



P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 34 Nomor 1, APRIL 2019

AKREDITASI JURNAL ILMIAH NO. 21/E/KPT/2018

Karakteristik Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Total Knee Joint dari Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N Hasil Pengerjaan Panas

Pengaruh Kecepatan Pengelasan terhadap Sifat Mekanik Sambungan Paduan 5052-H32 pada Proses Friction Stir Welding

Failure of a Heat Exchanger Return Bend Due to Long-Term Localized Overheating

Deposisi Lapisan Fe-Si-Al-Mg pada Carbon Steel dengan Teknik Pemaduan Mekanik

Pemanfaatan Limbah Industri Baja: Peleburan Mill Scale Menggunakan Submerged Arc Furnace

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia



METALURGI

VOLUME 34 NOMOR 1, APRIL 2019
P-ISSN 0126-3188
E-ISSN 2443-3926

AKREDITASI : SK No. 3/E/KPT/2019

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 :

Nadia Natasha, M.Si

Arif Nurhakim, M.A

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, 15314

Telp: (021) 7560911

E-mail:

ejurnal.material.metalurgi@gmail.com

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

Pengantar Redaksi.....iii

Abstrak.....v

**Karakteristik Sifat Mekanik dan Struktur
Mikro Total Knee Joint dari Paduan Co-26Cr-
6Mo-0,18N Hasil Pengerjaan panas**

I Nyoman Gede Putrayasa Astawa, dkk.....1-8

**Pengaruh Kecepatan Pengelasan terhadap Sifat
Mekanik Sambungan Aluminium Paduan 5052
pada Proses Friction Stir Welding**

Tarmizi, dkk9-18

**Failure of Heat Exchanger Return Bend Due to
Long-Term Localized Overheating**

Dewa Nyoman Adnyana.....19-30

**Deposisi Lapisan Fe-Si-Al-Mg pada Baja Karbon
dengan Teknik Pemasukan Mekanik**

Lusita, dkk.....31-36

**Pemanfaatan Limbah Industri Baja Sebagai
Bahan Baku Pembuatan Logam Pig Iron :
Peleburan Mill Scale Menggunakan Submerged
Arc Furnace**

Fajar Nurjaman, dkk.....37-48

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Puji syukur Majalah Metalurgi Volume 34 Nomor 1, April 2019 kali ini dapat menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama merupakan hasil kegiatan penelitian yang disampaikan oleh I Nyoman Gede Putrayasa Astawa mengenai Karakteristik Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Total Knee Joint dari Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N Hasil Pengerjaan Panas. Tulisan selanjutnya adalah hasil penelitian Tarmizi dan kawan-kawan tentang Pengaruh Kecepatan Pengelasan terhadap Sifat Mekanik Sambungan Aluminium Paduan 5052-H32 pada Proses *Friction Stir Welding*. Tulisan selanjutnya oleh Dewa Nyoman Adnyana tentang *Failure of Heat Exchanger Return Band Due to Long-Term Localized Overheating*. Kemudian, Lusita dan kawan-kawan menulis tentang Deposisi Lapisan Fe-Si-Al-Mg pada Baja Karbon dengan Teknik Pemaduan Mekanik. Selanjutnya Fajar Nurjaman dan kawan kawan mempublikasikan hasil penelitiannya mengenai Pemanfaatan Limbah Industri Baja Sebagai Bahan Baku Pembuatan Logam *Pig Iron* : Peleburan *Mill Scale* Menggunakan *Submerge Arc Furnace*.

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

REDAKSI

METALURGI (Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188

Vol 34 No. 1 April 2019

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

UDC (OXDCF) 621.34

I Nyoman Gede Putrayasa A^a, Ika Kartika^a, Fendy Rokhmanto^a, Ibrahim Purawardi^a, Jessica Natalia^b, Ali Alhamidi^b
(^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI, ^bTeknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa)

Karakteristik Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Total Knee Joint dari Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N Hasil Pengerjaan Panas

Metalurgi, Vol. 34 No. 1 April 2019

Material paduan yang digunakan untuk penggantian implan pada lutut memerlukan sifat mekanis yang baik seperti ketahanan aus, kekuatan dan ketangguhan yang tinggi. Hal ini dikarenakan lutut merupakan bagian yang vital dimana bagian ini sering mengalami beban dinamis, sehingga harus memiliki kekerasan dan kekuatan yang tinggi untuk menahan beban dari berat badan manusia. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui karakteristik struktur mikro yang terbentuk dan nilai kekerasan pada paduan Co-Cr-Mo yang mengandung presipitat untuk digunakan sebagai material paduan dari *total knee joint*. Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N dan Co-26Cr-6Mo dalam bentuk *as-cast* dihomogenisasi pada temperatur 1200 °C selama 12 jam, setelah itu dilakukan *hot rolling* pada temperatur 1200 °C dengan waktu tahan 90 menit dan persen reduksi sebesar 50%, diakhiri pendinginan dengan variasi media pendingin air es, air dan udara. Pengujian kekerasan, XRD (*x-ray diffraction*), pengamatan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) dilakukan untuk mengetahui karakteristik struktur mikro dan kekerasan paduan setelah proses dilakukan. Hasil studi menunjukkan nilai kekerasan paling tinggi diperoleh dengan media pendingin air es yaitu 51 HRC dan 61,8 HRC, sementara nilai kekerasan terendah diperoleh pada proses pendinginan dengan udara sebesar 42,9 HRC dan 49,9 HRC. Presipitat $M_{23}X_6$ yang terbentuk meningkatkan kekerasan paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. Presipitat $M_{23}X_6$ yang terbentuk dapat ditekan dengan cara menambahkan unsur N.

Kata Kunci: Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N, paduan Co-26Cr-6Mo, presipitat $M_{23}X_6$

The Characteristics of Mechanical Properties and Microstructures on Hot-treated Co-26Cr-6Mo-0.18N Alloys for Total Knee Joint Application

Replacement of implant material on knee bones requires some mechanical properties that match with human bones such as wear resistance, high strength, and toughness. The knee joint is a vital part where this part often has a dynamic load, so it needs high hardness and strength to bear the burden of the human body weight. This research aim is to investigate the characteristic of the microstructure and the hardness of Co-Cr-Mo alloy, which consist of precipitates for total knee joint application. As-cast Co-26Cr-6Mo-0.18N and Co-26Cr-6Mo were homogenized at 1200°C for 12 hours, followed by hot rolling at 1200°C (90 minutes) and a 50 percent reduction, and then cooling with a variety of cooling media such as ice water, water, and air. After that, several tests were performed to find out the changes in the microstructure and the resulting hardness values through hardness testing, XRD, SEM-EDS observation, and optical microscopy. The results showed that the highest hardness (51 HRC and 61.8 HRC) is obtained when cold-water quenching applied. However, the lowest hardness (42.9 HRC and 49.9 HRC) is conducted using air cooling (aging). The appearance of $M_{23}X_6$ precipitates increases the hardness of Co-26Cr-6Mo-0.18N alloy. Its precipitates can be decreased by adding N.

Keywords: Co-26Cr-6Mo-0.18N alloy, Co-26Cr-6Mo alloy, $M_{23}X_6$ precipitates

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188

Vol 34 No. 1 April 2019

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

UDC (OXDCF) 620.112

Tarmizi^a, Robi Farid Abdurachman Wahid^b, Irfan^a (^aBalai Besar Logam dan Mesin-Kemenperin, ^bJurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Jenderal Achmad Yani)

Pengaruh Kecepatan Pengelasan terhadap Sifat Mekanik Sambungan Aluminium Paduan 5052 pada Proses Friction Stir Welding

Metalurgi, Vol 34 No. 1 April 2019

Salah satu penyebab terjadinya cacat pada las aduk gesek adalah kecepatan pengelasan yang kurang tepat yang akan menyebabkan timbulnya cacat pada sambungan logam. Penelitian las aduk gesek dengan variasi kecepatan pengelasan ini dilakukan untuk mengatasi permasalahan tersebut. Penelitian ini dilakukan menggunakan material pelat aluminium 5052-H32 dengan tebal 10 mm dan putaran perkakas konstan 1500 rpm. Pada penelitian ini menunjukkan bahwa penggunaan kecepatan pengelasan 38, 64, dan 83 (mm/min) dengan tool silinder ulir *counter* searah jarum jam menghasilkan cacat *tunnel* yang cukup besar sepanjang garis sambung sedangkan pada penggunaan perkakas silinder ulir *counter* searah jarum jam dengan kecepatan pengelasan 22 mm/min menghasilkan sambungan dengan cacat yang lebih kecil sepanjang garis sambungan. Seluruh percobaan menghasilkan cacat *flash* dan masih bisa diterima sesuai standar AWS D17.3. Secara kualitatif semakin tinggi kecepatan pengelasan maka cacat yang dihasilkan semakin besar.

Kata Kunci: Al₂O₃, las aduk gesek, kecepatan pengelasan, perkakas, aluminium 5052-H32

Effect of Welding Speed to Mechanical Properties on Friction Stir Welding of Aluminum 5052-H32

One of the causes of FSW (friction stir welding) defects is improper welding speed, which will cause void defects in metal joints. FSW research with welding speed variations is done to overcome these problems. This study was conducted using aluminum plate 5052-H32 with a thickness of 10 mm and a constant tool rotation of 1500 rpm. In the current research show that the use of welding speed 38, 64, and 83 (mm / min) with clockwise threaded cylinder tool produce a large tunnel defect along the joint line. In the use of the counterclockwise threaded cylinder tool with welding speed 22 mm/min resulted in connection with smaller voids along the joint line. All experimental results produce flash defects, which are still in AWS D17.3 standards. Increasing welding speed qualitatively provide more significant defect.

Keywords: Al₂O₃, friction stir welding, welding speed, tool, aluminum 5052-H32

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188

Vol 34 No. 1 April 2019

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

UDC (OXDCF) 546.3

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

Kerusakan pada Pipa Belokan U Alat Penukar Kalor akibat Panas Berlebih secara Lokal dalam Jangka Panjang

Metalurgi, Vol 34 No. 1 April 2019

Tulisan ini menyajikan penelitian yang dilakukan pada sebuah belokan pipa U (*return bend*) pada sebuah alat penukar kalor yang mengalami kerusakan (pecah) setelah beroperasi hanya dalam waktu 2,5 tahun. Alat penukar kalor tersebut digunakan untuk memindahkan panas dari gas panas hasil pembakaran pada sisi bejana/tabung ke dalam bahan baku minyak (*feedstock oil*) pada sisi pipa. Material belokan pipa U tersebut dibuat dari baja karbon dengan standar ASTM A-234 Gr.WPB, memiliki diameter 2 inch dan tebal SCH 80. Penelitian berupa observasi dan pengujian metalurgi dilaksanakan dengan menyiapkan sejumlah sampel material dari belokan pipa U, baik yang sudah pecah maupun yang tidak pecah. Pengujian yang dilakukan meliputi uji visual dan makro, analisa kimia, uji metalografi, uji kekerasan dengan metoda Vickers dan SEM (*scanning electron microscopy*) - EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil pengujian metalurgi menunjukkan bahwa pipa belokan U yang pecah mengalami kerusakan akibat beban berlebih yang dipengaruhi oleh *local hot spot* atau panas berlebih secara lokal dalam jangka panjang (*long-term localized overheating*). Akibatnya, tegangan yang bekerja pada dinding belokan pipa U mengalami peningkatan yang sangat signifikan sehingga pada akhirnya tekanan operasi yang terjadi pada bahan baku minyak di dalam pipa dapat merobek atau memecahkan bagian dinding belokan pipa U tersebut.

Kata Kunci: Baja karbon standar ASTM A-234 Gr.WPB, belokan pipa U, alat penukar kalor

Failure of Heat Exchanger Return Bend Due to Long-Term Localized Overheating

This paper presents a metallurgical assessment performed on a return bend of a heat exchanger that had failed due to bursting after it had been only about 2.5 years in service. The heat exchanger was used to transfer heat from hot combustion gas on the shell side to the feedstock oil on the tube side. The return bend material was made of standard wrought carbon steel of ASTM A-234 Gr.WPB, having a diameter of 2 inches and wall thickness of SCH 80. The metallurgical assessment was conducted by preparing several specimens from the as-received burst and unburst return bends. Various laboratory examinations performed including visual and macroscopic examination, chemical analysis, metallographic examination, hardness testing by Vickers method, and SEM (scanning electron microscopy) equipped with EDS (energy-dispersive spectroscopy) analysis. Results of the metallurgical assessment obtained showed that the burst return bend had been experiencing fracture overload due to a local hot spot or long-term localized overheating occurred on the outer bend external surface. Consequently, the hoop stress at the outer bend section had been increasing significantly and eventually, the working pressure of the feedstock oil on the tube side could burst the return bend wall thereon.

Keywords: Carbon steel of ASTM A-234 Gr. WPB, return bend, heat exchanger

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188

Vol 34 No. 1 April 2019

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

UDC (OXDCF) 669.1

Lusita^b, Riser Fahdiran^b, Toto Sudiro^a, Bambang Hermanto^a (^aPusat Penelitian Fisika – LIPI, ^bProgram Studi Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Jakarta)

Deposisi Lapisan Fe-Si-Al-Mg pada Baja Karbon dengan Teknik Pemaduan Mekanik

Metalurgi, Vol 34 No. 1 April 2019

Lapisan Fe-Si-Al-Mg dengan variasi berat ferro silikon, Mg dan Al yaitu 50(Fe-Si)-37,5Al-12,5Mg, 50(Fe-Si)-25Al-25Mg, dan 50(Fe-Si)-12,5Al-37,5Mg telah dipreparasi pada substrat baja karbon rendah dengan menggunakan teknik pemaduan mekanik. Struktur dari lapisan Fe-Si-Al-Mg dipelajari menggunakan XRD (*x-ray diffraction*) untuk mengetahui fasa yang terbentuk dan OM (*optical microscopy*) untuk mengetahui ketebalan lapisan yang didapatkan. Hasil XRD dan OM menunjukkan bahwa lapisan Fe-Si-Al-Mg telah berhasil dideposisikan pada substrat baja karbon rendah. Lapisan Fe-Si-Al-Mg yang terbentuk memiliki fasa intermetalik FeSi₂, Mg₂Si dan Al_{0,7}Fe₃Si_{0,47}. Setiap komposisi menunjukkan ketebalan lapisan yang berbeda. Ketebalan lapisan cenderung menurun dengan meningkatnya konsentrasi magnesium dan berkurangnya konsentrasi aluminium.

Kata Kunci: Lapisan Fe-Si-Al-Mg, pemaduan mekanik, fasa intermetalik

Deposition of Fe-Si-Al-Mg Coatings Using Mechanical Alloying Technique

Fe-Si-Al-Mg coatings by weight variation of ferrosilicon, Mg, and Al as 50(Fe-Si)-37.5Al-12.5Mg, 50(Fe-Si)-25Al-25Mg, and 50(Fe-Si)-12.5Al-37.5Mg have been prepared on low carbon steel substrate using the mechanical alloying technique. The coatings were studied using XRD (x-ray diffractometer) to comprehend the phase formed on the substrate and OM (optical microscopy) to measure the coating thickness. Based on XRD and OM characterization, Fe-Si-Al-Mg coatings were successfully deposited on the low carbon steel substrate. Fe-Si-Al-Mg layers are composed by intermetallic phases of FeSi₂, Mg₂Si, and Al_{0,7}Fe₃Si_{0,47}. Each composition shows different coating thickness that tends to decrease with the increase of magnesium concentration and the reduction of aluminum concentration.

Keywords: Fe-Si-Al-Mg layer, mechanical alloying, intermetallic phase

METALURGI
(Metallurgy)

ISSN 0126 – 3188

Vol 34 No. 1 April 2019

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

UDC (OXDCF) 620.16

Fajar Nurjaman^a, Nurbaity Marsas Prilitasari^a, Arif Eko Prasetyo^b, Eko Nugroho^b (^aBalai Penelitian Teknologi Mineral – LIPI, ^bUniversitas Muhammadiyah Metro)

Pemanfaatan Limbah Industri Baja sebagai Bahan Baku Pembuatan Logam Pig Iron : Peleburan Mill Scale Menggunakan Submerged Arc Furnace

Metalurgi, Vol 34 No. 1 April 2019

Mill scale merupakan limbah/produk samping dari industri baja yang mengandung senyawa besi oksida *hematite* (Fe_2O_3), *magnetite* (Fe_3O_4) dan *wustite* (FeO). Telah dilakukan proses peleburan *mill scale* menjadi logam *pig iron* sebagai bahan baku sekunder untuk pembuatan material baja. Sebanyak 30 kg *mill scale* digerus hingga berukuran -40 mesh, kemudian dilakukan proses pencampuran dengan menambahkan batu bara (reduktor internal) sebanyak 0-6 kg dan *bentonite* (perekat) sebanyak 2% berat (0,6 kg) untuk selanjutnya dilakukan proses aglomerasi menggunakan mesin briket. Sebanyak 30 kg briket komposit *mill scale* dilebur bersama dengan kokas (reduktor eksternal) sebanyak 7-8 kg dan batu kapur (material fluks) sebanyak 0-4,5 kg menggunakan *submerged arc furnace*. Proses peleburan berlangsung selama 45 menit dan temperatur penuangan logam cair 1450-1500 °C. Pengaruh penambahan batu bara dalam briket komposit, jumlah kokas dan batu kapur dalam proses peleburan *mill scale* telah dipelajari. Dari proses peleburan *mill scale* diperoleh kondisi optimum, yaitu konsumsi energi spesifik sebesar 3,64 kWh/kg-produk, dengan menggunakan briket komposit *mill scale* dengan penambahan 0% batu bara dan penambahan batu kapur sebanyak 3 kg (10% berat) serta kokas sebanyak 7 kg (stoikiometri). Basisitas optimum pada proses peleburan *mill scale* adalah 1,0. Produk logam *pig iron* hasil peleburan *mill scale* dapat dikembangkan lebih lanjut sebagai bahan baku pembuatan material besi tuang kelabu, putih dan mampu tempa.

Kata Kunci: Mill scale, besi kasar, submerged arc furnace

Utilization of Steel Making Industrial Waste to Produce Pig Iron: Smelting Process of Mill Scale Using Submerged Arc Furnace

Mill scale is a by-product that resulted from the steel making industries containing iron oxides, such as hematite (Fe_2O_3), magnetite (Fe_3O_4) and wustite (FeO). The smelting process of mill scale into pig iron as secondary raw material for the steel making process has conducted. A 30 Kg of mill scale which crushed into -40 mesh, 0-6 kg amount of coal (internal reductant) and 2 wt.% (0.6 kg) of bentonite (binder) were mixed homogeneously and agglomerated using briquette machine. The composite briquette had been smelting together with 7-8 kg of coke (external reductant) and 0-4.5 kg of limestone (flux) using submerged arc furnace. The smelting process was carried out for 45 minutes, and the pouring temperature was 1450-1500 °C. The study of coal addition in composite briquette, amount of cokes and limestone addition in the smelting process of mill scale has been investigated clearly. The optimum specified consumption energy of smelting process of mill scale was 3.64 kWh/kg product, resulted from the smelting of 30 kg of mill scale with 0% coal addition in composite briquette together with 3 kg (10 wt.%) lime stones and 7 kg of cokes (stoichiometric) addition. The optimum basicity for smelting a mill scale was 1.0. The pig iron which resulted from smelting the mill scale could promote as a raw material for producing grey cast iron, white cast iron, and malleable cast iron.

Keywords: Mill scale, pig iron, submerged arc furnace



KARAKTERISTIK SIFAT MEKANIK DAN STRUKTUR MIKRO TOTAL *KNEE JOINT* DARI PADUAN Co-26Cr-6Mo-0,18N HASIL Pengerjaan Panas

I Nyoman Gede Putrayasa A^{a*}, Ika Kartika^a, Fendy Rokhmanto^a, Ibrahim Purawiardi^a, Jessica Natalia^b, Ali Alhamidi^b

^a Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

^b Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Jl. Jenderal Sudirman Km 3, Cilegon, Banten, Indonesia 42435

E-mail: *nyomanbabahan1971@gmail.com

Masuk Tanggal : 21-11-2017, revisi tanggal : 10-06-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-06-2019

Intisari

Material paduan yang digunakan untuk penggantian implan pada lutut memerlukan sifat mekanis yang baik seperti ketahanan aus, kekuatan dan ketangguhan yang tinggi. Hal ini dikarenakan lutut merupakan bagian yang vital dimana bagian ini sering mengalami beban dinamis, sehingga harus memiliki kekerasan dan kekuatan yang tinggi untuk menahan beban dari berat badan manusia. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui karakteristik struktur mikro yang terbentuk dan nilai kekerasan pada paduan Co-Cr-Mo yang mengandung presipitat untuk digunakan sebagai material paduan dari *total knee joint*. Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N dan Co-26Cr-6Mo dalam bentuk *as-cast* dihomogenisasi pada temperatur 1200 °C selama 12 jam, setelah itu dilakukan *hot rolling* pada temperatur 1200 °C dengan waktu tahan 90 menit dan persen reduksi sebesar 50%, diakhiri pendinginan dengan variasi media pendingin air es, air dan udara. Pengujian kekerasan, XRD (*x-ray diffraction*), pengamatan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) dilakukan untuk mengetahui karakteristik struktur mikro dan kekerasan paduan setelah proses dilakukan. Hasil studi menunjukkan nilai kekerasan paling tinggi diperoleh dengan media pendingin air es yaitu 51 HRC dan 61,8 HRC, sementara nilai kekerasan terendah diperoleh pada proses pendinginan dengan udara sebesar 42,9 HRC dan 49,9 HRC. Presipitat $M_{23}X_6$ yang terbentuk meningkatkan kekerasan paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. Presipitat $M_{23}X_6$ yang terbentuk dapat ditekan dengan cara menambahkan unsur N.

Kata kunci: Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N, paduan Co-26Cr-6Mo, presipitat $M_{23}X_6$

Abstract

Replacement of implant material on knee bones requires some mechanical properties that match with human bones such as wear resistance, high strength, and toughness. The knee joint is a vital part where this part often has a dynamic load, so it needs high hardness and strength to bear the burden of the human body weight. This research aim is to investigate the characteristic of the microstructure and the hardness of Co-Cr-Mo alloy, which consist of precipitates for total knee joint application. As-cast Co-26Cr-6Mo-0.18N and Co-26Cr-6Mo were homogenized at 1200°C for 12 hours, followed by hot rolling at 1200°C (90 minutes) and a 50 percent reduction, and then cooling with a variety of cooling media such as ice water, water, and air. After that, several tests were performed to find out the changes in the microstructure and the resulting hardness values through hardness testing, XRD, SEM-EDS observation, and optical microscopy. The results showed that the highest hardness (51 HRC and 61.8 HRC) is obtained when cold-water quenching applied. However, the lowest hardness (42.9 HRC and 49.9 HRC) is conducted using air cooling (aging). The appearance of $M_{23}X_6$ precipitates increases the hardness of Co-26Cr-6Mo-0.18N alloy. Its precipitates can be decreased by adding N.

Keywords: Co-26Cr-6Mo-0.18N alloy, Co-26Cr-6Mo alloy, $M_{23}X_6$ precipitates

1. PENDAHULUAN

Paduan kobal memiliki sifat mekanik dan biokompatibilitas yang baik dibandingkan dengan material implan permanen logam lain, sehingga sering digunakan dalam aplikasi orthopedi [1]-[3]. Beberapa contoh aplikasi orthopedi paduan kobal (Co-Cr-Mo) adalah *knee joint* [4] dan *hip joint* [5].

Penggunaan paduan kobal dalam aplikasi implan pada *knee* dan *hip joints* memerlukan sifat mekanis yang baik antara lain sifat ketahanan aus, kekerasan dan ketangguhan [4]-[5]. Hal ini berkaitan dengan sendi yang merupakan bagian vital dimana bagian ini sering mengalami beban dinamis [5], sehingga harus memiliki kekuatan dan kekerasan yang cukup untuk menahan beban dari berat badan manusia tersebut [5].

Kekerasan yang tinggi akan meningkatkan ketahanan aus dari paduan. Sifat ketahanan aus juga diperlukan karena dalam beberapa aplikasi paduan Co-Cr-Mo dalam tubuh, beberapa bagian seperti tulang pinggul mengalami banyak gesekan dengan tulang lainnya dan dapat juga mengakibatkan reaksi alergi pada tubuh, osteoklinis dan penyakit lainnya yang berbahaya, bila material mengendap dalam tubuh [5]. Menurut Kenta, dkk. [6], semakin tinggi kekuatan maka kemampuan tahan lelah juga akan meningkat dan dapat meningkatkan sifat mekanis material dalam tekanan. Dengan paparan seperti ini, maka tentunya sifat mekanis menjadi hal yang perlu diperhatikan pada produk paduan Co-Cr-Mo.

Namun, beberapa penelitian terkini tentang paduan ini justru tidak membahas mengenai sifat mekanik paduan ini [2],[7]-[9]. Hal ini disebabkan karena fokus penelitian terkini lebih menitikberatkan pada bahasan presipitat yang muncul sebagai fasa minor di dalam matriks fasa σ , dimana presipitat-presipitat yang terbentuk ini masih harus diselidiki lebih lanjut fasa sebenarnya guna membuka gerbang riset lebih lanjut mengenai dampak negatif dari fasa presipitat terhadap tubuh saat pemasangan sebagai implan. Dugaan fasa-fasa presipitat yang muncul tersebut antara lain π , χ [7], M_2X [8], η , $M_{23}X_6$ [9] dan $M_{23}C_6$ [2].

Tidak dijelaskannya secara lebih lanjut bagaimana pengaruh munculnya presipitat-presipitat tersebut terhadap sifat mekaniknya

[2],[7]-[9] penulis mengalami kesulitan dalam memperoleh referensi mengenai pengaruh presipitat tersebut pada sifat mekanik paduan Co-Cr-Mo. Oleh sebab itu, studi kali ini mencoba menjawab hal tersebut dengan mempelajari karakteristik sifat mekanik dari paduan Co-Cr-Mo dengan kandungan presipitat tertentu. Untuk studi ini, sifat mekanik yang akan diamati adalah kekerasannya (*hardness*).

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah ingot paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N (%berat) dan Co-26Cr-6Mo (%berat). Material awal adalah hasil cor (*casting*) menggunakan *arc melting furnace*.

Sampel paduan kemudian dilakukan proses homogenisasi selama 12 jam pada temperatur 1200 °C dalam kondisi *inert*. Kemudian dilanjutkan dengan proses *hot rolling* pada temperatur 1200 °C dengan waktu tahan 90 menit dan persen reduksi sebesar 50%. Proses *hot rolling* diakhiri dengan proses pendinginan dengan variasi media pendingin air es, air dan udara.

Karakterisasi hasil proses penelitian menggunakan pengamatan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) dan XRD (*x-ray diffraction*) untuk mengetahui struktur mikro, presipitat dan fasa yang terbentuk setelah proses pengerjaan panas. Pengamatan SEM-EDS didahului dengan proses pengampelasan untuk meratakan permukaan bidang yang diamati dan proses elektro etsa dengan metanol - 10% H₂SO₄. Pengujian kekerasan dilakukan dengan metoda Rockwell untuk mengetahui kekerasan paduan setelah proses pengerjaan panas.

