscopic

examination and fracture surface of the wall side tube portion obtained from some longitudinal cracks are presented in Figure 6 showing brittle fracture appearance with the cracks were originated from the internal wall of the tube where pits were present.

3.2 Chemical Composition Analysis

Results of chemical analysis obtained from the three different specimens of the leaked tube are presented in Table 1. As seen in Table 1, the tube material is made of a low carbon steel, which may be approximately close to the material specification of ASME SA-192, a standard specification for seamless carbon steel boiler tubes for high pressure service [11].

Table 1. Results of chemical analysis obtained from the tube material in comparison with the standard material

| Composition, wt % | | | | | |
|-------------------|----------|----------|----------|---------|---------------------------------|
| Element | Sample 1 | Sample 2 | Sample 3 | Average | Standard Material (ASME SA-192) |
| Fe | Balance | Balance | Balance | Balance | Balance |
| C | 0.195 | 0.178 | 0.198 | 0.190 | 0.06 - 0.18 |
| Si | 0.227 | 0.223 | 0.231 | 0.227 | 0.25 (max) |
| Mn | 0.496 | 0.505 | 0.490 | 0.497 | 0.27 - 0.63 |
| P | 0.020 | 0.019 | 0.019 | 0.019 | 0.048 |
| S | 0.027 | 0.022 | 0.023 | 0.024 | 0.058 |
| Cu | 0.092 | 0.093 | 0.096 | 0.094 | - |
| Al | 0.004 | < 0.002 | < 0.002 | 0.003 | - |
| Cr | 0.055 | 0.055 | 0.054 | 0.055 | - |
| Mo | < 0.002 | < 0.002 | < 0.002 | < 0.002 | - |
| Ni | 0.025 | 0.023 | 0.023 | 0.024 | - |

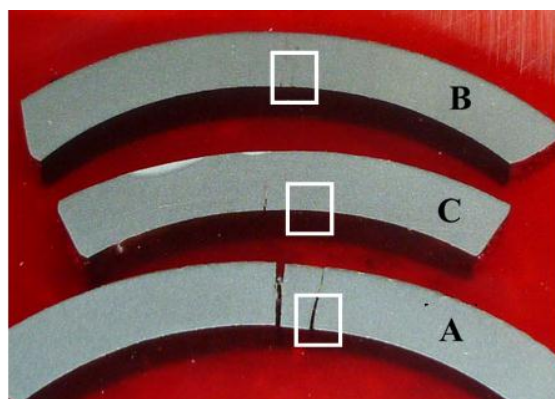


Figure 7. Three specimens A, B and C at different locations were prepared from the leaked tube at its fire side position for metallographic examination

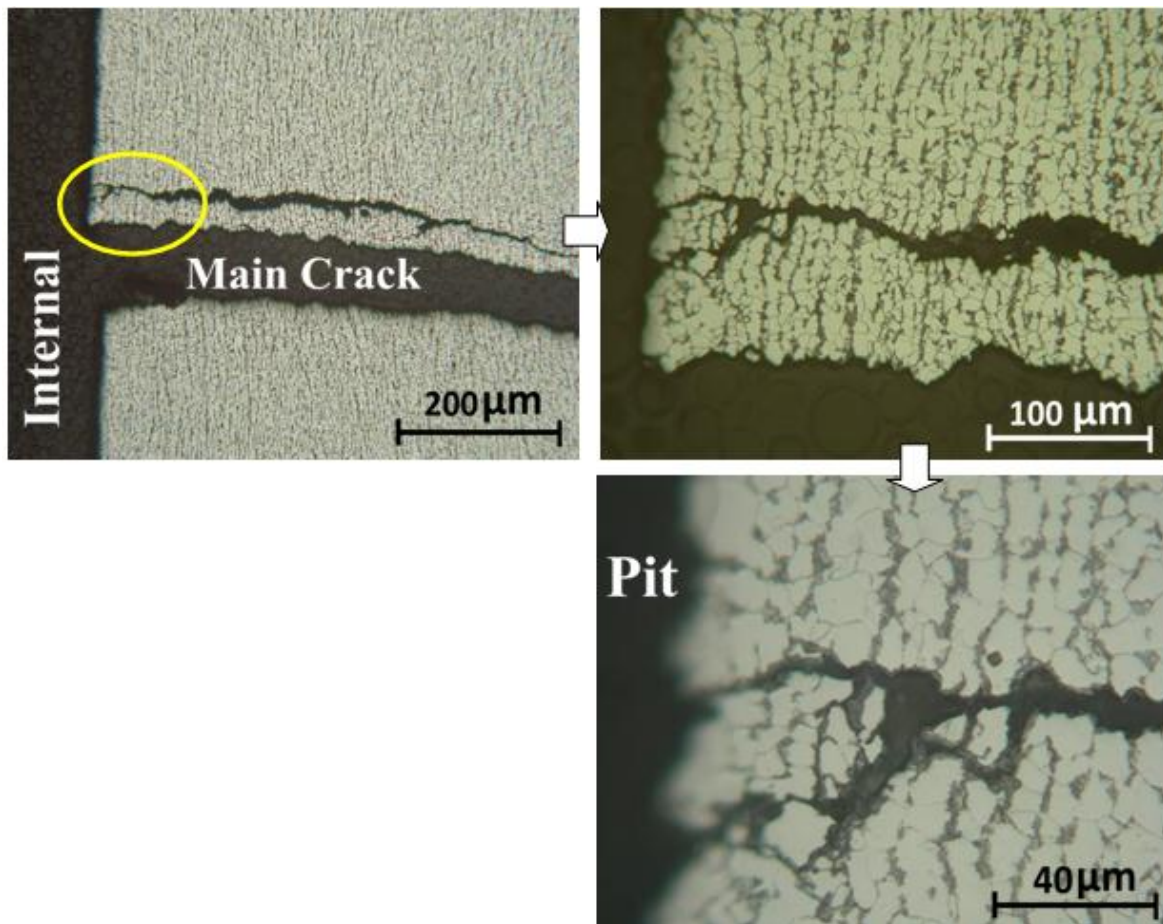


Figure 8(a). Microstructures of sample A obtained from the fire side position of the tube at location as indicated by the square grit in Figure 7, showing ferrite phase as matrix and pearlite as second phase typical of a low carbon steel tube. All the cracks obviously originated from the internal wall of the tube where the corrosion pits were present. The cracks propagated toward the external surface of the tube through the pearlite phase and/or ferrite grain boundaries, typical of stress-corrosion cracking (SCC). Etched with 5% Nital solution

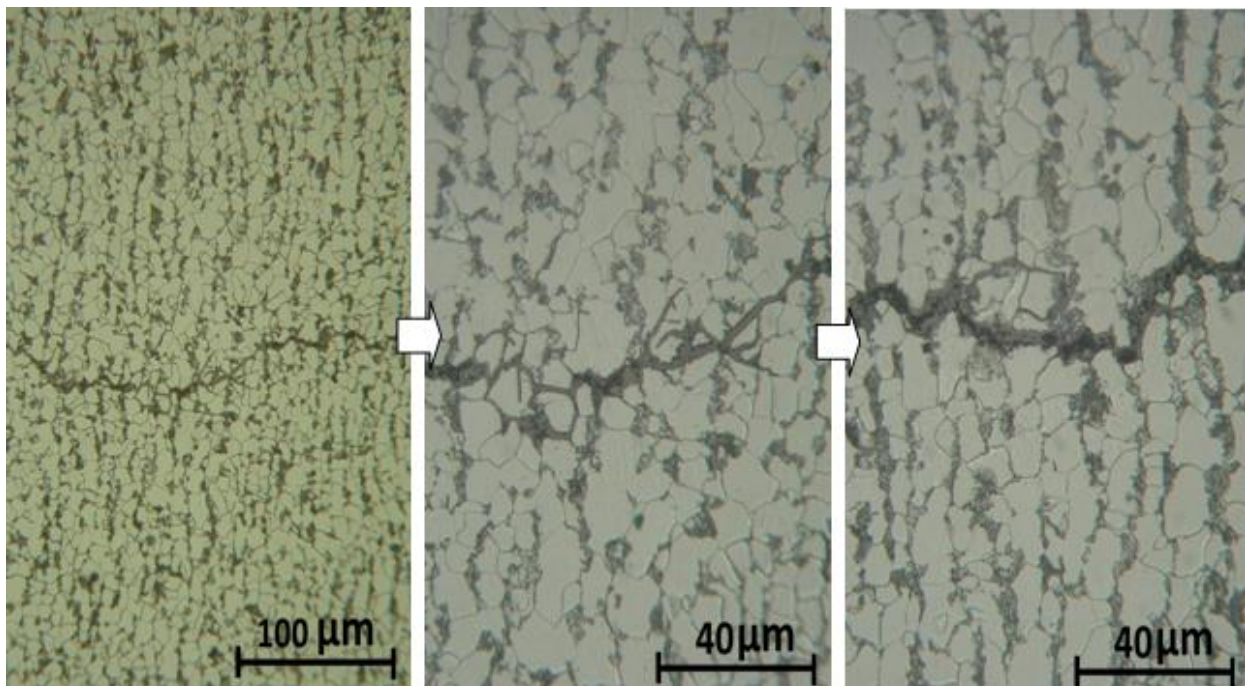


Figure 8(b). Microstructures of sample A shown in Figure 7 obtained from the fire side position of the tube at location around the middle of tube thickness, continued. Etched with 5% Nital solution

