



P-ISSN 0126-3188

E-ISSN 2443-3926

LIPI

METALURGI

MAJALAH ILMU DAN TEKNOLOGI

VOLUME 34 Nomor 2, AGUSTUS 2019

AKREDITASI JURNAL ILMIAH NO.3/E/KPT/2019

Performa Korosi Baja Karbon pada Uji Simulasi Pipa
untuk Sistem Saluran Air Pendingin

Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Paduan Magnesium Berpori
dengan Variasi Komposisi Agen Pengembang dan Temperatur Sinter
untuk Aplikasi Implan Mampu Luruh

Reduksi Bijih Besi Lampung Memanfaatkan Reduktor Model Gas Produser

Studi Perhitungan Ukuran Butiran Magnesium Karbonat
Hasil Proses Karbonasi dengan Metode *Free Settler*

*Carburization Study on a Fired Heater Tube of a
Petroleum Processing Refinery*

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia

METALURGI

VOLUME 34 NOMOR 2, AGUSTUS 2019
P-ISSN 0126-3188
E-ISSN 2443-3926



Penanggung Jawab :

Kapuslit Metalurgi dan Material – LIPI

Ketua Dewan Redaksi :

Dr. Ika Kartika, S.T, 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)
Prof. Dr. mont. Mohammad Zaki Mubarak,
S.T, M.T (Teknik Metalurgi, Institut
Teknologi Bandung)
Dr. Asep Ridwan S. (Teknik Mesin, Institut
Teknologi Bandung)
Alfirano, S.T, M.T, 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)
Prof. Dr. Timotius Pasang (Auckland
University of Technology, New Zealand)

Redaksi :

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

Disain Grafis :

Nadia Natasha, M.Si

Website :

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

Sekretariat dan Penerbit :

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material –
LIPI Ged. 470, Kawasan Puspipetek 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

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

Pengantar Redaksi.....iii

Abstrak.....v

**Performa Korosi Baja pada Uji Simulasi Pipa
untuk Sistem Saluran Air Pendingin**

Ahmad Rovani, dkk.....49-60

**Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Magnesium
Berpori dengan Variasi Komposisi Agen
Pengembang dan Temperatur Sinter untuk
Aplikasi Implan Mampu Luruh**

Aprilia Erryani, dkk.....61-70

**Reduksi Bijih Besi Lampung Memanfaatkan
Reduktor Model Gas Produser**

Suharto, dkk71-80

**Studi Perhitungan Ukuran Butiran Magnesium
Karbonat Hasil Proses Karbonasi dengan
Metoda Free Settler**

Ayu Dwi Privanti, dkk.....81-90

**Carburization Study on a Fired Heater Tube of
a Petroleum Processing Refinery**

Dewa Nyoman Adnyana.....91-98

Indeks

PENGANTAR REDAKSI

Puji syukur Majalah Metalurgi Volume 34 Nomor 2, Agustus 2019 kali ini dapat menampilkan 5 buah tulisan.

Tulisan pertama merupakan hasil kegiatan penelitian yang disampaikan oleh Ahmad Royani dan kawan-kawan mengenai Performa Korosi Baja pada Uji Simulasi Pipa untuk Sistem Saluran Air Pendingin. Tulisan selanjutnya adalah hasil penelitian Aprilia Erryani dan kawan-kawan menulis tentang Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Magnesium Berpori dengan Variasi Komposisi Agen Pengembang dan Temperatur Sinter untuk Aplikasi Implan Mampu Luruh. Hasil penelitian selanjutnya adalah makalah Suharto dan kawan-kawan tentang Reduksi Bijih Besi Lampung Memanfaatkan Reduktor Model Gas Produser. Untuk tulisan keempat adalah hasil penelitian Nadia Chrisayu dan kawan-kawan mengenai Studi Perhitungan Ukuran Butiran Magnesium Karbonat Hasil Proses Karbonasi dengan Metoda *Free Settler*. Dewa Nyoman Adnyana pada makalah kelima menyampaikan *Carburization Study on a Fired Heater Tube of a Petroleum Processing Refinery*.

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

REDAKSI

UDC (OXDCF) 620.112

Ahmad Royani, Siska Prifiharni, Gadang Priyotomo, Joko Triwardono, Sundjono (Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI)

Performa Korosi Baja Karbon pada Uji Simulasi Pipa untuk Sistem Saluran Air Pendingin

Metalurgi, Vol. 34 No. 2 Agustus 2019

Masalah utama dalam sistem pendingin air dalam unit pembangkit listrik panas bumi meliputi korosi, deposit dan slime (lendir). Korosi dapat memperpendek umur pakai peralatan sistem pendingin air karena mengakibatkan penurunan efisiensi operasi, kebocoran dan polusi. Masalah-masalah tersebut sangat kompleks dan banyak faktor penyebabnya. Di sisi lain, sebagian besar sistem air pendingin di industri mengandung komponen baja karbon yang mudah terkorosi. Untuk mengetahui nilai laju korosi baja karbon pada unit pembangkit listrik panas bumi, maka dilakukan uji simulasi menggunakan sistem resirkulasi air terbuka pada temperatur 37 °C. Proses simulasi dilakukan dengan metode interval test dan berdasarkan standar NACE RP0775. Laju korosi baja tersebut diukur dengan metode pengurangan berat. Morfologi permukaan dan komposisi produk korosi dikarakterisasi menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*), XRD (*x-ray diffraction*) dan EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Nilai laju korosi baja karbon hasil uji simulasi selama 1, 3 dan 4 minggu masing-masing sebesar 2,29 mmpy; 1,23 mmpy; dan 0,93 mmpy. Terjadi penurunan laju korosi jika waktu simulasi diperpanjang akibat terbentuknya lapisan produk korosi pada permukaan baja. Sementara itu, parameter air yang paling menentukan laju korosi adalah DO (*dissolved oxygen*). Perubahan DO sangat mempengaruhi kecepatan laju korosi. Berdasarkan morfologi produk korosi, serangan korosi terjadi secara lokal yang sebarannya merata. Produk korosi berupa senyawa oksida dalam bentuk Fe₃O₄, FeOOH dan Fe₂O₃.

Kata Kunci: Baja karbon, korosi, NACE RP0775, simulasi, pengurangan berat

Corrosion Performance of Carbon Steel in Pipe Simulation Test for Cooling Water Systems

*The main problem in cooling water systems in geothermal power plant units is caused by corrosion, deposits, and slime. Corrosion can shorten the life of cooling water system equipment due to a decrease in operating efficiency, leakage, and pollution. These problems, occur very complex and associated with many causes. On the other hand, most cooling water systems in the industry contain carbon steel components that are easily corroded. To determine the value of the corrosion rate of carbon steel in a geothermal power plant, a simulation test using an open recirculating system at 37 °C was carried out. The simulation process was done by an interval test method and based on NACE RP0775 standard. The corrosion rate of the carbon steel specimen was determined by weight loss method. The morphology of surface and composition of corrosion products are characterized using SEM (*scanning electron microscopy*), XRD (*x-ray diffraction*) and EDS (*energy dispersive spectroscopy*). The corrosion rate values of carbon steel from the simulation obtained after 1, 3 and 4 weeks were 2.29 mmpy; 1.23 mmpy; and 0.93 mmpy, respectively. There was a decrease in the corrosion rate by the extent of the simulation time due to the formation of corrosion product layers on the steel surface. Meanwhile, the most decisive water parameter that affects the corrosion rate of the specimen is DO (*dissolved oxygen*). The change of DO greatly affects the corrosion rate of carbon steel. Based on the morphology of corrosion product, the corrosion attacks occur locally. The corrosion products identified were the oxide compounds of Fe₃O₄, FeOOH and Fe₂O₃.*

Keywords: Carbon steel, corrosion, NACE RP0775, simulation test, weight loss

UDC (OXDCF) 669.7

Aprilia Erryani^a, Novantoro^b, Franciska Pramuji Lestari^a, Made Subekti Dwijaya^a, Ika Kartika^a (^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI, ^bTeknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa)

Sifat Mekanik dan Struktur Mikro Paduan Magnesium Berpori dengan Variasi Komposisi Agen Pengembang dan Temperatur Sinter untuk Aplikasi Implan Mampu Luruh

Metalurgi, Vol 34 No. 2 Agustus 2019

Implan magnesium berpori memiliki potensi yang besar sebagai aplikasi scaffold berdasarkan sifat mampu luruh, biokompatibilitas dan sifat mekaniknya yang mendekati tulang manusia. Kombinasi Mg, Zn dan Sr dalam implan dapat membantu mempercepat proses penyembuhan tulang. Optimalisasi parameter untuk membuat logam berpori dengan SrCO₃ sebagai agen pengembang adalah dengan melakukan variasi temperatur sintering 650, 675 dan 700 °C dengan waktu tahan konstan selama 3 jam serta komposisi %berat SrCO₃ pada 5, 10 dan 20. Karakterisasi struktur mikro paduan Mg dilakukan dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscope*), persebaran unsur dilakukan dengan mapping EDS (*energy dispersive spectrometry*) dan juga XRD (*x-ray diffraction*). Dilakukan pengujian tekan untuk mengetahui nilai kekuatan paduan serta %porositas dengan metode Archimedes. Porositas tertinggi Mg didapat pada 20 %berat SrCO₃ pada temperatur sinter 700 °C, yaitu 29,63% porositas, serta kekuatan kompresi 283,28 MPa pada 5 %berat SrCO₃ pada temperatur sinter 700 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa struktur pori serta sifat mekanik yang dihasilkan mendekati kesesuaian dengan *cortical bone* dan *consellous bone*.