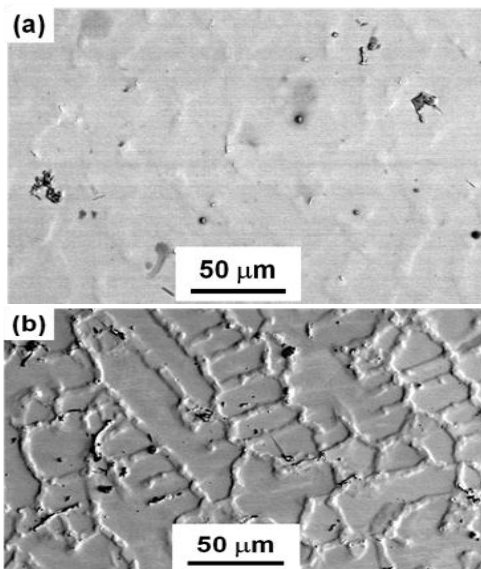
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengamatan struktur mikro antara paduan Co-26Cr-6Mo dengan Co-26Cr-6Mo-0,18N material as-cast tampak pada Gambar 1 dan setelah homogenisasi tampak pada Gambar 2. Pada Gambar 1 terdapat cacat menyerupai *void* atau kavitas serta terdapat pula karbida, sementara pada Gambar 2, tidak terlihat adanya karbida, namun hanya cacat seperti *void* atau kavitas.

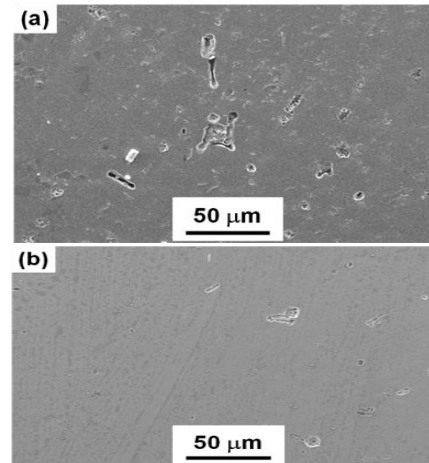
Cacat-cacat yang menyerupai kavitas atau pun *void* yang terlihat pada Gambar 1 dan

Gambar 2 dapat diduga terjadi akibat ketidaksempurnaan proses *casting*, dimana gelembung udara terjebak pada saat proses pendinginan cairan paduan dalam cetakan (*dies*). Hal ini terkonfirmasi pada hasil SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy*) pada Gambar 3. Hasil SEM-EDS menunjukkan adanya unsur O dan Cr dengan konsentrasi yang besar pada void tersebut, yang dimungkinkan membentuk senyawa krom oksida.

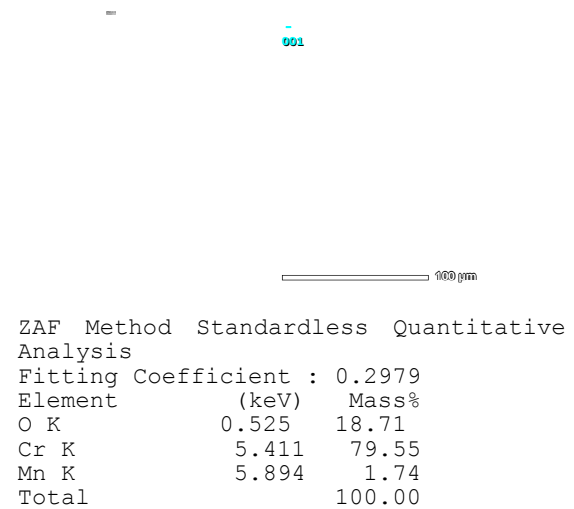
Secara kualitatif, pada Gambar 2 juga tidak terlihat indikasi adanya presipitat, hanya terlihat seperti void dengan ukuran yang lebih besar dibandingkan pada Gambar 1. Struktur butiran yang terbentuk pada *as-cast* adalah dendritik, sedangkan pada homogenisasi kurang terlihat dengan jelas. Berdasarkan hasil analisis XRD (*x-ray diffraction*), belum terbentuk fasa apa pun pada Co-26Cr-6Mo (*as-cast*) yang telah dihomogenisasi. Sementara pada Co-26Cr-6Mo-0,18N (*as-cast*) yang telah dihomogenisasi mulai terbentuk struktur FCC (*face centered cubic*) dengan bidang (111) dan (200) pada $d = 2,06 \text{ \AA}$ dan $d = 1,79 \text{ \AA}$ yang mengindikasikan fasa α -Co, serta struktur heksagonal dengan bidang (101) pada $d = 1,93 \text{ \AA}$ yang mengindikasikan fasa ϵ -Co.



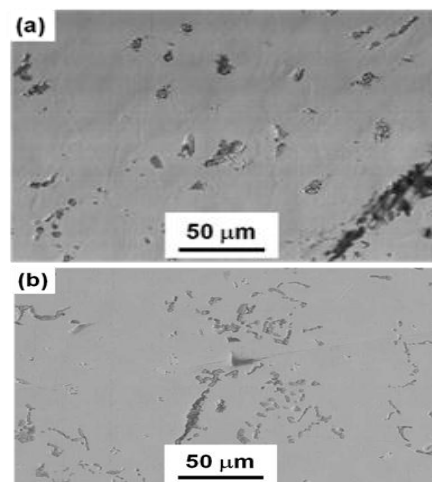
Gambar 1. (a) SEM (*secondary electron*) *as cast* paduan Co-26Cr-6Mo, (b) Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. Elektro etsa metanol 10% H₂SO₄



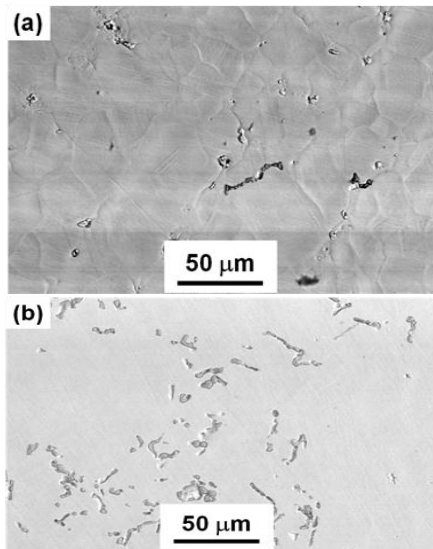
Gambar 2. Hasil SEM setelah proses homogenisasi pada; (a) Paduan Co-26Cr-6Mo, (b) Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. Elektro etsa metanol 10% H₂SO₄



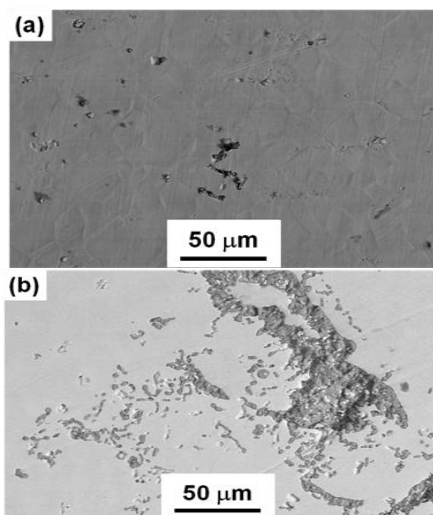
Gambar 3. Hasil EDS *void* pada paduan kondisi *as-cast*



Gambar 4. Hasil SEM setelah proses setelah *hot rolling dan quenching* air es dalam paduan; (a) Co-26Cr-6Mo, (b) Co-26Cr-6Mo-0,18N. Elektro etsa metanol 10% H₂SO₄



Gambar 5. Hasil SEM setelah *hot rolling* pendinginan air; (a) Paduan Co-26Cr-6Mo, (b) Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. Elektro etsa metanol 10% H₂SO₄



Gambar 6. SEM (*secondary electron*) setelah *hot rolling* pendinginan udara; (a) Paduan Co-26Cr-6Mo, (b) Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. Elektro etsa metanol 10% H₂SO₄

Setelah *hot rolling* dan *quenching* dengan variasi media pendingin, air es, air dan udara didapatkan hasil struktur mikro pada Gambar 4 sampai dengan Gambar 6. Pada gambar tersebut tampak bahwa presipitat yang muncul lebih banyak pada paduan dengan N, hal ini sesuai dengan referensi yaitu nitrogen meningkatkan pembentukan presipitat [10]. Presipitat dapat terbentuk pada batas butir maupun di dalam butir [11]. Presipitat pada Gambar 4(a), Gambar 5(a) dan Gambar 6(a) berbentuk bulat *globular* sedangkan pada

Gambar 4(b), Gambar 5(b) dan Gambar 6(b) berbentuk *lamellar*.

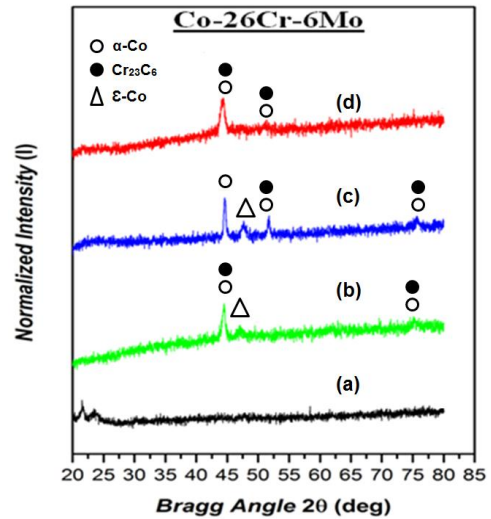
Secara kualitatif, pada Gambar 4, selain terdapat cacat menyerupai *void*, juga terlihat adanya bercak hitam yang cukup besar. Untuk menentukan fasa pada bercak hitam tersebut, kita harus tentukan terlebih dahulu fasa dominan pada paduan Co-26Cr-6Mo hasil pendinginan dengan air es. Berdasarkan hasil analisis XRD, struktur yang dominan adalah FCC dengan bidang (111) dan (220) pada $d = 2,05 \text{ \AA}$ dan $d = 1,26 \text{ \AA}$. Karakteristik struktur ini menunjukkan fasa yang terbentuk adalah α -Co. Pada karakteristik bercak hitam dalam matriks α -Co sendiri, hanya ada dua kemungkinan fasa bercak hitam seperti ini, yaitu σ atau karbida $M_{23}C_6$ [12]. Berdasarkan analisis XRD sendiri, disamping fasa utama (matriks) α -Co, nilai $d = 2,05 \text{ \AA}$ dan $d = 1,26 \text{ \AA}$ memiliki probabilitas fasa sekunder $Cr_{23}C_6$ dengan bidang (511) dan (822). Sehingga, berdasarkan analisis XRD ini, dapat kita duga bahwa bercak hitam yang terdapat pada matriks α -Co ini adalah menyerupai karbida $M_{23}C_6$ ($M = Cr$). Namun, perlu diketahui unsur C tidak digunakan pada material ini. Bila mengacu kepada Narushima, dkk. [13], tipe bercak ini memiliki karakteristik fasa $M_{23}X_6$, dimana M berupa unsur logam dan X berupa unsur C atau N. Dengan demikian, berdasarkan penjelasan ini, dapat diduga kuat bahwa bercak hitam pada Gambar 4 ini adalah fasa $M_{23}X_6$ dengan bentuk $Cr_{23}N_6$, dimana kekosongan yang seharusnya diisi oleh atom C digantikan oleh atom N [9].

Secara kualitatif, pada Gambar 5(a) masih terdapat cacat-cacat seperti *void* yang juga diikuti dengan adanya bercak-bercak hitam menyerupai karakteristik presipitat $M_{23}X_6$ [9]. Demikian halnya pada Gambar 5(b) identik dengan pada Gambar 4(b) sehingga diduga merupakan presipitat $M_{23}X_6$, dengan M berkisar antara Co, Cr dan Mo serta X berupa N [9]. Pembentukan presipitat $M_{23}X_6$ ini juga terdeteksi dari hasil XRD pada Gambar 7 dimana ditemukan nilai-nilai d sebesar $1,77 \text{ \AA}$ dan $1,25 \text{ \AA}$ pada posisi sudut $2\theta = 51,58^\circ$ dan $75,47^\circ$. Dua karakteristik d ini menunjukkan bidang sekunder (600) dan (822) milik fasa $M_{23}X_6$ ($M = Cr$, $X = N$) yang menyerupai karakteristik struktur ideal $Cr_{23}C_6$.

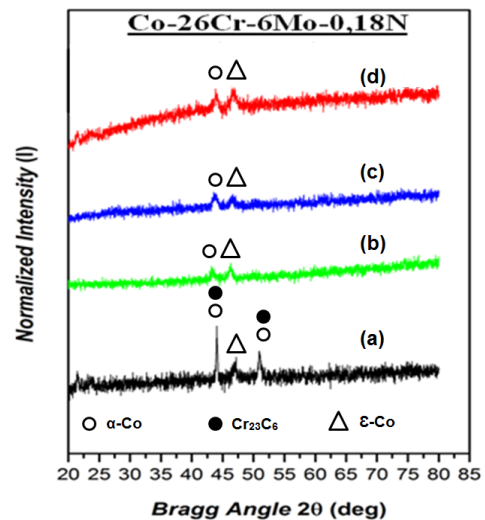
Secara kualitatif, ada kemiripan bercak pada Gambar 6(a) dengan Gambar 5(a). Sehingga dapat diduga bahwa pada Gambar

6(a) juga terdapat cacat-cacat seperti *void* yang juga diikuti dengan adanya bercak-bercak hitam menyerupai karakteristik presipitat $M_{23}X_6$ [9]. Demikian halnya dengan bercak-bercak kecil pada Gambar 6(b) identik dengan pada Gambar 4(b) dan Gambar 5(b) yang juga merupakan presipitat $M_{23}X_6$, dengan M berkisar antara Co, Cr dan Mo serta X berupa N [9]. Pembentukan presipitat ini juga terkonfirmasi pada plot XRD pada Gambar 7 dan Gambar 8. Yaitu terdapat presipitat $M_{23}C_6$ dan fasa σ . Selain itu, terdapat pula bercak berukuran besar pada Gambar 6(b) memiliki karakteristik yang menyerupai presipitat M_2X [10].

Pada Gambar 7 dapat dilihat pola difraksi XRD paduan Co-26Cr-6Mo dari *as-cast* dan setelah *hot rolling* dengan variasi media pendingin. Pada Gambar 7 terlihat bahwa kondisi *as-cast* paduan Co-26Cr-6Mo masih dalam kondisi disorder. Setelah dilakukan proses *hot rolling* dengan variasi media pendingin, muncul puncak-puncak difraksi baru pada selang sudut $2\theta = 40^\circ - 55^\circ$ yang menunjukkan terbentuk fasa-fasa baru. Fasa α -Co selalu muncul pada Gambar 7(b), 7(c) dan 7(d) yang merupakan matriks paduan. Pada Gambar 8 pola difraksi yang muncul cukup berbeda. Pada Gambar 8(a) yang merupakan kondisi *as-cast* sudah muncul puncak-puncak fasa α -Co dan ϵ -Co sebagai fasa utama dan presipitat $M_{23}X_6$ ($Cr_{23}N_6$) yang menyerupai struktur $Cr_{23}C_6$ sebagai fasa sekunder. Namun, setelah dilakukan proses *hot rolling* dengan variasi media pendingin yang berbeda, karakteristik presipitat $M_{23}X_6$ menghilang puncak difraksinya. Hal ini dikarenakan unsur nitrogen bertindak untuk menekan pembentukan fasa-fasa presipitat seperti σ dan $M_{23}X_6$ [9]. Tinggi rendahnya komposisi presipitat seperti $M_{23}X_6$ pada matriks Co akan menentukan tinggi rendahnya nilai kekerasan.



Gambar 7. Plot XRD paduan Co-26Cr-6Mo; (a) *As-cast* dan homogenisasi, (b) *Hot rolling* dan pendinginan dengan air es, (c) *Hot rolling* dan pendinginan dengan air, (d) *Hot rolling* dan pendinginan dengan udara

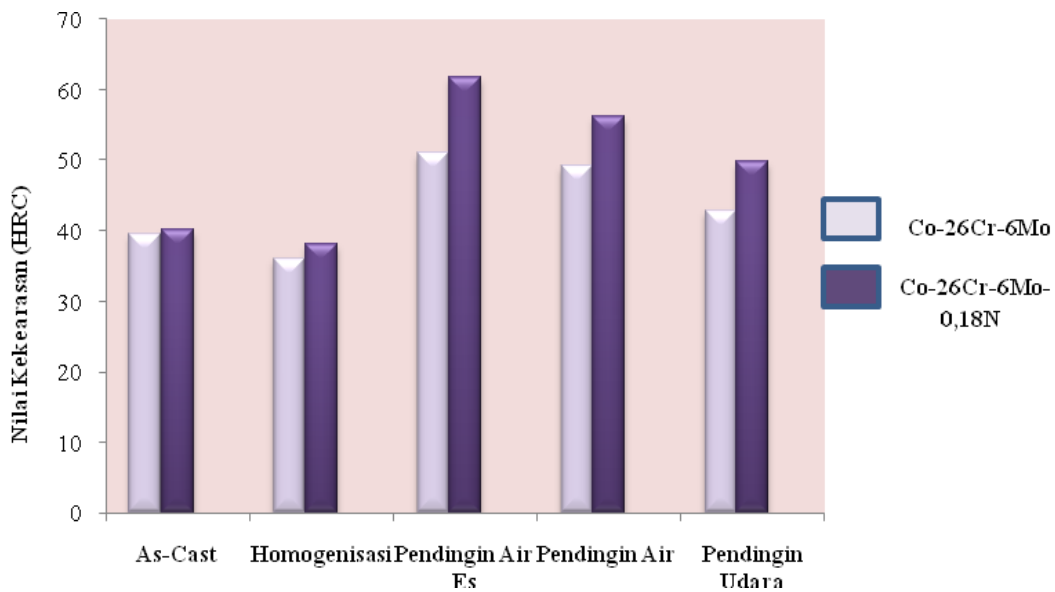


Gambar 8. Plot XRD paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N; (a) *As-cast* dan homogenisasi, (b) *Hot rolling* dan pendinginan dengan air es, (c) *Hot rolling* dan pendinginan dengan air, (d) *Hot rolling* dan pendinginan dengan udara

Pada Gambar 9 dapat dilihat bahwa setelah adanya pengerjaan panas nilai kekerasan meningkat. Peningkatan nilai kekerasan sesuai media pendingin yang digunakan dan pada hasilnya media pendingin air es yang memiliki nilai kekerasan yang paling tinggi. Hal ini dikarenakan semakin cepat proses pendinginan maka nilai kekerasan akan semakin meningkat [13]. Pada data hasil pengamatan SEM terlihat adanya presipitat yang ditinjau akan mempengaruhi sifat mekanisnya. Kecepatan pendinginan paduan

yang menjadi penyebab utama dalam perubahan struktur mikro yang terjadi. Dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa paduan dengan media pendingin air es memiliki kekerasan yang paling tinggi yaitu 51 HRC dan 61,8 HRC sedangkan yang paling rendah adalah pendinginan dengan udara sebesar 42,9 HRC dan 49,9 HRC. Logam yang didinginkan secara cepat biasanya bertujuan untuk membentuk dan mengontrol jumlah martensit

pada struktur mikro [14]. Paduan kobal dengan N mempunyai nilai kekerasan yang lebih tinggi karena adanya presipitat [15], dalam hal ini adalah presipitat $M_{23}X_6$. Presipitat ini dapat menghambat pergerakan dislokasi sehingga memperkuat matriks, dan dengan demikian dapat meningkatkan kekerasan paduan [9].



Gambar 9. Grafik kekerasan paduan Co-26Cr-6Mo dan paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N

4. KESIMPULAN

Paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N dalam bentuk as-cast yang digunakan memiliki fasa utama α -Co (FCC) dan fasa minor ϵ -Co (heksagonal). Di samping itu, ditemukan pula presipitat dengan tipe $M_{23}X_6$ yang menyerupai fasa $Cr_{23}C_6$. Munculnya presipitat tipe $M_{23}X_6$ akan menurunkan nilai kekerasan paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N.

Untuk menurunkan pertumbuhan presipitat tipe $M_{23}X_6$, penambahan N dapat dilakukan pada paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N. Selain penambahan N, perlakuan hot rolling yang dilanjutkan dengan pendinginan dapat diterapkan, dimana pendinginan dengan air es merupakan metode yang paling dapat meningkatkan nilai kekerasan paling tinggi.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia (Kemenristekdikti)

atas pendanaan melalui program Insinas tahun 2016 - 2017.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Z. Zhuang, dan E. W. Langer. "Effects of alloy additions on the microstructures and tensile properties of Cast Co-Cr-Mo alloy used for surgical implants," *Journal of Materilas Science*, vol. 24, pp. 4324-4330, 1989. Doi.org/10.1007/BF00544506.
- [2] J. B. Park, K. H. Jung, K. M. Kim, Y. Son, J. I. Lee, dan J. H. Ryu. "Microstructure of as-cast Co-Cr-Mo alloy prepared by investment casting," *Journal of the Korean Physical Society*, vol. 72 (8), pp. 947-951, Apr. 2018. Doi.org/10.3938/jkps.72.947.
- [3] E. K. Cydzik, Z. Oksiuta, dan J. R. Dabrowski, "Corrosion testing of sintered samples made of the Co-Cr-Mo alloy for surgical applications," *Journal*

- of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 16, pp. 197-202, 2005. Doi.org/10.1007/s10856-005-668 0-5.
- [4] S. Ichinose, T. Muneta, I. Sekiya, S. Itoh, H. Aoki, dan M. Tagami. "The study of metal ion release and cytotoxicity in Co-Cr-Mo and Ti-Al-VAlloy in total knee prosthesis: Scanning electron microscopic observation," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 14, pp. 79-86, 2003. Doi.org/10.1023/A:1021557605458.
- [5] H. M. Tensi, H. Hooputra, W. Weinfurtner, dan H. Mayr. "Optimizing the corrosion fatigue properties of Co-Cr-Mo hip joints," *JOM*, vol. 47, pp. 25-27, Jan. 1995. Doi.org/10.1007/BF03221125.
- [6] K. Yamanaka, M. Mori, K. Kuramoto, dan A. Chiba. "Development of new Co-Cr-Mo-based biomedical alloys: Effects of microalloying and thermomechanical processing on microstructures and mechanical properties," *Materials and Design*, vol. 55, pp. 987-998, Mar. 2014. Doi.org/10.1016/j.matdes. 2013.10.052.
- [7] T. Narushima, S. Mineta, Alfirano, dan K. Ueda. " π -phase and χ -phase: New precipitates in biomedical Co-Cr-Mo alloys," *Interface Oral Health Science*, vol. 2011, pp. 72-80, Jan. 2012. Doi.org/10.1007/978-4-431-5407 0-0_12.
- [8] Alfirano, S. Mineta, S. Namba, T. Yoneda, K. Ueda, dan T. Narushima. "Precipitates in biomedical Co-Cr-Mo-C-N-Si-Mn alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43A, pp. 2125-2132, Jun. 2012. Doi.org/10.1007/s11661-011-1009-0.
- [9] T. Narushima, S. Mineta, Y. Kurihara, dan K. Ueda. "Precipitates in biomedical Co-Cr alloys," *JOM*, vol. 65 (4), pp. 489-504, Feb. 2013. Doi.org/10.1007/s11837-013-0567-6.
- [10] S. Mineta, Alfirano, S. Namba, T. Yoneda, K. Ueda, dan T. Narushima. "Phase and formation/dissolution of precipitates in biomedical Co-Cr-Mo alloys with nitrogen addition," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44A, pp. 494-503, Jan. 2013. Doi.org/10.1007/s1166 1-012-1399-7.
- [11] F. Rokhmanto, B. Soegijono, dan I. Kartika. "Pengaruh penambahan karbon dan nitrogen terhadap mikrostruktur, kekuatan tarik dan mampu bentuk paduan Co-28Cr-6Mo-0,8Si-0,8Mn-0,4Fe-0,2Ni," *Metalurgi*, vol. 31 (3), pp. 138 – 149, Dec. 2016. Doi.org/10.14203/metalurgi.v31i3.174.
- [12] R. Rosenthal, B. R. Cardoso, I. S. Bott, R. P. R. Paranhos, dan E. A. Carvalho. "Phase characterization in as-cast F-75 Co-Cr-Mo-C alloy," *J. Mater. Sci.*, vol. 45, pp. 4021-4028, 2010. Doi.org/10.1007/s10853-010-4480-x.
- [13] F. Rokhmanto, G. Senopati, C. Sutowo, I. N. G. P. Astawa, N. Darsono, dan I. Kartika. "Perlakuan termomekanikal ingot paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N," *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi 2017*, pp. 1-6, Nov. 2017.
- [14] ASM. *ASM Handbook: Heat Treating*. ASM International, USA, 1991.
- [15] I N. G. P. Astawa, C. Sutowo, I. Kartika, N. Darsono, F. Rokhmanto, G. Senopati, S. G. Sukarso, I. Sumirat, dan H. P. Djoko, "Sintesis paduan Co26Cr6Mo dengan penambahan 0,18N sebagai bahan dasar pembuatan total knee replacement (TKR)," *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi 2016*, pp. 1-4, Nov. 2016.



PENGARUH KECEPATAN PENGELASAN TERHADAP SIFAT MEKANIK SAMBUNGAN ALUMINIUM PADUAN 5052-H32 PADA PROSES *FRICTION STIR WELDING*

Tarmizi^{1,*}, Robi Farid Abdurachman Wahid², Irfan¹ Jl. Sangkuriang No.12 Bandung, Indonesia 40135

²Jurusan Teknik Metalurgi, Fakultas Teknik, Universitas Jenderal Achmad Yani
Jl. Terusan Gatot Subroto, Bandung, Indonesia 40285

¹Balai Besar Logam dan Mesin-Kemenperin

*Email: tarmizi@kemenperin.go.id

Masuk Tanggal : 22-10-2018, revisi tanggal : 04-03-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 28-06-2019

Intisari

Salah satu penyebab terjadinya cacat pada las aduk gesek adalah kecepatan pengelasan yang kurang tepat yang akan menyebabkan timbulnya cacat pada sambungan logam. Penelitian las aduk gesek dengan variasi kecepatan pengelasan ini dilakukan untuk mengatasi permasalahan tersebut. Penelitian ini dilakukan menggunakan material pelat aluminium 5052-H32 dengan tebal 10 mm dan putaran perkakas konstan 1500 rpm. Pada penelitian ini menunjukkan bahwa penggunaan kecepatan pengelasan 38, 64, dan 83 (mm/min) dengan tool silinder ulir *counter* searah jarum jam menghasilkan cacat *tunnel* yang cukup besar sepanjang garis sambung sedangkan pada penggunaan perkakas silinder ulir *counter* searah jarum jam dengan kecepatan pengelasan 22 mm/min menghasilkan sambungan dengan cacat yang lebih kecil sepanjang garis sambungan. Seluruh percobaan menghasilkan cacat *flash* dan masih bisa diterima sesuai standar AWS D17.3. Secara kualitatif semakin tinggi kecepatan pengelasan maka cacat yang dihasilkan semakin besar

Kata Kunci: Al_2O_3 , las aduk gesek, kecepatan pengelasan, aluminium 5052-H32

Abstract

One of the causes of FSW (friction stir welding) defects is improper welding speed, which will cause void defects in metal joints. FSW research with welding speed variations is done to overcome these problems. This study was conducted using aluminum plate 5052-H32 with a thickness of 10 mm and a constant tool rotation of 1500 rpm. In the current research show that the use of welding speed 38, 64, and 83 (mm / min) with clockwise threaded cylinder tool produce a large tunnel defect along the joint line. In the use of the counterclockwise threaded cylinder tool with welding speed 22 mm/min resulted in connection with smaller voids along the joint line. All experimental results produce flash defects, which are still in AWS D17.3 standards. Increasing welding speed qualitatively provide more significant defect.