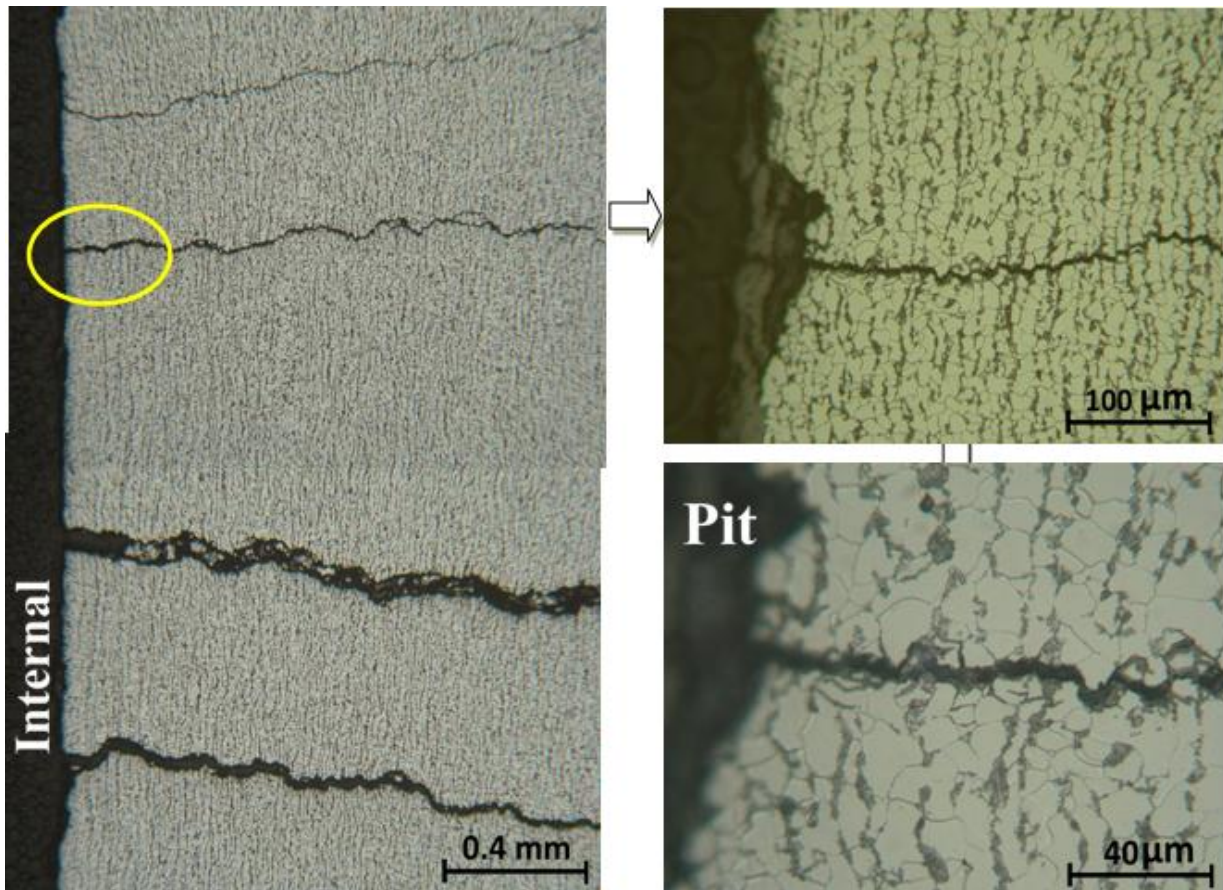


Figure 9. Microstructures of sample B obtained from the fireside position of the tube at location as indicated by the square grit in Figure 7, showing ferrite phase as matrix and pearlite as second phase typical of a low carbon steel tube. All the parallel cracks obviously originated from the internal wall of the tube where the corrosion pits were present. The cracks propagated toward the external surface of the tube through the pearlite phase and/or ferrite grain boundaries, typical of stress-corrosion cracking (SCC). Etched with 5% Nital solution

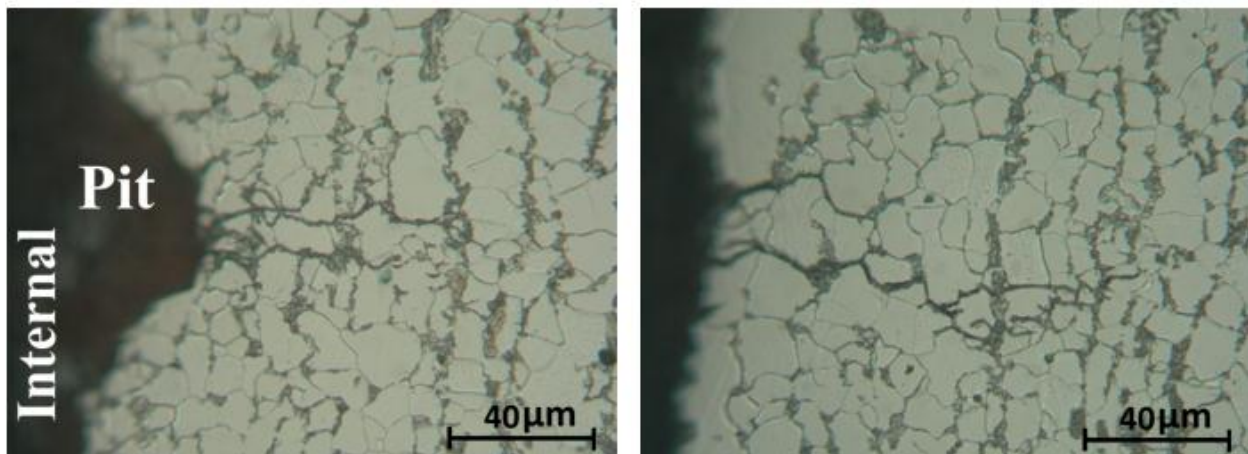


Figure 10. Microstructures of sample C shown in Figure 7 obtained from the fire side position of the tube at location as indicated by the square grit. Etched with 5% Nital solution

4. Results of Metallographic Examination and Hardness Test

Three different specimens in transverse cross section (A, B and C) were cut away from the leaked tube piece at the fire side position (see Figure 7), and the microstructures obtained are presented in Figures 8, 9 and 10. All the microstructures of samples A, B and C obtained

from the fire side position of the leaked tube piece exhibited ferrite phase as matrix and pearlite as second phase typical of a low carbon steel tube. As also clearly seen in Figures 8-10, all the cracks originated from the internal wall of the tube where the corrosion pits present. The cracks propagated toward the external surface of the tube through the pearlite phase

and/or ferrite grain boundaries, typical of stress-corrosion cracking (SCC). Formation of this SCC was most likely caused by the combined effect of corrosion and tensile stress [8]-[10]. The corrosive agent that may have been responsible in causing the SCC in the superheater tube under study will be shown later from the results of SEM/EDS analysis. Whereas formation of high tensile stresses occurred on both tube surfaces that were located at approximately 180° from one side to the other side of tube may have been affected by some hot spots that could produce different thermal expansion or deformation on the tube and resulted in high tensile bending stresses generated at the internal wall of the tube. In addition, the total tensile stresses occurred on the internal tube surface was also affected by the circumferential tensile stress due to the internal working pressure in the tube.

Two other specimens in transverse cross section (D and E) were also cut away from the leaked tube piece at its wall side position (see Figure 11), and the microstructures obtained are presented in Figures 12 and 13. All the microstructures of samples D and E obtained from the wall side position of the leaked tube piece also exhibited similar microstructures as obtained from samples A, B and C at the fireside position of the leaked tube piece. The tube material microstructures consisted of matrix ferrite phase with pearlite second phase. Similarly, all the cracks formed in samples D and E were also typical of stress-corrosion cracking (SCC), originated from the corrosion pits that were present at the tube internal wall and propagated toward the external surface of the tube by cracking through the pearlite phase and/or ferrite grain boundaries.

Hardness test results obtained from samples A, B and C of the fire side tube portion are presented in Table 2 and the average hardness value obtained was 163.1 HV or 154.0 HB, which is equivalent to the tensile strength about 53.9 kgf/mm² or 529.3 MPa. Whereas hardness test results obtained from samples D and E of the tube portion located at its wall side presented in Table 3 and the average hardness

value obtained was 153.7 HV or 145.5 HB, which is equivalent to the tensile strength about 50.9 kgf/mm² or 500.1 MPa. From the hardness values obtained in Tables 2 and 3 indicated that the mechanical property of the leaked cage superheater tube is well above the material specification of ASME SA-192 with minimum tensile strength of 320 MPa [11].

5. SEM Fractography and EDS Analysis

SEM photographs of some fracture surface of sample obtained from the fire side tube portion are presented in Figure 14 and the corresponding EDS spectrum of elements are presented in Figure 15. Most of the SEM photographs obtained obviously exhibited brittle fracture appearance and covered by some deposits. Most of the EDS spectrum of elements obtained from some deposits formed in the corrosion pits around the internal wall of the tube contained trace elements such as: Na, Ca, Cl, S and some P. Furthermore, SEM photographs of some fracture surface of sample obtained from the tube portion located at its wall side presented in Figure 16 and the corresponding EDS spectrum of elements obtained presented in Figure 17. Similarly, most of the SEM photographs shown in Figure 16 obviously exhibited brittle fracture appearance. Also, most of the EDS spectrum of elements obtained in Figure 17 from some deposits in the corrosion pits around the internal wall of the tube contained trace elements such as: Na, Ca, Cl and S [8-10].

From the results of SEM fractography and EDS analysis obtained it showed that the corrosive agents that may have been responsible to the occurrence of stress-corrosion cracking (SCC) in the tube was mostly due to caustic sodium (Na) and other trace elements in lesser extent such as Ca, Cl, S and P. This condition indicated that the leaked tube(s) were most likely experiencing some caustic related embrittlement which is a form of stress-corrosion cracking characterized by surface initiated cracks that occur in tubing exposed to caustic [8]-[10].