Kata Kunci: Paduan Mg, struktur berpori, metalurgi serbuk, foaming agent SrCO₃, implan mampu luruh

Mechanical Properties and Microstructure of Magnesium Alloy Foam Using Various Foaming Agent and Sintering Temperature for the Implant Application

Porous magnesium implant has great potential for scaffold application due to their biodegradable properties, biocompatible, and their mechanical properties which close to natural human bone. A combination of Mg and Sr in implant application accelerates bone formation. The parameter optimization for making porous metal with SrCO₃ as a foaming agent is to vary the sintering temperature of 650, 675 and 700 °C with a constant holding time of 3 hours and the composition of SrCO₃ at 5, 10 and 20 wt.%. Characterization of the microstructure of Mg alloy is carried out by using a SEM (scanning electron microscopy). The elemental distribution is analyzed by EDS (energy dispersive spectrometry) mapping and XRD (x-ray diffraction). The compressive test was carried out to determine the strength of alloy and percentage of porosity by the Archimedes method. The highest porosity of Mg was obtained at 20 wt.% SrCO₃ sintered at 700 °C, having 29.63% porosity, and the highest compression strength of 283.28 MPa was obtained at 5 wt.% SrCO₃ sintered at 700 °C. The results showed that the resulting pore structure and mechanical properties were close to conformity with cortical bone and concellous bone.

Keywords: Mg alloy, porous structure, powder metallurgy, foaming agent SrCO₃, biodegradable implant

UDC (OXDCF) 622.7

Suharto^a, Soesaptri Oediyani^b, Syuqron Fajri Shiddiq^b, Suropto Dwi Yuwono^c Suhartono^d (^aBalai Penelitian Teknologi Mineral LIPI, ^bTeknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, ^cJurusan Kimia - FMIPA UNILA, ^dJurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Jenderal Achmad Yani)

Reduksi Bijih Besi Lampung Memanfaatkan Reduktor Model Gas Produser

Metalurgi, Vol. 34 No. 2 Agustus 2019

Model gas produser hasil gasifikasi limbah biomassa digunakan sebagai reduktor dalam proses reduksi bijih besi. Campuran gas dengan kandungan CO, H₂, CH₄, CO₂, CnHm dan N₂ digunakan sebagai model gas produser untuk mereduksi bijih besi Lampung, yang kandungan mineral primernya berupa hematit. Bijih besi ini dipreparasi hingga ukuran -6+3 mm dan -12+10 mm, kemudian direduksi dalam *vertical tube furnace* dengan variasi temperatur 800, 900 dan 1000 °C, dan waktu reduksi 45, 60 dan 75 menit. Persentase Fe dan metalisasi diamati pada berbagai temperatur, waktu reduksi dan ukuran bijih besi tersebut. Reduksi bijih besi dengan ukuran -6+3 mm pada temperatur 1000 °C selama 75 menit menghasilkan persentase Fe dan metalisasi tertinggi, masing-masing sebesar 67,36% dan 84,25%. Analisa menggunakan software Image-J menunjukkan bijih besi dengan ukuran -6+3 mm memiliki jumlah porositas (39,48%) lebih banyak dibanding porositas bijih besi ukuran -12 +10 mm. Hasil analisa XRD (*x-ray diffraction*) menampilkan bahwa kandungan logam Fe paling banyak (puncak tertinggi) diperoleh dari bijih besi ukuran -6+3 mm pada temperatur dan waktu reduksi 1000 °C dan 75 menit. Gas produser hasil gasifikasi diharapkan dapat digunakan secara nyata sebagai reduktor bijih besi dalam upaya mensubstitusi batubara dan gas alam.

Kata Kunci: Bijih besi, gas produser, gasifikasi, persentase metalisasi, reduktor

Reduction of Lampung Iron Ore Using Producer Gas Model Reductor

The producer gas model from the biomass waste gasification was utilized as reduction in the iron ore reduction process. A mixture of gases containing CO, H₂, CH₄, CO₂, CnHm, and N₂ was used as a producer gas model for reducing the Lampung iron ore, which hematite as the primary mineral content. Iron ore is prepared up to sizes -6+3 mm and -12+10 mm, and then to be reduced in the vertical tube furnace at a temperature variation of 800, 900 and 1000 °C, and a reduction time of 45, 60 and 75 minutes, respectively. The percentage of Fe and metallization were observed at various temperatures, reduction times, and the size of the iron ore. The reduction of iron ore of a size of -6+3 mm at a temperature of 1000 °C during 75 minutes yielded the highest percentage of Fe and metallization of 67.36% and 84.25%, respectively. Image-J analysis depicted than iron ore of a size of -6+3 mm had a greater amount of porosity (39.48%) than the porosity of the size of the iron ore size -12+10 mm. The XRD analysis results show that the highest content of Fe metal (highest peak) was obtained from samples of -6+3 mm at temperatures and reduction times of 1000 °C and 75 minutes, respectively. Producer gas from gasification is expected to be employed as an iron ore reduction actually in an effort to substitute coal and natural gas.

Keywords: Iron ore, gas producer, gasification, percent metallization, reduction

UDC (OXDCF) 620.18

Ayu Dwi Priyanti¹, Nadia Chrisayu Natasha², Eko Sulistiyono², Fariza Eka Yunita², Ahmad Rizky Ramdhani², Dian Maruto Wijanarko¹ (¹Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret, ²Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, LIPI)

Studi Perhitungan Ukuran Butiran Magnesium Karbonat Hasil Proses Karbonasi dengan Metode Free Settler

Metalurgi, Vol 34 No. 2 Agustus 2019

Metode penghitungan ukuran butiran dengan proses pengendapan suspensi (*free settler*) merupakan metode pengukuran yang paling praktis dan sederhana. Prinsip metode ini adalah adanya gaya gravitasi yang berlawanan dengan gaya apung akibat dari tekanan fluida cair terhadap padatan. Pada tulisan ini dibahas mengenai penggunaan metode *free settler* sebagai rujukan dalam proses penghitungan ukuran butiran magnesium karbonat. Magnesium karbonat berukuran nano pada percobaan ini dibuat dengan cara pemanasan larutan magnesium bikarbonat menggunakan gelombang ultrasonik dan pemanasan biasa menggunakan *hot plate* dan *stirrer*. Hasil optimum penghitungan ukuran butiran yang dihasilkan melalui proses pemanasan ultrasonik pada amplitudo 30% selama 35 menit menggunakan metode stokes berada pada rentang 0,491 μm – 1,072 μm , sedangkan ketika dilakukan analisis menggunakan PSA Nano (*particle size analyzer*) ukuran butiran berada pada rentang 0,451 μm – 2,617 μm . Hal ini menunjukkan bahwa meskipun hasil penghitungan ukuran butiran dengan kedua metode analisis tersebut memberikan hasil yang berbeda, namun masih berada pada rentang ukuran yang beririsan. Selain itu, dapat dilihat adanya kecenderungan berkurangnya ukuran ketika dilakukan penambahan gelombang ultrasonik. Dari analisis tersebut diperoleh kesimpulan bahwa metode *free settler* dapat digunakan sebagai metode awal untuk memprediksi ukuran partikel terutama bagi lembaga riset yang belum memiliki peralatan pengukur ukuran partikel (PSA).

Kata Kunci: Free settler, PSA nano, magnesium karbonat, suspensi

Study of Magnesium Carbonate Particle Size Measurement from Carbonation Process with Free Settler Method

Particle size measurement with the free settler method is the most practical and straightforward method. The principle of this method is the presence of gravity that is opposite with buoyancy due to the pressure between liquid and solid. This paper explains the use of the free settler method as a reference in the magnesium carbonate particle size measurement method. In this research, nano magnesium carbonate was made by heating magnesium bicarbonate solution using ultrasonic wave and hot plate. The optimum result of nano magnesium carbonate using ultrasonic heating process with 30% amplitude for 35 minutes by stokes method is 0.491 μm – 1.072 μm , while using the PSA (particle size analysis) is 0.451 μm – 2.617 μm . It shows that although the particle size measurement with those analysis methods has different results, they still have intersecting size range. It also can be seen that the grain size will be reduced when an ultrasonic wave is added. In this work, the free settler method can be used as a preliminary method to predict the particle size of nanomaterial should a particle size analyzer (PSA) is not available.

Keywords: Free settler, PSA nano, magnesium carbonate, suspension

UDC (OXDCF) 621.402

Dewa Nyoman Adnyana (Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology)

Kebocoran Pipa Dapur Pemanas Kilang Minyak Bumi Akibat Karburisasi

Metalurgi, Vol. 34 No. 2 Agustus 2019

Dapur pemanas pada sebuah kilang pengolahan minyak bumi mengalami kebocoran pada salah satu pipa konveksi. Pipa tersebut terbuat dari baja karbon rendah jenis ASTM A-106 Gr.B. Cairan proses di dalam pipa adalah xylene dengan tekanan desain 15,8 kg/cm²g dan suhu desain yaitu 299 °C (pada saluran masuk) dan 405 °C (pada saluran keluar). Penelitian ini bertujuan untuk menentukan jenis dan faktor penyebab serta mekanisme terjadi kebocoran pada pipa tersebut. Sejumlah pengujian telah dilakukan meliputi pemeriksaan visual dan makroskopik, analisa kimia, pengujian metalografi dan kekerasan, serta analisa SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa kebocoran yang terjadi pada pipa konveksi disebabkan oleh karburisasi dan pembentukan debu/serbuk logam. Karburisasi terjadi pada dinding bagian dalam pipa yang mengalami panas berlebih secara lokal akibat terbentuknya endapan kokas.

Kata Kunci: Pipa konveksi, karburisasi, endapan kokas, panas berlebih secara lokal, pembentukan debu logam

Carburization Study on a Fired Heater Tube of a Petroleum Processing Refinery

The fired heater of a petroleum processing refinery leaks in one of the convection tubes. The tube is made of ASTM A-106 Gr.B. Process fluid in the tube is xylene with a design pressure of 15.8 kg/cm²g and design temperature of 299 °C (at the inlet) and 405 °C (at the outlet). This study aims to determine the type and causes and the mechanism of leakage in the tube. A number of tests have been carried out including visual inspection and macroscopic analysis, chemical analysis, metallographic and hardness testing, and SEM (scanning electron microscopy) analysis which is equipped with EDS (energy dispersive spectroscopy). The results obtained showed that the leak that occurred in the convection tube was caused by carburization and metal dusting. Carburization occurs in the inner walls of the tube that experience some localized overheating due to the formation of coke deposits.