Keywords: Al_2O_3 , friction stir welding, welding speed, aluminum 5052-H32

1. PENDAHULUAN

Alumunium termasuk logam yang jumlahnya banyak di alam dan digunakan dalam berbagai industri transportasi, kimia, konstruksi dan penyimpanan dengan konduktifitas panas yang tinggi dan mempunyai sifat mampu las rendah karena adanya lapisan Al_2O_3 yang memiliki temperatur cair lebih tinggi daripada alumunium. Proses penyambungan alumunium dengan proses

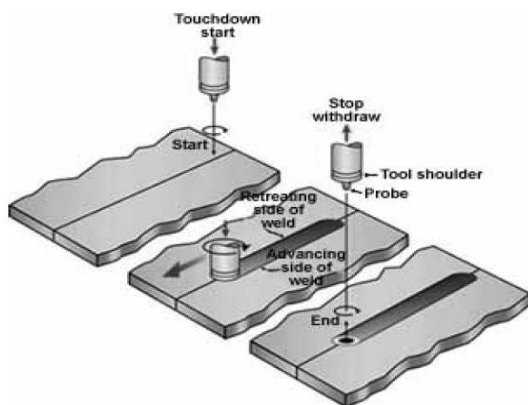
GTAW (*gas tungsten arc welding*) atau GMAW (*gas metal arc welding*) rentan munculnya cacat seperti distorsi, porositas dan *crack* sehingga sifat mekanik sambungan menjadi rendah [1]. Untuk meningkatkan kualitas sambungan hasil pengelasan dilakukan dengan metode *friction stir welding* (FSW) dengan memanfaatkan panas hasil gesekan antara *tool* dan benda kerja untuk melunakan logam induk yang disambung tanpa mengalami

proses pencairan dan penyambungan material merupakan hasil dari deformasi plastis akibat adukan pin di lokasi pengelasan [2], seperti pada Gambar 1. Proses FSW ini mempunyai kelebihan yaitu tidak membutuhkan logam tambah, gas pelindung, distorsi yang rendah dan tidak ada retakan [3]-[5].

Penggunaan perkakas (*tool*) berbentuk silinder ulir pada proses FSW aluminium 5052 menghasilkan sifat mekanik yang lebih baik pada kecepatan putaran 1500 rpm [6]-[7]. Perbedaan kecepatan pengelasan berpengaruh terhadap *heat input* pada saat proses FSW berlangsung dan akan mempengaruhi sifat mekanik hasil lasan [4],[8]. Proses FSW banyak digunakan untuk menyambung material aluminium dan paduannya pada industri pembuatan sayap atau bodi pesawat pada industri kedirgantaraan, otomotif seperti pembuatan bodi mobil dan pengelasan lambung kapal pada industri perkapalan [9].

Menurut Sulaiman, dkk. [10] dan H. S. Lee, dkk. [8] peningkatan kecepatan pengelasan pada proses FSW akan meningkatkan masukan panas (*heat input*) sehingga akan mempengaruhi sifat mekanik hasil las. Sedangkan disain pin yang tepat akan menghasilkan *heat input* yang optimal.

Permasalahan yang dikaji pada penelitian ini adalah pengaruh kecepatan pengelasan (*welding speed*) dan disain arah ulir pin terhadap kualitas sambungan aluminium paduan 5052-H32 pada proses FSW dihubungkan dengan sifat mekanik dan struktur mikro hasil lasan. Penelitian ini bertujuan melakukan proses FSW untuk mendapatkan parameter pengelasan yang optimum pada proses FSW untuk material paduan aluminium 5052-H32 dan mengetahui sifat mekanik lasan serta analisis struktur mikro hasil proses FSW.



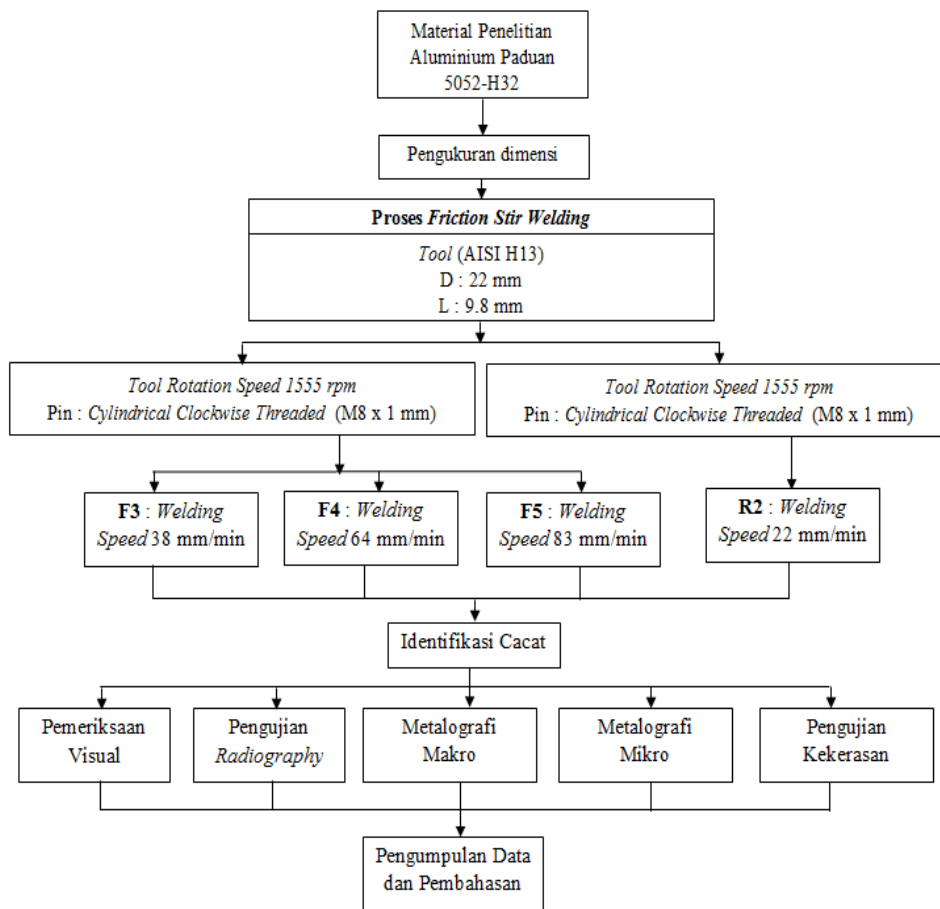
Gambar 1. Skematik proses *friction stir welding*[11]

Parameter proses FSW yang perlu diperhatikan pada pengelasan aluminium adalah kecepatan putaran perkakas, kecepatan pengelasan, kedalaman ceburan (*plunge depth*), kemiringan perkakas, dan rancangan dan geometri perkakas [12]. Aluminium merupakan logam ringan yang mempunyai ketahanan korosi dan hantaran listrik yang baik. Kebanyakan aluminium digunakan untuk peralatan rumah tangga, tetapi aluminium juga digunakan sebagai material untuk pembuatan pesawat terbang, mobil, kapal laut dan konstruksi. Penambahan unsur Cu, Mg, Si, Mn, Zn dalam paduan aluminium ditujukan untuk menambah sifat mekanik atau fisik sehingga didapat sifat-sifat yang lain, seperti koefisien pemuaian rendah, ketahanan aus dan lain sebagainya. Aluminium 5052 merupakan paduan aluminium dengan magnesium (Mg). Paduan ini memiliki sifat tidak dapat diperlakukan-panas, tetapi memiliki sifat baik dalam daya tahan korosi terutama korosi oleh air laut dan sifat mampu las Al-Mg banyak dipakai untuk konstruksi umum termasuk konstruksi kapal [13]. Pada penelitian ini digunakan mesin *milling* dengan variasi kecepatan pengelasan dan rancangan arah ulir yang berbeda untuk mendapatkan kualitas sambungan hasil pengujian secara visual, *radiography test*, analisis struktur makro dan mikro serta kekerasan hasil proses FSW.

2. METODE

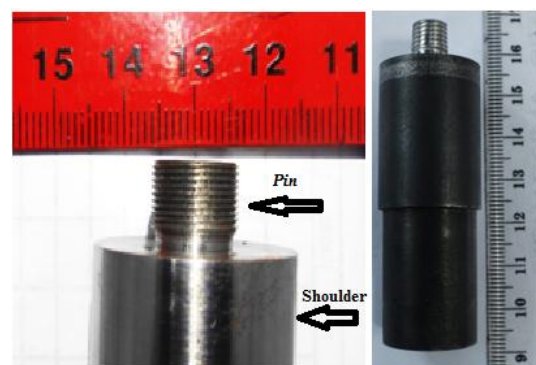
Tahapan proses yang dilakukan dalam penelitian proses FSW (*friction stir welding*) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.

Penelitian FSW yang dilakukan di Balai Besar Logam dan Mesin Bandung menggunakan mesin *milling* vertikal merk G Dufour dengan kecepatan putar maksimum 1500 rpm dan kecepatan potong berkisar 10 – 900 mm/min. Material yang disambung adalah aluminium 5052-H32 ketebalan 10 mm dengan ukuran 305 mm x 125 mm dan tipe sambungan *butt joint* menggunakan perkakas (*tool*) dengan variasi kecepatan pengelasan 38, 64, 83 dan 22 mm/min. Perkakas yang digunakan pada proses FSW aluminium 5052-H32 terbuat dari material *tool steel* AISI H13 berbentuk silinder dengan panjang pin 9,8 mm menggunakan ulir M8x1 arah jarum jam (*clockwise*) dan berlawanan dengan arah jarum jam (*counter clockwise*) serta panjang dan diameter *shoulder* 22 mm.



Gambar 2. Diagram alir penelitian FSW aluminium 5052-H32

Bentuk perkakas yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3. Setelah pengujian secara visual maka dilakukan pengujian radiografi sinar-x menggunakan mesin model Eresco MF4 dengan daya 100 kV dan arus 2 A selama 2 menit untuk melihat adanya indikasi cacat di dalam spesimen uji. Setelah itu pengujian metalografi dimulai dengan spesimen yang dipotong, dimounting dan kemudian diampelas sampai halus menggunakan amplas nomor 2000 dan *polishing* sebelum dicelupkan ke dalam larutan etsa *keller's reagent* untuk melihat daerah lasan dan sekitarnya secara makro dan mikro menggunakan mikroskop optik. Pengukuran kekerasan dilakukan 2 titik pada masing-masing area dan percobaan dengan jarak 1 mm menggunakan metode mikro Vicker's dengan beban 100 gram.



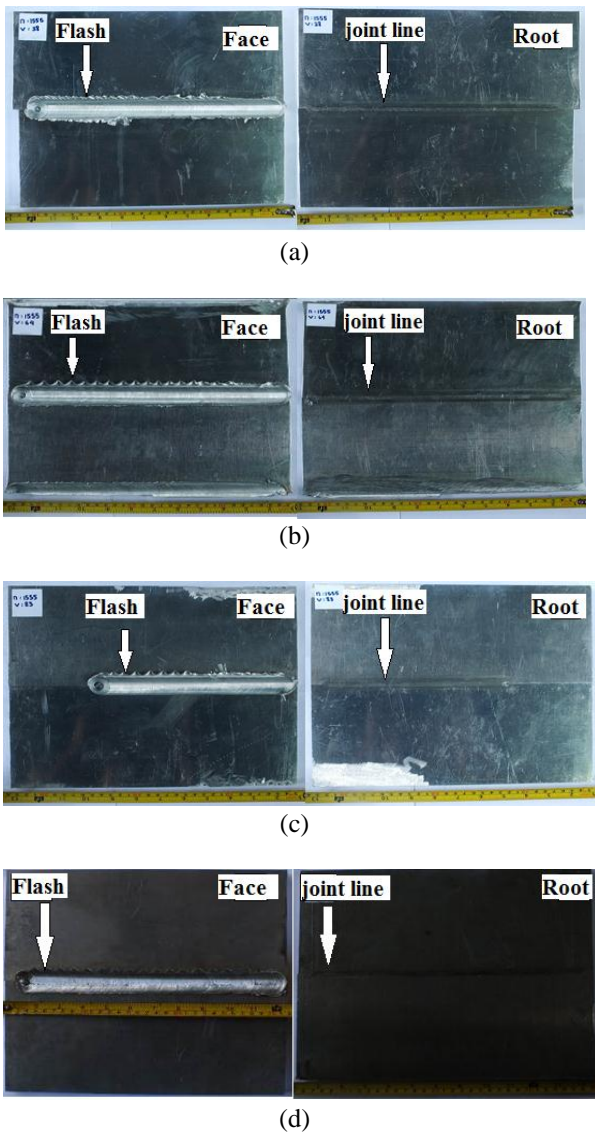
Gambar 3. Desain perkakas proses FSW pada aluminium 5052-H32

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Analisis Visual Hasil Pengelasan

Gambar 4 adalah hasil proses FSW (*friction stir welding*) aluminium 5052-H32

menggunakan variasi kecepatan pengelasan yang berbeda. Pengamatan visual menunjukkan seluruh benda uji tersambung dengan baik dan sempurna sampai bagian *root* walaupun terdapat cacat *flash* pada bagian *face*. Cacat *flash* dengan ukuran yang besar dan kasar terjadi karena penggunaan kecepatan pengelasan yang cukup tinggi seperti ditunjukkan Gambar 4(c). Penggunaan kecepatan pengelasan yang lebih rendah menghasilkan cacat *flash* yang lebih sedikit seperti ditunjukkan Gambar 4(a) dan 4(b). Sedangkan penggunaan arah ulir pin yang berbeda dan kecepatan paling rendah menunjukkan *flash* yang terjadi lebih halus dan paling sedikit seperti ditunjukkan Gambar 4(d). *Flash* yang terjadi akibat adanya *heat input* berlebih [14].

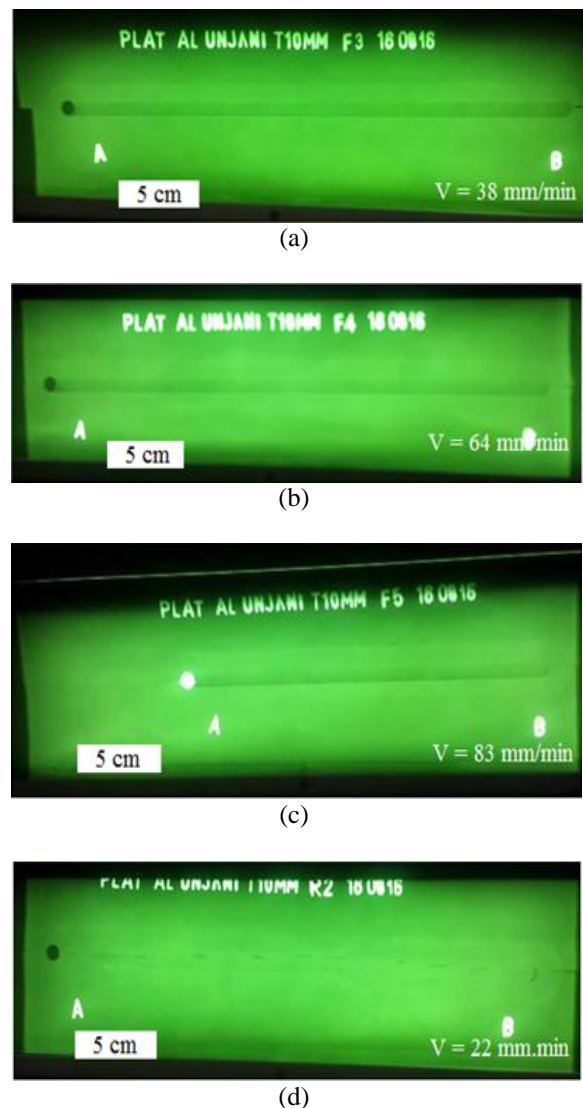


Gambar 4. Hasil proses FSW aluminium 5052-H32 dengan kecepatan pengelasan (mm/min) : (a) V = 38, (b) V = 64, (c) V = 83, (d) V = 22

Secara skematis *flash* terbentuk akibat dorongan dari *shoulder* pada permukaan benda kerja dan kelebihan *heat input* yang menyebabkan logam pada bagian samping dinding *tool* terdorong keluar dan terangkat membentuk *flash* [14]-[15]. Berdasarkan AWS D17.3 [16], seluruh *flash* dapat dihilangkan setelah pemeriksaan visual dan sebelum dilakukan pengujian NDT (*non destructive test*) lainnya.

3.2 Analisis Visual Hasil Radiografi

Hasil pemeriksaan visual seluruh benda uji menunjukkan tidak adanya cacat dan dilanjutkan dengan pengujian radiografi, untuk mengetahui cacat yang ada di dalam permukaan benda uji [7].



Gambar 5. Hasil uji radiografi FSW aluminium 5052-H32 dengan kecepatan pengelasan (mm/min) : (a) V = 38, (b) V = 64, (c) V = 83, (d) V = 22

Hasil uji radiografi dengan sinar X ditunjukkan pada Gambar 5. Pada Gambar 5(a),

5(b) dan 5(c) benda uji hasil radiografi terlihat adanya indikasi cacat rongga dengan adanya perbedaan warna pada bagian tengah sepanjang alur pengelasan. Sedangkan pada Gambar 5(d) benda uji hasil radiografi, indikasi cacat terlihat samar.

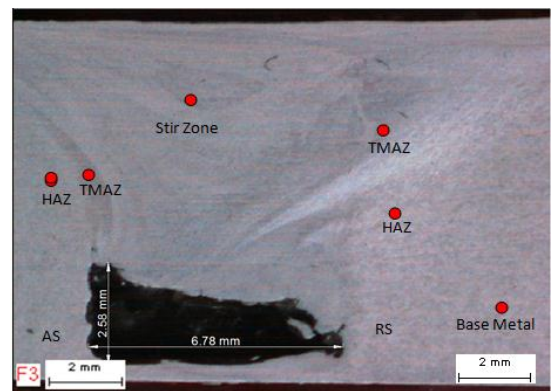
3.3 Analisis Cacat dan Struktur Makro

Untuk melihat cacat yang ada pada hasil proses FSW maka dilakukan pemotongan spesimen pada penampang melintang garis las. Berdasarkan hasil pemotongan dan uji makro seperti ditunjukkan Gambar 6(a), 6(b) dan 6(c) pada benda uji dengan kecepatan pengelasan 38, 64 dan 83 mm/min terlihat bahwa sepanjang *joint line* terdapat cacat *tunnel* yang cukup besar yang berada dekat dengan *root* [14]. Sedangkan Gambar 6(d) pada benda uji hanya terlihat cacat *void* kecil yang terletak dekat dengan permukaan (*face*) [14]. Hal ini terjadi karena proses FSW menggunakan *tool* dengan arah ulir *counter clockwise*, yang berlawanan dengan percobaan sebelumnya dan kecepatan yang digunakan lebih rendah sehingga *heat input* yang dihasilkan cukup untuk melunakkan material dan membentuk sambungan yang lebih baik walaupun belum optimal dengan *void* yang lebih kecil. Pemotongan benda uji untuk menegaskan hasil uji radiografi tentang adanya cacat pada hasil FSW.

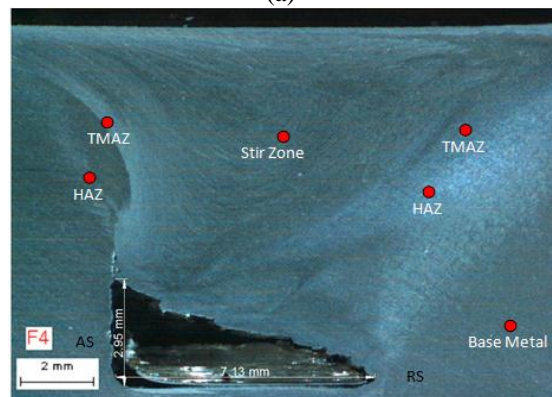
Secara kualitatif benda uji pada Gambar 6(a), mempunyai luas cacat lebih kecil daripada benda uji pada Gambar 6(b). Sedangkan pada Gambar 6(c) benda uji menghasilkan luas cacat lebih besar dari benda uji lainnya. Pada Gambar 6(a), 6(b) dan 6(c) ketinggian cacat berada pada sisi *advancing side* karena pada daerah tersebut pertama kali terjadi pengadukan dan menyebabkan logam terangkat sesuai arah ulir *clockwise* dan berpindah kearah *retreating side*. *Advancing side* merupakan daerah yang arah putaran *tool* searah dengan laju pengelasan.

Gambar 6(d) menunjukkan cacat yang lebih kecil yaitu berupa *void* sepanjang *joint line* pada daerah dekat *face* lasan. Hal tersebut terjadi karena arah ulir dirubah menjadi *counter clockwise* dan penurunan kecepatan pengelasan yang mampu mengaduk material lunak dengan baik dan bergerak mengisi celah kosong yang di tinggalkan *tool* saat bergerak translasi. Kedua jenis cacat ini terbentuk akibat efek pengadukan selama proses FSW. Hal ini sesuai dengan fakta hasil penelitian bahwa pengadukan mempengaruhi hasil lasan, dimana pengadukan sendiri dipengaruhi oleh arah ulir

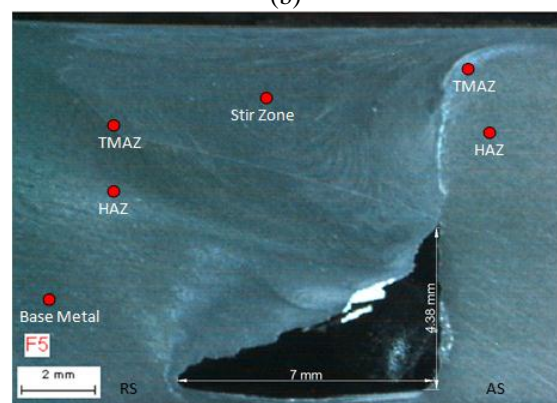
tool dan berhubungan dengan arah aliran logam [15].



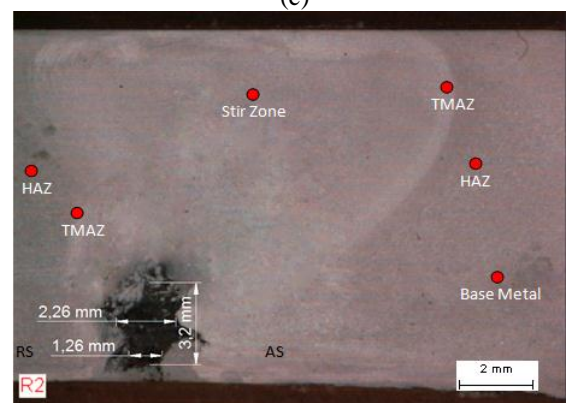
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 6. Hasil uji makro FSW aluminium 5052-H32 dengan kecepatan pengelasan (mm/min) : (a) V = 38, (b) V = 64, (c) V = 83, (d) V = 22

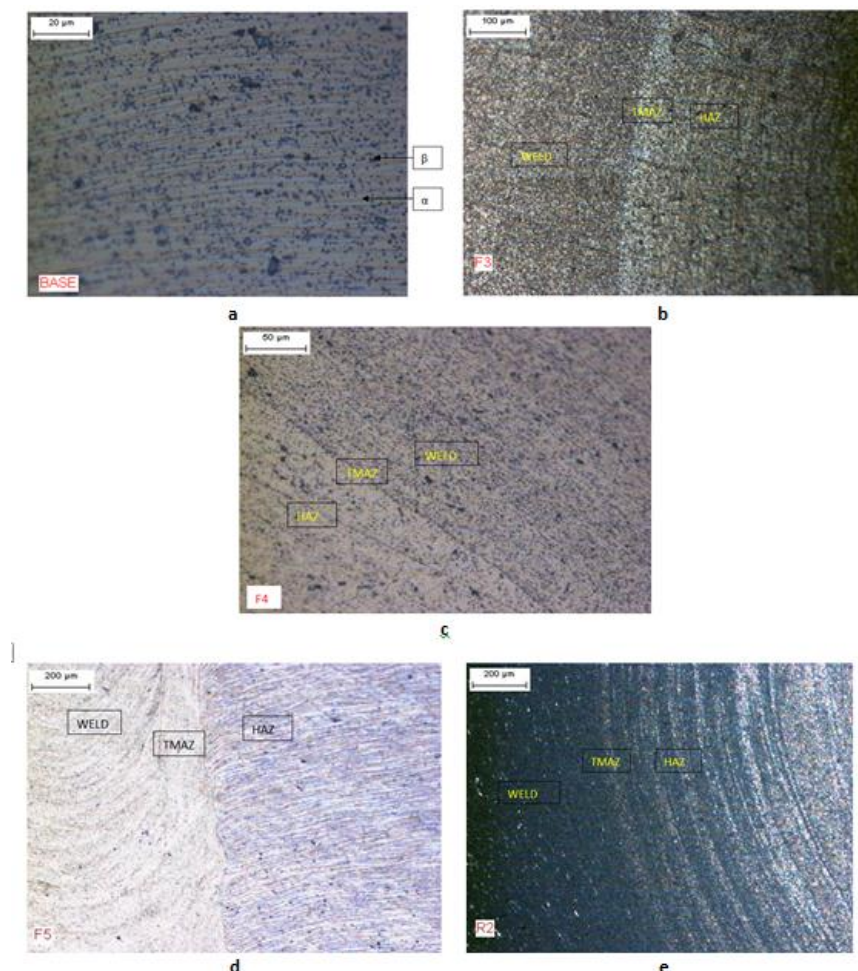
Pada percobaan awal menggunakan ulir pin *clockwise* sedangkan pada percobaan lanjutan menggunakan ulir pin *counterclockwise*. Pada saat ulir *clockwise* menghasilkan cacat dekat dengan *root*, karena arah ulir tersebut membawa aliran logam menuju ke atas permukaan lasan sehingga mengakibatkan daerah *stir zone* memiliki ketinggian lebih tinggi dari base metal, sedangkan pada bagian bawah dekat *root* terjadi kekosongan dan membentuk cacat rongga sepanjang *joint line*.

Berbanding terbalik pada saat menggunakan ulir pin *counter clockwise* dan dipengaruhi oleh kedalaman penekanan proses yang lebih dalam dari percobaan awal, pin ini memaksa logam lasan terdorong kebawah *root* lasan sehingga pada bagian sekitar *root* terisi penuh, namun terjadi penipisan pada permukaan lasan dibandingkan dengan hasil percobaan awal dan terbentuk cacat rongga pada daerah dekat permukaan las sepanjang *joint line*[17].