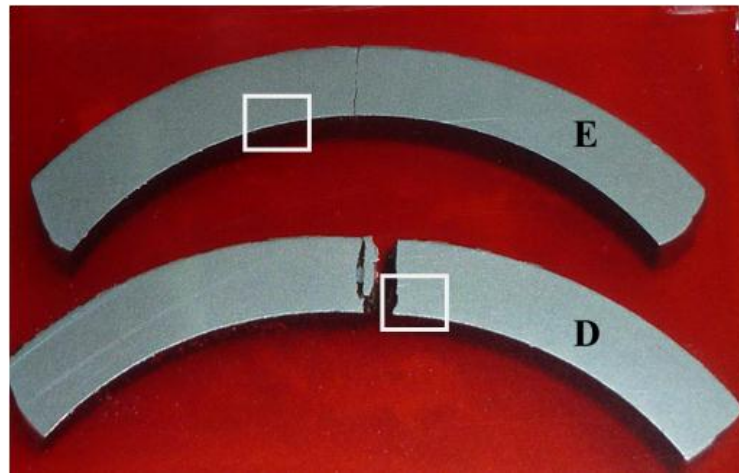


Figure 11. Two tube specimens D and E at different locations were prepared from the leaked tube at the wall side position for metallographic examination

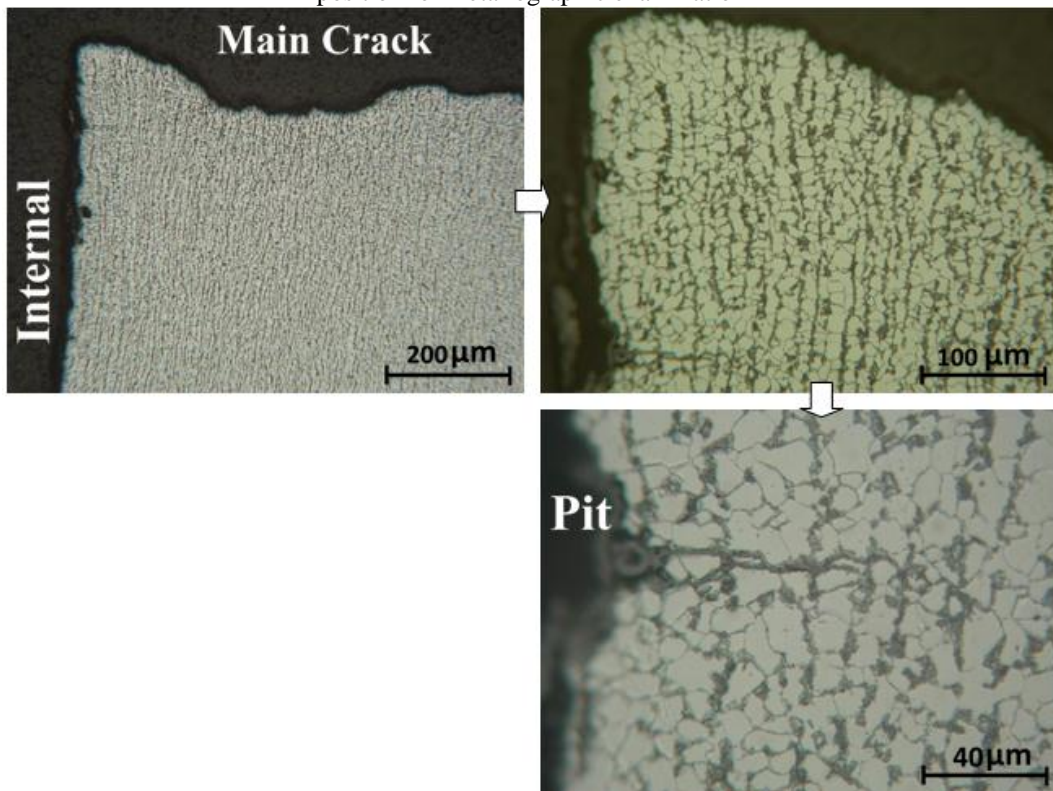


Figure 12. Microstructures of sample tube D obtained from the wall side position of the tube at location as indicated by the square grit in Figure 11. Etched with 5% Nital solution

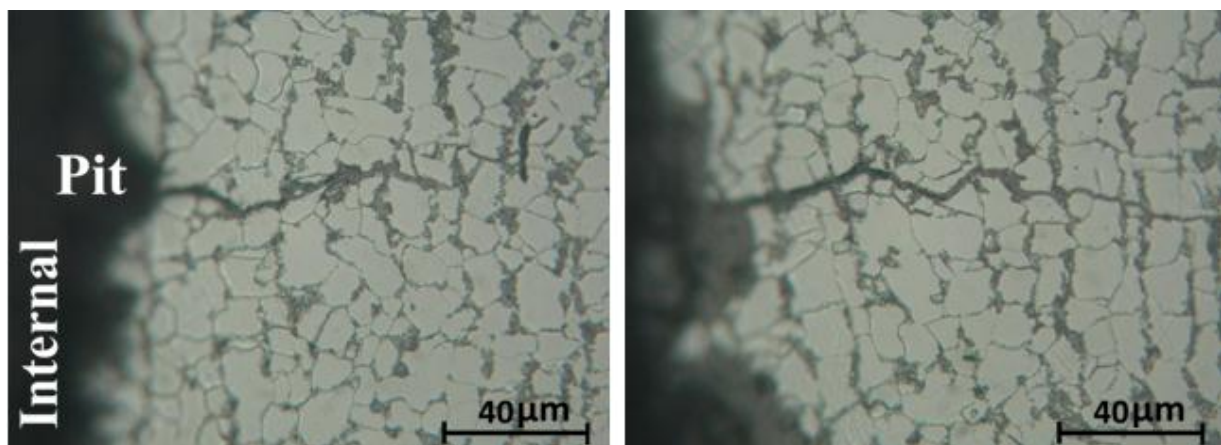


Figure 13. Microstructures of sample tube E obtained from the wall side position of the tube at location as indicated by the square grit in Figure 11. Etched with 5% Nital solution

Table 2. Hardness test results (VHN) of cage superheater obtained from of the fireside tube portion

| Test Point | Hardness Value, VHN | | | |
|------------|---------------------|-------|-------|-----------------------------------------------------------------|
| | Sample Tube | | | |
| | C | A | B | |
| 1 | 167.5 | 164.0 | 190.0 | Average Hardness: 163.1 VHN or 154.0 BHN |
| 2 | 153.0 | 147.0 | 181.0 | |
| 3 | 154.5 | 149.5 | 167.5 | |
| 4 | 167.5 | 152.0 | 192.0 | |
| 5 | 161.0 | 144.0 | 175.0 | |
| 6 | 159.5 | 144.0 | 166.0 | |
| Average | 160.5 | 150.1 | 178.6 | |

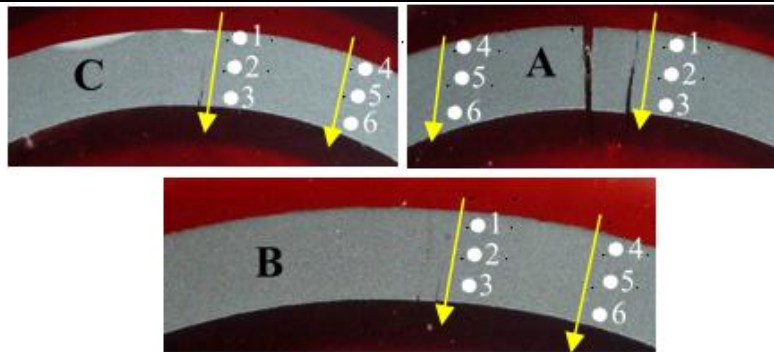


Table 3. Hardness test results of cage superheater obtained from of the wall side tube portion

| Test Point | Hardness Value, VHN | | |
|------------|---------------------|-------|-----------------------------------------------------|
| | Sample Tube | | |
| | E | D | |
| 1 | 162.5 | 161.0 | Average Hardness: 153.7 VHN or 145.5 BHN |
| 2 | 153.0 | 148.0 | |
| 3 | 152.0 | 147.0 | |
| 4 | 158.0 | 165.0 | |
| 5 | 153.0 | 156.0 | |
| 6 | 140.6 | 148.0 | |
| Average | 153.2 | 154.2 | |

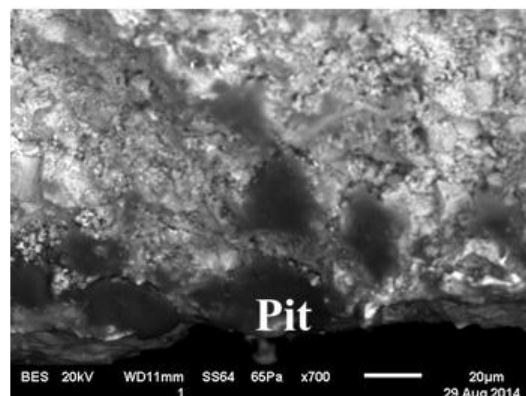
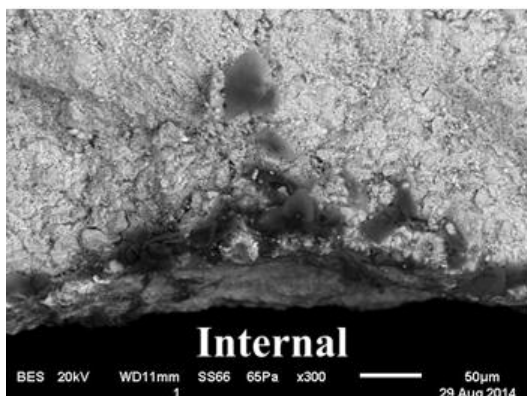


Figure 14. SEM photographs of some fracture surface of cage superheater obtained from the fire side tube portion

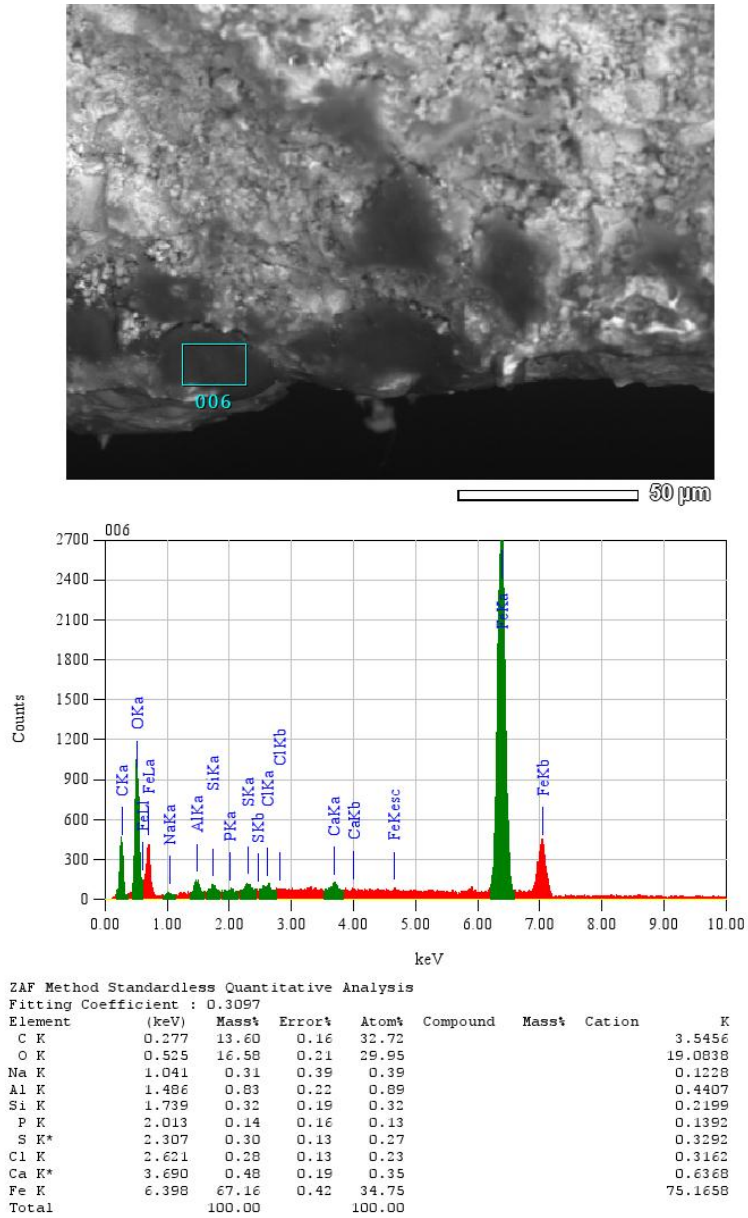


Figure 15. EDS spectrum of elements of some fracture surface of cage superheater obtained from the fire side tube portion