Keywords: Convection tube, carburization, coke deposits, localized overheating, metal dusting



PERFORMA KOROSI BAJA KARBON PADA UJI SIMULASI PIPA UNTUK SISTEM SALURAN AIR PENDINGIN

Ahmad Royani*, Siska Prifiharni, Gadang Priyotomo, Joko Triwardono, Sundjono

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Indonesia 15314

*Email : ahma047@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 23-06-2019, revisi tanggal : 06-08-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 09-10-2019

Intisari

Masalah utama dalam sistem pendingin air dalam unit pembangkit listrik panas bumi meliputi korosi, deposit dan *slime* (lendir). Korosi dapat memperpendek umur pakai peralatan sistem pendingin air karena mengakibatkan penurunan efisiensi operasi, kebocoran dan polusi. Masalah-masalah tersebut sangat kompleks dan banyak faktor penyebabnya. Di sisi lain, sebagian besar sistem air pendingin di industri mengandung komponen baja karbon yang mudah terkorosi. Untuk mengetahui nilai laju korosi baja karbon pada unit pembangkit listrik panas bumi, maka dilakukan uji simulasi menggunakan sistem resirkulasi air terbuka pada temperatur 37 °C. Proses simulasi dilakukan dengan metode interval test dan berdasarkan standar NACE RP0775. Laju korosi baja tersebut diukur dengan metode pengurangan berat. Morfologi permukaan dan komposisi produk korosi dikarakterisasi menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*), XRD (*x-ray diffractometer*) dan EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Nilai laju korosi baja karbon hasil uji simulasi selama 1, 3 dan 4 minggu masing-masing sebesar 2,29 *mmpy*; 1,23 *mmpy*; dan 0,93 *mmpy*. Terjadi penurunan laju korosi jika waktu simulasi diperpanjang akibat terbentuknya lapisan produk korosi pada permukaan baja. Sementara itu, parameter air yang paling menentukan laju korosi adalah DO (*dissolved oxygen*). Perubahan DO sangat mempengaruhi kecepatan laju korosi. Berdasarkan morfologi produk korosi, serangan korosi terjadi secara lokal yang sebarannya merata. Produk korosi berupa senyawa oksida dalam bentuk Fe_3O_4 , $FeOOH$ dan Fe_2O_3 .

Kata Kunci: Baja karbon, korosi, NACE RP0775, simulasi, pengurangan berat

Abstract

The main problem in cooling water systems in geothermal power plant units is caused by corrosion, deposits, and slime. Corrosion can shorten the life of cooling water system equipment due to a decrease in operating efficiency, leakage, and pollution. These problems, occur very complex and associated with many causes. On the other hand, most cooling water systems in the industry contain carbon steel components that are easily corroded. To determine the value of the corrosion rate of carbon steel in a geothermal power plant, a simulation test using an open recirculating system at 37 °C was carried out. The simulation process was done by an interval test method and based on NACE RP0775 standard. The corrosion rate of the carbon steel specimen was determined by weight loss method. The morphology of surface and composition of corrosion products are characterized using SEM (scanning electron microscopy), XRD (x-ray diffractometer) and EDS (energy dispersive spectroscopy). The corrosion rate values of carbon steel from the simulation obtained after 1, 3 and 4 weeks were 2.29 mmpy; 1.23 mmpy; and 0.93 mmpy, respectively. There was a decrease in the corrosion rate by the extent of the simulation time due to the formation of corrosion product layers on the steel surface. Meanwhile, the most decisive water parameter that affects the corrosion rate of the specimen is DO (dissolved oxygen). The change of DO greatly affects the corrosion rate of carbon steel. Based on the morphology of corrosion product, the corrosion attacks occur locally. The corrosion products identified were the oxide compounds of Fe_3O_4 , $FeOOH$ and Fe_2O_3 .

Keywords: Carbon steel, corrosion, NACE RP0775, simulation test, weight loss

1. PENDAHULUAN

Masalah utama dalam sistem pendingin air dalam unit pembangkit listrik panas bumi meliputi korosi, deposit dan *slime* (lendir). Korosi dapat memperpendek umur pakai peralatan sistem pendingin air karena mengakibatkan penurunan efisiensi operasi, kebocoran dan polusi. Deposit dan slime selain dapat menurunkan efisiensi panas pada alat penukar panas juga menyebabkan korosi lokal yaitu korosi dibawah deposit karena adanya perbedaan konsentrasi oksigen [1]. Masalah-masalah tersebut, terjadi dengan sangat kompleks dan banyak faktor penyebabnya.

Sumber air baku pada sistem pendingin dalam industri dapat berasal dari air tanah, danau, sungai dan air laut [2]. Pada umumnya, air baku tersebut mengandung padatan tersuspensi dan padatan terlarut yang dapat menyebabkan terjadinya korosi atau deposit.

Sistem sirkulasi air pada sistem pendingin terdiri dari sistem sekali putaran (*once through*), resirkulasi tertutup, dan resirkulasi terbuka [2]. Sistem *once through* menyalurkan air pada unit pendingin dan membuangnya kembali ke sumber air. Pada sistem tertutup, kehilangan air sangat rendah sehingga tidak ada penambahan air selama beroperasinya unit pendingin. Sementara, dalam sistem terbuka terjadi kehilangan air sehingga harus memiliki suplai air yang ditambahkan sebagai pengganti. Dengan demikian, pada resirkulasi tertutup mineral yang terakumulasi jauh lebih sedikit daripada di dalam sistem terbuka dimana terjadi penambahan sejumlah air dari make-up water. Air pendingin dalam sistem resirkulasi terbuka dan sekali putaran biasanya terkontaminasi sejumlah zat terlarut, padatan tersuspensi, dan mikroorganisme. Oleh karena itu, pembentukan deposit, terjadinya korosi dan pembentukan lendir pada sistem resirkulasi terbuka dan sekali putar umumnya lebih signifikan daripada di sistem tertutup [3].

Sebagian besar material pada sistem air pendingin di industri mengandung komponen yang dibuat dari paduan tembaga dan baja. Baja karbon digunakan sebagian besar di unit penukar panas pada sistem resirkulasi tertutup dan terbuka [4,5]. Baja karbon digunakan pada bagian unit penukar panas dan menara pendingin sedangkan stainless steel terdapat dalam sistem perpipaan [6]. Oleh karena itu, penting untuk memahami perilaku korosi dari material-material tersebut akibat fluida dalam sistem unit penukar panas.

Salah satu faktor yang mempengaruhi terbentuknya korosi dan deposit (*scale*) pada

unit penukar panas adalah kandungan fluida itu sendiri. Parameter-parameter kritis untuk fluida meliputi suhu, kecepatan fluida, konduktivitas, total padatan terlarut (TDS), kekerasan, pH, alkalinitas dan indeks saturasi [7]-[9].

1.1. Kecepatan Fluida

Kecepatan fluida tinggi dapat menyebabkan korosi erosi pada permukaan logam [10]. Di industri panas bumi dan migas, fluida berkecepatan tinggi ini sering ditemukan di ujung sumur (*wellhead*) bertekanan tinggi [11]. Fluida berkecepatan tinggi dapat mencegah inhibitor korosi menempel pada permukaan logam dan menghilangkan lapisan pelindung dari logam [12]. Kecepatan fluida rendah dapat menyebabkan jenis korosi under deposit [10]. Daerah dengan kecepatan rendah dapat berfungsi sebagai tempat inkubasi bagi sulfat reducing bacteria (SRB). Lokasi-lokasi ini juga cenderung menahan air pada titik-titik rendah dalam garis aliran [13].

1.2. Konduktivitas dan Total Padatan Terlarut (TDS)

Konduktivitas adalah ukuran kemampuan air untuk menghantarkan arus listrik dan mengindikasikan jumlah padatan terlarut (TDS) dalam air. Air suling murni memiliki konduktivitas sangat rendah dan air laut memiliki konduktivitas yang tinggi [14]. Padatan terlarut terdapat pada bahan senyawa kimia dan zat dalam air yang akan bergabung untuk membentuk deposit yang tidak larut di permukaan unit penukar panas atau yang disebut sebagai "*scale*". *Scale* yang keras menempel pada permukaan, secara bertahap menumpuk dan mulai mengganggu aliran fluida pipa, sehingga perpindahan panas dan tekanan air menurun [7].

1.3. pH

pH adalah ukuran seberapa asam atau basa air. pH kurang dari 7 menunjukkan keasaman, sedangkan pH lebih besar dari 7 menunjukkan air bersifat basa. Kontrol pH sangat penting untuk sebagian besar program pengolahan air pendingin. Secara umum, ketika pH lingkungan asam, kecenderungan terjadinya korosi meningkat dan sebaliknya ketika pH lingkungan alkali, kecenderungan terjadinya *scale* meningkat [8].

1.4. Alkalinitas

Nilai pH di atas 7 menandakan alkalinitas air. Pada nilai pH kurang dari 8,3, sebagian besar alkalinitas dalam air dalam bentuk

bikarbonat, dan biasanya tidak terjadi pembentukan *scale*. Namun ketika pH naik di atas 8,3, alkalinitas berubah dari bikarbonat menjadi karbonat dan *scale* akan mulai terbentuk [11].

1.5. Kesadahan

Jumlah kalsium dan magnesium terlarut dalam air menentukan “kesadahan” air. Total kesadahan terdiri dari kesadahan karbonat (*temporary hardness*) dan kesadahan non-karbonat (*permanent hardness*). *Temporary hardness* biasanya paling umum untuk endapan *scale* kalsium karbonat dalam pipa dan peralatan.