3.4 Analisis Hasil Uji Struktur Mikro

Berdasarkan standar cacat *tunnel* dan cacat *void* hasil proses FSW tidak diperbolehkan karena tidak memenuhi batasan kriteria penerimaan cacat berdasarkan standar AWS D17.3 [16]. Peningkatan kecepatan pengelasan akan berpengaruh terhadap kemungkinan adanya cacat pada hasil FSW.

Gambar 6 juga menunjukkan foto makro empat daerah lasan yang berbeda yang terjadi pada proses FSW, seperti daerah *stir zone*, TMAZ (*thermo-mechanically affected zone*), HAZ (*heat affected zone*), dan *base metal*. Menurut R. S Mishra, dkk. [15] *stir zone* adalah daerah sambungan yang mengalami rekristalisasi penuh, sedangkan TMAZ adalah daerah yang mengalami deformasi plastis tetapi tidak mengalami rekristalisasi. HAZ merupakan daerah terpengaruh panas yang tidak mengalami deformasi plastis.



Gambar 7. Struktur mikro hasil FSW aluminium 5052-H32 dengan kecepatan pengelasan (mm/min) : (a) Base Metal, (b) V= 36, (c) V= 64, (d) V= 83, (e) V= 22. Etsa Keller's reagent

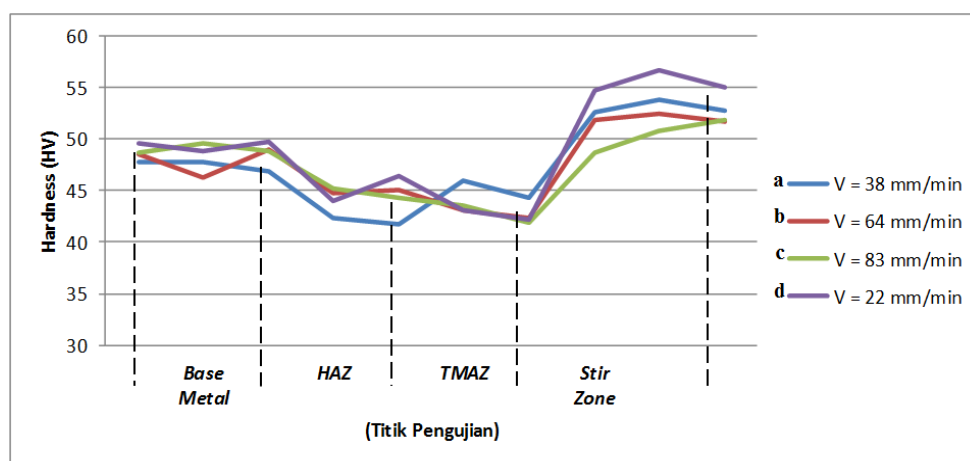
Gambar 7(a) terlihat butir berbentuk pipih karena merupakan logam induk dari *raw material* hasil *rolling* dan terdapat dua fasa yaitu α berwarna putih sebagai matrik dan β berwarna hitam [18]. Gambar 7(b), 7(c), 7(d) dan 7(e) menunjukkan struktur mikro setiap daerah lasan yang secara kualitatif terlihat perbedaan ukuran besar butir. Ukuran butir paling halus terdapat pada daerah *stir zone* untuk semua benda uji karena mengalami rekristalisasi yang membentuk butir baru dengan proses pendinginan yang lebih lama dibandingkan daerah TMAZ atau HAZ. Ukuran butir pada setiap daerah lasan akan dipengaruhi oleh distribusi panas pada saat proses FSW berlangsung dan pendinginan logam yang terpengaruh panas [9]. Laju pendinginan yang berbeda akan menghasilkan ukuran struktur mikro yang berbeda. HAZ merupakan daerah terpengaruh panas yang mengalami perbesaran butir dibandingkan logam induk. Sedangkan TMAZ memiliki butir yang lebih besar dibandingkan *stir zone* karena mengalami deformasi plastis tetapi tidak terjadi rekristalisasi. Secara kualitatif ukuran butir di daerah *stir zone* pada proses FSW aluminium 5052-H32 menggunakan kecepatan 22 mm/min dengan arah ulir *tool counterclockwise* (Gambar 7(e)) lebih halus dibandingkan dengan menggunakan kecepatan yang lebih besar dengan arah ulir *tool clockwise* (Gambar 7(b), 7(c) dan 7(d)). Hal ini mengindikasikan bahwa nilai kekerasan juga akan meningkat. Butir

yang halus akan menyebabkan banyaknya batas butir yang akan saling menghalangi pergerakan butir tersebut [19]-[20]. Hal ini akan mempengaruhi tingkat kekerasan sambungan logam las.

3.5 Analisis Hasil Uji Kekerasan

Gambar 8 menunjukkan distribusi nilai kekerasan pada beberapa titik di daerah lasan dengan menggunakan metode mikro Vicker's. Grafik tersebut menunjukkan perbedaan nilai kekerasan pada tiap daerah lasan dengan kekerasan pada logam dasar (*base metal*) sebesar 48,56 HV. Nilai Kekerasan tertinggi berada di daerah *stir zone* sebesar 55,55 HV untuk benda uji dengan kecepatan pengelasan 22 mm/min, lebih tinggi daripada kekerasan *base metal*, HAZ maupun TMAZ karena pengaruh panas dan laju pendinginan serta adanya mekanisme *solid solution strengthening*.

Mekanisme *solid solution strengthening* terjadi ketika adanya atom masuk ke dalam larutan padat menghasilkan tegangan kisi di sekeliling atom induknya, hasilnya atom ini berinteraksi dengan dislokasi dan menghambat pergerakan dislokasi sehingga terjadi penguatan material [19]. Menurut P. Cavaliere, dkk. [21] panas yang muncul akibat kecepatan pengelasan akan mempengaruhi pembentukan fasa *solid solution* pada material aluminium terutama pada daerah *stir zone*.



Gambar 8. Nilai kekerasan FSW aluminium 5052-H32 dengan kecepatan pengelasan (mm/min) : (a) V= 38 (b) V= 64 (c) V= 83 dan (d) V= 22

Ukuran butir yang lebih besar akan menurunkan nilai kekerasan pada daerah TMAZ dan HAZ seperti yang ditunjukkan Gambar 8. Nilai kekerasan pada HAZ dan TMAZ lebih rendah dari *base metal*, karena pengaruh panas yang terjadi pada daerah HAZ

dan TMAZ lebih rendah dari panas pada daerah *stir zone* sedangkan laju pendinginan yang terjadi lebih cepat sehingga menghasilkan material dengan sifat mekanis lebih rendah daripada *stir zone* ataupun logam induk [9]. Sedangkan logam induk tidak mengalami

perubahan struktur mikro karena tidak terpengaruh oleh panas akibat proses FSW [20].

Hasil uji kekerasan menunjukkan bahwa daerah dengan ukuran butir lebih halus seperti *stir zone* memiliki nilai kekerasan yang paling tinggi dibandingkan dengan daerah sekitar sambungan las dengan ukuran butir yang lebih besar.

4. KESIMPULAN

Proses FSW (*friction stir welding*) aluminium 5052-H32 menggunakan variasi kecepatan pengelasan dan disain arah ulir pin menghasilkan sambungan dengan sifat mekanik yang berbeda-beda. Berdasarkan hasil uji radiografi, struktur makro dan mikro serta kekerasan menunjukkan bahwa sifat mekanik sambungan aluminium 5052-H32 dengan proses FSW dengan putaran *tool constant* 1555 rpm lebih baik menggunakan pin silinder berulir *counter clockwise* dengan kecepatan 22 mm/min dibandingkan pin berulir *clockwise* dengan kecepatan 38, 64 dan 83 mm/min. Proses FSW Aluminium 5052-H32 dengan putaran konstan 1555 rpm dan *tool* silinder berulir *counter clockwise* menghasilkan sifat mekanik sambungan yang lebih baik dengan kecepatan pengelasan yang lebih rendah.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Bapak Dr. Ing Ir. Supono Adi Dwiwanto, yang telah meluangkan waktu untuk memberikan masukan dan saran dalam kegiatan penelitian dan penulisan makalah ini serta kepada Staff Seksi Pemesinan dan Pengelasan BBLM yang menyediakan waktu dan fasilitas untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

[1] H. Wiryosumarto dan T. Okumura, *Teknologi Pengelasan*, PT Pradnya Paramita, 2000.

[2] T. Khaled, "An outsider looks at friction stir welding," *Fed Aviat Admin*, vol. 90712, pp. 1–71, 2005.

[3] R. S. Mishra dan Z. Y. Ma, *Friction stir welding and processing*, vol. R 50. 2005.

[4] S. Ravikumar, V. S. Rao, dan R. V. Pranesh, "Effect of process parameters on mechanical properties of friction stir welded dissimilar materials between AA6061-T651 and AA7075-T651 Alloys," *Int. J. Adv. Mech*, vol. 4, no. 1, pp. 101–114, 2014.

[5] A. K. Jassim, D. C. Ali, dan A. Barak, "Effect of tool rotational direction and welding speed on the quality of friction stir welded Al-Mg Alloy 5052-O," *Journal of Applied Science and Engineering*, vol. 13 (1), pp. 2352-2358, 2018. Doi: 10.3923/jeasci.2018.2352.2358.

[6] M. Iqbal, Tarkono, dan G. A. Ibrahim, "Pengaruh putaran dan kecepatan tool terhadap sifat mekanik pada pengelasan friction stir welding aluminium 5052," *J. FEMA*, vol. 2, no. 1, pp. 23–27, 2014.

[7] Tarmizi dan B. Prayoga, "Analisa sifat mekanik dan struktur mikro pada proses friction stir welding aluminium 5052," *J. Ris. Teknol. Ind.*, vol. 10, no. 2, pp. 70-82, 2016.

[8] H. Lee, Y. R. Lee dan K. J. Min, "Effects of friction stir welding speed on AA2195 alloy," *MATEC Web of Conference*, vol. 45, 01003, 2016. Doi.org/10.1051/mateconf/20164501003.

[9] Irfan dan Tarmizi, "Pengaruh bentuk pin terhadap sifat mekanik aluminium 5083 – H112 hasil proses friction stir welding," *J. Ris. Teknol. Ind.*, vol. 11, no. 1, pp. 31–42, 2017.

[10] S. Sulaiman, S. Emamian, M. N. Sheikholeslam, dan M. Mehrpouya, "Review of the effects of friction stir welding speed on stainless steel type 304L," *International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing*, vol. 1, no. 1, pp. 85–87, 2013. Doi: 10.7763/IJMMM.2013.V1.18.

[11] P. L. Threadgill, A. J. Leonard, H. R. Shercliff, dan P. J. Withers, "Friction stir welding of aluminium alloys," *International Materials Reviews*, vol. 54, no. 2, pp. 49–93, 2009. Doi.org/10.1179/174328009X411136.

[12] V. Joshi, K. Balasubramaniam, dan R. V. Prakash, "Study of defects in friction stir welded AA 5083 by radiography, ultrasonic and phased array ultrasonic," *Proceedings of the National Seminar & Exhibition on Non-Destructive Evaluation*, pp. 1-7, 2011.

[13] S. Shanavas dan J. E. Raja, "Science direct weld quality prediction of AA 5052-H32 aluminium alloy using neural network approach," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2, pp. 8256–8262, 2018.

[14] P. Podržaj, B. Jerman, dan D. Klobčar, "Welding defects at friction stir welding," *Metalurgija*, vol. 54, no. 2, pp. 387–389, 2015.

- [15] R. S. Mishra dan M. W. Mahoney, "Friction stir welding and processing," *ASM Int.*, p. 368, 2007.
- [16] "7. AWS_D17.3-D17.3M-1.pdf." .
- [17] S. Balos, L. Sidjanin, M. Dramicanin, D. L. Zlatanovic dan A. Antic, "Friction stir welding of Al-Mg alloy plates with increased edge roughness using square pin tools of various shoulder geometries," *Materials and Technology*, vol. 50, no. 3, pp. 387–394, 2016. Doi:10.17222/mit.2015.088.
- [18] W. Baldwin, "Metallography and microstructures 2004 ASM," 2004.
- [19] W. D. Callister, *Materials Science*. John Wiley & Sons, Inc, 2007.
- [20] L. N. Tufaro, I. Manzoni, dan H. G. Svoboda, "Effect of heat input on AA5052 friction stir welds characteristics," *Procedia Mater. Sci.*, vol. 8, pp. 914–923, 2015.
- [21] P. Cavaliere, A. Squillace, dan F. Panella, "Effect of welding parameters on mechanical and microstructural properties of AA6082 joints," *J Mater Process Technol*, 200(1–3), pp. 364–372, 2008.



FAILURE OF A HEAT EXCHANGER RETURN BEND DUE TO LONG-TERM LOCALIZED OVERHEATING

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, Indonesia 12640
E-mail: adnyanadn@yahoo.com

Masuk Tanggal : 20-03-2019, revisi tanggal : 27-05-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-06-2019

Intisari

Tulisan ini menyajikan penelitian yang dilakukan pada sebuah belokan pipa U (*return bend*) pada sebuah alat penukar kalor yang mengalami kerusakan (pecah) setelah beroperasi hanya dalam waktu 2,5 tahun. Alat penukar kalor tersebut digunakan untuk memindahkan panas dari gas panas hasil pembakaran pada sisi bejana/tabung ke dalam bahan baku minyak (*feedstock oil*) pada sisi pipa. Material belokan pipa U tersebut dibuat dari baja karbon dengan standar ASTM A-234 Gr.WPB, memiliki diameter 2 inch dan tebal SCH 80. Penelitian berupa observasi dan pengujian metalurgi dilaksanakan dengan menyiapkan sejumlah sampel material dari belokan pipa U, baik yang sudah pecah maupun yang tidak pecah. Pengujian yang dilakukan meliputi uji visual dan makro, analisa kimia, uji metalografi, uji kekerasan dengan metoda Vickers dan SEM (*scanning electron microscopy*) - EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil pengujian metalurgi menunjukkan bahwa pipa belokan U yang pecah mengalami kerusakan akibat beban berlebih yang dipengaruhi oleh *local hot spot* atau panas berlebih secara lokal dalam jangka panjang (*long-term localized overheating*). Akibatnya, tegangan yang bekerja pada dinding belokan pipa U mengalami peningkatan yang sangat signifikan sehingga pada akhirnya tekanan operasi yang terjadi pada bahan baku minyak di dalam pipa dapat merobek atau memecahkan bagian dinding belokan pipa U tersebut.

Kata Kunci : Baja karbon standar ASTM A-234 Gr.WPB, belokan pipa U, alat penukar kalor

Abstract

This paper presents a metallurgical assessment performed on a return bend of a heat exchanger that had failed due to bursting after it had been only about 2.5 years in service. The heat exchanger was used to transfer heat from hot combustion gas on the shell side to the feedstock oil on the tube side. The return bend material was made of standard wrought carbon steel of ASTM A-234 Gr.WPB, having a diameter of 2 inches and wall thickness of SCH 80. The metallurgical assessment was conducted by preparing several specimens from the as-received burst and unburst return bends. Various laboratory examinations performed including visual and macroscopic examination, chemical analysis, metallographic examination, hardness testing by Vickers method, and SEM (scanning electron microscopy) equipped with EDS (energy-dispersive spectroscopy) analysis. Results of the metallurgical assessment obtained showed that the burst return bend had been experiencing fracture overload due to a local hot spot or long-term localized overheating occurred on the outer bend external surface. Consequently, the hoop stress at the outer bend section had been increasing significantly and eventually, the working pressure of the feedstock oil on the tube side could burst the return bend wall thereon.

Keywords: Carbon steel of ASTM A-234 Gr. WPB, return bend, heat exchanger

1. INTRODUCTION

A shell and tube heat exchanger is the most common type of heat exchanger in oil and petrochemical processes and is suitable for high-pressure applications. This type of heat exchanger consists of a shell (a large pressure vessel) with a bundle of tubes inside it. Depending on the design, at the end section of the shell, the tubes are often connected one to the other using U tube or return bend. One fluid runs through the tubes, and another fluid flows through the shell to transfer heat between the two fluids. From the techno-economic consideration and based on the operating condition and type of fluid applied, most of the material used for tube and return bend made of low carbon steel or low alloy steel.

Types of failures and damage mechanisms of the heat exchangers are well presented in several articles in the literature [1]-[8]. Failures in heat exchanger are commonly associated with methods of manufacturing of tubes/return bends, handling methods during fabrication, testing methods in the shop and in the field, and the total environment to which the unit is exposed after fabrication. In some cases, failures in the heat exchanger may also be influenced by design fault or by improper material selection [5]-[6]. In addition, type of fluids or liquids flowing in the heat exchanger together with the operating condition may also be an important factor in affecting to the heat exchanger failures [7]. Moreover, another performance problem in heat exchanger operation includes excessive tube fouling [9]-[10]. Major detrimental effects of fouling include loss of heat transfer as indicated by charge outlet temperature decrease and pressure drop increase. Other detrimental effects of fouling may also include blocked process tubes/return bends, under-deposit corrosion and pollution. Where the heat flux is high, fouling can lead to local hot spots resulting ultimately in mechanical failure of the heat transfer surface. Such effects lead in most cases to production losses and increased maintenance costs.

In the feedstock oil that utilized in this heat exchanger, similar to the most of crude oils, two types of fouling predominate [11]. These are inorganic fouling in which deposits mainly consist of FeS and salts, and organic fouling due to asphaltenes which ultimately result in coke deposits. These two types of fouling may occur together, or separately, depending on circumstances. According to the previous research work [11], the inorganic fouling likely

occurred at low temperature, while as the temperature rises along the tube at about 350 °C, fouling appears more likely to be caused by organics. Coke formation starts near the wall and then propagates towards the center of the heat exchanger tube or return bend as well. The coke near the wall is generally found to be hard and difficult to be removed [12]. As the fouling deposit layer builds up, the thermal efficiency drops and pressure drop increases significantly leading to some formation of localized overheating or hot spot on the tube or return bend external surfaces. If the temperature rise due to localized overheating is significantly high, the tube or return bend material will be subjected to some metallurgical degradation, leading to lower its tensile strength. In addition, localized overheating could also increase the corrosion rate on the tube or return bend external surface, resulting in wall thinning or metal loss thereon. Consequently, the level of hoop stress occurring on the tube or return bend section could increase significantly and therefore the tube burst cannot be avoided.

The purpose of this failure analysis was to verify the material properties and to determine whether the material used for the return bend met the specification or suitable for its operating condition. Furthermore, this failure analysis was also aimed to establish the type, cause, and mode of failure of the burst return bend, and based on the determination, and some corrective or remedial action may be initiated that will prevent a similar failure in future.

2. MATERIALS AND METHOD

In this failure analysis, two return bends of the damaged heat exchanger were used. One of this return bends had experienced bursting after the heat exchanger had been only about 2.5 years in service. The as-received two returns bends for analysis are seen in Figure 1. Visually, bursting shown in Figure 1 occurred at one of the outer bend external surfaces. The return bends shown in Figure 1 are typical elbow 90° LR, having a diameter of 2 inches and the wall thickness of SCH 80. The return bend material was made of ASTM A-234 Gr. WPB, a standard specification for the piping fitting of wrought carbon steel for moderate and high-temperature service. The heat exchanger was used to transfer heat from hot combustion gas on the shell side to the feedstock oil on the tube side. The tube material of the heat exchanger was made of ASTM A-106 Gr. B, a standard specification for seamless carbon steel pipe for

high-temperature service. Similar to the return bend, the tube had a dimension of 2 inches in diameter and wall thickness of SCH 80. The design operating parameters of the heat exchanger were as follows: design pressure and temperature of hot combustion gas on the shell side: 0.5 kg/cm²g and 650 °C, design pressure and temperature of the feedstock oil on the tube side: 45.0 kg/cm²g and 220 °C, and the feedstock oil velocity on the tube side: 10 m³/hr.

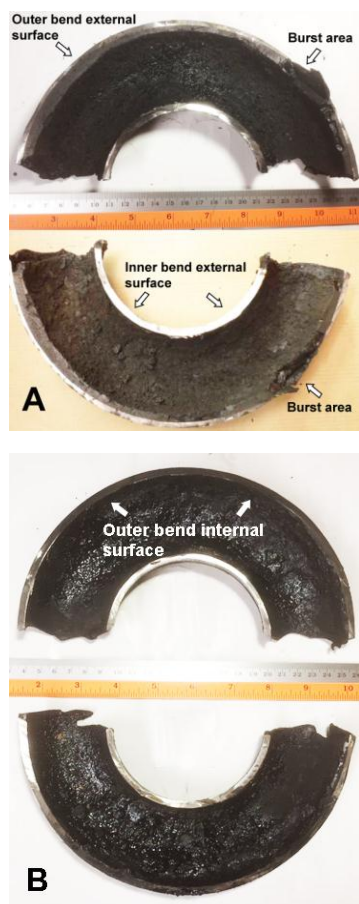


Figure 1. The as received two return bends A and B for analysis (A: burst return bend, and B: unburst return bend). Both return bends were cut away into two half sections



Figure 2. Close up view of the burst return bend, showing some excessive thinning or metal loss occurred around its burst and bulging area on the outer bend external surface

In this failure analysis, the burst return bend (A) and the unburst return bend (B) shown in

Figure 1 cut away from the heat exchanger shown in Figure 2. Both of the as-received return bends were then cut into several specimens for laboratory examination. Macroscopic examination on the burst return bend was performed using a stereomicroscope. Chemical analysis of the prepared sample was carried out using optical spark emission spectrometer. The purpose of the chemical analysis was to determine whether the material used for the burst return bend met the specification. Besides, metallographic examinations were also performed on the prepared samples using an optical microscope at various magnifications. The metallographic samples were mounted using epoxy and prepared by grinding, polishing, and etching. The etchant applied was 5% Nital solution [13]. A hardness survey was also carried out on the same samples for metallographic examination using the Vickers hardness method at a load of 5 kg (HV 5).

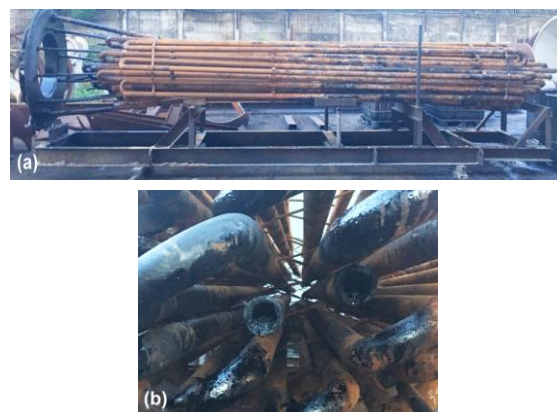


Figure 3. (a) Disassembled tubes bundle from the heat exchanger shell, (b) End section of the tubes bundle showing the location of the burst return bend that was cut away

Moreover, an examination of some internal and external deposits of the burst return bend was also performed using SEM (scanning electron microscopy) to determine the deposit topography. This SEM was also equipped with EDS (energy-dispersive spectroscopy) analysis to detect the presence of any element(s) that formed the deposit layer, or any corrosion by-product.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Visual and Macroscopic Examination

Close-up view of some damaged area of the burst return bend shown in Figure 1 is presented in Figure 3, showing the formation of some excessive thinning or metal loss occurred around

the bulging and burst area on the outer bend external surface. It is seen that most of the deposits formed on the outer bend external surface were peeled off from the surface. Besides, it can also be seen from Figure 3 that the burst formed on the outer bend external surface where most of the thinning occurred. Similar surface thinning was also observed on the unburst return bend, particularly on both of its outer bend external surfaces (see Figure 1(a)). Further information obtained from Figure 3 is that the surface thinning or metal loss occurred on the outer bend external surface was most likely related with the formation of some thick fouling deposit layer that formed on the outer bend internal wall (see also Figure 4(a)). In Figure 4(b), it shows some deposit that was

obtained from the outer bend internal wall shown in Figure 4(a).

Like those above, the formation of a thick deposit on the outer bend internal wall of the burst return bend caused by laminar flow and abrupt pressure changes that were present on the outer bend internal wall [9]-[10]. This may have caused some inadequate cooling effect of the feedstock oil to the outer bend wall and resulted in local hot spot or long-term localized overheating on the outer bend external surface. Consequently, this local hot spot may have increased the rate of corrosion significantly on the outer bend external surface, and eventually it could also increase the thinning or metal loss thereon.

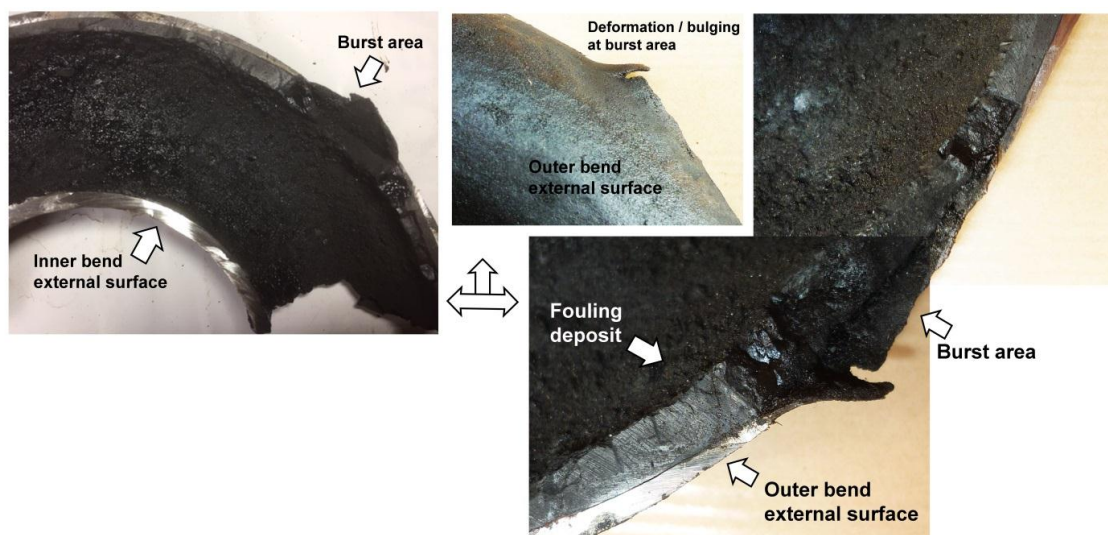


Figure 4. Close up view of the sectioned burst return bend around its outer bend section where the failure occurred. Note the build-up of massive fouling deposit on the outer bend internal wall where most of the excessive thinning happened on the outer bend external surface

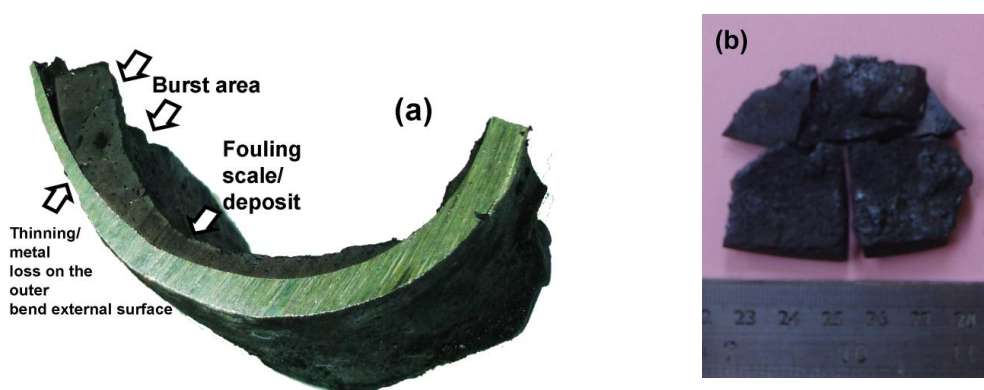


Figure 5. (a) Appearance of some internal deposits that formed on the outer bend inner wall of the burst return bend. (b) Note some collected fouling deposit that obtained from the outer bend internal wall

3.2 Chemical Analysis

Result of the chemical analysis obtained from the material used for the burst return bend in comparison with the standard equipment is presented in Table 1. It can be seen that the chemical composition of the burst return bend material is a type of low carbon steel and approximately close to the material specification of ASTM A-234 Gr. WPB, a standard specification for the piping fitting of wrought carbon steel for moderate and high-temperature service [14].