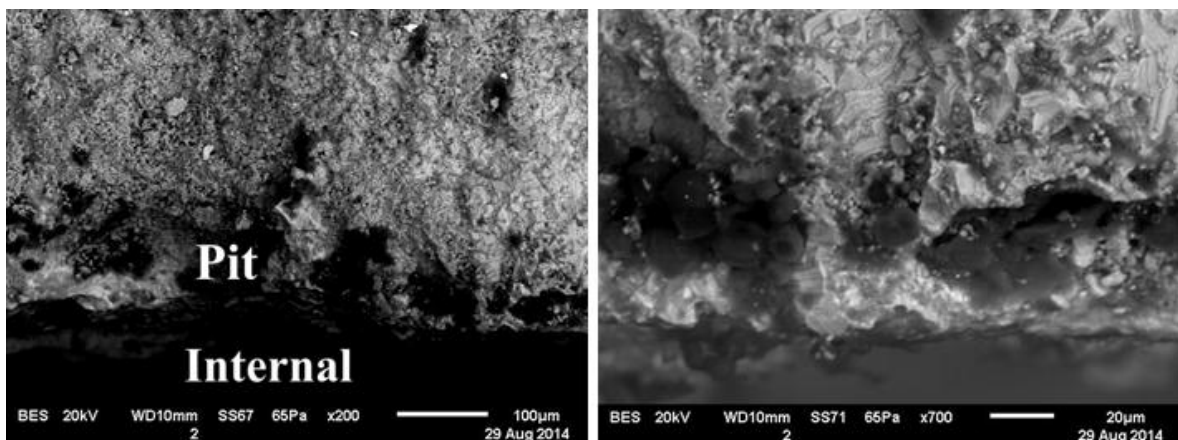


Figure 16. SEM photographs of some fracture surface of cage superheater obtained from the wall side tube portion

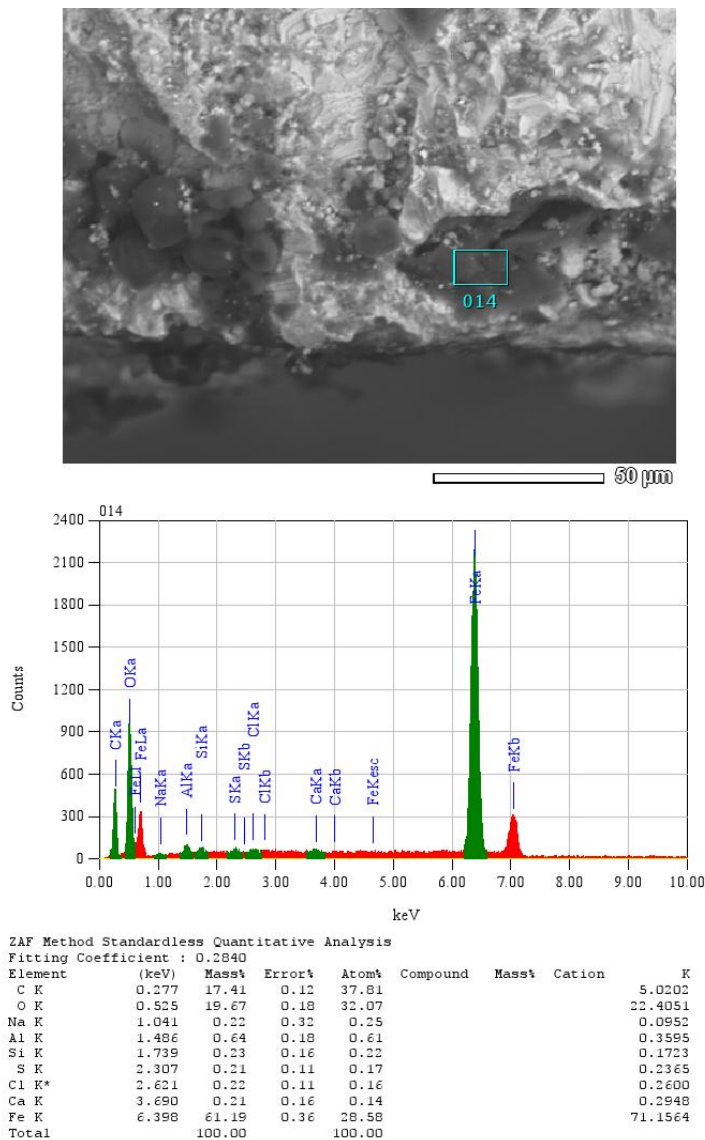


Figure 17. EDS spectrum of elements of some fracture surface of cage superheater obtained from the wall side tube portion

6. CONCLUSIONS

The results of chemical analysis obtained show that the material used for the cage superheater tube under study is very much close and met to the material specification of ASME SA-192, a standard specification for seamless carbon steel boiler tubes for high-pressure service.

It is also observed that all the specimens obtained from the leaked cage superheater tube exhibit similar microstructures of ferrite phase as matrix and pearlite as second phase typical of a low carbon steel tube. In addition, the average hardness value obtained from all the specimens of the leaked cage superheater tube have similar hardness value in the range of 145.5 to 154.0 HB or equivalent to tensile strength of 500.1 to 529.3 MPa. This indicated that the mechanical property of the leaked cage superheater tube is well above the material

specification of ASME SA-192 which its minimum tensile strength 320 MPa.

According to the crack topography and mode of failure, the leaked tube(s) had experienced predominantly to stress-corrosion cracking (SCC) caused by the combined effects of corrosion and tensile stress. Most of the cracks occurred initiated at the internal wall of the tube where high level of tensile stresses and corrosion pits were present. Cracks propagation rates may have increased dramatically as the tube metal temperature increased during the boiler's start-up operation.

The corrosive agents that may have been responsible for the occurrence of SCC in the tube were mostly due to caustic sodium (Na) and other elements in a lesser extent such as Ca, Cl, S and P. This indicated that the leaked tube had experienced some caustic related embrittlement.

Since the cracks growth through wall of the tube was in a matter of hours during the boiler's start-up operation, this also indicated that the caustic concentration was probably high resulting from alternating wet and dry conditions and/or localized hot spots. Most likely, this condition occurred due to over-firing resulting in formation of steam blanketing, especially in the vertical tubes.

Formation of high tensile stresses on both tube surfaces may have occurred at location approximately 180° from one side to the other side of tube. This may have been affected by some hot spots occurred and could produce different thermal expansion or deformation on the tube and resulted in high tensile bending stresses generated at the internal wall of the tube. In addition, the total tensile stresses occurred on the internal tube surface was also affected by the circumferential tensile stress due to the internal working pressure in the tube.

ACKNOWLEDGEMENT

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] R. Viswanathan, "Damage mechanism and life assessment of high temperature components", *ASM International*, Metals Park, Ohio, pp. 183, 1989.
- [2] "Boiler condition assessment guideline," *EPRI (Electric Power Research Institute)*, 4th edn, Palo Alto, June 2006.
- [3] D. N. Adnyana, "Short-term localized overheating pada sebuah pipa ketel uap," *Atlas Kegagalan dan Kerusakan pada Komponen Mesin dan Peralatan Industri*, vol. 1, pp.53-65, 2016.
- [4] A. Saha, H. Roy, and A. K. Shukla, "Failure investigation of a final superheater tube in a 140 MW thermal power plant," *Journal of Failure Analysis and Prevention*, vol. 15, no. 2, pp.184-189, 2015.
- [5] Madinah, D. N. Adnyana, and Hasan, "Kerusakan pada superheater steam tubes dari sebuah water tube boiler akibat long-term overheating," *Prosiding Seminar Nasional Teknik Mesin SNTM ISTN*, 2015, pp.1-17.
- [6] M. N. Iman, M. Prihajatno, and Kusmono, "Analysis of a failed primary superheater tube and life assessment in a coal-fired power plant", *Journal of Failure Analysis and Prevention*, vol. 15, no. 2, pp. 200-204, 2015.
- [7] M. Yamauchi, N. Nishimura and M. Fujita, "Damage and remaining life assessment of boiler components", *Proceedings Seminar on Coal-Fired Boiler Research and Technology*, 1993, pp.71-98.
- [8] API RP 571, "Damage mechanism affecting fixed equipment in the refining industry," 1st edn, *American Petroleum Institute*, Washington DC, pp.138-143, 2003.
- [9] D. N. Adnyana, "Stress-corrosion cacking in an nickel-base alloy pre-heater expansion bellows," *Majalah Metalurgi*, vol. 29, no. 3, pp. 235-244, 2014.
- [10] ASM Handbook, "Failure analysis and prevention", *ASM International*, Material Park, Ohio, vol. 11, pp. 163-171, 1998.
- [11] ASME, "Boiler and pressure vessel code, Sect. II Part D," *The American Society of Mechanical Engineers*, New York, pp. 2-5, 2007.