1.6. Indeks Kejenuhan

Indeks saturasi air atau LSI (*langlier saturation index*) adalah ukuran stabilitas air sehubungan dengan tingkat korosivitas dan pembentukan *scale*. Ketika pembacaan LSI positif, maka cenderung terbentuk *scale*, dan ketika nilai LSI negatif, maka cenderung korosif.

Penelitian-penelitian pada unit penukar panas dan sistem pendingin air telah banyak dilakukan [3]-[5], [11]-[13]. Analisa dan optimasi sirkulasi terbuka pada air pendingin telah di teliti untuk tujuan penghematan penggunaan air [3]. Peningkatan siklus konsentrasi (rasio konsentrasi konstituen terlarut tertentu dalam air pendingin resirkulasi dengan konsentrasi konstituen yang sama dalam *makeup water*) dapat menurunkan penggunaan air dari *makeup water*. Laju korosi beberapa baja karbon dalam *feed water* pada sistem pendingin air bervariasi tergantung pada struktur mikro baja dan temperatur lingkungan [15]. Baja karbon dengan fasa perlit lebih banyak memiliki laju korosi yang lebih tinggi dibandingkan dengan baja karbon dengan fasa perlit sedikit [15]. Peningkatan temperatur lingkungan juga dapat meningkatkan laju korosi pada baja karbon [8]. Pada penelitian ini dilakukan simulasi uji korosi baja karbon menggunakan alat simulasi korosi pipa dengan sistem resirkulasi terbuka pada temperatur 37 °C dan kecepatan fluida 0,07 m/s. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan nilai laju korosi baja karbon pada sistem resirkulasi air terbuka.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Material/bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa baja karbon yang ada di pasaran dengan komposisi kimia ditunjukkan

dalam Tabel 1. Larutan yang digunakan dalam penelitian ini berupa larutan sintesis untuk *feed water* dengan komposisi disajikan pada Tabel 2.

Tabel 1. Komposisi kimia spesimen baja

Unsur	C	Mn	Si	S	P	Fe
%	0,448	1,323	0,246	0,024	0,002	Sisa
Berat						

Tabel 2. Komposisi larutan sintesis air pendingin

Parameter	Unit	Komposisi
pH	-	7,4
Turbidity	NTU	0,38
Colour (Pt/Co)	-	0
Conductivity	µmhos	211,4
Dissolved solid	ppm	100,1
Calcium Hardness	ppm, CaCO ₃	1,3
Total Hardness	ppm, CaCO ₃	24,48
Total Alkalinity	ppm, CaCO ₃	28
Bicarbonate	ppm	93,99
Total Chlorine, Cl ₂	ppm	0,00
Chloride, Cl ⁻	ppm	13,35
Hydroxide, OH ⁻	ppm	0,00
Free CO ₂	ppm	0,00
Nitrate, NO ₃ ⁻	ppm	0,00
Sulphate, SO ₄ ²⁻	ppm	26,98
Sodium, Na	ppm	77,84
Potassium, K	ppm	18,46
Total Iron, Fe	ppm	0,21
Silica, SiO ₂	ppm	14,10

2.1. Preparasi Spesimen

Plat baja karbon dipotong dengan ukuran 70 mm x 40mm x 2 mm dan diberi kode. Sebelum uji simulasi, permukaan spesimen dibersihkan berdasarkan standar ASTM G-95. Setelah dibersihkan, spesimen ditimbang menggunakan timbangan analitik dan kemudian disimpan dalam desikator.

2.2. Uji Simulasi Laju Korosi Pipa

Spesimen dimasukkan pada alat uji simulasi korosi pipa (Gambar 1) dengan cara memasang spesimen pada *holder* disertai gasket sehingga tidak kontak langsung dengan *holder* (Gambar 2). *Holder* dikencangkan dan dipastikan posisi spesimen searah dengan aliran fluida. Alat simulasi dihidupkan dengan memutar tombol *power* ke posisi ON. Kecepatan fluida diatur dan parameter fluida proses diukur dengan *probe sensor* (Multi-Meter HQ40d) yang telah dipasang pada alat monitoring dan dibiarkan selama waktu tertentu sehingga kondisi parameter tercapai. Jika kondisi telah tercapai, *probe* diambil dari alat simulasi kemudian ditutup kembali dan dibiarkan selama waktu pemaparan tertentu. Metode yang digunakan pada simulasi uji laju korosi ini menggunakan

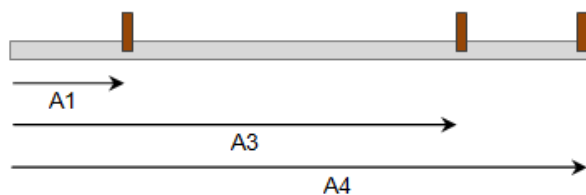
metode *interval test*. Skema *interval test* diilustrasikan pada Gambar 3 dan dijelaskan dalam Tabel 3.



Gambar 1. Alat simulasi uji laju korosi pipa



Gambar 2. Pemasangan spesimen pada holder



Gambar 3. Skematik percobaan *interval test*

Tabel 3. Interval waktu uji spesimen

No	Kode	Ekspos (Hari ke-)		Lama Ekspos (Jam)
		Awal	Akhir	
1	A1	0	7	168
2	A3	0	21	504
3	A4	0	28	672

2.3. Analisa Kehilangan Berat

Setelah uji simulasi laju korosi, spesimen dibersihkan sesuai prosedur pada standar ASTM G-1. Analisa kehilangan berat dilakukan dengan menimbang spesimen sebelum dan sesudah ekspos. Metode untuk menentukan laju korosi berdasarkan kehilangan berat mengikuti persamaan berikut:

$$\text{Laju Korosi} = K \left(\frac{W}{D A T} \right) \dots\dots\dots (1)$$

dengan:

K: konstanta; W: berat yang hilang (gram); D: densitas (g/cm³); A: luas area (cm²) dan T: waktu ekspos (jam).

2.4. Analisa Parameter Air

Parameter kualitas air simulasi diukur menggunakan alat portabel meter multi Hach (HQ40d). Alat ini merupakan alat sistem genggam untuk pengukuran oksigen terlarut (DO), salinitas, konduktivitas, suhu, total padatan terlarut (TDS) dan pH. Pengukuran kualitas air dilakukan pada awal pemasangan dan setiap pengambilan spesimen uji.

2.5. Analisa Produk Korosi

Morfologi produk korosi yang menempel pada permukaan spesimen diamati dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM JEOL JSM-6390A) yang dilengkapi dengan *energy dispersive spectrometer* (EDS). Digunakan jarak kerja 10 mm dan tegangan akselerasi 20 kV. Senyawa kimiawi dari produk korosi ditentukan menggunakan difraktometer sinar-X (Shimadzu XRD 7000).

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1. Indeks Kejenuhan Air

Indeks saturasi air atau LSI (*langlier saturation index*) dihitung menggunakan data pada Tabel 1. Berdasarkan data komposisi kimia pada Tabel 1, indeks LSI pada 37 °C yang diperoleh adalah sebagai berikut:

$$\text{LSI} = \text{pH} - \text{pHs} \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{pHs} = (9,3 + A + B) - (C + D) \dots\dots\dots (3)$$

dimana:

$$A = [\log(100,1) - 1]/10 = 0,1$$

$$B = -13,12 \times \log(37^\circ\text{C} + 273) + 34,55 = 1,863$$

$$C = \log(1,3) - 0,4 = -0,286$$

$$D = \log(28) = 1,447$$

Sehingga LSI pada 37 °C adalah:

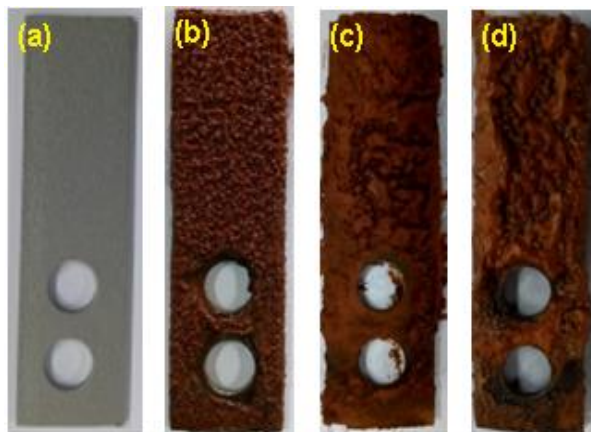
$$\text{pHs} = (9,3 + 0,1 + 1,863) - (-0,286 + 1,447) = 10,102$$

$$\text{LSI} = 7,4 - 10,102 = -2,702 \text{ (negatif)}$$

Hasil indeks LSI bernilai negatif, menunjukkan kecenderungan air yang digunakan dalam percobaan bersifat korosif.

3.2. Analisa Visual

Perbandingan hasil visualisasi spesimen sebelum dan sesudah ekspos terlihat pada Gambar 4. Terlihat jelas perbedaan visualisasi spesimen sebelum ekspos (a) dengan spesimen setelah diekspos selama (b) 7 hari, (c) 21 hari dan (d) 28 hari. Produk korosi terjadi pada seluruh permukaan spesimen yang mengindikasikan bahwa korosi yang terbentuk secara visual adalah jenis korosi merata. Lapisan yang terbentuk berupa lapisan tebal dan poros sehingga tidak membentuk lapisan protektif.



Gambar 4. Penampakan visual baja karbon sebelum dan sesudah diekspos

3.3. Kehilangan Berat

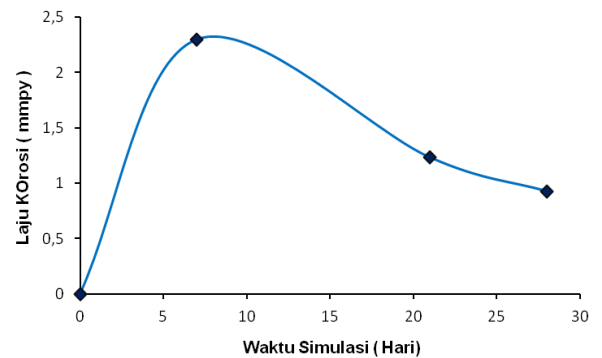
Penentuan laju korosi setelah periode ekspos tertentu dilakukan dengan metode kehilangan berat. Hasil laju korosi baja karbon menggunakan alat simulasi disajikan dalam Gambar 5.