Table 1. Result of chemical analysis obtained from the burst return bend material in comparison with the standard material

| Element | Composition, wt % | |
|---------|-------------------|--|
| | Burst Return Bend | Standard Material ASTM A-234 Gr. WPB |
| Fe | 98.8 | Balance |
| C | 0.193 | 0.3% (max) |
| Mn | 0.413 | 0.29 - 1.06% |
| Si | 0.263 | 0.10% (min) |
| Cr | 0.0203 | 0.40% (max) |
| Ni | 0.0419 | 0.40% (max) |
| P | 0.0128 | 0.05% (max) |
| S | < 0.0030 | 0.058% (max) |
| Mo | < 0.0040 | 0.15% (max) |
| Cu | 0.119 | 0.40% (max) |
| Nb | 0.0055 | 0.02% (min) |
| V | 0.0059 | 0.08% (min) |

3.3 Metallographic Examination and Analysis

For metallographic examination, two specimens were made from the burst return bend, one cut and prepared in a transverse direction, and the other was cut in a longitudinal direction (see Figures 5 and 6). In addition, another specimen in transverse direction prepared from the unburst return bend. This specimen was cut away from the outer bend section where most of the thinning occurred on its external surface.

Microstructures obtained from the outer bend transverse section around the burst area presented in Figure 5. The microstructures received show matrix ferrite phase (light color) and a small of second pearlite phase (dark color), typical of low carbon steel. The microstructures obtained also supported to or following the result of chemical analysis shown

in Table 1. In addition, the microstructures obtained also show some possible formation of carbide spheroidization or graphitization, although it may be still in its early stage. Furthermore, it also noticed that from Figure 5 a few number of isolated creep cavities may have formed. Moreover, from Figure 5, it can also be seen that general uniform corrosion along with some localized corrosion such as under-deposit corrosion or stress corrosion may have also formed on some internal wall of the burst return bend.

Microstructures obtained from the outer bend longitudinal section of the burst return bend presented in Figure 6. The microstructures obtained are very much similar to those obtained from the outer bend transverse sectional area of the burst return bend in which some carbide spheroidization and isolated creep cavitation may have started to form in the microstructures. Also, there were also likely several small graphite nodules formed. Furthermore, from Figure 6, it can also be seen that both of the outer bend surfaces, either the internal surface or the external surface had damaged by corrosion. The external surface may have been experiencing some pitting and surface corrosion, while the inner surface where some thick deposit formed, it may have been experiencing some localized corrosion such as under-deposit corrosion and/or stress corrosion. It appeared that this localized corrosion might have produced some strong adherent deposit layers on the outer bend internal surface. However, the formation of this localized corrosion may have also contributed to the acceleration of the return bend failure.

Formations of carbide spheroidization and graphitization observed on the microstructures obtained from the outer bend transverse section of the unburst return bend (see Figure 7). According to Figure 8, this carbide spheroidization is a change in the microstructure of certain carbon steels and low-alloy steels after long-term operation in the 440 °C to 760 °C, and may cause a loss in strength and/or creep resistance [15]. Spheroidization can occur in a few hours at 552 °C, but may take several years at 454 °C [16]. At elevated temperatures, the carbide phases or pearlitic microstructures in these steels are unstable and may agglomerate from their normal plate-like form to a spheroidal form. As seen in Figure 8, in addition to spheroidization, other decomposition mechanisms, which are known as graphitization may also occur [15]-[16]. The temperature has an important effect on the rate of graphitization.

Below 427 °C, the rate is extremely low. The rate increases with increasing temperature. Graphitization may cause a loss in strength, elasticity, or creep resistance.

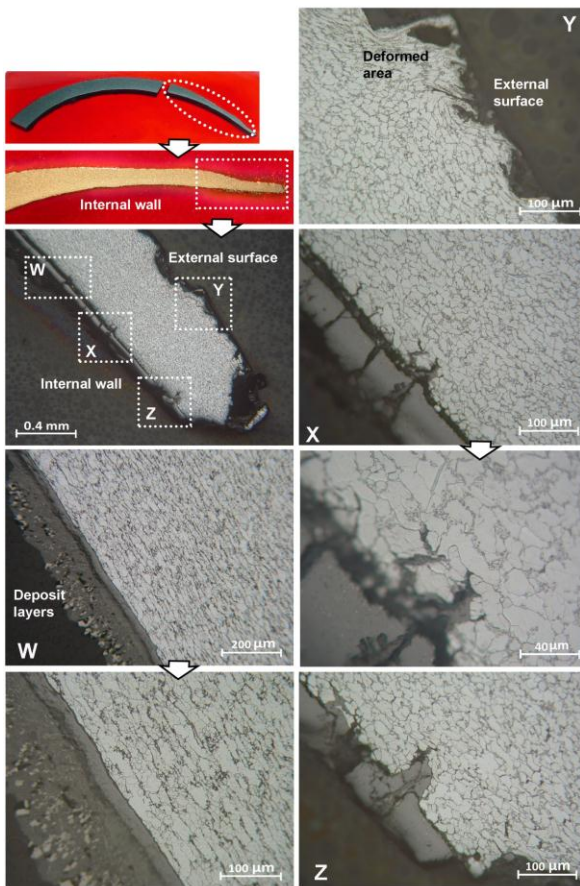


Figure 6. Microstructures obtained from the outer bend transverse section of the burst return bend (around the burst area) at different locations indicated by the square grids. Etched with 5% Nital solution

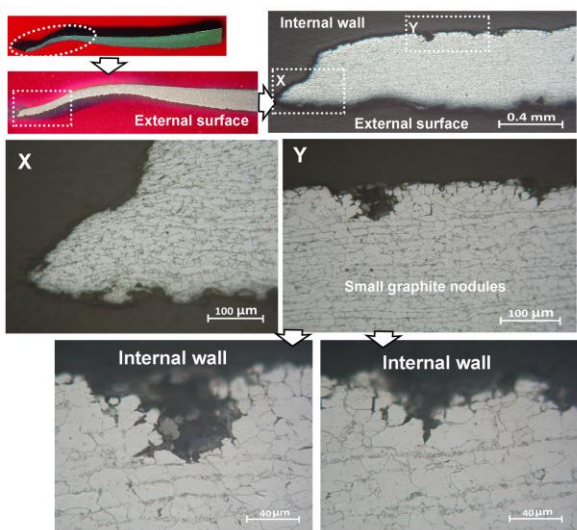


Figure 7. Microstructures obtained from the outer bend longitudinal section of the burst return bend (around the burst area) at different locations indicated by the square grids. Etched with 5% Nital solution

Based on the mentioned decomposition mechanisms and formation of some creep cavitation in the microstructures obtained, it is likely that the outer bend metal temperature may have reached approximately in the range of 375 to 450 °C for quite a long time or several years. This temperature range is approximately well above the design metal temperature of the return bend material, which is made of low carbon steel (ASTM A-234 Gr. WPB). Since the design operating temperature of the feedstock oil on the tube side was only 220 °C, and the design temperature of the hot combustion gas on the shell side was 650 °C, this indicated that the heat flux occurred on the outer bend section is higher than the ability of feedstock oil to absorb and accommodate the heat flux. This condition indicated that the outer bend section of the return bends (where a thick internal deposit formed) might have been subjected to some local hot spot or a long-term localized overheating.

3.4 Hardness Test and Analysis

Table 2 shows the results of the hardness test obtained from the burst and unburst return bend material. It saw that the hardness values obtained are in the range of 130 HV to 148 HV, typical hardness values for low carbon steels in annealed or normalized condition [17]. These hardness test results also further supported that the return bend material was made of low carbon steel with the specification of ASTM A-234 Gr. WPB [18]. The design operating temperature of hot combustion gas on the shell side of 650 °C was too high for the return bend or tubing material which only made of low carbon steel. This condition based on the fact that the threshold temperature of carbon steels for creep and other metallurgical degradation, such as a spheroidization or a graphitization is approximately 370 °C [19].

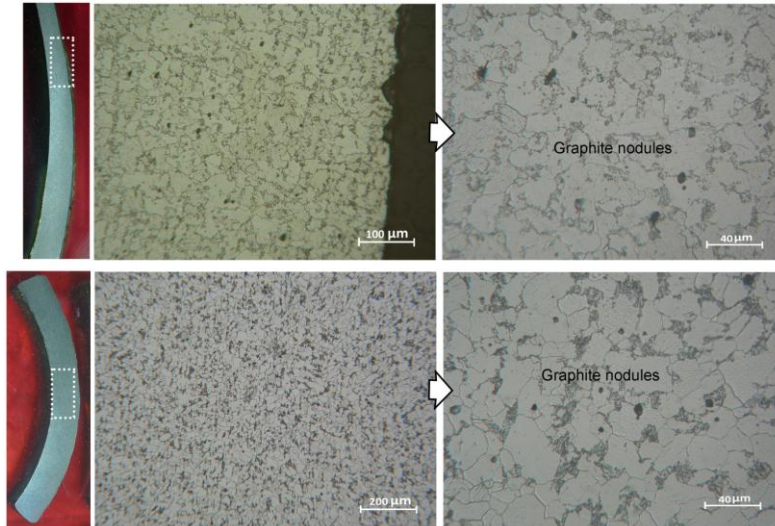
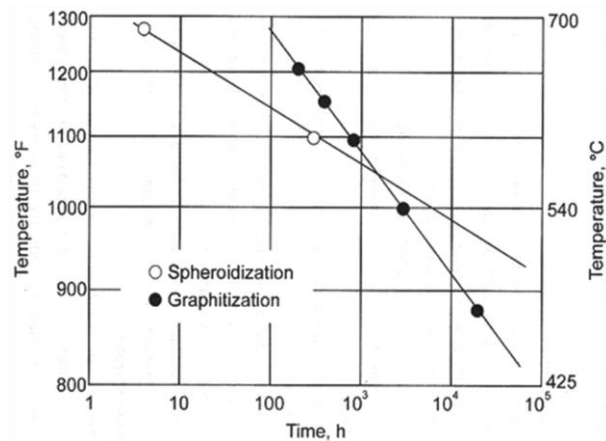


Figure 8. Microstructures obtained from the outer bend transverse section of the unburst return bend at different locations indicated by the square grids. Etched with 5% Nital solution



Gambar 9. Grafik kekerasan paduan Co-26Cr-6Mo dan paduan Co-26Cr-6Mo-0,18N

From Table 2, it saw that hardness values of the outer bend external surface where most of the thinning process occurred are slightly lower than the average hardness values of the return bend material. This lower hardness was most likely caused by the high-temperature exposure (local hot spot) occurred on the particular area of the return bend. In addition,

from Table 2, it can also be seen that hardness values of the outer bend material in the burst area are generally higher than the average hardness values of the return bend material. This higher hardness was caused by strain hardening effect due to some deformation occurred on the return bend material in the event of bursting [14].

Table 2. Results of hardness test obtained from different test locations of the burst return bend material (A) and the unburst return bend material (B) using Vickers hardness method (HV)




| No | Hardness Value (HV 5) | | | | |
|---------|------------------------------------|---|---|---------------------------|---|
| | Samples from Burst Return Bend (A) | | | | |
| | Transverse Cross Section (A1) | Cross Section Around the Burst Area (A2) | | Longitudinal Section (A3) | Longitudinal Section Around the Burst Area (A4) |
| 1 | 132.0 | 133.0 | Near to burst area | 148.0 | 169.0 |
| 2 | 131.0 | 133.0 | | 147.0 | 152.0 |
| 3 | 130.0 | 135.0 | | 134.0 | 130.0 |
| 4 | 135.0 |  Far from burst area |  135.0 | 136.0 | 132.0 |
| 5 | 132.0 | | 130.0 | 143.0 | 132.0 |
| 6 | 133.0 | At outer bend | 144.0 | 141.8 | - |
| 7 | 123.8 | external | | - | - |
| 8 | 128.0 |  surface | | - | - |
| Average | - | 133.7 | - | 141.6 | - |

Table 3. Results of hardness test obtained from different test locations of the burst return bend material (A) and the unburst return bend material (B) using Vickers hardness method (HV), continued

| No | Hardness Value (HV 5) | |
|---------|--------------------------------------|------------|
| | Samples from Unburst Return Bend (B) | |
| | Longitudinal | Transverse |
| 1 | 134.0 | 128.0 |
| 2 | 143.0 | 138.2 |
| 3 | 135.0 | 137.0 |
| Average | 137.3 | 134.4 |

3.5 SEM and EDS Analysis

SEM (scanning electron microscopy) micrographs and the corresponding EDS (energy dispersive spectroscopy) spectrum of elements from some external and internal deposits obtained around the burst area presented in Figures 9 and 10. From the results obtained, it indicated that most of the deposit formed on the outer bend internal wall surface of return bend was containing with significant carbon elements from which the coke deposit may have formed. In addition, some other aspects in relatively lower percentage such as O (oxygen), S (sulfur), and probably some Fe (iron) also obtained in the internal fouling deposit. Most of these elements may be coming from the flowing feedstock oil on the tube/return bend side. It considered that iron sulfide (FeS) and coke deposition are likely among the most critical causes of formation of such fouling deposit on the bend internal wall surfaces [9]-[10]. Similarly, the deposit that may have formed on the outer bend external surface also

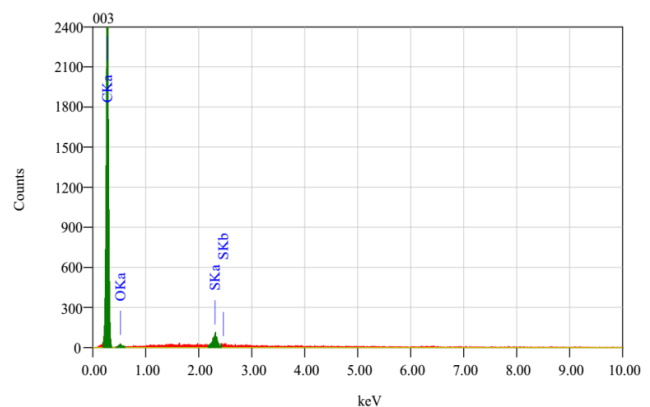
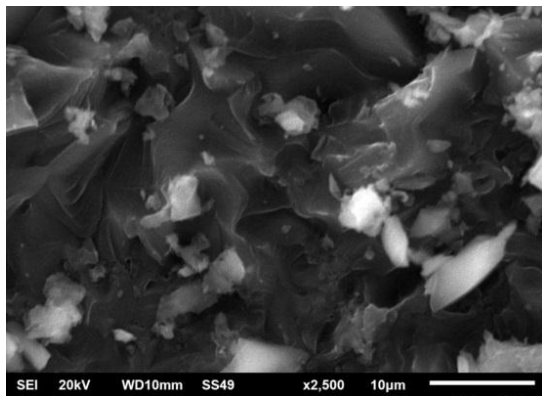
containing with significant carbon (C) elements, oxygen (O), iron (Fe) and sulfur (S), whereas the other features in small percentage may have also formed including aluminum (Al) and silicon (Si). Some of these elements such as O, C and S may have been contributing to the oxidation, pitting or corrosion that could cause thinning or metal loss occurred on some of the return bend external surface. Most of the elements are containing in the external deposit may be coming from the flowing hot combustion gas on the shell side.

Based on the test results and analysis below, it considered that two types of fouling might have predominated in this heat exchanger, namely inorganic fouling in which deposits mainly consist of FeS and salts, and organic fouling due to asphaltenes which ultimately result in coke deposit [10]. These two types of fouling may have occurred together or separately. The fouling deposit on the internal wall of the return bend/ tube may affect the operation of heat exchanger due to pressure drop

increase, heat transfer reduction, hot spot, and corrosion.

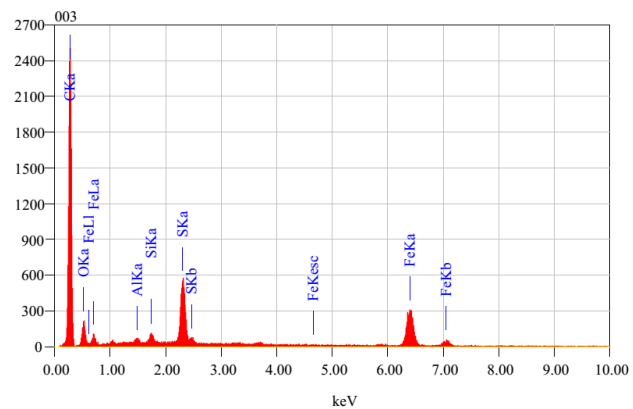
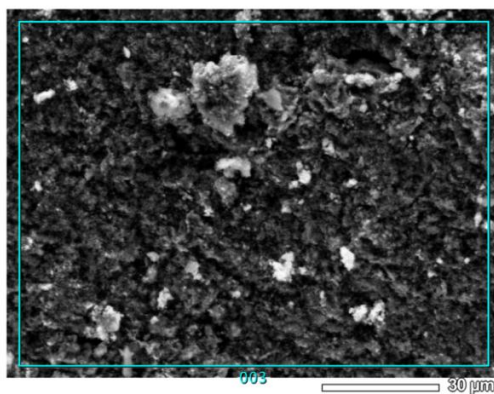
The outer bend section of return bend that experienced high-temperature and reached well above its design metal temperature (called as a local hot spot or localized overheating) may also have caused the outer bend external surface subjected to relatively higher rates of oxidation or hot gas side corrosion. The high oxygen (O) content found in the SEM/EDS results may be related to the formation of oxide scales on the outer bend external surfaces, while sulfur (S) content found on the external deposit may have come from the occurrence of corrosion due to

sulfidation. The temperature occurred on the outer bend external surfaces was favorable to such corrosion/sulfidation to proceed [20]. This oxidation or corrosion would increase the metal loss of the outer bend external surfaces. Consequently, the thinning occurred could increase the hoop stress, leading to increased damage accumulation rates and hence could bring the outer bend section to become prone or vulnerable to fracture overload. As some gross plasticity may have formed on the bulging and burst area (see Figures 1, 3, 5 and 6), this also indicated that the burst return bend had experienced typical of fracture overload.



| Element | C | O | S |
|-------------------|-------|------|------|
| Mass Percentage % | 95.54 | 3.01 | 1.44 |

Figure 10. SEM and EDS analysis obtained from some inner deposit formed around the outer bend internal wall of the burst return bend



| Element | C | O | Al | Si | S | Fe |
|-------------------|------|-------|------|------|------|-------|
| Mass Percentage % | 73.0 | 12.22 | 0.26 | 0.49 | 3.96 | 10.07 |

Figure 11. SEM and EDS analysis obtained from some external deposit formed around the outer bend external surface of the burst return bend

In summary, factors affecting the failure of return bend of the heat exchanger under study and the corresponding damage sequence be

described and presented in the flow diagram shown in Figure 12.

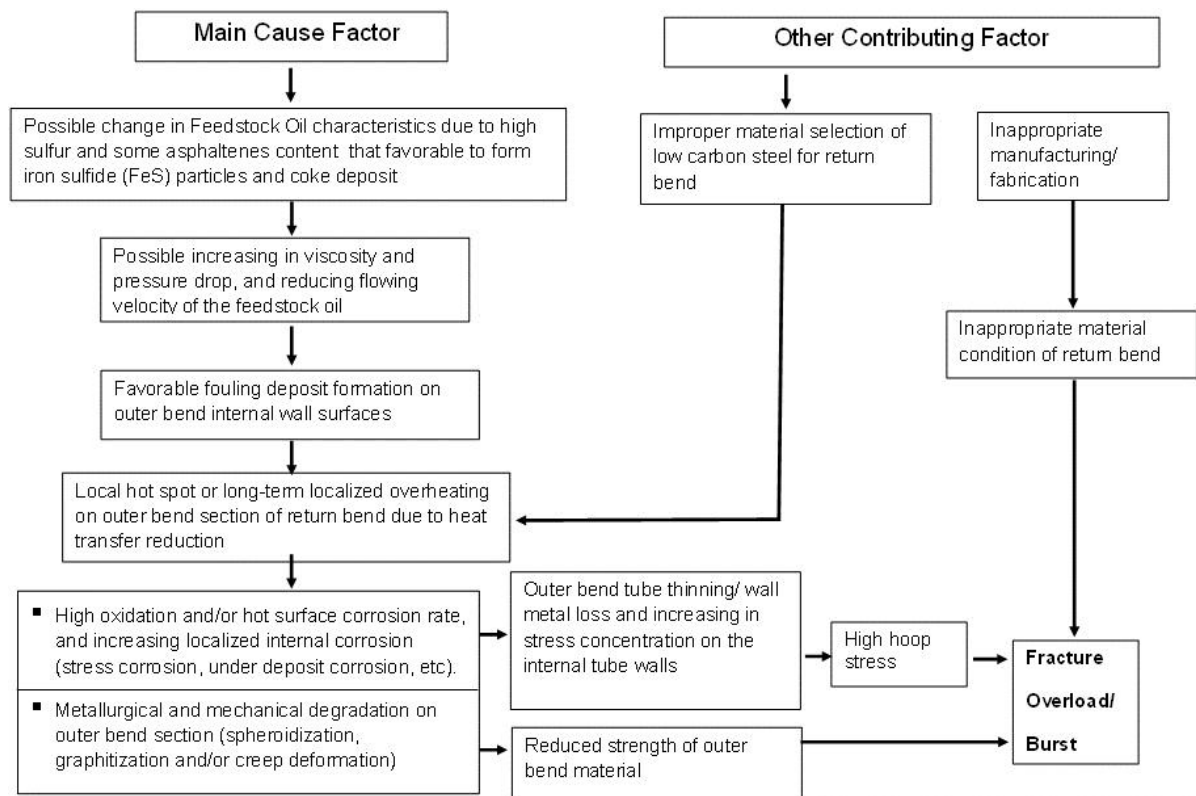


Figure 12. Factors affecting the failure of burst return bend and the corresponding damage sequence

4. CONCLUSION

According to the burst topography and mode of failure, the return bend of the heat exchanger under study had experienced fracture overload due to a local hot spot or long-term localized overheating occurred on the outer bend external surface. The long-term localized overheating occurred may have resulted from the internal deposit build up, causing an inadequate cooling effect of the feedstock oil to the outer bend external surface of return bend. Most likely, the type of fouling deposit that built upon the outer bend internal surface was coke deposit.

Due to this long-term localized overheating, the outer bend external surface was subjected to high corrosion rate caused by corrosive agents containing in the hot combustion gas on the shell side (under the design operating temperature of 650 °C), leading to excessive thinning or metal loss took place at location around the outer bend external surfaces. Beside, some localized corrosion occurred on the outer bend internal wall such as under-deposit corrosion or stress corrosion may have also

contributed to the acceleration of the return bend failure.

The material used for return bends of the heat exchanger under study was approximately met to the material specification of ASTM A-234 Gr. WPB. However, application of this material was most likely not suitable or appropriate for return bends or tubing of the heat exchanger based on the process fluid and operating parameter applied. The design operating temperature of hot combustion gas on the shell side of 650 °C was too high for the return bend or tubing material which only made of low carbon steel. This condition based on the fact that the threshold temperature of carbon steels for creep and other metallurgical degradation such as a spheroidization and/or a graphitization is approximately 370 °C.

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.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] K. E. Perumal, "Stress-corrosion cracking of stainless steel heat exchanger tubes in a fertilizer plant," published in Handbook of Case Histories in Failure Analysis, vol.1, ASM International, Material Park, Ohio, May 1994, pp.126-127.
- [2] D. N. Adnyana, "Stress-corrosion cracking in a nickel-base alloy pre-heater expansion bellows," *J. Sci. Tech. in Metallurgy*, vol. 29, no.3, pp. 235-244, 2014
- [3] N. D. Kundnaney and D.K. Kushwaha, "A critical review on heat exchangers used in oil refinery," *Proceedings of Afro-Asian International Conference on Science, Engineering & Technology*, ISBN : 9-780993-909238, pp. 1-5, 2015
- [4] I. M. Ghayad, Z. A. Hamid, and N. Gomaa, "A case study : corrosion failure of tube heat exchanger," *J. Metall. Eng.*, vol. 4, pp.57-61, 2015
- [5] D. N. Adnyana, "Failure analysis of stainless steel heat exchanger tubes in a petrochemical plant," *J. Fail. Anal. and Preven*, vol. 18, pp. 413-422, 2018.
- [6] L. Liu, N. Ding, J. Shi, N. Xu, W. Guo, and C. L. Wu, "Failure analysis of tube-to-tube Sheet Welded Joints in a shell-tube heat Exchanger," *Case Stud. Eng. Fail. Anal*, vol. 7, pp. 32-40, 2016
- [7] S. Addepalli, D. Eiroa, S. Lieofrakool, A. L. Fancois, J. Guisset, D. Sanjaime, and P. Phillips, "Degradation study of heat exchangers," *Procedia CIRP*, vol. 38, pp. 137-142, 2015.
- [8] Kusmono and Khasani, "Analysis of a failed pipe elbow in geothermal production facility," *Case Stud. Eng. Fail. Anal*, vol. 9, pp. 71-77, 2017.
- [9] A. P. Watkinson, "Deposition from crude oils in heat exchangers," *Proceedings of 6th International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning*, Kloster Irsee, Germany, pp. 7-16, June 5-10, 2005.
- [10] W. Wang and A. P. Watkinson, "Iron sulphide and coke fouling from sour oils : Review and initial experiments," *Proceedings of International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning*, Crete Island, Greece, pp. 23-30, June 5-10, 2011.
- [11] S. Emani, N. A. Yusoh, R. M. Gounder and K. Z. K. Shaari, "Effect of operating conditions on crude oil fouling through CFD simulations," *Int. J. Heat and Technol*, vol. 35, no. 4, pp. 1034-1044, 2017.
- [12] N. Gascoin, G. Abraham, and P. Gillard, "Thermal and hydraulic effects of coke deposit in hydrocarbon pyrolysis process," *J. Thermophysics and Heat Transfer*, vol. 26, no. 1, pp. 57-65, 2012.
- [13] ASM Handbook, "Metallography and microstructures," ASM International, Materials Park, Ohio, vol. 9, pp. 588-607, 2004.
- [14] Metals Handbook, "Properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys," ASM International, Materials Park, Ohio, vol.1, pp. 140-148, 327-333, 1990.
- [15] ASM Handbook, "Failure analysis and prevention," ASM International, Materials Park, Ohio, vol. 11, pp.2626-2631, 2002.
- [16] American Petroleum Institute API RP 571, "Graphitization and softening (spheroidization)," *Damage Mechanisms Affecting Fixed Equipment in the Refining Industry*, Washington DC, 1st edn, pp.1-7, 2003.
- [17] ASM International, Materials Park, Ohio, "Guide to engineered materials," *Advanced Materials and Processes*, pp. 51-61, December 2003.
- [18] ASME BPVC Section II Part A, "Ferrous materials specification," *The American Society of Mechanical Engineers*, New York, NY, pp.371-380, 2007.
- [19] American Petroleum Institute RP 571, "Creep and stress rupture," *Damage Mechanisms Affecting Fixed Equipment in the Refining Industry*, Washington DC, 1st edn, pp. 23-26, 2003.
- [20] American Petroleum Institute RP 571, "Sulfidation," *Damage Mechanisms Affecting Fixed Equipment in the Refining Industry*, Washington DC, 1st edn, pp.109-112, 2003.