STUDI AWAL SINTESIS DAN KARAKTERISASI Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O DENGAN PENAMBAHAN CARBON NANOTUBE DAN TiO₂ MENGUNAKAN METODA REAKSI PADATAN DAN PROSES SINTERING BERULANG

Rizki Syahfina^a, Bintoro Siswayanti^{b,*}, Sigit Dwi Yudanto^b, Agung Imaduddin^b, Nurul Suhada^a, Fauzan Amri^a, Mukti Hamjah Harahap^a

^aJurusan Fisika, Universitas Negeri Medan

Jl. Willem Iskandar Psr. V Medan Estate Sumatera Utara, 20222

^bPusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

*E-mail: bintorosiswayanti@gmail.com

Masuk Tanggal : 01-08-2017, revisi tanggal : 26-12-2017, diterima untuk diterbitkan tanggal 08-01-2018

Intisari

Telah dilakukan sintesis Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} dengan penambahan CNT (*carbon nanotube*) dan penambahan TiO₂ menggunakan metoda reaksi padatan dengan proses *sintering* berulang. Penambahan CNT sebesar 0,1 % berat dan TiO₂ sebesar 5 % berat dan *sintering* berulang dilakukan untuk mempelajari pengaruhnya terhadap pembentukan fasa 2223 beserta pengotornya, dan mempelajari perubahan morfologi Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ}. Berdasarkan hasil XRD, penambahan 0,1 % berat CNT dan TiO₂ sebesar 5 % berat pada superkonduktor Bi(Pb)-2223 diketahui menghasilkan fasa 2223, fasa 2212, dan juga fasa pengotor. Namun proses *sintering* berulang mampu mengurangi fasa impuritas, meningkatkan fraksi volume 2223, serta menurunkan fraksi volume 2212. Berdasarkan pengamatan struktur morfologi melalui SEM, penambahan CNT pada superkonduktor Bi(Pb)-2223 membentuk serpihan memanjang dengan ruang porositas yang besar sedangkan penambahan TiO₂ membentuk gumpalan pada struktur morfologi Bi(Pb)-2223. Proses *sintering* berulang mampu memperbaiki struktur morfologi B-CNT dan B-TiO menjadi semakin rapat dan ruang porositas yang semakin kecil.

Kata Kunci: Bi(Pb)-2223, carbon nanotubes, TiO₂, metoda padatan, *sintering* berulang

Abstract

Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} with the addition of carbon nanotubes (CNT) and TiO₂ have been synthesized using solid state reaction method with the repeated sintering process. 0.1 wt % of CNT and 5 wt% of TiO₂ have been added to analyze the effect on the synthesizing of 2223 phases. The superconductors were analyzed using XRD (x-ray diffractometer) and SEM (scanning electron microscopy). Based on the XRD, the addition of CNTs and TiO₂ at this composition results, 2223, 2212, and impurities. However, the repeated sintering process in the B-CNT and B-TiO eliminates the impurities phase thus increasing the volume fraction 2223 and decreasing the volume fraction 2212. Based on morphological structure through SEM observation, the addition of CNT in the Bi(Pb)-2223 formed longer plates with large porosity spaces while the addition of TiO₂ formed clumps on the Bi(Pb)-2223 morphological structure. However, the repeated sintering process improves the morphological structure of B-CNT and B-TiO to become denser and decreases porosity space.

Keywords: Bi(Pb)-2223, carbon nanotubes, TiO₂, solid state method, repeated sintering

1. PENDAHULUAN

Teknologi superkonduktor mulai berkembang pesat sejak ditemukannya HTS (*high*

temperature superconductor) pada tahun 1986. Bahan HTS telah dikembangkan dalam aplikasi teknologi yang bervariasi luas, mulai dari aplikasi piranti elektronik, transmisi daya

berkapasitas besar, peralatan yang menggunakan medan magnet berkekuatan tinggi, sampai dengan berbagai peralatan teknik yang mengandalkan efek levitasi magnetik seperti misalnya SMES (*superconducting magnetic energy storage system*) [1]. BSCCO (*bismuth- stronsium- calcium- cooper oxide*) merupakan salah satu bahan HTS yang ditemukan pada tahun 1988 oleh H. Maeda [2]. Dari penemuan tersebut, teridentifikasi bahwa BSCCO memiliki tiga fasa, yaitu fasa 2201, fasa 2212, dan fasa 2223. Fasa 2223 merupakan fasa yang paling potensial untuk aplikasi dibandingkan dengan fasa-fasa lainnya karena suhu kritisnya tinggi [3].

Sejak ketiga fasa tersebut ditemukan, berbagai penelitian telah dilakukan untuk mengetahui efek penambahan maupun substitusi berbagai elemen pada sistem BSCCO terhadap fase, kerapatan butir, dan morfologi [4]. Penambahan dopan Pb pada BSCCO mengakibatkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda Bi-O. Ini karena kemiripan ukuran ion dan nilai valensi dari atom Pb dengan atom Bi. Sehingga substitusi Pb membantu menstabilkan BSCCO-2223 dan juga meningkatkan fraksi volume pada fasa 2223 [1]. Selain faktor pembentukan fasa BSCCO-2223, kerapatan butir dan tekstur yang tinggi juga merupakan faktor penting untuk menghasilkan superkonduktor BSCCO dengan suhu kritis dan rapat arus yang tinggi [4]. Beberapa tahun terakhir ini, penelitian BSCCO menggunakan penambahan CNT (*carbon nanotube*) karena mampu memperkecil morfologi butir fasa BSCCO yang morfologi tersebut berdampak pada peningkatan nilai rapat arus kritis (J_c) [5]. Hanya saja, Saoudeh, dkk.[3] mendapati penambahan 0,1 %berat CNT pada superkonduktor $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ yang dilakukan *sintering* pada 850 °C selama 20 jam berdampak pada penurunan intensitas fasa 2223 sekaligus penambahan puncak 2212. Penambahan CNT tersebut juga berdampak pada penurunan homogenitas morfologi butir.

Penambahan TiO_2 pada fasa Bi-2223 dan Bi-2212 juga dapat menurunkan ukuran butir [4]. Sementara Grivel, dkk. [6] mendapati penambahan TiO_2 berpengaruh pada perubahan fraksi volume fasa 2223, yakni 95,5%; 97,2%; 93,9%; dan 83,2% untuk urutan penambahan TiO_2 0, 1, 2, 4 %berat. Grivel juga mendapati penambahan 4 %berat TiO_2 menghasilkan sejumlah pengotor terutama SrTiO_3 . Hamid [4]

juga mendapati penambahan TiO_2 mampu mengontrol ukuran butir fasa yang terbentuk.

Beberapa penelitian juga telah membuktikan bahwa komposisi awal, penggerusan berulang, waktu *sintering*, dan suhu *sintering* memiliki pengaruh yang kuat pada pembentukan fasa 2223 [7]. Abbas [8] telah melakukan tiga tahapan *sintering* serta penggerusan berulang pada bahan superkonduktor $\text{Bi}_{2-x}\text{Li}_x\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dengan *sintering* I dan II pada suhu 850 °C selama 50 jam, kemudian *sintering* III pada suhu 830 °C untuk 40 jam, hasil analisis menunjukkan bahwa pemanasan berulang dapat meningkatkan suhu kritis sampai 130 K.

Dalam penelitian ini dilakukan proses *sintering* berulang serta penggerusan berulang pada superkonduktor BPSCCO yang ditambahkan 0,1 %berat CNT dan ditambahkan 5 %berat TiO_2 . Penambahan dan *sintering* berulang dimaksudkan untuk mempelajari pengaruhnya terhadap pembentukan fasa 2223 beserta pengotornya dan pengaruhnya terhadap perbaikan morfologi $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$.

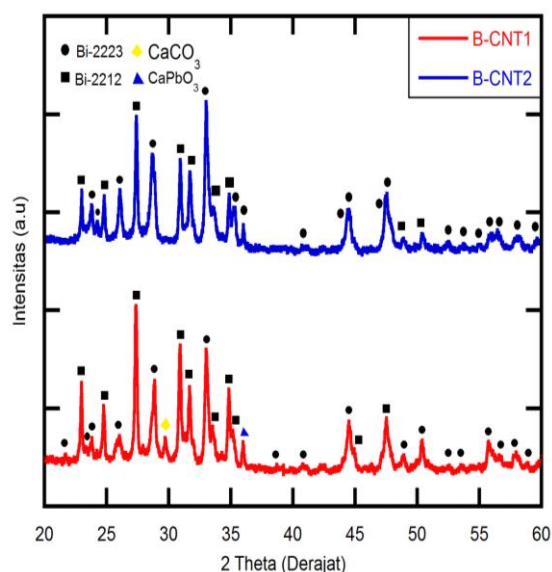
2. PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan-bahan dasar berupa serbuk Bi_2O_3 (98%, Kanto), SrCO_3 (96%, Kanto), CaCO_3 (98,5%, Merck), CuO (99%, Merck), dan PbO_2 (97%, Kanto) ditimbang sesuai perbandingan molar Bi : Pb : Sr : Ca : Cu = 1,6 : 0,4 : 2,0 : 2,0 : 3,0. Pembuatan BPSCCO dilakukan menggunakan metoda padatan dengan mencampurkan semua bahan dengan cara digerus menggunakan mortar agate selama 3 jam. Setelah itu bahan dihidrolisis pada suhu 300 °C selama 8 jam. Kemudian digerus kembali selama 6 jam. Dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 820 °C selama 20 jam. Masing-masing sampel ditambahkan 0,1 %berat serbuk CNT (jenis *multi walled* dengan kemurnian > 99%) dan 5 %berat serbuk TiO_2 (98,5%). Masing - masing digerus selama 20 menit dan dicetak dengan diameter 12 mm dan ketebalan 3 mm, tekanan sekitar 379 MPa. Sehingga didapatkan dua jenis sampel B-CNT dan B-TiO. Angka selanjutnya pada label tersebut menunjukkan pengulangan *sintering*. Pelet superkonduktor dilakukan *sintering* pada suhu 850 °C selama 30 jam dengan kenaikan suhu 5 °C/menit. Kemudian pelet digerus ulang lalu dicetak dan dilakukan *sintering* kembali. Sampel yang telah diproses kemudian dianalisis dengan XRD type *PAN analytical empyrean* dan SEM merk JEOL-6390A.

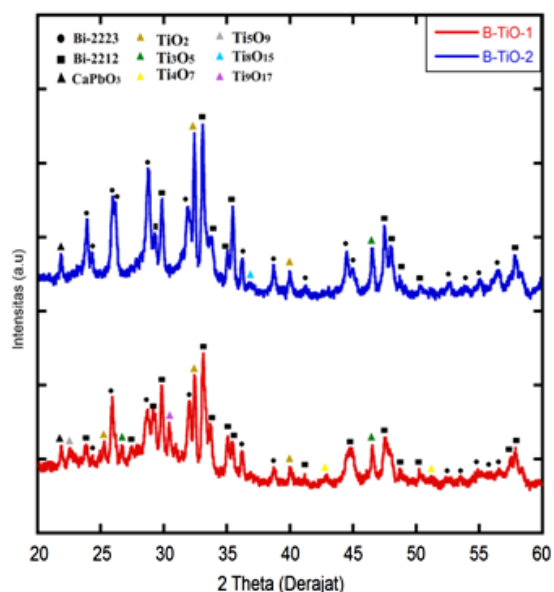
3. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Analisis Fasa Menggunakan XRD

Hasil analisis XRD pada superkonduktor B-CNT dan B-TiO dengan perlakuan *sintering* berulang dapat dilihat pada Gambar 1 dan 2.