Tabel 4. Klasifikasi laju korosi baja karbon

Laju korosi (mpy)	Keterangan
≤ 1	Istimewa (<i>Excellent</i>)
1 – 3	Sangat baik (<i>Very good</i>)
3 – 5	Baik (<i>Good</i>)
5 – 8	Sedang (<i>Moderate</i>)
8 – 10	Buruk (<i>Poor</i>)
> 10	Buruk sekali (<i>Very poor</i>)

Laju korosi baja karbon hasil pemaparan selama 7 hari, 21 hari dan 28 hari masing-masing sebesar 2,29 *mmpy*; 1,23 *mmpy* dan 0,93 *mmpy*. Laju korosi yang dihasilkan termasuk ke dalam kategori sangat tinggi untuk sistem resirkulasi terbuka. Klasifikasi laju korosi baja karbon untuk sistem air pendingin resirkulasi terbuka disajikan dalam Tabel 4 [16]. Salah satu faktor penyebab tingginya laju korosi karena kecepatan aliran fluida yang digunakan sangat rendah yakni 0,07 m/s, sehingga dimungkinkan terjadi korosi *under*

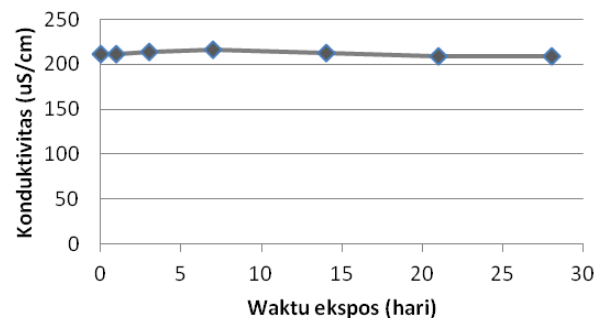
deposit yang mengakibatkan perbedaan aerasi oksigen. Dalam industri migas, kecepatan aliran fluida umumnya berkisar antara 1 m/s sampai dengan 4 m/s [17].



Gambar 5. Hubungan laju korosi dengan waktu ekspos

3.4. Pengaruh parameter air terhadap laju korosi

Laju korosi baja tergantung pada beberapa parameter seperti komposisi kimia baja, kekasaran permukaan dan lingkungan [8], [18]. Parameter lingkungan air meliputi konduktivitas, total padatan terlarut (TDS), salinitas, oksigen terlarut (DO), suhu dan pH.

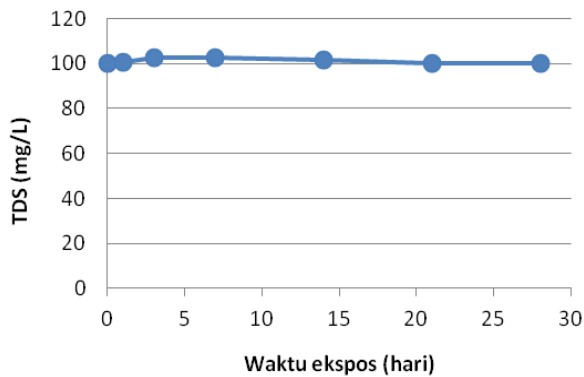


Gambar 6. Hasil pengukuran konduktivitas air versus waktu

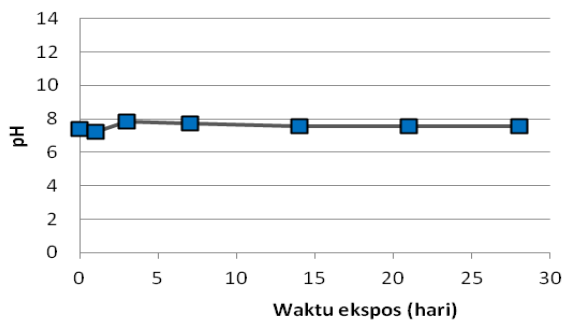
Laju korosi baja di lingkungan air dengan konduktivitas yang tinggi cenderung lebih besar dibandingkan pada lingkungan air yang memiliki konduktivitas rendah [8]. Hasil pengukuran konduktivitas dan TDS air simulasi pada berbagai waktu pemaparan memiliki nilai yang relatif sama (Gambar 6 dan Gambar 7). Pada permukaan logam (anoda), sebagian besar besi menjadi Fe_2O_3 (Gambar 15) dan menempel pada permukaan baja karbon, sehingga ion Fe terlarut sangat kecil. Hal ini dibuktikan dengan produk korosi yang tebal pada permukaan baja karbon seperti pada Gambar 4.

Oleh karena itu, parameter konduktivitas dan total padatan terlarut dalam penelitian ini tidak memiliki pengaruh yang signifikan terhadap laju korosi baja. Namun, secara teori

total padatan terlarut dan konduktivitas yang tinggi dapat meningkatkan laju korosi [8]. Hal ini berkaitan dengan daya hantar pertukaran ion-ion pada katoda dan anoda. Lingkungan air dengan total padatan terlarut yang tinggi cenderung memiliki konduktivitas yang tinggi sehingga laju perpindahan massa ion-ion semakin cepat.



Gambar 7. Hasil pengukuran TDS air versus waktu pada baja karbon



Gambar 8. Hasil pengukuran pH larutan uji versus waktu pada baja karbon

Pengaruh pH terhadap kelarutan produk korosi yang terbentuk selama proses korosi sering kali merupakan kunci untuk memahami konsentrasi logam pada lingkungan air. Kelarutan produk korosi umumnya menurun dalam larutan *aqueous* dengan pH yang lebih tinggi.

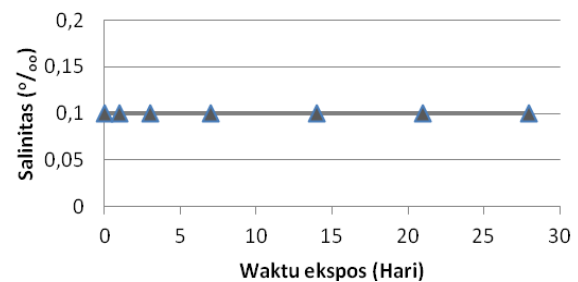
Hasil pengukuran pH air simulasi versus waktu disajikan pada Gambar 8. Hasil pengukuran pH air simulasi menunjukkan harga pH larutan yang tidak mengalami perubahan yang signifikan, dimana pH terukur antara pH 7 dan 8. Berdasarkan hasil pengukuran pH ini, air simulasi termasuk dalam lingkungan netral yang memiliki pengaruh kecil terhadap laju korosi. Namun, pada dasarnya penurunan pH dapat membuat lingkungan lebih asam dan akibatnya lingkungan menjadi lebih korosif [2].

Agresivitas korosi air tidak hanya merupakan fungsi dari resistivitas air dan

derajat keasaman, tetapi juga dipengaruhi oleh faktor-faktor tambahan yang saling melengkapi seperti suhu, kandungan gas terlarut dan salinitas [9].

Salinitas merupakan representasi dari banyaknya kandungan klorida dalam air. Oleh karena itu, salinitas dievaluasi dengan menentukan konsentrasi ion Cl^- dalam air. Hubungan empiris antara salinitas dan kandungan ion Cl^- dirumuskan dalam Persamaan 4 [14]:

$$1,80655 \times [\text{Cl}^-] \dots\dots\dots (4)$$

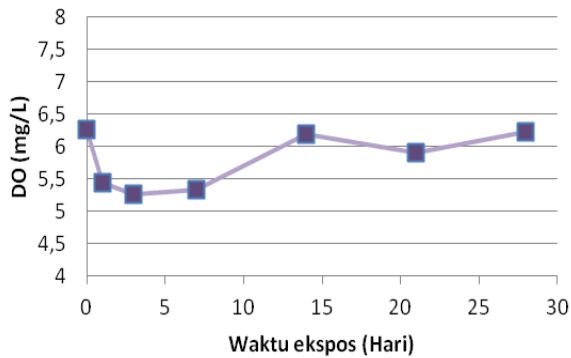


Gambar 9. Hasil pengukuran salinitas air versus waktu pada baja karbon

Hasil pengukuran salinitas dari uji simulasi dialurkan dalam Gambar 9. Salinitas yang dihasilkan relatif sama dan nilainya sangat kecil yaitu sebesar 0,1 ppt. Hasil ini mengindikasikan bahwa fluida atau air yang digunakan dalam proses simulasi termasuk ke dalam kategori air segar (*fresh water*), karena kandungan ion kloridanya di bawah 1000 ppm [14].

Korosifitas air alami (*natural water*) meningkat secara proporsional, jika nilai salinitas meningkat. Jika salinitas melebihi 3%, korosifitas air akan menurun [9]. Fenomena ini disebabkan oleh fakta bahwa laju korosi cenderung meningkat ketika konduktivitas air meningkat. Semakin tinggi salinitasnya, semakin rendah kelarutan oksigennya [1]. Dengan demikian, salinitas di atas 3%, laju korosi di dalam air berkurang. Begitupun jika salinitas sangat kecil sekali, maka pengaruhnya sangat kecil terhadap laju korosi.

Parameter lain yang mempengaruhi laju korosi dalam lingkungan air adalah kandungan gas terlarut. Gas terlarut dalam air dan yang paling penting dari sudut pandang korosi adalah oksigen dan karbon dioksida. Kelarutan oksigen dan karbon dioksida berkurang dengan meningkatnya suhu dan salinitas [1]. Gas karbon dioksida mempengaruhi pH air, adanya gas CO_2 membuat air menjadi lebih asam [8]. Oksigen bertindak sebagai depolarizer dalam katoda dan meningkatkan terjadinya proses korosi [1].