DEPOSISI LAPISAN Fe-Si-Al-Mg PADA BAJA KARBON DENGAN TEKNIK PEMADUAN MEKANIK

Lusita^b, Riser Fahdiran^b, Toto Sudiro^a, Bambang Hermanto^{a,*}

^aPusat Penelitian Fisika - LIPI

Gedung 440-442 Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15310

^bProgram Studi Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Jakarta
Rawamangun, Jakarta Timur, Indonesia 13220

*E-mail: bhe.hermanto@gmail.com

Masuk Tanggal : 15-04-2019, revisi tanggal : 25-06-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 28-06-2019

Intisari

Lapisan Fe-Si-Al-Mg dengan variasi berat fero silikon, Mg dan Al yaitu 50(Fe-Si)-37,5Al-12,5Mg, 50(Fe-Si)-25Al-25Mg, dan 50(Fe-Si)-12,5Al-37,5Mg telah dipreparasi pada substrat baja karbon rendah dengan menggunakan teknik pemaduan mekanik. Struktur dari lapisan Fe-Si-Al-Mg dipelajari menggunakan XRD (*x-ray diffractometer*) untuk mengetahui fasa yang terbentuk dan OM (*optical microscopy*) untuk mengetahui ketebalan lapisan yang didapatkan. Hasil XRD dan OM menunjukkan bahwa lapisan Fe-Si-Al-Mg telah berhasil dideposisikan pada substrat baja karbon rendah. Lapisan Fe-Si-Al-Mg yang terbentuk memiliki fasa intermetalik FeSi₂, Mg₂Si dan Al_{0,7}Fe₃Si_{0,47}. Setiap komposisi menunjukkan ketebalan lapisan yang berbeda. Ketebalan lapisan cenderung menurun dengan meningkatnya konsentrasi magnesium dan berkurangnya konsentrasi aluminium.

Kata Kunci: Lapisan Fe-Si-Al-Mg, pemaduan mekanik, fasa, ketebalan

Abstract

Fe-Si-Al-Mg coatings by weight variation of ferrosilicon, Mg, and Al as 50(Fe-Si)-37.5Al-12.5Mg, 50(Fe-Si)-25Al-25Mg, dan 50(Fe-Si)-12.5Al-37.5Mg have been prepared on low carbon steel substrate using the mechanical alloying technique. The coatings were studied using XRD (x-ray diffractometer) to comprehend the phase formed on the substrate and OM (optical microscopy) to measure the coating thickness. Based on XRD and OM characterization, Fe-Si-Al-Mg coatings were successfully deposited on the low carbon steel substrate. Fe-Si-Al-Mg layers are composed by intermetallic phases of FeSi₂, Mg₂Si, and Al_{0,7}Fe₃Si_{0,47}. Each composition shows different coating thickness that tends to decreases with the increase of magnesium concentration and the reduction of aluminum concentration.

Keywords: Fe-Si-Al-Mg layer, mechanical alloying, phase, thickness

1. PENDAHULUAN

Baja karbon rendah memiliki peran penting dalam aplikasi struktural karena harganya yang relatif lebih murah dibandingkan dengan paduan logam lainnya dan memiliki sifat mekanik yang baik serta mudah diproduksi dan dibentuk [1]-[2]. Namun, ketahanan yang rendah terhadap oksidasi pada suhu tinggi menjadi kelemahan material baja karbon rendah sehingga diperlukan teknik khusus untuk memperbaiki ketahanan tersebut. Ketahanan yang rendah terhadap oksidasi pada suhu tinggi juga menjadi salah satu faktor yang

membatasi penggunaan baja karbon rendah pada aplikasi yang lebih luas. Banyak penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan ketahanan korosi dan oksidasi pada baja karbon rendah, khususnya penerapan lapisan logam pada permukaan baja karbon atau biasa disebut dengan pelapisan (*coating*). Salah satu bahan yang dapat digunakan untuk melapisi baja karbon rendah adalah aluminium (Al), karena memiliki ketahanan oksidasi korosi yang baik dengan membentuk oksida protektif Al₂O₃ [1]-[2]. Bahan lain yang memiliki potensi sebagai bahan pelapis adalah Si. Unsur tersebut dapat

bereaksi dengan oksigen pada suhu tinggi membentuk SiO₂ yang bersifat protektif [3]. Diharapkan dengan adanya lapisan pelindung dapat meningkatkan ketahanan korosi dan oksidasi terhadap degradasi lingkungan. Pada penelitian lain, penambahan unsur Mg dapat meningkatkan ketahanan korosi pada paduan Zn-Mg. Seperti penelitian yang dilakukan oleh Prosek, dkk. [4] ketahanan korosi meningkat dengan bertambahnya kandungan unsur Mg pada paduan.

Selain Al dan Si, banyak penelitian yang mengembangkan lapisan pada baja karbon rendah dengan menggunakan kombinasi unsur besi (Fe) dan aluminium (Al), yang diharapkan dapat membentuk fasa intermetalik Fe-Al karena memiliki sifat yang baik untuk diaplikasikan sebagai pelapis pada suhu tinggi. Hal ini karena intermetalik Fe-Al memiliki densitas yang rendah, kekuatan spesifik tinggi, kekakuan yang tinggi, suhu lebur tinggi, konduktivitas termal tinggi, serta ketahanan oksidasi dan korosi yang sangat baik [2]. Umumnya ada banyak metode pelapisan pada logam, seperti *electroplating* [5], *hot dipping* [6]-[7], *thermal spray* [8], teknik pemaduan mekanik [1]-[2], [9]-[10], dan metode lainnya. Pemaduan mekanik merupakan suatu proses pencampuran dan penghalusan serbuk-serbuk dengan bola-bola berenergi tinggi untuk mendapatkan serbuk yang homogen [2], [11]. Pelapisan dengan teknik pemaduan mekanik menggunakan prinsip tumbukan antara bola-bola *milling* dengan serbuk pada permukaan substrat yang menyebabkan terbentuk lapisan pada permukaan substrat. Prosesnya mudah, biaya rendah, dan efisiensi waktu menjadi keunggulan metode ini dibandingkan metode lainnya yang biayanya jauh lebih tinggi pada skala laboratorium [2], [9].

Secara umum propertis suatu material dipengaruhi oleh banyak faktor seperti komposisi, parameter proses, perlakuan panas, suhu, dan lingkungan oksidasi jika digunakan untuk aplikasi suhu tinggi. Pada penelitian ini, dikembangkan lapisan Fe-Si-Al-Mg pada baja karbon rendah dengan memvariasikan konsentrasi Mg dan Al yang dipadukan dengan Fe-Si pada permukaan baja karbon rendah dengan menggunakan teknik pemaduan mekanik. Lebih lanjut variasi komposisi ini guna mendapatkan aplikasi pelapis yang homogen baik mikrostruktur maupun fasanya, sehingga berpotensi untuk diaplikasikan pada suhu tinggi.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

2.1. Preparasi Sampel dan Pelapisan

Substrat yang digunakan pada penelitian ini adalah baja karbon rendah tipe ST41, seperti ditunjukkan pada Gambar 1(a). Substrat dari lembaran pelat dipotong berbentuk persegi dengan ukuran rata-rata (10 x 10 x 3) mm. Kemudian, substrat dipoles menggunakan kertas SiC dari ukuran 350 sampai 1200 grit. Substrat dipoles untuk membersihkan dari pengotor, menghaluskan permukaan dan merapikan bentuknya, seperti Gambar 1(b). Selanjutnya, ujung-ujung pada substrat dibuat tumpul untuk menghindari penggumpalan serbuk pada saat proses pemaduan mekanik. Selain itu, substrat dibersihkan dari pengotor menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit.

Tahapan preparasi paduan serbuk dimulai dengan menghaluskan bongkahan fero silikon menggunakan mortar, kemudian serbuk yang halus dipilah menggunakan alat saring. Serbuk selanjutnya dihaluskan lebih lanjut dengan *shaker-mill* menggunakan pelarut selama 30 menit. Serbuk hasil *milling* selanjutnya dikeringkan pada suhu ruang di dalam cawan petri dan ditutupi dengan aluminium foil yang dilubangi. Pada penelitian ini dikembangkan tiga jenis lapisan dengan memvariasikan komposisi bahan Al (MTIKorea, 99,9%) dan Mg (Merck, 98,5%) pada baja karbon rendah seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi pelapis Fe-Si-Al-Mg dalam persentase berat

| (Fe-Si) | Al | Mg |
|---------|--------|--------|
| 50 % | 37,5 % | 12,5 % |
| 50 % | 25,0 % | 25,0 % |
| 50 % | 12,5 % | 37,5 % |

Preparasi awal pelapisan baja karbon rendah dilakukan dengan membersihkan bola-bola *milling* pada cawan dengan cairan metanol selama 15 menit menggunakan *shaker-mill*. *Vial* dan bola-bola *milling* yang telah dibersihkan kemudian dikeringkan dengan *dryer*. Sebelum pencampuran dengan *milling*, serbuk fero silikon, Al, dan Mg ditimbang dan diaduk merata. *Milling* serbuk dilakukan selama 30 menit menggunakan *shaker-mill* dengan perbandingan massa bola-bola *milling* dengan massa serbuk yaitu 10:1. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan paduan serbuk yang homogen berupa serbuk Fe-Si-Al-Mg.

Serbuk-serbuk yang telah dicampur selanjutnya dilakukan *milling* selama 4 jam bersama substrat baja karbon rendah yang telah dibersihkan. Pada tahap ini, diperoleh substrat baja karbon rendah yang telah terlapisi oleh serbuk Fe-Si-Al-Mg, seperti ditunjukkan pada Gambar 1(c).

2.2 Karakterisasi Sampel

XRD tipe Rigaku Smartlab dengan target Cu-K α ($\lambda = 1,541862 \text{ \AA}$) digunakan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk pada lapisan Fe-Si-Al-Mg dan mengetahui pengaruh variasi komposisi terhadap ukuran kristal dan regangan kisi. Pada penelitian ini digunakan persamaan *Scherrer* untuk menghitung ukuran kristal, seperti ditunjukkan pada persamaan 1 [11].

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

Sedangkan, regangan kisi dihitung menggunakan persamaan 2.

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta} \quad (2)$$

dengan D sebagai ukuran kristal (nm), λ sebagai panjang gelombang CuK α ($\lambda=1,541862 \text{ \AA}$), θ sebagai sudut Bragg, β sebagai FWHM (*full width at half maximum*) berdasarkan puncak yang didapatkan pada sudut pola difraksi XRD (*x-ray diffraction*), dan ε sebagai regangan kisi (%).

Baja karbon rendah yang telah dilapisi Fe-Si-Al-Mg dicor atau dimonting dengan resin, kemudian dipotong dan diampelas terlebih dahulu sebelum dilakukan analisa morfologi lapisan dengan OM (*optical microscopy*) secara *cross-section*. Hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah substrat telah terlapisi dan seberapa tebal lapisan yang telah terbentuk.

3. HASIL DAN PERCOBAAN

Lapisan fero silikon-aluminium-magnesium telah berhasil dideposisikan pada baja karbon rendah dengan teknik pemaduan mekanik menggunakan *shaker-mill* selama 4 jam. Gambar 1(a) menunjukkan substrat sebelum dipoles, sedangkan Gambar 1(b) dan 1(c) menunjukkan hasil substrat baja karbon rendah sebelum dan sesudah proses pelapisan. Dapat dilihat pada Gambar 1(c) bahwa seluruh permukaan substrat terlapisi dengan baik.

Pemaduan mekanik menyebabkan terjadinya pengelasan dingin (*cold welding*) dari

tumbukan antara substrat, serbuk dan bola-bola *milling*. Pada saat pemaduan, proses pengelasan terus berulang sehingga serbuk tumpang tindih dan menghasilkan lapisan pada substrat [2], [9], [11]-[12]. Selama 4 jam proses pemaduan mekanik terjadi proses interdifusi dan pembentukan fasa paduan dari unsur-unsur penyusunnya. Untuk mengetahui struktur lapisan yang terbentuk setelah pemaduan mekanik dilakukan karakterisasi XRD dan OM.



Gambar 1. (a) Substrat baja karbon rendah sebelum dipoles, (b) Substrat baja karbon rendah setelah dipoles dan dibentuk (c) Substrat baja karbon rendah setelah dilapisi

3.1 Identifikasi Fasa Fe-Si-Al-Mg

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi dari sampel A [50(Fe-Si)-37,5Al-12,5Mg], B [50(Fe-Si)-25Al-25Mg], C [50(Fe-Si)-12,5Al-37,5Mg] setelah dilakukan *milling* selama 4 jam menggunakan *shaker-mill*.

Lapisan Fe-Si-Al-Mg yang melapisi baja karbon rendah terlihat mengalami perubahan puncak (*peak*). Pada komposisi sampel A tersusun beberapa fasa yang terbentuk, yaitu FeSi₂, Al_{0,7}Fe₃Si_{0,47}, Si, dan Al sedangkan komposisi sampel B dan C terbentuk fasa FeSi₂, Al_{0,7}Fe₃Si_{0,47}, Si, Al, dan Mg₂Si. Tabel 2, menunjukkan beberapa puncak yang diobservasi. Intensitas puncak FeSi₂ pada sudut difraksi $2\theta = 17^\circ$ cenderung tetap seiring penurunan konsentrasi Al. Intensitas puncak Mg₂Si pada sudut difraksi $2\theta = 24^\circ$ mengalami kenaikan puncak seiring dengan bertambahnya konsentrasi Mg. Hal ini menunjukkan bahwa Mg lebih reaktif terhadap unsur Si dibanding dengan Al ketika proses pemaduan mekanik. Di samping itu, dapat dilihat bahwa intensitas puncak Si pada sudut difraksi $2\theta = 28^\circ$ mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya Mg dan berkurangnya konsentrasi Al. Intensitas puncak Al pada sudut difraksi $2\theta = 65^\circ$ mengalami penurunan intensitas seiring dengan penurunan konsentrasi Al. Al bersama dengan fero silikon membentuk fasa baru Al_{0,7}Fe₃Si_{0,47}, sehingga perbedaan komposisi unsur pembentuk dapat mengubah parameter kisi dan puncak difraksi.

Tabel 2 menunjukkan ukuran kristal dan regangan kisi dari fasa yang telah terbentuk

pada lapisan Fe-Si-Al-Mg dengan variasi konsentrasi. Ukuran kristal dan regangan kisi fasa $FeSi_2$, $Al_{0,7}Fe_3Si_{0,47}$, Al dan Si bervariasi bergantung pada komposisinya, sedangkan ukuran kristal Mg_2Si berbanding terbalik dengan regangan kisi Mg_2Si seiring penambahan unsur Mg.

Menurut Suryanarayana [11], ukuran butir dalam skala nano telah diobservasi pada beberapa jenis material seperti logam murni, intermetalik, dan paduan yang dibuat menggunakan pemaduan mekanik. Secara umum, selama proses pemaduan mekanik di dalam vial terjadi deformasi mekanik pada serbuk, partikel dan kristal sehingga menimbulkan kenaikan regangan kisi yang menurunkan tinggi puncak difraksi. Regangan pada ukuran atom meningkat seiring meningkatnya kerapatan dislokasi, dimana pada kerapatan dislokasi tertentu terjadi disintegrasi kristal menjadi sub-sub butir yang terpisah oleh batas butir dengan sudut kecil. Hal ini berakibat menurunnya regangan kisi [11].

Tabel 2. Ukuran kristalit dan regangan kisi variasi sampel

| Sampel | Fasa | 2θ | Ukuran kristalit | Regangan kisi |
|--------|-------------------------|-------|------------------|---------------|
| | | (deg) | (nm) | (%) |
| A | $FeSi_2$ | 17,19 | 23,65 | 0,98 |
| | - | - | - | - |
| | Si | 28,38 | 19,07 | 0,74 |
| | $Al_{0,7}Fe_3Si_{0,47}$ | 44,57 | 12,64 | 0,72 |
| | Al | 65,01 | 10,36 | 0,62 |
| B | $FeSi_2$ | 17,23 | 21,73 | 1,07 |
| | Mg_2Si | 24,15 | 11,45 | 1,44 |
| | Si | 28,45 | 16,08 | 0,88 |
| | $Al_{0,7}Fe_3Si_{0,47}$ | 44,65 | 18,68 | 0,49 |
| | Al | 65,01 | 4,96 | 1,30 |
| C | $FeSi_2$ | 17,22 | 23,65 | 0,98 |
| | Mg_2Si | 24,30 | 11,14 | 1,48 |
| | Si | 28,36 | 17,45 | 0,81 |
| | $Al_{0,7}Fe_3Si_{0,47}$ | 44,59 | 18,28 | 0,50 |
| | Al | 65,00 | 15,71 | 0,41 |

3.2 Karakterisasi Morfologi dengan Optical Microscope

Gambar 3 menunjukkan hasil OM dari sampel A [50(Fe-Si)-37,5Al-12,5Mg], B [50(Fe-Si)-25Al-25Mg], C [50(Fe-Si)-12,5Al-37,5Mg] setelah pemaduan mekanik selama 4 jam menggunakan *shaker-mill*.

Hasil OM menunjukkan bahwa ketebalan lapisan rata-rata bergantung pada komposisi pelapis. Dengan meningkatnya konsentrasi Mg dan berkurangnya konsentrasi Al, ketebalan lapisan Fe-Si-Al-Mg menurun, seperti ditunjukkan pada Tabel 3.

Lapisan yang dihasilkan dengan kondisi waktu *milling* yang sama, memperlihatkan adanya perbedaan ketebalan yang menunjukkan adanya pengaruh perbedaan komposisi unsur Mg dan Al. Penelitian yang dilakukan Gupta, dkk. [10], menunjukkan bahwa ketebalan lapisan dipengaruhi oleh waktu dan kecepatan putar *milling* [10]. Faktor lain yang dapat mempengaruhi ketebalan lapisan adalah densitas penyusun lapisan. Berdasarkan densitas unsur penyusunnya Fe ($7,866 \text{ g/cm}^3$), Mg ($1,74 \text{ g/cm}^3$), Al ($2,698 \text{ g/cm}^3$), dan Si ($2,33 \text{ g/cm}^3$) [13]. Hal ini sangat dimungkinkan bahwa variasi komposisi mempengaruhi ketebalan lapisan yang didapatkan. Secara teori, komposisi serbuk dengan densitas rendah menghasilkan lapisan yang lebih tebal, namun hal ini tidak terjadi pada penelitian ini. Penelitian lain yang dilakukan oleh Wu, dkk. [7], mempelajari efek penambahan Mg terhadap ketebalan lapisan galvalum menggunakan teknik *hot-dip coating* dengan mensubstitusikan Mg pada daerah Fe atau Al. Berdasarkan hasil estimasi energi ikatan dan kerapatan muatan antara Fe-Al dan Mg-Al menunjukkan bahwa penambahan Mg memiliki efek yang kecil terhadap ketebalan lapisan. Energi ikatan Mg-Al hampir sama dengan Fe-Al. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan atom Mg tidak efektif mencegah Al untuk membentuk ikatan metalik dengan Fe sehingga menghambat pertumbuhan Fe-Al [7].

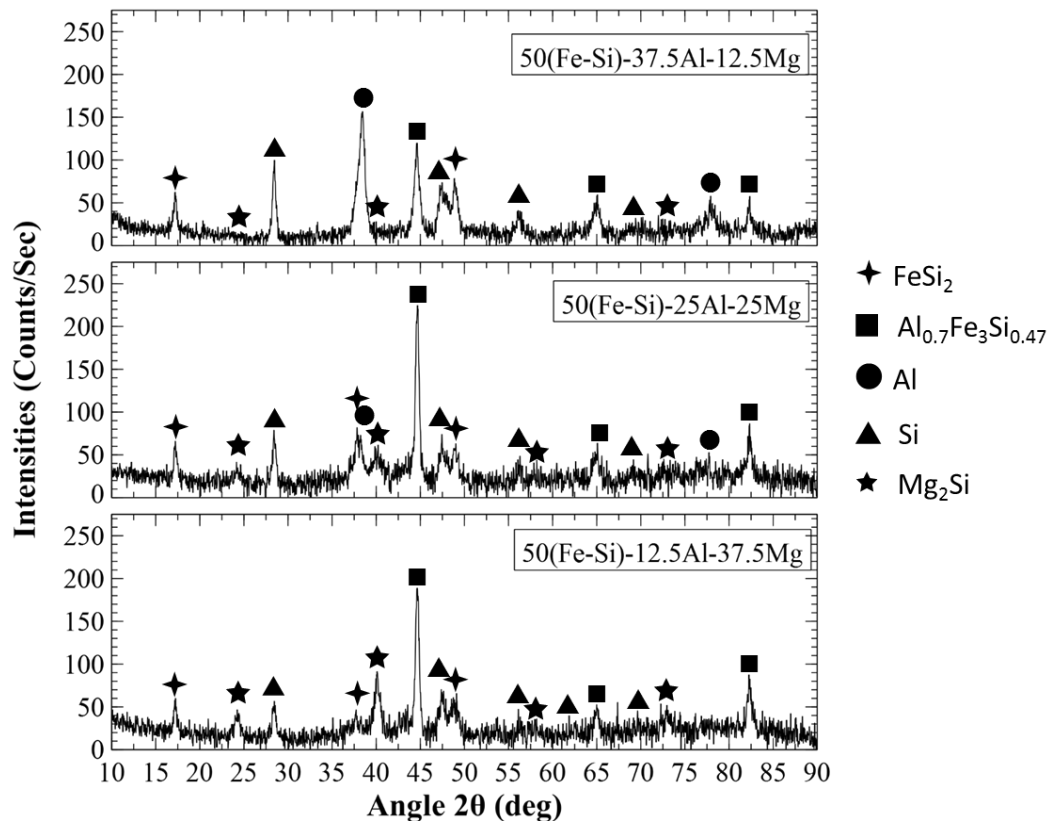
Tabel 3. Perbandingan ketebalan pelapisan Fe-Si-Al-Mg pada substrat baja karbon rendah

| Sampel | (Fe-Si) | Al | Mg | Ketebalan |
|--------|---------|-------|-------|--------------------|
| A | 50% | 37,5% | 12,5% | 81,6 μm |
| B | 50% | 25,0% | 25,5% | 51,2 μm |
| C | 50% | 12,5% | 37,5% | 26,3 μm |

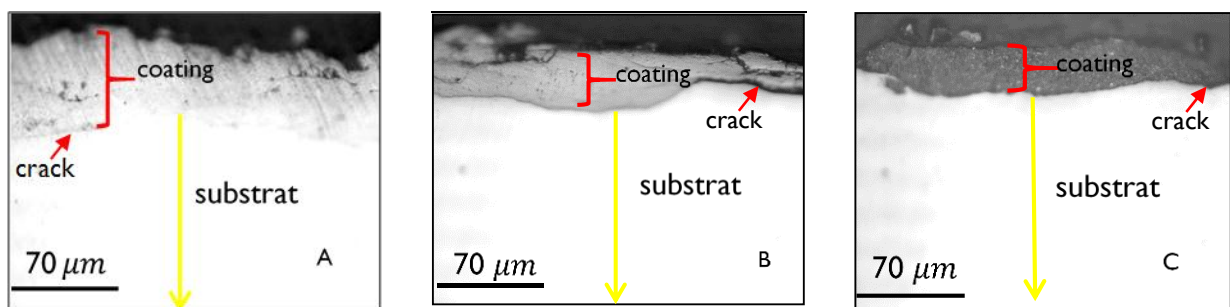
Berdasarkan Gambar 3, ketebalan lapisan pada sampel A lebih tebal dibandingkan dengan lapisan pada sampel B maupun C. Pada gambar OM, terlihat struktur lapisan pada sampel A lebih baik dibandingkan dengan struktur lapisan sampel B dan C. Struktur lapisan A nampak lebih homogen dan padat, walaupun terlihat garis *crack* di beberapa area lapisan dan permukaan substrat. Selain itu, pori pada lapisan sampel A lebih sedikit dibanding sampel B maupun C. Ditinjau dari segi kerekatan, lapisan pada sampel A lebih baik jika dibanding dengan lapisan pada sampel B dan C. Terlihat jelas pada gambar OM bahwa terdapat celah antara lapisan dengan substrat pada sampel B dan C. Menurunnya ketebalan

lapisan Fe-Si-Al-Mg dengan meningkatnya konsentrasi Mg dimungkinkan disebabkan oleh terbentuknya fasa intermetalik Mg_2Si , $FeSi_2$, dan $Al_{0,7}Fe_3Si_{0,47}$. Di samping itu, terbentuknya retak pada lapisan B dan C dimungkinkan oleh terbentuknya Mg_2Si yang bersifat getas (*brittle*) [14]-[15].

Kekasaran permukaan lintang sampel A, B, dan C bervariasi. Terlihat garis lekukan batas antara lapisan dengan substrat. Hal ini terjadi akibat impact atau tumbukan selama proses pemaduan mekanik antara bola-bola *milling* dengan substrat maupun substrat dengan dinding vial.



Gambar 2. Pola difraksi XRD lapisan Fe-Si-Al-Mg pada permukaan baja karbon rendah



Gambar 3. Penampang lintang lapisan Fe-Si-Al-Mg pada permukaan baja karbon rendah hasil observasi OM pada perbesaran 40x dengan variasi komposisi: (A) 50(Fe-Si)-37,5Al-12,5Mg, (B) 50(Fe-Si)-25Al-25Mg, (C) 50(Fe-Si)-12,5Al-37,5Mg

4. KESIMPULAN

Pelapisan dengan pemaduan mekanik telah dilakukan pada substrat baja karbon rendah ST41. Berdasarkan analisis data, struktur lapisan Fe-Si-Al-Mg tersusun atas fasa utama, yaitu $FeSi_2$, Si, Al, $Al_{0,7}Fe_3Si_{0,47}$, dan Mg_2Si . Ketebalan lapisan Fe-Si-Al-Mg menurun seiring berkurangnya kandungan unsur Al dan meningkatnya unsur Mg pada variasi komposisi

lapisan yaitu 81,6 μm untuk sampel A [50(Fe-Si)-37,5Al-12,5Mg], ketebalan 51,2 μm untuk sampel B [50(Fe-Si)-25Al-25Mg], dan ketebalan 26,3 μm untuk sampel C [50(Fe-Si)-12,5Al-37,5Mg].