Gambar 1. Pola difraksi BPSCCO-2223 +CNT *sintering* 1 kali (B-CNT1) dan *sintering* 2 kali (B-CNT2)



Gambar 2. Pola difraksi BPSCCO+TiO₂ *sintering* 1 kali (Ti-1) dan *sintering* 2 kali (Ti-2)

Pada Gambar 1 dan Gambar 2 menunjukkan bahwa pengulangan *sintering* baik pada B-CNT maupun B-TiO, keduanya menghasilkan fasa 2223 dan 2212, serta *sintering* berulang mampu mengurangi fasa-fasa pengotor. Gambar 1 B-CNT1 menunjukkan fasa yang terbentuk adalah fasa 2223 dan fasa 2212. Sementara fasa impuritiesnya adalah CaCO₃ dan CaPbO₃. Fasa

impuritas ini terbentuk akibat adanya dekomposisi pada bahan dasar pembentuk BPSCCO yang belum bereaksi sempurna [9]. Sedangkan pada superkonduktor B-CNT2, menunjukkan *sintering* berulang mampu menyempurnakan reaksi sehingga fasa impuritas tersebut bertransformasi menjadi fasa BPSCCO.

Gambar 2 menunjukkan sampel B-TiO-1 membentuk berbagai fasa impuritas, yakni CaPbO₃, Ti₃O₅, Ti₄O₇, Ti₅O₉, Ti₈O₁₅ dan Ti₉O₁₇. Sementara pada sampel B-TiO-2 sejumlah impuritas menghilang hingga tersisa CaPbO₃, TiO₂, Ti₃O₅, dan Ti₈O₁₅. Gambar 1 dan 2 mengkonfirmasi bahwa *sintering* berulang pada B-CNT maupun B-TiO memberikan pengaruh hasil yang baik, yakni peningkatan kemurnian fasa superkonduktor Bi(Pb)-2223 yang dapat dilihat melalui nilai fraksi volume perbandingan fasa 2223 dan fasa 2212 pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan fraksi volume BPSCCO +CNT dan BPSCCO+TiO₂ fasa 2223 dan fasa 2212

| No | Material | Proses <i>Sintering</i> (850 °C, 30 jam) | Fraksi Volume (%) | |
|----|-----------------------------|------------------------------------------|-------------------|---------|
| | | | Bi-2223 | Bi-2212 |
| 1 | BPSCCO+ CNT | 1 kali | 40 | 60 |
| 2 | BPSCCO+ CNT | 2 kali | 65 | 35 |
| 3 | BPSCCO+ TiO ₂ | 1 kali | 33 | 67 |
| 4 | BPSCCO+ TiO ₂ | 2 kali | 62 | 38 |

Gambar 1 menunjukkan fasa pengotor berasal dari bahan baku BPSCCO. Fasa puncak CNT yang merupakan bahan tambahan pada material tidak terdeteksi karena CNT yang bersifat amorf [10]. Gambar 2 menunjukkan bahwa tambahan TiO₂ turut terlibat dalam mekanisme reaksi dan menghasilkan berbagai jenis oksida Ti. Didin dkk. [11] menjelaskan bahwa keberadaan impuritas Ti mengakibatkan pertumbuhan fasa 2223 terhambat. Berdasarkan analisis fasa yang dilakukan menggunakan *MATCH*, struktur kristal pada material BPSCCO dengan penambahan 0,1 % berat CNT dan 5 % berat TiO₂ ialah orthorombik.

Fraksi volume superkonduktor BPSCCO dengan penambahan CNT dan TiO₂ antara fasa 2223 dan fasa 2212 dapat diketahui melalui persamaan 1 dan 2 di bawah ini.

$$Bi - 2223 (\%) = \frac{\sum I_{2223}}{\sum I_{2223} + \sum I_{2212}} \times 100\%$$

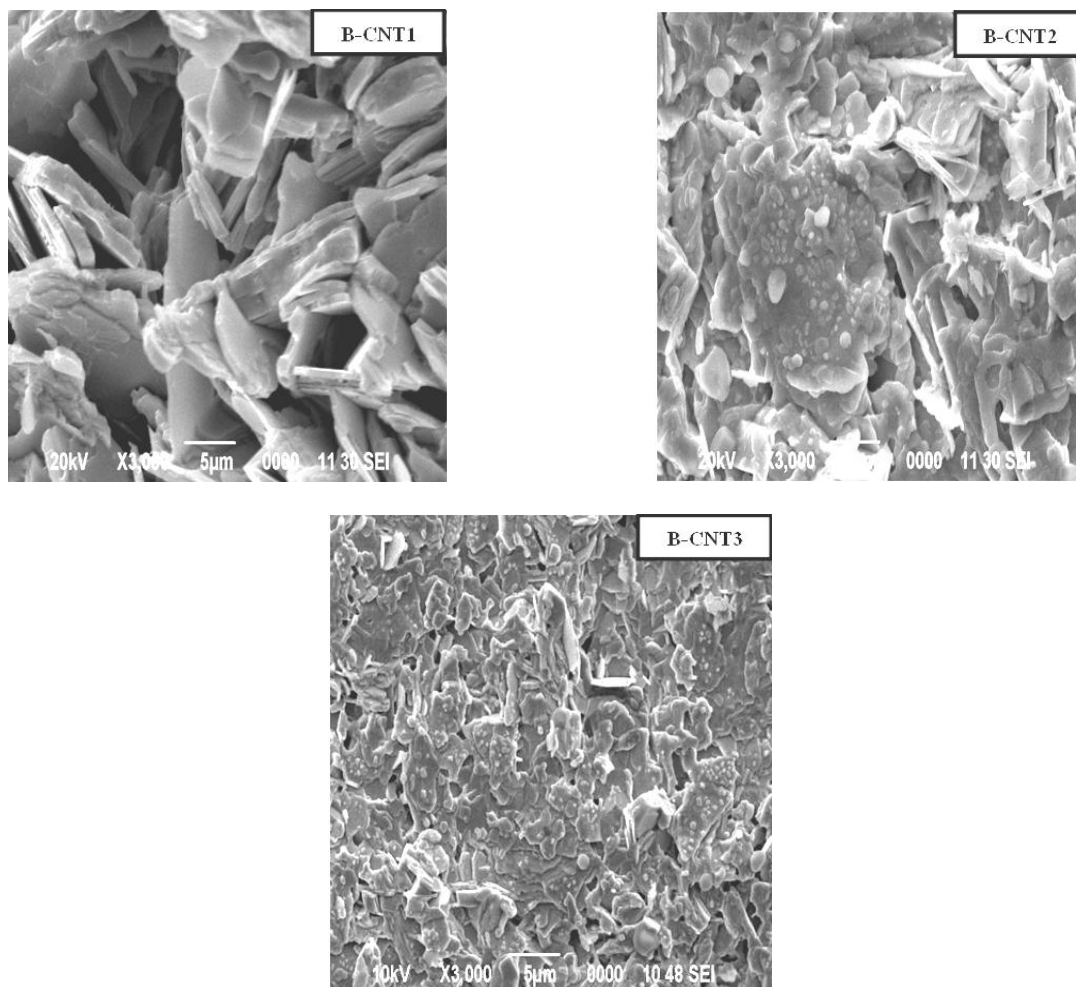
$$Bi - 2212 (\%) = \frac{\sum I_{2212}}{\sum I_{2223} + \sum I_{2212}} \times 100\%$$

3.2 Analisis Morfologi Menggunakan SEM

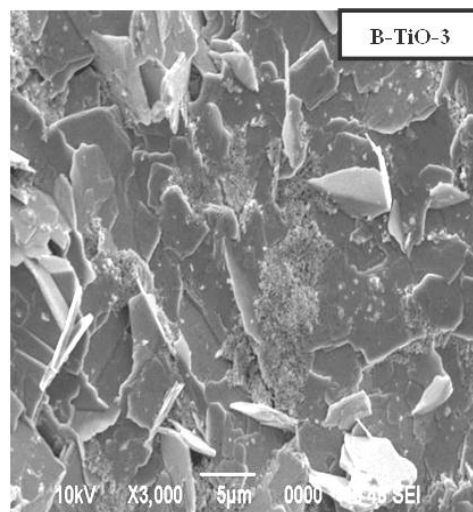
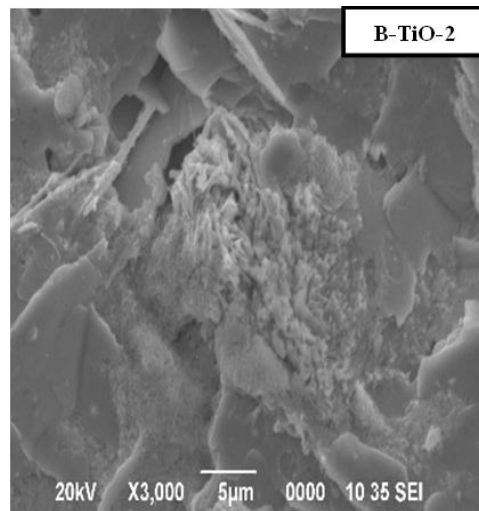
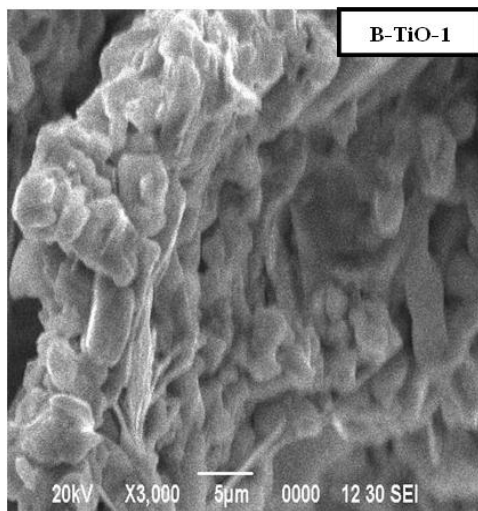
Hasil morfologi permukaan material superkonduktor B-CNT dan B-TiO dengan perlakuan *sintering* berulang dapat dilihat pada Gambar 3 dan Gambar 4. Gambar 3 memperlihatkan morfologi permukaan material superkonduktor BPSCCO untuk B-CNT1 yang terdistribusi secara acak berbentuk serpihan memanjang yang belum menyatu dan memiliki ruang porositas yang besar [3]. Pada B-CNT2 struktur berubah seperti bentuk lelehan [12] yang mulai memadat dan porositas yang terbentuk juga semakin kecil. Pada B-CNT3 menunjukkan perubahan morfologi yang semakin bagus ditandai dengan struktur permukaan semakin memadat dan porositas yang semakin kecil. Struktur morfologi berubah diperkirakan karena proses penggerusan

berulang dan proses *sintering* berulang. Pada saat proses *sintering* berlangsung terjadi difusi kristal melewati batas butir (*grain boundaries*) dan perluasan area singgungan antar kristal sehingga akan memperbesar ukuran butir dan terjadi proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir. Proses difusi atom-atom terjadi dan menghasilkan penyusutan material yang diiringi dengan pengurangan porositas [13].