Gambar 10. Hasil pengukuran DO air versus waktu pada baja karbon

Hasil pengukuran oksigen terlarut pada berbagai waktu ekspos menggunakan alat portabel meter *Multi Hach HQ40d* ditunjukkan dalam Gambar 10.

Pada hari-hari minggu awal ekspos, nilai DO menurun dan terjadi peningkatan laju korosi. Pada tahap inisiasi ini mulai terjadi korosi pada daerah anodik sehingga konsumsi oksigen pada daerah katodik meningkat. Sebagai akibat dari peristiwa ini, oksigen yang terlarut dalam air menurun. Mekanisme reaksi kimia terjadinya korosi di dalam lingkungan air netral sesuai persamaan reaksi berikut:

Pada anoda terjadi pelarutan besi (Fe) menjadi ion Fe^{2+} :



sedangkan pada katoda terjadi reaksi reduksi oksigen terlarut :

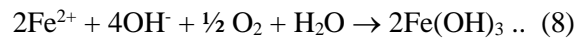


Reaksi di atas terjadi secara simultan dan sebenarnya terjadi juga berbagai reaksi lanjutan dalam larutan. Pada peristiwa korosi, ion besi (Fe^{2+}) yang terbentuk di anoda akan teroksidasi membentuk besi oksida berbentuk lapisan sangat tipis pada permukaan logam dan mencegah terlarutnya besi lebih lanjut:



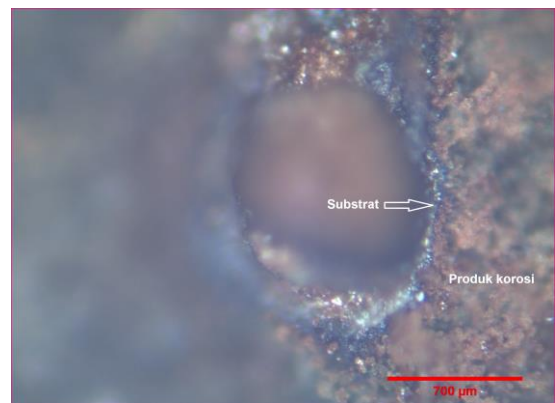
Demikian juga pada katoda, oksigen harus mencapai permukaan logam agar reaksi (6) terjadi. Ion hidroksil (OH^-) yang terbentuk juga dapat terserap pada permukaan membentuk lapisan yang menghalangi penyerapan oksigen. Pada keadaan ini terjadi polarisasi katoda dan proses korosi berjalan lambat. Pada peristiwa korosi yang cepat, lapisan penghambat

(pelindung) tersebut tidak sempat terbentuk, ion Fe bereaksi dengan ion hidroksil :

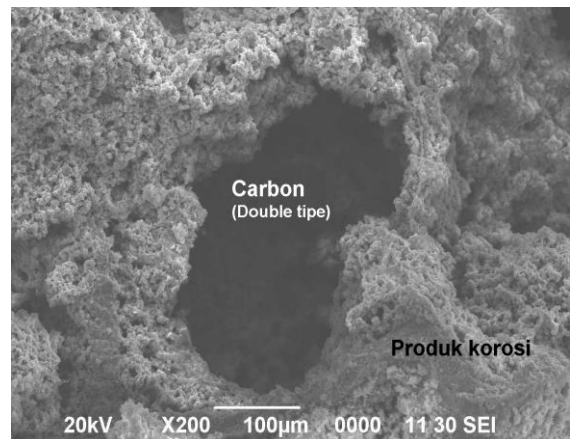


Dari hasil eksperimental (Gambar 10) dan sesuai dengan reaksi-reaksi di atas, dapat dikatakan bahwa DO adalah parameter paling dominan dalam proses korosi baja. Bahkan dilaporkan bahwa korosi internal pipa air dapat dicegah secara efektif dengan mengurangi konsentrasi DO [1].

Hubungan parameter-parameter air di atas bukan saja mempengaruhi laju korosi, namun, parameter air seperti total padatan terlarut dan kandungan gas dalam air juga mempengaruhi karakteristik dari produk korosi.



Gambar 11. Hasil foto metalografi serbuk produk korosi pada permukaan baja karbon



Gambar 12. Hasil foto SEM serbuk produk korosi pada permukaan baja karbon

3.5. Produk Korosi

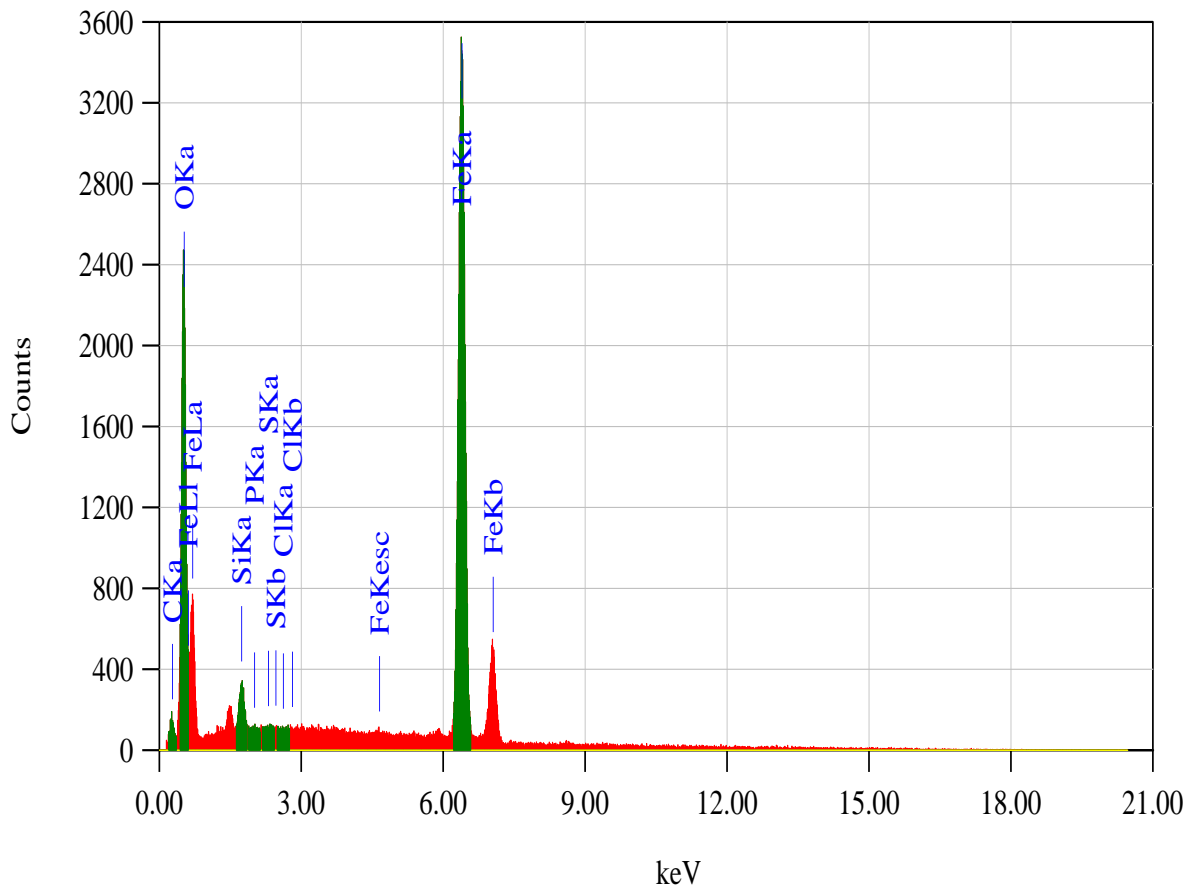
Bentuk umum produk korosi baik besi ataupun baja berupa *Goethite* (α - $FeOOH$), *Akaganeit* (β - $FeOOH$), *Hematit* (Fe_2O_3) dan *Maghemite* terhidrasi (γ - $Fe_2O_3 \cdot H_2O$). Dalam banyak spesimen, *Magnetit* (Fe_3O_4) atau *Maghemit* (γ - Fe_2O_3) juga sering terdeteksi [14].

Morfologi produk korosi yang terbentuk pada permukaan baja karbon ditampilkan dalam Gambar 11 dan 12. Baja karbon sangat mudah bereaksi dengan O_2 dalam air yang larut dari udara. Reaksi tersebut menjadi oksida *hydrate* yang merupakan produk korosi. Secara berangsur-angsur produk korosi ini mengakibatkan permukaan logam menjadi tidak rata, hal ini dapat menimbulkan terlepasnya lapisan film pada permukaan sehingga akan terjadi korosi pada daerah yang bersifat anodik yang menjadikan logam menjadi higroskopik. Bila dilihat dari morfologi dan bentuk korosi yang teridentifikasi, maka serangan korosi yang terbentuk terjadi secara lokal yang sebarannya merata seperti ditunjukkan pada Gambar 11.