UCAPAN TERIMAKASIH

Kegiatan penelitian ini dibiayai dari “Kegiatan Unggulan 2018”. Ucapan terima kasih, penulis sampaikan kepada Grup Penelitian *High Resistant Materials* – Pusat Penelitian Fisika LIPI yang telah memfasilitasi sarana dan prasarana dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] T. Sudiro, A. I. J. Hia, Ciswandi, D. Aryanto, B. Hermanto, A. S. Wismogroho, dan P. Sebayang, “High temperature cyclic oxidation resistance of 50Cr-50Al coatings mechanically alloyed on low carbon steel,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 732, pp. 655–665, Jan. 2018.
- [2] A. Canakci, F. Erdemir, T. Varol, dan S. Ozkaya, “Formation of Fe–Al intermetallic coating on low-carbon steel by a novel mechanical alloying technique,” *Powder Technology*, vol. 247, pp. 24–29, Oct. 2013.
- [3] K. Kurokawa, T. Sudiro, T. Sano, S. Kyo, O. Ishibashi, dan M. Nakamori, “High-temperature corrosion resistance of SiO₂-forming materials,” *Corrosion Reviews*, vol. 36, no. 1, pp. 65–74, Feb. 2018.
- [4] T. Prosek, A. Nazarov, U. Bexell, D. Thierry, dan J. Serak, “Corrosion mechanism of model zinc–magnesium alloys in atmospheric conditions,” *Corrosion Science*, vol. 50, no. 8, pp. 2216–2231, Aug. 2008.
- [5] Z. Ping, Y. He, C. Gu, dan T.Y. Zhang, “Mechanically assisted electroplating of Ni–P coatings on carbon steel,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, no. 24, pp. 6023–6028, Aug. 2008.
- [6] J. Tanaka, K. Ono, S. Hayashi, K. Ohsasa, dan T. Narita, “Effect of Mg and Si on the microstructure and corrosion behavior of Zn–Al hot dip coatings on low carbon steel,” *ISIJ International*, vol. 42, no. 1, pp. 80–85, 2002.
- [7] G. X. Wu, J. Y. Zhang, dan Q. Li, “Effects of Mg addition on thickness of galvalume coating: A first-principles study,” *Advanced Materials Research*, vol. 291–294, pp. 125–128, Jul. 2011.
- [8] V. R. S. Sá Brito, I. N. Bastos, dan H. R. M. Costa, “Corrosion resistance and characterization of metallic coatings deposited by thermal spray on carbon steel,” *Materials & Design*, vol. 41, pp. 282–288, Oct. 2012.
- [9] V. Zadorozhnyy, S. Kaloshkin, E. Kaevitser, dan S. Romankov, “Coating of metals with intermetallics by mechanical alloying,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. S507–S509, Jun. 2011.
- [10] G. Gupta, K. Mondal, dan R. Balasubramaniam, “In situ nanocrystalline Fe–Si coating by mechanical alloying,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 482, no. 1–2, pp. 118–122, Aug. 2009.
- [11] C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling,” *Progress in Materials Science*, p. 184, 2001.
- [12] L. Lu, M. O. Lai, dan Zhang, S, “Modeling of the mechanical-alloying process,” *Journal of Materials Processing Technology* 52(s 2–4):539–546. Doi 10.1016/0924-0136(94)01620-G.
- [13] O. K. Goldbeck, *IRON-Binary Phase Diagrams*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1982.
- [14] Q. C. Jiang, H. Y. Wang, Y. Wang, B. X. Ma, dan J. G. Wang, “Modification of Mg₂Si in Mg–Si alloys with yttrium,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 392, no. 1–2, pp. 130–135, Feb. 2005.
- [15] M. E. Moussa, M. A. Waly, dan A. M. El-Sheikh, “Effect of Ca addition on modification of primary Mg₂Si, hardness and wear behavior in Mg–Si hypereutectic alloys,” *Journal of Magnesium and Alloys*, vol. 2, no. 3, pp. 230–238, Sep. 2014.



PEMANFAATAN LIMBAH INDUSTRI BAJA SEBAGAI BAHAN BAKU PEMBUATAN LOGAM PIG IRON: PELEBURAN *MILL SCALE* MENGUNAKAN *SUBMERGED ARC FURNACE*

Fajar Nurjaman^{a,*}, Nurbaity Marsas Prilitasari^a, Arif Eko Prasetyo^b, Eko Nugroho^b

^aBalai Penelitian Teknologi Mineral - LIPI

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

^bUniversitas Muhammadiyah Metro

Iringmulyo, Metro Timur, Lampung, Indonesia 34381

*E-mail:

Masuk Tanggal :23-03-2019 , revisi tanggal:25-06-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-06-2019

Intisari

Mill scale merupakan limbah/produk samping dari industri baja yang mengandung senyawa besi oksida *hematite* (Fe_2O_3), *magnetite* (Fe_3O_4) dan *wustite* (FeO). Telah dilakukan proses peleburan *mill scale* menjadi logam *pig iron* sebagai bahan baku sekunder untuk pembuatan material baja. Sebanyak 30 kg *mill scale* digerus hingga berukuran -40 mesh, kemudian dilakukan proses pencampuran dengan menambahkan batu bara (reduktor internal) sebanyak 0-6 kg dan *bentonite* (perekat) sebanyak 2% berat (0,6 kg) untuk selanjutnya dilakukan proses aglomerasi menggunakan mesin briket. Sebanyak 30 kg briket komposit *mill scale* dilebur bersama dengan kokas (reduktor eksternal) sebanyak 7-8 kg dan batu kapur (material fluks) sebanyak 0-4,5 kg menggunakan *submerged arc furnace*. Proses peleburan berlangsung selama 45 menit dan temperatur penuangan logam cair 1450-1500 °C. Pengaruh penambahan batu bara dalam briket komposit, jumlah kokas dan batu kapur dalam proses peleburan *mill scale* telah dipelajari. Dari proses peleburan *mill scale* diperoleh kondisi optimum, yaitu konsumsi energi spesifik sebesar 3,64 kWh/kg-produk, dengan menggunakan briket komposit *mill scale* dengan penambahan 0% batu bara dan penambahan batu kapur sebanyak 3 kg (10% berat) serta kokas sebanyak 7 kg (stoikiometri). Basisitas optimum pada proses peleburan *mill scale* adalah 1,0. Produk logam *pig iron* hasil peleburan *mill scale* dapat dikembangkan lebih lanjut sebagai bahan baku pembuatan material besi tuang kelabu, putih dan mampunya tempa.

Kata Kunci: *Mill scale*, besi kasar, *submerged arc furnace*

Abstract

Mill scale is a by-product that resulted from the steel making industries containing iron oxides, such as *hematite* (Fe_2O_3), *magnetite* (Fe_3O_4) and *wustite* (FeO). The smelting process of *mill scale* into *pig iron* as secondary raw material for the steel making process has conducted. A 30 Kg of *mill scale* which crushed into -40 mesh, 0-6 kg amount of coal (internal reductant) and 2 wt.% (0.6 kg) of *bentonite* (binder) were mixed homogeneously and agglomerated using briquette machine. The composite briquette had been smelting together with 7-8 kg of coke (external reductant) and 0-4.5 kg of limestone (flux) using *submerged arc furnace*. The smelting process was carried out for 45 minutes, and the pouring temperature was 1450-1500 °C. The study of coal addition in composite briquette, amount of cokes and limestone addition in the smelting process of *mill scale* has been investigated clearly. The optimum specified consumption energy of smelting process of *mill scale* was 3.64 kWh/kg product, resulted from the smelting of 30 kg of *mill scale* with 0% coal addition in composite briquette together with 3 kg (10 wt.%) limestones and 7 kg of cokes (stoichiometric) addition. The optimum basicity for smelting a *mill scale* was 1.0. The *pig iron* which resulted from smelting the *mill scale* could promote as a raw material for producing grey cast iron, white cast iron, and malleable cast iron.

Keywords: *Mill scale*, *pig iron*, *submerged arc furnace*

1. PENDAHULUAN

Mill scale merupakan limbah/produk samping dari industri baja, yaitu berupa oksida logam yang terbentuk dari hasil proses pembuatan baja pada proses hot-rolled. Pada saat proses tersebut berlangsung, permukaan logam baja akan mengalami “scaling” (mengelupas) akibat teroksidasi pada temperatur tinggi (700-900 °C), seperti tampak pada Gambar 1(a). *Mill scale* tersebut dipisahkan dari logam baja melalui proses *flame cleaning*, *water spray*, *pickling*, atau *blasting* (Gambar 1(b)).



Gambar 1. (a) *Mill scale* pada baja setelah dilakukan proses *hot rolling*, (b) *Mill scale* setelah melalui proses pemisahan (*cleaning*) dari material baja

Sebanyak 35-40 kg *mill scale* diperoleh dari tiap ton produk baja *hot-rolled* yang dihasilkan [1]. Pada tahun 2020, kapasitas produksi baja di Indonesia diprediksi mencapai 13,67 juta ton per tahun [2], sehingga hampir sebanyak 390.571-341.750 ton *mill scale* dihasilkan. Dibutuhkan luas area tanah yang cukup luas untuk menampung *mill scale* dalam jumlah yang cukup banyak tersebut, selain itu logam berat yang terkandung dalam *mill scale* dapat larut dan mencemari tanah dan air yang berada di bawahnya [3]. Oleh karena itu perlu dilakukan pengolahan dan pemanfaatan limbah *mill scale* guna mengatasi dampak pencemaran lingkungan. *Mill scale* kaya akan kandungan besi oksida, yaitu *hematite* (Fe_2O_3), *magnetite* (Fe_3O_4) dan *wustite* (FeO), dengan kandungan Fe total lebih dari 70%. Selain itu, kandungan senyawa pengotor dalam *mill scale*, berupa oksida non-logam sangat rendah, sehingga pemanfaatan *mill scale* menjadi produk bernilai tambah tinggi sangat mungkin untuk dilakukan, diantaranya adalah sebagai bahan baku dalam industri semen, cat/pigmen, *powder metallurgy*, dan pembuatan besi-baja [1], [4]-[6]. Semakin berkurangnya cadangan bijih besi di alam serta semakin melimpahnya limbah *mill scale* yang dihasilkan menjadikan potensi *mill scale* sebagai bahan baku sekunder untuk pembuatan logam besi perlu dikembangkan lebih lanjut.

Teknik pengolahan *mill scale* sebagai bahan baku potensial untuk umpan *blast furnace*

dalam pembuatan logam besi telah dilakukan oleh Farahat, dkk. [17], dengan melakukan proses reduksi terhadap *mill scale* menggunakan reduktan batu bara antrasit pada temperatur 1100 °C selama 60 menit sehingga diperoleh produk berupa *sponge iron* dengan logam Fe sebesar 82% dan derajat metalisasi sebesar 97%. Derajat metalisasi *mill scale* meningkat seiring dengan bertambahnya waktu dan temperatur reduksi [8].

Proses peleburan *mill scale* secara langsung menggunakan tungku peleburan skala industri sebagai bahan baku dalam proses pembuatan logam besi belum banyak dilakukan. Pemanfaatan *mill scale* sebagai substitusi bahan baku scrap dan DRI (*direct reduced iron*) dalam pembuatan baja menggunakan *electric arc furnace* telah dilakukan oleh Saberifar, dkk. [9], akan tetapi hanya 14,9 % *mill scale* yang tereduksi menjadi logam baja sehingga menyebabkan tingginya konsumsi energi dan slag yang dihasilkan dalam proses pembuatan baja tersebut. Peleburan *mill scale* menggunakan tungku SAF (*submerged arc furnace*) telah dilakukan oleh Eissa, dkk. [10] menghasilkan logam besi kasar dengan perolehan logam Fe sebesar 76% dengan menggunakan reduktor kokas dan 86% dengan menggunakan reduktor grafit. Penggunaan fluks berupa CaSi mampu menurunkan kandungan sulfur secara optimal, dimana kandungan sulfur akan semakin berkurang dengan semakin meningkatnya basisitas terak/slag [10].

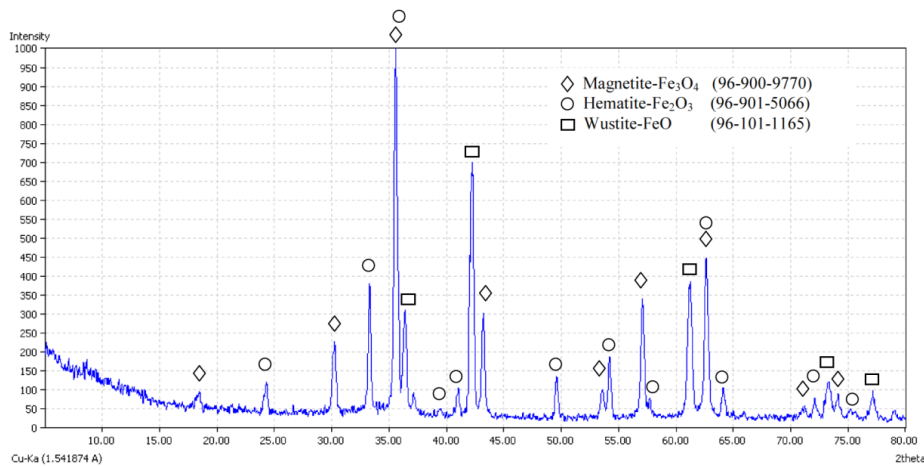
Rendahnya perolehan logam Fe merupakan salah satu permasalahan dalam proses peleburan limbah *mill scale* menjadi logam besi kasar. Dalam percobaan ini akan dipelajari pengaruh penambahan reduktor pada briket *mill scale* komposit dan pengaruh basisitas terak terhadap perolehan logam Fe serta kandungan unsur lainnya dalam produk logam besi kasar pada proses peleburan *mill scale* menggunakan SAF.

2. METODE PENELITIAN

Mill scale yang digunakan dalam percobaan ini merupakan produk samping dari proses pembuatan baja *hot rolled* di PT. Krakatau Steel, Indonesia. Karakterisasi terhadap *mill scale* terlebih dahulu dilakukan sebelum proses peleburan. Uji XRD (*x-ray diffraction*) dan XRF (*x-ray fluorescence*) dilakukan untuk mengetahui komposisi senyawa serta kandungan unsur yang terdapat dalam *mill scale*. Hasil uji XRD dan analisis Rietveld disajikan pada Gambar 2 dan Tabel 1, sedangkan hasil uji XRF

dari material *mill scale* dapat dilihat pada Tabel 2.

Sebanyak 30 kg *mill scale* terlebih dahulu digerus hingga berukuran mesh -40, kemudian dicampur merata dengan batu bara berukuran mesh -80 (internal reduktor) sebanyak 0-6 kg dan bentonit (sebagai perekat) sebanyak 2% berat (0,6 kg). Sejumlah air ditambahkan secukupnya dan diaduk bersama ketiga material tersebut dalam sebuah alat pengaduk, yaitu *screw mixer*, sehingga material tersebut tercampur merata. Selanjutnya dilakukan proses aglomerasi dengan menggunakan mesin briket, dengan dimensi briket berukuran 40 x 40 x 20 mm.



Gambar 2. Hasil analisis XRD *mill scale*

Tabel 1. Komposisi senyawa *mill scale* berdasarkan hasil analisis Rietveld

| Senyawa | Fe ₂ O ₃ | Fe ₃ O ₄ | FeO |
|-----------------|--------------------------------|--------------------------------|-----|
| Kadar (% berat) | 27,3 | 45,7 | 27 |

Tabel 2. Komposisi unsur dan senyawa *mill scale* berdasarkan hasil uji XRF

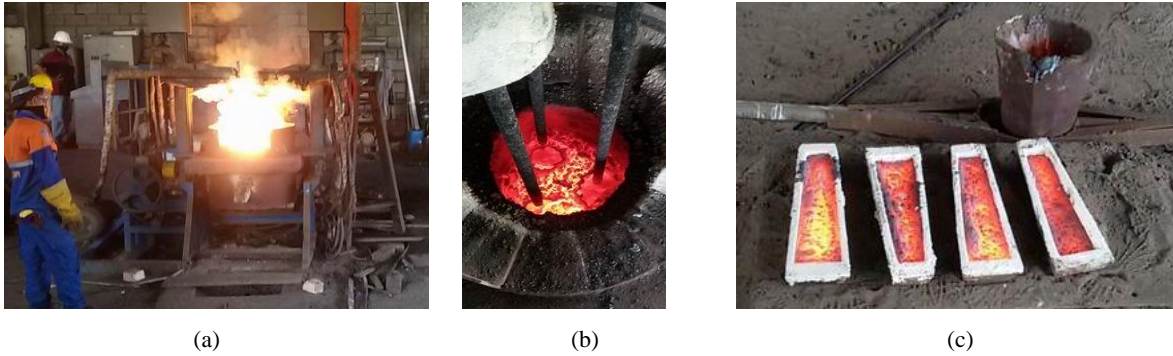
| Unsur/ Elemen | Fe Total | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | CaO | MgO | MnO | Cr ₂ O ₃ | S Total | Basisitas (B) |
|------------------|-------------|------------------|--------------------------------|------|------|------|--------------------------------|---------|------------------|
| Kadar (% berat) | 72,5 | 0,78 | 0,78 | 0,21 | 0,13 | 0,69 | 0,096 | 0,49 | 0,22 |

Tabel 3. Analisis proksimat, sulfur dan nilai kalori batu bara

| Komposisi (% berat) | Fixed Carbon | Moisture | Volatille Matter | Ash | Sulfur (S) | Posfor (P ₂ O ₅) | Nilai Kalori (Kal/gr) |
|------------------------|-----------------|----------|---------------------|-------|---------------|--|--------------------------|
| Batu bara | 47,74 | 6,72 | 21,14 | 24,41 | 1,06 | 0,26 | 5900 |
| Kokas | 84,69 | 1,91 | 2,06 | 11,89 | 0,97 | 0,38 | 7816 |

Tabel 4. Komposisi batu kapur yang digunakan

| Komposisi | CaCO ₃ /CaO | SiO ₂ | MnO | P ₂ O ₅ |
|-----------------|------------------------|------------------|-------|-------------------------------|
| Kadar (% berat) | 73,72/40,56 | 2,2 | 0,013 | 0,38 |



Gambar 3. (a) *Submerged arc furnace*, (b) proses peleburan *mill scale*, (c) cetakan logam cair

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil uji XRD (*x-ray diffraction*) pada Gambar 2 dan XRF (*x-ray fluorescence*) dalam Tabel 2 tampak bahwa *mill scale* dalam percobaan ini memiliki kandungan unsur Fe yang tinggi dan didominasi oleh senyawa *magnetite* (Fe_3O_4) serta memiliki unsur pengotor (senyawa oksida non-logam) yang jauh lebih sedikit dibandingkan dengan bijih besi pada umumnya. Oleh karenanya *mill scale* yang berasal dari PT. Krakatau Steel ini sangat berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan baku alternatif dalam pembuatan logam besi/*pig iron*.

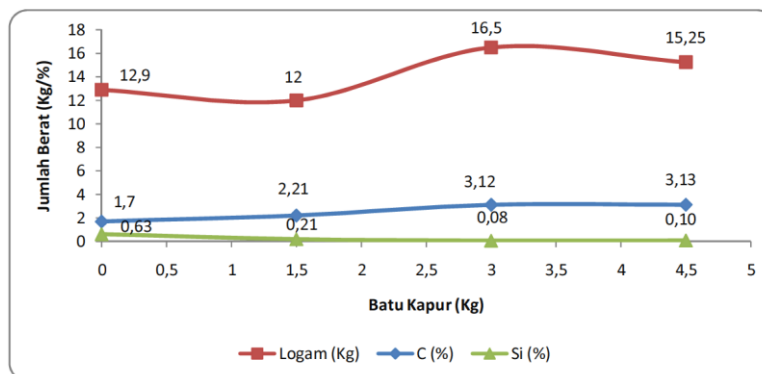
3.1. Pengaruh Fluks dan Basisitas Terak

Batu kapur, sebagai material fluks, ditambahkan ke dalam proses peleburan *mill scale* untuk memodifikasi basisitas terak, yang dinyatakan dengan persamaan (1). Basisitas sangat menentukan perolehan/*recovery* suatu unsur logam dalam proses peleburan batuan mineral logam. Dari Tabel 2, nilai basisitas dari bahan baku *mill scale* adalah sebesar 0,22.

$$B = \frac{CaO + MgO}{Al_2O_3 + SiO_2} \quad (1)$$

Tabel 5. Nilai basisitas uji coba peleburan *mill scale*

| Uji Coba | Bahan Baku | | | | | Basisitas (B) |
|----------|---|-----------|----------|------------|------------|---------------|
| | Komposisi Briket <i>Mill scale</i> (kg) | | | Kapur (kg) | Kokas (kg) | |
| | <i>Mill scale</i> | Batu bara | Bentonit | | | |
| 2 | 30 | - | 0,6 | - | 7 | 0,37 |
| 8 | 30 | - | 0,6 | 1,5 | 7 | 0,69 |
| 7 | 30 | - | 0,6 | 3 | 7 | 1,00 |
| 6 | 30 | - | 0,6 | 4,5 | 7 | 1,39 |



Gambar 4. Pengaruh penambahan material fluks (batu kapur) pada proses peleburan *mill scale* terhadap produk logam serta kandungan unsur C dan Si dalam produk logam yang dihasilkan

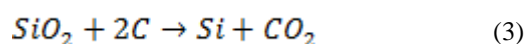
Basisitas memiliki pengaruh penting terhadap proses peleburan senyawa oksida logam menjadi logam. Penambahan batu kapur mempengaruhi nilai basisitas terak, seperti ditunjukkan oleh Tabel 5. Dalam percobaan ini, nilai basisitas optimum dari proses peleburan *mill scale* adalah 1,0 yang diperoleh dengan penambahan batu kapur sebanyak 3 Kg dengan perolehan logam besi optimal sebesar 16,5 kg, seperti ditunjukkan dalam Gambar 4.

Viskositas terak dan logam cair mempengaruhi reaksi difusi atom dalam proses reduksi senyawa oksida logam [11], seperti ditunjukkan oleh persamaan (2), dimana koefisien difusi berbanding terbalik dengan viskositas.

$$D = \frac{K_b \cdot T}{6\pi r \mu} \quad (2)$$

D adalah koefisien difusi, K_b adalah konstanta Boltzman $91,38 \times 10^{-23}$ J/mol K, T adalah temperatur (K), r adalah jari-jari partikel (cm), dan μ adalah viskositas (poise). Rehackova, dkk. [12] menyatakan bahwa viskositas sangat dipengaruhi basisitas terak, dimana viskositas akan berkurang seiring dengan meningkatnya basisitas dan mencapai nilai viskositas minimum pada basisitas (CaO/SiO₂) 1,19, selanjutnya nilai viskositas akan meningkat kembali seiring dengan bertambahnya basisitas. Hal tersebut sesuai dengan hasil percobaan sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 4, dimana penambahan batu kapur sebanyak 3 kg (basisitas 1,0) memberikan perolehan logam besi optimal, namun pada penambahan batu kapur 4,5 Kg (basisitas 1,39) perolehan produk logam besi cenderung menurun.

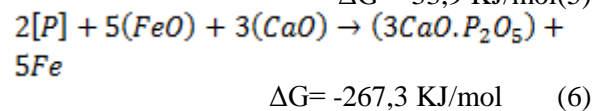
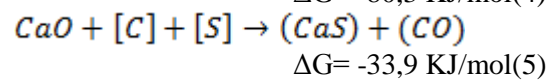
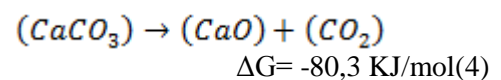
Kandungan silikon dalam logam semakin berkurang seiring dengan meningkatnya basisitas atau jumlah material fluks yang ditambahkan, seperti tampak pada Gambar 4. Senyawa SiO₂ berasal dari bahan baku (*mill scale*, batu kapur, batu bara dan kokas), dimana SiO₂ akan tereduksi menjadi silikon (Si) berdasarkan persamaan (3). Proses reduksi senyawa SiO₂ ditentukan oleh basisitas terak [13]-[14]. Peningkatan basisitas akan mengubah kondisi terak menjadi basa, sehingga hal tersebut akan menghambat reduksi SiO₂ yang bersifat asam dalam proses peleburan [15].



Dari Gambar 4, meningkatnya kandungan karbon dalam logam pig iron menunjukkan bahwa afinitas karbon terhadap Fe akan semakin

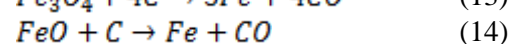
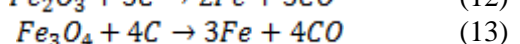
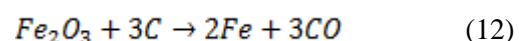
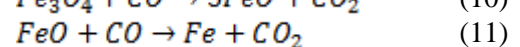
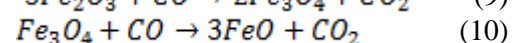
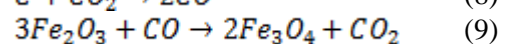
meningkat dengan meningkatnya basisitas yang berdampak terhadap penurunan viskositas, sehingga akan meningkatkan difusivitas atom (karbon) [12].

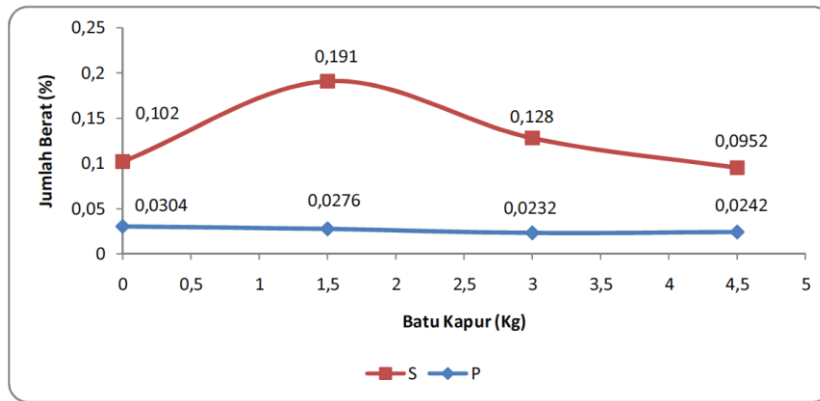
Keberadaan sulfur (S) dan posfor (P) dalam logam besi akan memberikan dampak negatif terhadap sifat mekanik (kekuatan dan ketangguhan). Oleh karena itu, keberadaan sulfur dan posfor dalam logam besi/baja sangat dibatasi. Dari Gambar 5, tampak bahwa kandungan sulfur dan posfor dalam logam yang diperoleh dari hasil peleburan *mill scale* mengalami penurunan (desulfurisasi dan deposforisasi) seiring dengan semakin banyaknya jumlah batu kapur yang ditambahkan dalam proses peleburan *mill scale* [10]. Reaksi desulfurisasi dan deposforisasi pada temperatur peleburan 1500 °C ditunjukkan oleh persamaan (4-6) [16]-[17].