Gambar 4 memperlihatkan morfologi B-TiO-1 berupa butiran kecil berlapis dan membentuk gumpalan-gumpalan. Penurunan rata-rata ukuran butir juga akibat adanya penambahan serbuk TiO_2 [4]. Porositas pada B-TiO-1 terlihat sedikit dengan ruang kosong yang cukup besar sedangkan pada B-TiO-2 dan B-TiO-3 butiran terdistribusi lebih stabil dengan porositas dan gumpalan yang semakin sedikit akibat proses *sintering* berulang. Namun struktur morfologi Bi(Pb)-2223 dengan penambahan TiO_2 terlihat lebih rapat dibandingkan dengan penambahan CNT.



Gambar 3. Hasil uji SEM untuk BPSCCO+CNT *sintering* 1 kali (B-CNT1), BPSCCO+CNT *sintering* 2 kali (B-CNT2), BPSCCO+CNT *sintering* 3 kali (B-CNT3)



Gambar 4. Hasil uji SEM untuk BPSCCO+TiO *sintering* 1 kali (B-TiO-1), BPSCCO+TiO *sintering* 2 kali (B-TiO-2), BPSCCO+TiO *sintering* 3 kali (B-TiO-3)

4. KESIMPULAN

Dari hasil pembuatan bahan superkonduktor $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dengan penambahan CNT sebesar 0,1 % berat dan TiO_2 sebesar 5 % berat menggunakan metoda padatan dan proses *sintering* berulang maka dapat disimpulkan bahwa dari hasil analisis XRD menunjukkan BPSCCO yang mendapat penambahan TiO_2 menghasilkan berbagai impuritas yang lebih banyak jenisnya daripada yang mendapat penambahan CNT. Namun proses *sintering* berulang pada B-CNT dan B-TiO menghilangkan fasa impuritas sehingga meningkatkan fraksi volume 2223 serta menurunkan fraksi volume 2212. Berdasarkan pengamatan struktur morfologi melalui SEM, penambahan CNT pada Bi(Pb)-2223 membentuk serpihan memanjang dengan ruang porositas yang besar sedangkan penambahan TiO_2 membentuk gumpalan. Namun proses

sintering berulang memperbaiki struktur morfologi B-CNT dan B-TiO menjadi semakin rapat dan ruang porositas yang semakin kecil.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) yang telah mendanai penelitian ini melalui Program Unggulan LIPI tahun 2017.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. Amani, "Xrd Analysis of Bi-2212 superconductors: Prepared by the self-flux method," *J. Natural*, vol. 13, no. 1, pp. 23-27, 2013.
- [2] H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutomi dan T. Asano, "A new high-Tc oxide superconductor without a rare earth element," *Japanesse J. App. Phys*, vol. 27, no.2, pp. L209-L210, 1988.

- [3] A. Saoudeh, A. Amira, Y. Boudjadja, N. Mahamdioua, L. Amirouche, A. Varilci, S. P. Altintas, dan C. Terzioglu, "Study of the thermo-magnetic fluctuations in carbon nano-tubes added Bi-2223 superconductors," *Phys. B Condens. Matter*, vol. 429, pp. 33-37, 2013.
- [4] N. A. Hamid dan R. Abd-Shukor, "Effects of TiO₂ addition on the superconducting properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O system," *J. Material Sci*, vol. 35, pp. 2325-2329, 2000.
- [5] D. H. Galvan, A. Duran, F. F. Castillon, E. Adem, R. Escudero, D. Ferrer, A. Torres, dan M. José - Yacamán, "Enhancement of the current density J_c for Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ by means of carbon and NbSe₂ nanotubes," *J. Supercond. Nov. Magn.*, vol. 21, no. 5, pp. 271-277, 2008.
- [6] J. C. Grivel, A. Jeremie, dan R. Fliikiger, "The influence of TiO₂ additions on the formation and the superconducting properties of the (Bi, Pb) 2Sr₂Ca₂Cu₃O_{10-y} phase," *Supercond. Sci. Technol*, vol. 8, pp 41-48, 1995.
- [7] A. Maqsood, "Synthesis and thermophysical characterization of Bismuth based high-T_c superconductors," *Book Intechopen*, pp. 249-262, 2010.
- [8] M. M. Abbas, S. F. Oboudi, dan N. Q. Raoof, "Investigating the preparation conditions on superconducting properties of Bi_{2-x}LixPb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ}," *Mater. Sci. Appl.*, vol. 6, no. 4, pp. 310-321, 2015.
- [9] N. Darsono, A. Imaduddin, K. Raju, dan D. H. Yoon, "Synthesis and characterization of Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca₂Cu₃O₇ superconducting oxide by high-energy milling," *J. Supercond. Nov. Magn.*, vol. 28, no. 8, pp. 2259-2266, 2015.
- [10] L. Amirani, "Sintesis superkonduktor MgB₂ dengan penambahan carbon nanotube menggunakan metoda powder in tube," Skripsi, Universitas Sumatera Utara, 2016.
- [11] D. S. Winatapura, M. P. Yustus, A. A. Wisnu, Deswita, dan E. Sukirman, "Sifat listrik superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7-x} hasil proses pelelehan dengan dopant Ti," *Majalah Metalurgi*, vol. 27, no. 1, pp. 35-42, 2012.
- [12] N. H. Mohammed, "Optimizing the preparation conditions of Bi-2223 superconducting phase using PbO and PbO₂," *Mater. Sci. Appl.*, vol. 3, no. 4, pp. 224-233, 2012.
- [13] Lusiana, "Proses Pembuatan Material Superkonduktor BSCCO dengan Metoda Padatan," *Majalah Metalurgi*, vol. 29, no. 1, pp. 73-82, 2014.

INDEKS PENULIS

A

Ade Mulyawan, 104
Agung Imaduddin, 119
Annisa Siti Apriani, 113
Ayu Septriana, 97
Azhar, 97

B

Bintoro Siswayanti, 119

D

Dewa Nyoman Adnyana, 125

E

Efendi Mabruri, 113

F

Fauzan Amri, 119

M

Mochamad Syaiful Anwar, 113
Mukti Hamjah Harahap, 119

N

Nurul Suhada, 119

R

Rizki Syahfina, 119

S

Sigit Dwi Yudanto, 119

W

Widi Astuti, 97
Wisnu Ari Adi, 104

Y

Yunasfi, 104

INDEKS KATA

A

Austenisasi, 113

B

Baja tahan karat martensitik 13Cr, 113

Bi(Pb)-2223, 119

C

Carbon nanotubes, 119

D

Densitas, 97

F

Fly ash, 97

K

Kaustik sodium (Na), 125

Kekerasan, 113

Ketahanan aus, 113

Komposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4\text{-NdFeO}_3$, 104

Konduktivitas termal, 97

Kuat tekan, 97

M

Metoda padatan, 119

P

Pengujian metalurgi, 125

Penyerap gelombang elektromagnetik, 104

Pipa penukar panas lanjut, 125

Porositas, 97

R

Refraktori, 97

Retak korosi tegangan, 125

S

Sifat magnet, 104

Sintering berulang, 119

Sudu turbin uap, 113

T

Tekanan, 97

Tempering, 113

TiO_2 , 119

W

Waktu milling, 104



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 form pernyataan bahwa naskah tersebut belum pernah diterbitkan atau tidak sedang menunggu penerbitannya dalam media tertulis manapun.
2. Penulis diminta mencantumkan nama tanpa gelar (nama ditulis panjang, tidak disingkat), 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 meminimalisir penggunaan bahasa asing.
5. Isi naskah terdiri dari Judul Naskah, Nama Penulis (ditulis panjang, tidak disingkat) dan Institusi beserta email, Intisari/Abstract, Pendahuluan, Prosedur Percobaan, Hasil Percobaan, Pembahasan, Kesimpulan, Daftar Pustaka, dan Ucapan Terimakasih. Pakailah bahasa yang baik dan benar, singkat tapi jelas, rapi, tepat dan informatif serta mudah dicerna/dimengerti. Sub-sub judul ditulis dengan huruf kapital pada setiap awal kata (TNR font 11 **Bold**), misalnya :
 - 1. PENDAHULUAN (SMALL CAPS)**
 - 1.1 Perangkat Lunak (TNR)**
 - 2. 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/keyword s ditulis tebal.



Keywords : kata kunci terdiri dari 3 sampai 4 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 10 dengan spasi 1. Akhir keterangan tabel dan gambar tidak diberi tanda titik. Untuk Tabel dan Gambar dalam bentuk grafik tidak dalam bentuk pdf.
Contoh : Tabel 1. Harga kekerasan baja SS 316L
 - Penulisan keterangan gambar ditulis di bawah gambar, rata kiri dengan TNR 10 jarak 1 spasi, format "*in line with text*". Akhir keterangan tidak diberi tanda titik.
Contoh : Gambar 1. Strukturmikro 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



METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

PUSAT PENELITIAN METALURGI DAN MATERIAL - LIPI

www.ejurnalmaterialmetalurgi.com

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 sesuai urutan.
 - Angka kutipan ditulis sebelum tanda akhir kalimat dengan spasi, dengan tanda kurung siku dan tidak ditebalkan.
 - Jika menyebut nama, maka angka kutipan langsung dibubuhkan setelah nama tersebut, dan tidak perlu memakai catatan kaki.
 - Urutan dalam Daftar Pustaka ditulis sesuai dengan nomor urut kutipan dalam naskah.
13. Pustaka berjumlah minimal 10 buah dengan tingkat kebaruan 5 (lima) tahun terakhir dari naskah yang diajukan.
14. 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 :

Electronic Documents

E-books

- [1] L. Bass, P. Clements, and R. Kazman, Software Architecture in Practice, 2nd ed. Reading, MA: Addison Wesley, 2003. [E-book] Available: Safari e-book.