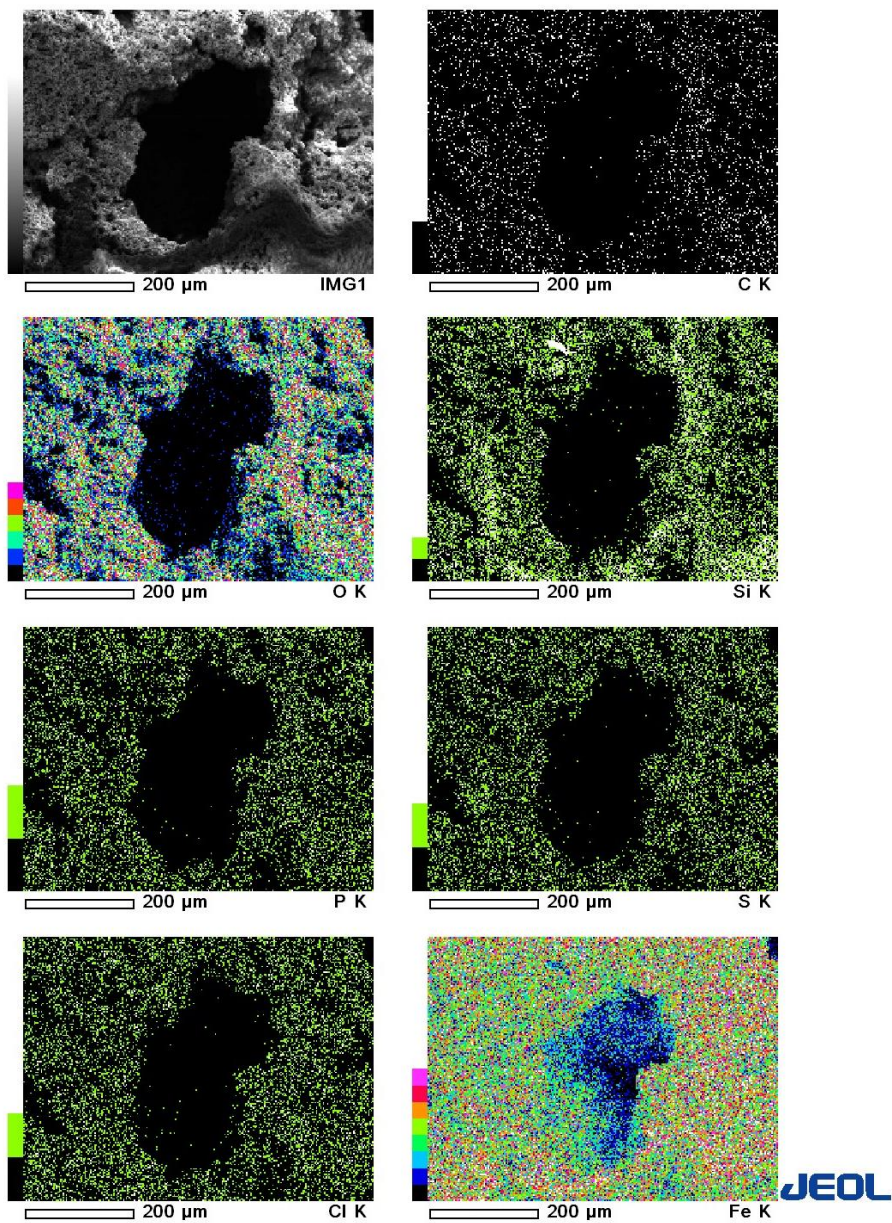
Hasil SEM dan EDS serbuk produk korosi pada permukaan baja karbon ditunjukkan pada Gambar 12 dan 13. Hasil SEM dan EDS

menunjukkan dominasi kandungan besi dan oksigen. Berdasarkan hasil SEM pada Gambar 12 menunjukkan terjadinya pembentukan oksida-oksida besi. Hal ini pula yang menyebabkan penambahan berat yang terjadi pada logam yang terkorosi. Produk korosi yang berupa oksida ini akan terus berkembang hingga pada saat tertentu akan terkikis oleh aliran fluida.

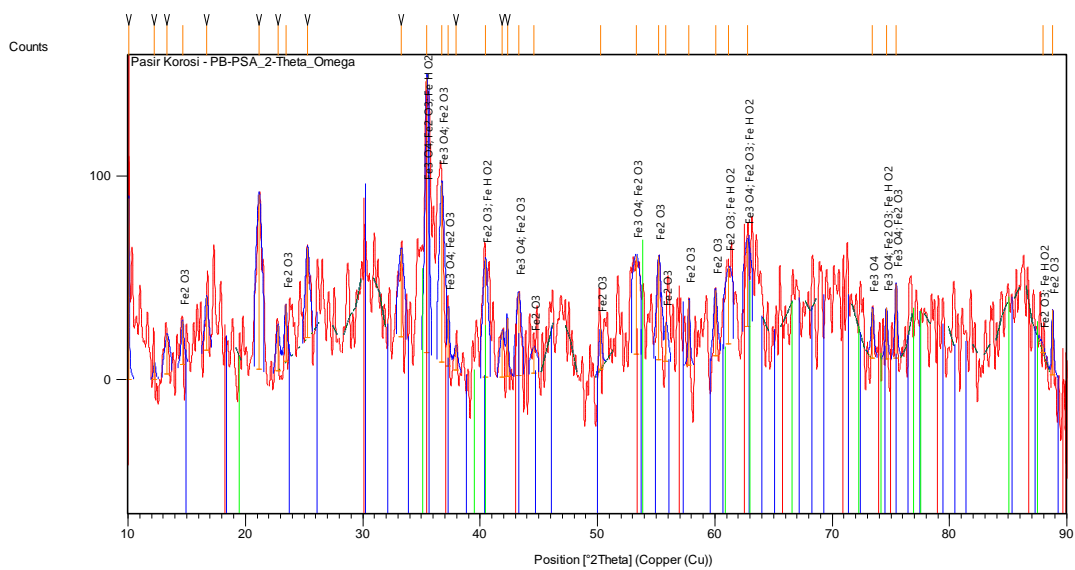
Berdasarkan Gambar 13, dapat diketahui bahwa produk korosi baja karbon mengandung unsur besi, karbon dan oksigen. Adapun perbandingan persentase komposisi kimia unsur penyusunnya, yaitu 74,35 % Fe, 5,31 % C, dan 19,12 % O_2 . Sebaran unsur dominan besi dan oksigen terdapat pada seluruh permukaan baja karbon sebagaimana diperlihatkan dalam foto hasil pemetaan sinar x pada Gambar 14.



Gambar 13. Hasil analisa EDS (*area scan*) pada produk korosi dengan perbesaran 200x



Gambar 14. Hasil pemetaan sebaran unsur produk korosi pada permukaan baja karbon



Gambar 15. Hasil difraksi sinar-x serbuk produk korosi pada permukaan baja karbon

Hasil morfologi dan kandungan unsur yang ada belum dapat memprediksi bentuk senyawa produk korosi. Oleh karena itu, untuk menentukan bentuk senyawa dari produk korosi tersebut, maka dilakukan analisis menggunakan XRD (difraksi sinar-x). Hasil analisis XRD pada produk korosi ditampilkan dalam Gambar 15.

Data yang diperoleh dari hasil XRD berupa spektrum yang menyatakan intensitas sebagai fungsi dari 2θ sebagai sudut difraksi. Difraktogram XRD hasil eksperimen dicocokkan dengan difraktogram data standar. Setelah dilakukan pencocokan diperoleh oksida-oksida yang terbentuk pada permukaan baja karbon berupa oksida Fe_3O_4 , $FeOOH$ dan Fe_2O_3 .

4. KESIMPULAN

Perilaku korosi baja karbon pada uji simulasi pipa untuk unit penukar panas tergantung banyak faktor. Hasil sementara nilai laju korosi spesimen baja karbon pada uji simulasi sistem resirkulasi air terbuka selama 1, 3 dan 4 minggu masing-masing sebesar 2,29 *mmpy*; 1,23 *mmpy*; dan 0,93 *mmpy*. Terjadi penurunan laju korosi jika waktu simulasi diperpanjang akibat terbentuknya lapisan oksida pada permukaan baja. Sementara itu, parameter air yang paling signifikan dalam menentukan laju korosi baja adalah DO (*dissolved oxygen*). Perubahan DO sangat mempengaruhi kecepatan terbentuknya produk korosi. Berdasarkan morfologi produk korosi, serangan korosi terjadi secara lokal yang sebarannya merata. Produk korosi berupa senyawa oksida dalam bentuk Fe_3O_4 , $FeOOH$ dan Fe_2O_3 .

Supaya dapat menghasilkan data yang lebih representatif dalam penelitian selanjutnya, disarankan melakukan simulasi *long term* (penambahan waktu ekspos) dan variasi kecepatan aliran fluida.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI yang telah mendanai penelitian ini melalui Anggaran Kompetensi Inti tahun 2019. Terimakasih juga diberikan kepada staf teknisi dan analis kimia laboratorium Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI khususnya kepada Bapak Heri Nugraha dan Ibu Sugiarti.

DAFTAR PUSTAKA

[1] H. Jung, U. Kim, G. Seo, H. Lee dan C. Lee, "Effect of dissolved oxygen (DO) on internal corrosion of water pipes," *Environ.*

- Eng. Res.*, vol. 14, no. 3, pp.195-199, 2009.
- [2] J. Paul Guyer, *An Introduction to cooling tower water treatment*. Course No: C05-019, California, USA: Continuing Education and Development, Inc, pp.1-72, 2014.
- [3] L. Ziqiang, C. Jiuju, S. Wenqiang, dan L. Wang, "Analysis and optimization of open circulating cooling water system," *Water*, vol.10, 2018. Doi:10.3390/w10111592.
- [4] M. Kameli, E. Naser, dan R. M. Hossein, "Diagnosis of heat exchanger scales in cooling water systems," *Iran. J. Chem. Chem. Eng.*, vol. 27, no. 1, pp. 65-71, 2008.
- [5] N. Farhami, dan A. Bozorgian, "Factors affecting selection of tubes of heat exchanger," *Int. Conf. on Chem. and Chem. Process IPCBEE*, vol.10, pp. 223-228, 2011.
- [6] D. Gandy, *Carbon steel handbook*. Final Report, California, USA: Electric Power Research Institute, 2007.
- [7] H. Li, M. K. Hsieh, S. H. Chien, J. D. Monnell, D. A. Dzombak, dan R. D. Vidic, "Control of mineral scale deposition in cooling systems using secondary-treated municipal wastewater," *Water Research*, vol. 45, pp. 748-760, 2011.
- [8] P.B. Bennett, *Control of Environmental Variables in Water. Resirculating System*. Metal Handbook Ninth Edition, New York, USA: Calgon Corporation, pp.487-497, 1992.
- [9] K. Zakowski, M. Narozny, M. Szocinski, dan K. Darowicki, "Influence of watersalinity on corrosion risk—the case of the southern Baltic Sea coast," *Environ Monit Assess*, vol. 186, pp. 4871–4879, 2014. Doi 10.1007/s10661-014-3744-3.
- [10] N. Qingwei, L. Zili, C. Gan, dan W. Bingying, "Effect of flow rate on the corrosion behavior of N80 steel in simulated oil field environment containing CO_2 and HAc," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 12, pp. 10279 – 10290, 2017. Doi: 10.20964/2017.11.23.
- [11] J. Z. Sadiq, C. W. Blair, dan M. Chris, "Silica scaling in geothermal heat exchangers and its impact on pressure drop and performance: Wairakei binary plant-New Zealand," *Geothermics*, vol. 51, pp. 445–459, 2014.
- [12] S. M. A. Shibli, dan V. S. Saji, "Corrosion inhibitors in cooling towers," *Proc. Chemical Industry Digest*, pp.74-80, 2002.