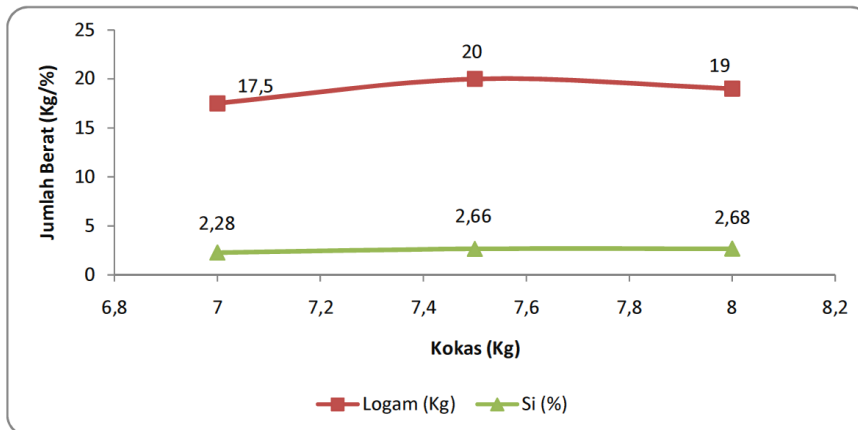
3.2 Pengaruh Jumlah Kokas sebagai Reduktor Eksternal

Proses reduksi senyawa logam oksida menjadi logam (paduan) melibatkan gas reduktan yang diperoleh dari proses pembakaran material mengandung karbon (reaksi *Boudouard*), seperti ditunjukkan oleh persamaan (7-11) [18] atau melibatkan material karbon secara langsung tanpa melibatkan gas reduktan (reduksi langsung), ditunjukkan oleh persamaan (12-14) [9]. Tidak seperti halnya *blast furnace*, umumnya dalam proses peleburan batuan mineral logam menggunakan SAF, proses reduksi senyawa mineral logam juga terjadi secara langsung (*direct reduction*). Dalam percobaan ini digunakan kokas lokal, sebagai reduktor, untuk melebur *mill scale* menjadi logam *pig iron*.

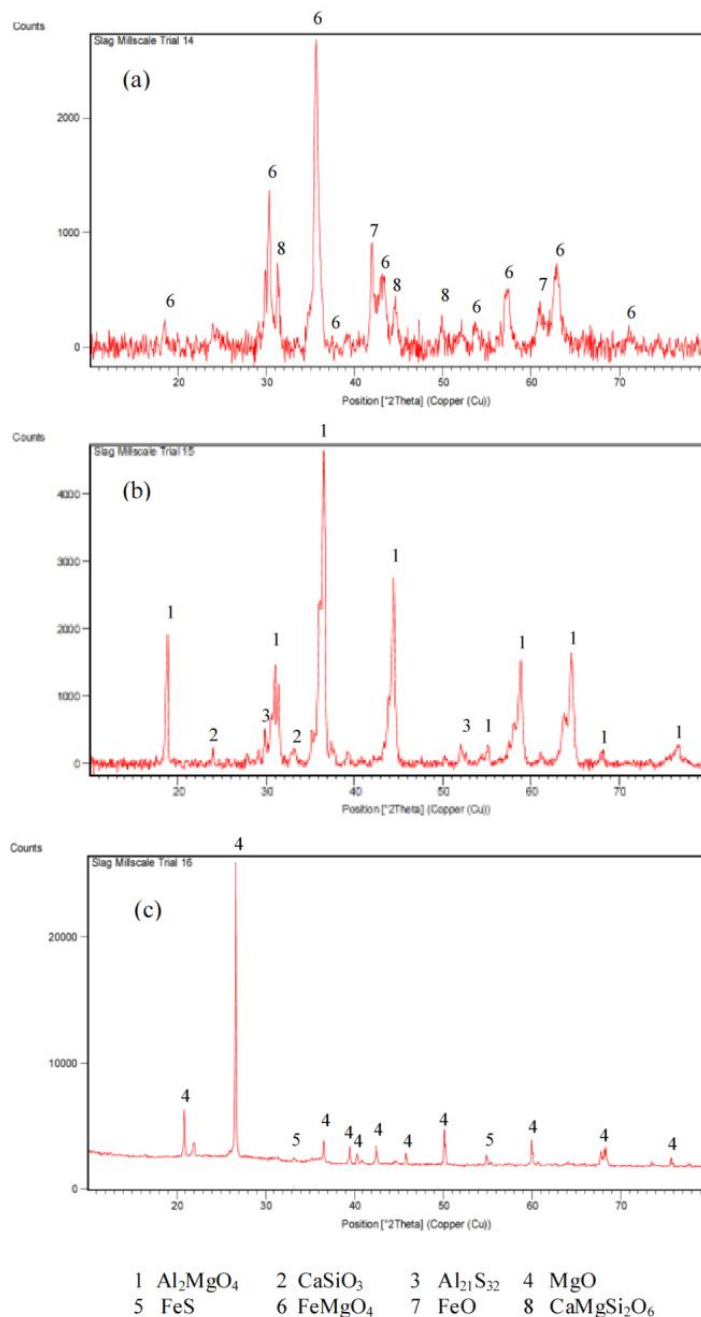




Gambar 5. Pengaruh penambahan material fluks (batu kapur) pada proses peleburan *mill scale* terhadap kandungan unsur S dan P dalam produk logam yang dihasilkan



Gambar 6. Pengaruh jumlah reduktor eksternal (kokas) pada proses peleburan *mill scale* terhadap produk logam dan kandungan Si dalam logam pig iron yang dihasilkan



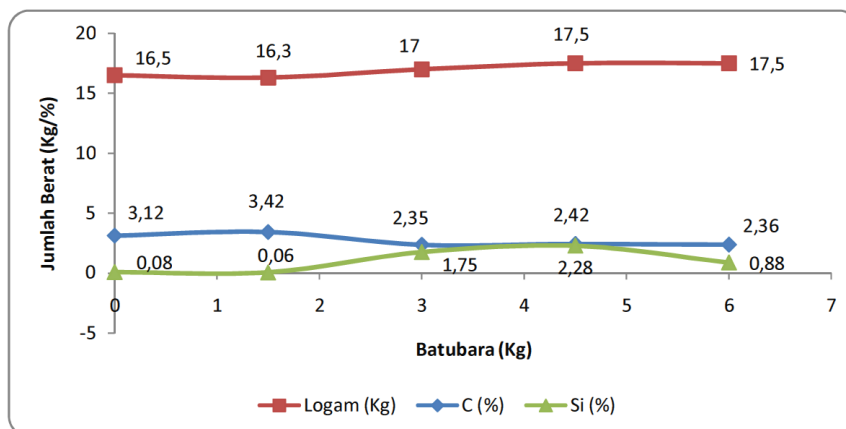
Gambar 7. Analisis XRD terak dengan penggunaan reduktor kokas sebanyak: (a) 7 kg (uji coba 14), (b) 7,5 kg (uji coba 15), (c) 8 kg (uji coba 16)

Dari Gambar 6, tampak bahwa produk logam yang dihasilkan meningkat pada penambahan kokas 7,5 kg atau setara dengan 1,07 dari stoikiometri. Penambahan kokas lebih dari 1,07 stoikiometri menyebabkan berkurangnya produk logam pig iron yang dihasilkan. Dari hasil analisis XRD pada terak dari hasil uji coba dengan penambahan kokas sebanyak 7 kg (Gambar 7(a)), tampak terdapat senyawa FeO dan Fe-Mg-O, menunjukkan bahwa sebagian senyawa besi oksida belum

tereduksi sepenuhnya akibat jumlah reduktor kokas yang tidak mencukupi. Dari hasil analisis XRD pada terak dari hasil uji coba dengan penambahan kokas sebanyak 8 kg (Gambar 7(c)), terdapat senyawa FeS. Dalam Tabel 3, kokas mengandung 0,97% S, dimana sulfur memberikan dampak negatif terhadap proses reduksi senyawa besi oksida. Afinitas Fe terhadap S akan menghasilkan senyawa *troilite* (FeS) yang akan menjadi senyawa pengotor dalam proses peleburan senyawa besi

oksida, sehingga perolehan logam Fe akan semakin berkurang dengan penambahan jumlah kokas yang berlebih. Dari hasil XRD pada terak dari hasil uji dengan penambahan Kg kokas (Gambar 7(b)) tidak ditemukan senyawa mengandung logam besi, hal tersebut menunjukkan bahwa hampir seluruh senyawa logam oksida tereduksi menjadi logam besi sehingga menyebabkan perolehan logam pig iron optimum.

Dari Gambar 6, menunjukkan bahwa kandungan Si dalam produk logam semakin meningkat seiring dengan meningkatnya jumlah kokas yang ditambahkan, dimana proses reduksi senyawa SiO₂ yang terdapat dalam *mill scale* dapat tereduksi oleh kokas menjadi silikon, sebagaimana ditunjukkan oleh persamaan (3).



Gambar 8. Pengaruh jumlah reduktor internal (batu bara) pada proses peleburan *mill scale* terhadap produk logam dan kandungan C, Si dalam logam pig iron yang dihasilkan

Tabel 6. Data hasil peleburan *mill scale* menggunakan *submerged arc furnace*

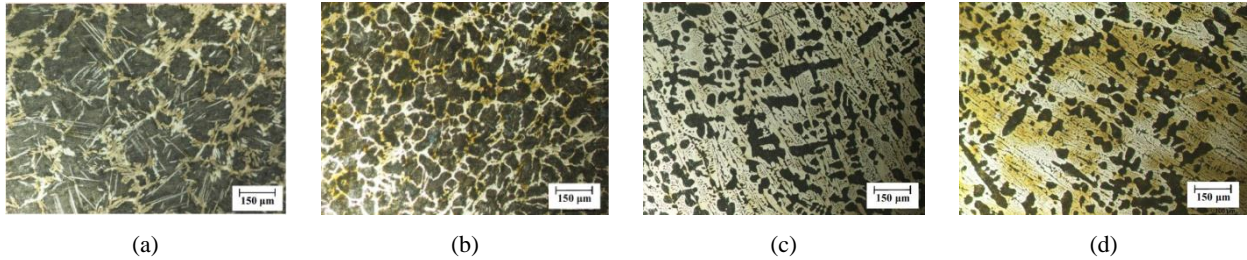
| Uji Coba | Bahan Baku | | | | | Logam (kg) | Rasio Kokas-Logam | Konsumsi Energi Spesifik (kWh/kg) |
|----------|---|-----------|----------|------------|------------|------------|-------------------|-----------------------------------|
| | Komposisi Briket <i>Mill scale</i> (kg) | | | Kapur (kg) | Kokas (kg) | | | |
| | <i>Mill scale</i> | Batu bara | Bentonit | | | | | |
| 2 | 30 | - | 0,6 | - | 7 | 12,9 | 0,54 | 4,65 |
| 8 | 30 | - | 0,6 | 1,5 | 7 | 12 | 0,58 | 5,60 |
| 7 | 30 | 0 | 0,6 | 3 | 7 | 16,5 | 0,42 | 3,64 |
| 6 | 30 | - | 0,6 | 4,5 | 7 | 15,25 | 0,46 | 4,33 |
| 12 | 30 | 1,5 | 0,6 | 3 | 7 | 16,3 | 0,43 | 4,05 |
| 13 | 30 | 3 | 0,6 | 3 | 7 | 17 | 0,41 | 4,24 |
| 11 | 30 | 4,5 | 0,6 | 3 | 7 | 17,5 | 0,40 | 4,46 |
| 14 | 30 | 6 | 0,6 | 3 | 7 | 17,5 | 0,40 | 4,18 |
| 15 | 30 | 4,5 | 0,6 | 3 | 7,5 | 20 | 0,38 | 4,50 |
| 16 | 30 | 4,5 | 0,6 | 3 | 8 | 19 | 0,42 | 4,42 |

Tabel 7. Komposisi kima produk logam pig iron hasil peleburan *mill scale*

| Uji Coba | Komposisi Unsur Pig Iron (% berat) | | | | |
|----------|------------------------------------|------|------|------|------|
| | C | Si | Mn | S | P |
| 2 | 1,7 | 0,63 | 0,1 | 0,10 | 0,03 |
| 8 | 2,21 | 0,21 | 0,05 | 0,19 | 0,03 |
| 7 | 3,12 | 0,08 | 0,04 | 0,13 | 0,02 |
| 6 | 3,13 | 0,01 | 0,06 | 0,01 | 0,02 |
| 12 | 3,42 | 0,06 | 0,05 | 0,17 | 0,04 |
| 13 | 2,35 | 1,75 | 0,32 | 0,14 | 0,04 |
| 11 | 2,42 | 2,28 | 0,35 | 0,11 | 0,04 |
| 14 | 2,36 | 0,88 | 0,17 | 0,01 | 0,05 |
| 15 | 2,69 | 2,66 | 0,39 | 0,22 | 0,05 |
| 16 | 2,53 | 2,68 | 0,37 | 0,15 | 0,05 |

Tabel 8. Data standar komposisi kimia untuk produk besi tuang [15]

| Jenis Besi Tuang | Komposisi Kimia (% berat) | | | | |
|------------------------|---------------------------|---------|----------|-----------|------------|
| | C | Si | Mn | P | S |
| Besi tuang Kelabu | 2,5-4,0 | 1,0-3,0 | 0,2-1,0 | 0,002-1,0 | 0,002-0,25 |
| Besi tuang Putih | 1,8-3,6 | 0,5-1,9 | 0,25-0,8 | 0,06-0,2 | 0,06-0,2 |
| Besi tuang mampu tempa | 2,2-2,9 | 0,9-1,9 | 0,15-1,2 | 0,02-0,2 | 0,02-0,2 |



Gambar 9. Struktur mikro logam pig iron: (a) uji coba 2; (b) uji coba 8; (c) uji coba 7; (d) uji coba 6. Etsa Nital 3%

3.3 Pengaruh Jumlah Batu Bara sebagai Reduktor Internal

Dalam percobaan ini, pengaruh penambahan reduktor ke dalam briket *mill scale* dalam proses peleburan menggunakan SAF telah dipelajari. Sejumlah batu bara ditambahkan ke dalam briket *mill scale* sebagai reduktor internal. Kokas digunakan sebagai reduktor eksternal sejumlah 7 Kg atau setara dengan jumlah stoikiometri yang dibutuhkan dalam proses peleburan *mill scale* menjadi logam *pig iron*.

Dari Gambar 8 tampak bahwa perolehan logam *pig iron* optimum diperoleh dengan penambahan reduktor (batu bara) internal sebanyak 4,5 Kg. Kandungan karbon dalam produk logam *pig iron* cenderung semakin menurun dengan bertambahnya reduktor internal. Untuk kandungan silikon dalam *pig iron* semakin meningkat pada penambahan reduktor internal hingga sebanyak 4,5 Kg, namun menurun secara signifikan pada penambahan sebanyak 6 Kg. Sama seperti halnya dengan kokas, batu bara mengandung senyawa oksida posfor. Pada jumlah tertentu posfor akan menghambat proses reduksi senyawa logam dan non-logam oksida yang terkandung dalam *mill scale*. Dari Tabel 6, tampak bahwa konsumsi energi terendah ditunjukkan oleh nilai spesifik konsumsi energi minimum yang diperoleh dari hasil peleburan *mill scale* tanpa menggunakan reduktor internal batu bara. Hal tersebut menunjukkan bahwa reduksi langsung oleh reduktor eksternal (kokas) memiliki peranan yang lebih besar dalam proses peleburan menggunakan SAF [9], selain itu

keberadaan unsur pengotor dalam batu bara menjadi salah satu penyebab semakin meningkatnya konsumsi energi yang dibutuhkan. Namun dari Tabel 6 tersebut tampak bahwa penambahan reduktor internal mampu mengurangi rasio kokas terhadap logam (*coke to metal ratio*), sehingga dapat mengurangi kebutuhan kokas dalam proses peleburan *mill scale*.

3.4 Aplikasi Produk Logam *Pig Iron* dari Proses Peleburan *Mill scale*

Komposisi kimia dari produk logam *pig iron* yang diperoleh dari proses peleburan *mill scale* menggunakan SAF ditunjukkan oleh Tabel 7 dengan kandungan 1,7-3,42 C; 0,01-2,68 Si; 0,01-0,22 S; 0,02-0,05 P. Dari data tersebut, hampir semua produk logam *pig iron* tersebut memenuhi persyaratan komposisi sebagai bahan baku pembuatan material besi tuang kelabu (*gray cast iron*), besi tuang putih (*white cast iron*) dan mampu tempa (*malleable cast iron*), seperti ditunjukkan dalam Tabel 8 [19]. Besi tuang putih memiliki nilai kekerasan yang tinggi, umumnya digunakan sebagai komponen (mesin) tahan aus [20]. Tingginya nilai kekerasan dikarenakan oleh keberadaan struktur karbida Fe_3C (warna putih) yang terbentuk pada struktur mikro diantara matriks ferit (warna hitam), seperti ditunjukkan Gambar 9. Semakin tinggi kandungan karbon, semakin banyak volume karbida Fe_3C , sehingga semakin keras logam *pig iron* yang dihasilkan. Sedangkan besi tuang kelabu dan mampu tempa dengan nilai kekerasan yang lebih rendah memiliki sifat

mampu permesinan (*machinability*) yang baik dan mampu redam getar yang baik, sehingga banyak digunakan sebagai komponen otomotif [21]. Oleh karena itu peningkatan nilai tambah terhadap *mill scale* akan jauh lebih tinggi jika diaplikasikan sebagai bahan baku komponen/produk besi tuang putih, kelabu, dan mampu tempa.

4. KESIMPULAN

Mill scale dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan logam *pig iron* melalui proses peleburan dengan menambahkan reduktan berupa material mengandung karbon (kokas) dan fluks (batu kapur). Jumlah reduktan (eksternal) kokas optimum dalam proses peleburan *mill scale* menggunakan SAF (*submerged arc furnace*) adalah setara dengan 1,07% stoikiometri karbon.

Penambahan batu kapur mempengaruhi nilai basisitas terak peleburan *mill scale*, dimana penambahan batu kapur sebanyak 3 Kg (basisitas terak 1,0) dengan penambahan kokas dan batu bara sebanyak 7 Kg dan 0 Kg, menghasilkan konsumsi energi spesifik yang optimum, yaitu sebesar 3,64 kWh/Kg.

Penambahan reduktan internal mampu menurunkan rasio kokas terhadap logam (*coke to metal ratio*), namun tidak menurunkan nilai konsumsi energi (listrik) spesifik, dimana nilai optimum diperoleh tanpa penambahan reduktan (batu bara) internal.

Logam *pig iron* hasil peleburan *mill scale* dapat dikembangkan lebih lanjut sebagai bahan baku untuk pembuatan material besi tuang kelabu, putih dan mampu tempa

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Koperasi Minagro Alam Lestari yang telah menyediakan limbah *mill scale* dari PT. Krakatau Steel serta Balai Penelitian Teknologi Mineral-LIPI atas pendanaan kegiatan penelitian melalui skema pembinaan UMKM.

DAFTAR PUSTAKA

[1] M. A. Legodi, dan D. de Waal, "The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste," *Dyes Pigments*, vol. 74, pp. 161-168, 2007. DOI:10.1016/j.dyepig.2006.01.038.

[2] Z. Zulhan, "Aspek teknologi dan ekonomi pembangunan pabrik pengolahan bijih besi menjadi produk baja di Indonesia," *Majalah Metalurgi*, vol. 28, no. 2, hal. 105-120,

Agustus, 2013. DOI: 10.14203/metalurgi.v8i2.252.

[3] R. Sen, S. Dehiya, U. Pandel, dan M. K. Banerjee, "Utilization of low grade coal for direct reduction of mill scale to obtain sponge iron: effect of reduction time and particle size," *Procedia Earth Planet. Sci.*, 11, pp. 8-14, 2015. DOI: 10.1016/j.proeps.2015.06.003.

[4] T. P. Rahman, A. Sukarto, N. T. Rochman, dan A. Manaf, "Sintesis pigmen besi oksida berbahan baku limbah industri baja (mill scale)," *Jurnal Fisika*, vol. 3, hal. 86-89, 2013. DOI: 10.15294/jf.v3i1.3972.

[5] A. Fiandimas dan A. Manaf, "Pembuatan magnet permanen barium heksaferit berbahan baku mill scale dengan teknik metalurgi serbuk," *Jurnal Sains Materi Indonesia*, vol. 5, pp. 45-50, 2003.

[6] O. Benchiheb, S. Mechachi, S. Serrai, dan M. G. Khalifa, "Elaboration of iron powder from mill scale," *J. Mater. Environ. Sci.*, vol. 4, pp. 267-276, December, 2010.

[7] R. Farahat, M. Eissa, G. Megahed dan A. Baraka, "Reduction of mill scale generated by steel processing," *Journal of Steel and Related Materials: Steel Grips*, vol. 8, 2010.

[8] B. D. Flores, I. V. Flores, M. C. Bagatini, E. Osorio, dan A. C. F Vilela, "Study on reducing and melting behavior of mill scale/petroleum coke blend," *Tecnol. Metal. Mater. Miner.*, vol. 10, pp. 365-374, 2013. DOI:10.4322/tmm.2013.050.

[9] S. Saberifar, F. Jafari, M. A. Jafarzadeh, dan S. A. Mousavi, "Recycling evaluation of mill scale in electric arc furnace," *JMATPRO*, vol. 2, pp. 73-78, August, 2014.

[10] M. Eissa, A. Ahmed, dan M. El-Fawkhry, "Conversion of mill scale waste into valuable products via carbothermic reduction," *Journal of Metallurgy*, vol. 2015, pp. 1-9, August, 2015. DOI: 10.115/2015/926028.

[11] S. Oediyani, P. J. Sari, dan D. P. Hadi, "The effect of local coal and smelting sponge iron on iron content of pig iron," *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 316, 012047: 1-7, 2018. DOI: 10.1088/1757-899X/316/1/012047.

[12] L. Rehackova, S. Rosypalova, R. Dudek, J. Kukutschova, dan J. Dobrovska, "Effect of cao/sio₂ ratio on viscosity and structure of slag," *Metabk*, 54(3), pp. 455-458, 2015.

[13] V. A. Grachev, "Thermodynamics and mechanism of silicon reduction by carbon

- in a crucible reaction," *Orient J. Chem.*, 32(6), pp. 2929-2937, December, 2016. DOI: 10.13005/ojc/320612.
- [14] A. Klimczyk, M. Bernasowski, R. Stachura, dan A. Ledzki, "Reduction of silicon in blast furnace," *Proc. 23rd International Conference on Metallurgy and Materials* (Metal 2014), May, 2014.
- [15] M. K. Mohanty, S. Mishra, B. Mishra, dan S. Sarkar, "Effect of basicity on the reduction behaviour of iron ore pellets," *Arabian Journal for Science and Engineering*, vol. 43, pp. 5989-5998, 2018. DOI: 10.1007/s13369-018-3107-4.
- [16] X. Yuang, J. Duan, C. Shi, M. Zhang, Y. Zhang, dan J. Wang, "A thermodynamic model of phosphorus distribution ratio between CaO-SiO₂-FeO-Fe₂O₃-MnO-AL₂O₃-P₂O₅ slags and molten steel during a top-bottom combined blown converter steelmaking process based on the ion and molecule coexistence theory," *Metall. Mater. Trans. B*, vol. 42B, pp. 738-770, August, 2011. DOI: 10.1007/s11663-011-9491-8.
- [17] E. T. Turkdogan dan L. J. Martonik, "Sulfur solubility in iron-carbon melts coexistence with solid CaO dan CaS," *Transactions ISIJ*, vol. 23, pp. 1038-1044, 1983.
- [18] N. Gade, G. Verma, R. Sen, dan U. Pandel, "Effect of calcium carbonate on the reduction behaviour of mill scale," *Procedia Earth Planet. Sci.*, vol. 11, pp. 319-324, 2015. DOI: 10.1016/j.proeps.2015.06.067.
- [19] J. R. Davis, "Classification and basic metallurgy of cast iron," in *ASM Specialty Handbook Cast Irons*. ASM International, pp. 3-15, 1996.
- [20] B. Zheng, Z. Huang, J. Xing, Y. Xiao, dan F. Xiao, "Effect of chromium content on cementite-pearlite interaction of white cast iron during three-body abrasive wear," *Industrial Lubrication and Tribology*, vol. 69, issue 6, pp. 863-871, 2017. DOI: 10.1108/ilt-08-2016-0195.
- [21] J. Machuta dan I. Nova, "Metallurgy of the gray cast iron for the automotive parts," *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, vol. 39, no. 9, 2017. DOI: 10.15407/mfint.39.091267.

INDEKS PENULIS

A

Abdurachman Wahid, 9

Ali Alhamidi, 1

Arif Eko Prasetyo, 37

B

Bambang Hermanto, 31

D

Dewa Nyoman Adnyana, 19

E

Eko Nugroho, 37

F

Fajar Nurjaman, 37

Fendy Rokhmanto, 1

I

I Nyoman Gede Putrayasa A, 1

Ibrahim Purawiardi, 1

Ika Kartika, 1

Irfan, 9

J

Jessica Natalia, 1

L

Lusita, 31

M

Marsas Prilitasari, 37

N

Nurbaity, 37

R

Robi Farid, 9

T

Tarmizi, 9, 17

Toto Sudiro, 31

INDEKS KATA

0

18N, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8

5052-H32, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17

A

Al₂O₃, 9

alat penukar kalor, 19

alloy, 1, 2, 7, 8

aluminum, 9

aluminium, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17

ASTM A-234 Gr, 19, 20, 23, 24, 28

B

Baja karbon standar, 19

belokan pipa, 19

F

fasa, 31, 32, 33, 34, 35, 36

Fe-Si-Al-Mg, 31, 32, 33, 34, 35, 36

friction stir welding, 1, 2, 4, 5, 8, 9

K

kecepatan pengelasan, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16

ketebalan, 31, 34, 35, 36

L

Lapisan Fe-Si-Al-Mg, 31, 33

las aduk gesek, 9

layer, 31

M

M23X6 precipitates, 1, 2

mechanical alloying, 31, 36, 37

Mill scale, 37, 38, 39, 40, 44, 46

N

Nurbaity, 37

P

paduan Co-26Cr-6Mo, presipitat M23X6, 1

Paduan Co-26Cr-6Mo-0, 1, 4, 5, 7

pemaduan mekanik, 31, 32, 33, 34, 35, 36

phase, 31

pig iron, 37, 38, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47

R

return bend, heat exchanger, 19

S

submerged arc furnace, 37, 38, 39, 40, 42, 44, 45, 46

T

thickness, 31, 36

W

welding speed, 9, 10, 17

WPB, 19, 20, 23, 24, 28



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.

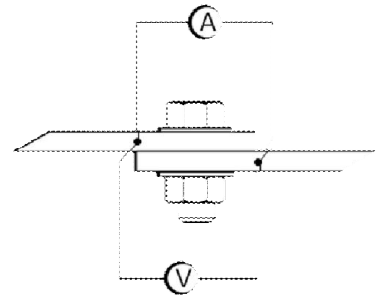


Figure 1. Figure caption

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 dan nomor akan dihilangkan. Semua hypertext links dan section

REFERENCES (STANDARD IEEE)

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

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

5. KESIMPULAN

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

UCAPAN TERIMA KASIH

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

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

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

↑Jika memungkinkan kolom dibuat sama ↑