Article in Online Encyclopedia

- [2] D. Ince, "Acoustic coupler," in A Dictionary of the Internet. Oxford University Press, [online document], 2001. Available: Oxford Reference Online, <http://www.oxfordreference.com> [Accessed: May 24, 2007].

Journal Article Abstract (accessed from online database)

- [1] M. T. Kimour and D. Meslati, "Deriving objects from use cases in real-time embedded systems," Information and Software Technology, vol. 47, no. 8, p. 533, June 2005. [Abstract]. Available: ProQuest, <http://www.umi.com/proquest/>. [Accessed November 12, 2007].



Journal Article in Scholarly Journal (published free of charge on the Internet)

- [2] A. Altun, "Understanding hypertext in the context of reading on the web: Language learners' experience," *Current Issues in Education*, vol. 6, no. 12, July, 2005. [Online serial]. Available: <http://cie.ed.asu.edu/volume6/number12/>. [Accessed Dec. 2, 2007].

Newspaper Article from the Internet

- [3] C. Wilson-Clark, "Computers ranked as key literacy," *The Atlanta Journal Constitution*, para. 3, March 29, 2007. [Online], Available: <http://www.thewest.com.au>. [Accessed Sept. 18, 2007].

Internet Documents

Professional Internet Site

- [1] European Telecommunications Standards Institute, "Digital Video Broadcasting (DVB): Implementation guide for DVB terrestrial services; transmission aspects," European Telecommunications Standards Institute, ETSI-TR-101, 2007. [Online]. Available: <http://www.etsi.org>. [Accessed: Nov. 12, 2007].

General Internet Site

- [2] J. Gerald, "Sega Ends Production of Dreamcast," *vnunet.com*, para. 2, Jan. 31, 2007. [Online]. Available: <http://nli.vnunet.com/news/1116995>. [Accessed Sept. 12, 2007].

Personal Internet Site

- [3] G. Sussman, "Home Page-Dr. Gerald Sussman," July, 2002. [Online]. Available: <http://www.comm.edu.faculty/sussman/sussmanpage.htm>. [Accessed Nov. 14, 2007].

Email

- [4] J. Aston. "RE: new location, okay?" Personal email (July 3, 2007).

Internet Newsgroup

- [5] G. G. Gavin, "Climbing and limb torsion #3387," *USENET: sci.climb.torsion*, August 19, 2007. [Accessed December 4, 2007].

Books

Single Author

- [1] W. K. Chen, *Linear Networks and Systems*. Belmont, CA: Wadsworth Press, 2003.



Edited Book

- [2] J. L. Spudich and B. H. Satir, Eds., *Sensory Receptors and Signal Transduction*. New York: Wiley-Liss, 2001.

Selection in an Edited Book

- [3] E. D. Lipson and B. D. Horwitz, "Photosensory reception and transduction," in *Sensory Receptors and Signal Transduction*, J. L. Spudich and B. H. Satir, Eds. New York: Wiley-Liss, 2001, pp-1-64.

Three or More Authors

- [4] R. Hayes, G. Pisano, and S. Wheelwright, *Operations, Strategy, and Technical Knowledge*. Hoboken, NJ: Wiley, 2007.

Book by an Institutional or Organizational Author

- [5] Council of Biology Editors, *Scientific Style and Format: The CBE Manual for Authors, Editors, and Publishers*, 6th ed., Chicago: Cambridge University Press, 2006.

Patent/Standard

- [9] K. Kimura and A. Lipeles, "Fuzzy controller component," U. S. Patent 14, 860,040, 14 Dec., 2006.

Paper Published in Conference Proceedings

- [12] J. Smith, R. Jones, and K. Trello, "Adaptive filtering in data communications with self improved error reference," In *Proc. IEEE International Conference on Wireless Communications '04*, 2004, pp. 65-68.

Papers Presented at Conferences (unpublished)

- [13] H. A. Nimr, "Defuzzification of the outputs of fuzzy controllers," presented at 5th International Conference on Fuzzy Systems, Cairo, Egypt, 2006.

Thesis or Dissertation (unpublished)

- [14] H. Zhang, "Delay-insensitive networks," M. S. thesis, University of Chicago, Chicago, IL, 2007.

Article in Encyclopedia, Signed

- [15] O. Singh, "Computer graphics," in *McGraw-Hill Encyclopedia of Science and Technology*, New York: McGraw-Hill, 2007, pp. 279-291.



Journal Articles

Article in Journal (paginated by annual volume)

- [8] K. A. Nelson, R. J. Davis, D. R. Lutz, and W. Smith, "Optical generation of tunable ultrasonic waves," *Journal of Applied Physics*, vol. 53, no. 2, Feb., pp. 1144-1149, 2002.

Article in Professional Journal (paginated by issue)

- [9] J. Attapangittya, "Social studies in gibberish," *Quarterly Review of Doublespeak*, vol. 20, no. 1, pp. 9-10, 2003.

Article in Monthly or Bimonthly Periodical

- [10] J. Fallows, "Networking technology," *Atlantic Monthly*, Jul., pp. 34-36, 2007.

Article in Daily, Weekly, or Biweekly Newspaper or Magazine

- [11] B. Metcalfe, "The numbers show how slowly the Internet runs today," *Infoworld*, 30 Sep., p. 34, 2006.

15. Ucapan terimakasih yang menunjukkan pendanaan penelitian dan apresiasi **WAJIB DICANTUMKAN** dan ditulis dengan huruf kapital TNR font 12 dan ditebalkan. Isi dari ucapan terimakasih ditulis dengan TNR 11 dan spasi 1.
16. Naskah yang dinilai kurang tepat untuk dimuat di dalam majalah akan dikirim kembali kepada penulis. Saran-saran akan diberikan apabila ketidak tepatan tersebut hanya disebabkan oleh format atau cara penyajian.
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 naskah penulis utama tersebut ditempatkan pada penulis kedua.

Tangerang Selatan, Juli 2017

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://ejournalmaterialmetalurgi.com/index.php/metalurgi/about/submissions#authorGuidelines>. Penulis diperbolehkan untuk memodifikasi panduan ini untuk tujuan penyerahan naskah.

2. TATA KELOLA NASKAH

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

A. Perangkat Lunak Word

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

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

B. Format Penulisan

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

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

C. Heading Section

Heading section dibuat 4 tingkatan. Level 5 tidak diperkenankan.

1. Kepala Seksi 1

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

2. Heading Level 2

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

3. Heading Level 3

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

1. Heading level 4

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

2. Heading Level 5

Level 5 tidak diperkenankan.

3. STRUKTUR PENULISAN

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

D. Judul

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

E. Intisari

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

F. Kata Kunci

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

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

G. Pendahuluan

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

H. Prosedur Percobaan

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

I. Hasil dan Diskusi

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

J. Kesimpulan

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

K. Ucapan Terima Kasih

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

4. PERSIAPAN NASKAH

L. Gambar

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

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

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

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

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

Tabel 1. Table Caption

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

^afootnote^bfootnote

N. Rumus, Persamaan Matematika dan Reaksi Kimia

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

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

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

O. Pembuatan Daftar Pustaka

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

Diharapkan tidak membuat kotak pada gambar dikecualikan untuk grafik.

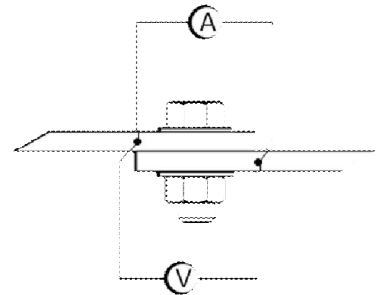


Figure 1. Figure caption

M. Tabel

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

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

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

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

Tiga jenis informasi yang dibutuhkan untuk melengkapi daftar pustaka

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

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

P. Header, Footer, and Hyperlink

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

REFERENCES (STANDARD IEEE)

- [1] J. W. Park, D. H. Kwak, S. H. Yoon, and S. C. Choi, "Thermoelectric properties of Bi, Nb co-substituted CaMnO_3 at high temperature," *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 550–555, 2009.
- [2] F. P. Zhang, Q. M. Lu, X. Zhang, and J. X. Zhang, "First principle investigation of electronic structure of CaMnO_3 thermoelectric compound oxide," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 2, pp. 542–545, 2011.
- [3] J. W. Fergus, "Oxide materials for high temperature thermoelectric energy conversion," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 3, pp. 525–540, 2012.
- [4] D. Prakash, R. D. Purohit, M. Syambabu, and P. K. Sinha, "Development of High Temperature Thermoelectric Materials and Fabrication of Devices," no. 320, pp. 17–25, 2011.
- [5] P. Phaga, a. Vora-Ud, and T. Seetawan, "Invention of Low Cost Thermoelectric Generators," *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 1050–1053, 2012.
- [6] K. R. Poepelmeier, M. E. Leonowicz, J. C. Scanlon, J. M. Longo, and W. B. Yelon, "Structure determination of CaMnO_3 and $\text{CaMnO}_{2.5}$ by X-ray and

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

5. KESIMPULAN

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

UCAPAN TERIMA KASIH

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

- neutron methods," *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, "High-temperature phase transition of $\text{CaMnO}_{3-\delta}$," *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.
- [8] N. Pandey, "Studies on dielectric behaviour of an oxygen ion conducting ceramic - CaMnO_3 ," *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, vol. 15, no. April, pp. 191–195, 2008.
- [9] H. . and J. M. L. Horowitz, "PHASE RELATIONS IN THE Ca-Mn-O SYSTEM," *Mat. Res. Bull.*, vol. 13, pp. 1359–1369, 1978.
- [11] W. R. R. and a. M. B. Brezny, "ACTIVITY-COMPOSITION RELATIONS IN 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 CaMnO_3 DENGAN DIFRAKSI NEUTRON," *J. Sains Mater. Indones.*, pp. 202–205, 2006.

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

↑Jika memungkinkan kolom dibuat sama ↑