- [13] S. Katerina, G. Alexander, dan S. Bohumil, "Monitoring of the corrosion of pipes used for the drinking water treatment and supply," *Civil Engineering and Architecture*, vol. 1, no. (3), pp. 61-65, 2013. Doi: 10.13189/cea.2013.010302.
- [14] P. R. Roberge, "Corrosion *Engineering: Principles and Practice*," New York, USA: McGraw-Hill, 2008.
- [15] A. Royani, L. Nuraini, S. Prifiharni, G. Priyotomo, dan Sundjono, "Corrosion rate of various carbon steels in raw water for water cooling system at ammonia plant," *Int. J. of Eng. Trends and Tech. (IJETT)*, vol. 59, no. (1), pp. 51-58, 2018.
- [16] P. B. Bennett, "Standards for Corrosion Rates," *AWT Analyst*, Spring, 2000.
- [17] A. C. Tobon, M. D. Cruz, M. A. Aguilar, dan J. L. Gonzalez, "Effect of flow rate on the corrosion products formed on traditional and new generation API 5L X-70 in a sour brine environment," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 10, pp. 2904 – 2920, 2015.
- [18] A. Royani, S. Prifiharni, L. Nuraini, G. Priyotomo, Sundjono, I. Purawiardi, dan H. Gunawan, "Corrosion of carbon steel after exposure in the river of Sukabumi, West Java," *Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 541, pp. 012031, 2019.



SIFAT MEKANIK DAN STRUKTUR MIKRO PADUAN MAGNESIUM BERPORI DENGAN VARIASI KOMOSISI AGEN PENGEMBANG DAN TEMPERATUR SINTER UNTUK APLIKASI IMPLAN MAMPU LURUH

Aprilia Erryani^a, Novantoro^b, Franciska Pramuji Lestari^a, Made Subekti Dwijaya^a, Ika Kartika^a

^aPusat Penelitian Metalurgi dan Material-LIPI

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

^bUniversitas Sultan Ageng Tirtayasa

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

*Email : apri011@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 26-06-2019, revisi tanggal : 06-08-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal : 09-10-2019

Intisari

Implan magnesium berpori memiliki potensi yang besar sebagai aplikasi *scaffold* berdasarkan sifat mampu luruh, biokompatibilitas dan sifat mekaniknya yang mendekati tulang manusia. Kombinasi Mg, Zn dan Sr dalam implan dapat membantu mempercepat proses penyembuhan tulang. Optimalisasi parameter untuk membuat logam berpori dengan SrCO₃ sebagai agen pengembang adalah dengan melakukan variasi temperatur sintering 650, 675 dan 700 °C dengan waktu tahan konstan selama 3 jam serta komposisi %berat SrCO₃ pada 5, 10 dan 20. Karakterisasi struktur mikro paduan Mg dilakukan dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscope*), persebaran unsur dilakukan dengan *mapping* EDS (*energy dispersive spectrometry*) dan juga XRD (*x-ray diffraction*). Dilakukan pengujian tekan untuk mengetahui nilai kekuatan paduan serta %porositas dengan metode Archimedes. Porositas tertinggi Mg didapat pada 20 %berat SrCO₃ pada temperatur sinter 700 °C, yaitu 29,63% porositas, serta kekuatan kompresi 283,28 MPa pada 5 %berat SrCO₃ pada temperatur sinter 700 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa struktur pori serta sifat mekanik yang dihasilkan mendekati kesesuaian dengan *cortical bone* dan *consellous bone*.

Kata Kunci: Paduan Mg, struktur berpori, metalurgi serbuk, agen pengembang SrCO₃, implan mampu luruh

Abstract

Porous magnesium implant has great potential for scaffold application due to their biodegradable properties, biocompatible, and their mechanical properties which close to natural human bone. A combination of Mg and Sr in implant application accelerates bone formation. The parameter optimization for making porous metal with SrCO₃ as a foaming agent is to vary the sintering temperature of 650, 675 and 700 °C with a constant holding time of 3 hours and the composition of SrCO₃ at 5, 10 and 20 wt.%. Characterization of the microstructure of Mg alloy is carried out by using a SEM (scanning electron microscopy). The elemental distribution is analyzed by EDS (energy dispersive spectrometry) mapping and XRD (x-ray diffraction). The compressive test was carried out to determine the strength of alloy and percentage of porosity by the Archimedes method. The highest porosity of Mg was obtained at 20 wt.% SrCO₃ sintered at 700 °C, having 29.63% porosity, and the highest compression strength of 283.28 MPa was obtained at 5 wt.% SrCO₃ sintered at 700 °C. The results showed that the resulting pore structure and mechanical properties were close to conformity with cortical bone and cancellous bone.

Keywords: Mg alloy, porous structure, powder metallurgy, foaming agent SrCO₃, biodegradable implant

1. PENDAHULUAN

Berdasarkan sifat luruhnya, material untuk perbaikan tulang dibedakan menjadi dua, yaitu material bioinert dan material mampu luruh.

Material bioinert memiliki sejarah yang panjang dalam penggunaan secara klinis, yang merupakan material medis yang paling banyak digunakan. Meskipun material ini tidak diragukan lagi keberhasilannya untuk perbaikan

tulang namun material ini memiliki masalah yang tidak dapat dihindari. Misalnya material ini akan bertahan dalam tubuh manusia secara permanen sampai mereka tidak dibutuhkan lagi dan harus dihilangkan dengan cara operasi lanjutan. Hal ini, tidak hanya akan menambah biaya namun juga menambah rasa sakit pada pasien. Material mampu luruh hadir untuk mengatasi masalah-masalah tersebut. Material mampu luruh hadir dengan sifat uniknya. Material ini dapat luruh dengan sendirinya sehingga tidak diperlukan operasi lanjutan untuk menghilangkannya. Material ini akan menurunkan sifat mekaniknya seiring dengan pertumbuhan tulang dan jaringan lunak untuk menghindari efek *stress shielding* [1].

Penggunaan implan yang biodegradabel dan biokompatibel merupakan subjek material yang saat ini banyak dikembangkan. Namun, dalam aplikasi proses penyembuhan tulang, sifat mekanik yang tinggi saja tidak cukup untuk sebuah material dikatakan cocok sebagai implan, tetapi juga dioptimalkan sesuai dengan sifat asli dari struktur tulang yang akan diperbaiki. Karena alasan inilah, logam digunakan untuk aplikasi implan tulang yang berstruktur pori baik mikro atau makroselular sehingga dapat mengurangi kekakuan serta kekuatan material logam implan dan mendekati sifat tulang aslinya serta membatasi jumlah material asing yang akan terdegradasi dalam tubuh. Selain itu, logam berpori juga dapat meningkatkan pertumbuhan tulang dan interaksi yang baik antar jaringan tulang dalam proses penyembuhan. Hal yang tak kalah penting juga yaitu berkaitan dengan degradasi implan dalam tubuh untuk implan yang mampu luruh serta permeabilitasnya [2]- [5].

Logam berbasis magnesium, termasuk magnesium murni dan paduannya menarik perhatian untuk aplikasi medis terutama implan mampu luruh karena sifat mampu luruhnya dalam tubuh dan mampu diserap maupun dikeluarkan dari tubuh. Namun aplikasi paduan Mg sebagai implan terbatas karena beberapa masalah seperti kekuatan mekaniknya yang rendah serta sifat plastisitas yang buruk [6].

Dari segi proses, paduan magnesium yang diproses melalui metalurgi serbuk punya sifat mekanik yang lebih baik dibandingkan dengan yang melalui proses *casting*. Hal ini karena hasil metalurgi serbuk memiliki butir yang lebih halus [7].

Selain dari segi proses, penguatan paduan magnesium dapat dilakukan dengan penambahan unsur pepadu seperti Zn dan Sr. Unsur Zn adalah komponen esensial yang ada

pada lebih dari 200 enzim pada tubuh manusia [8]. Kehadiran Zn dalam paduan magnesium dapat meningkatkan sifat mekanik paduan Mg. Penambahan Zn dapat memperbaiki butir dan membentuk fase kedua atau fasa intermetalik yang dapat meningkatkan sifat mekanik paduan Mg. Selain memperbaiki sifat mekanik, Mg juga dapat meningkatkan ketahanan korosi paduan magnesium [9]. Penambahan Sr dapat meningkatkan sifat mekanik dari paduan magnesium melalui mekanisme penghalusan butir dari adanya fasa intermetalik. Sr juga memiliki pengaruh yang baik bagi tubuh, diantaranya menstimulasi pertumbuhan tulang, memiliki sifat mirip dengan kalsium, serta dapat meningkatkan kekuatan dan kepadatan tulang. Stronsium (Sr) biasa digunakan untuk menanggulangi *osteoporosis*, menurunkan aktifitas *osteoplast* dan meningkatkan replikasi sel *reosteoblast* [10]. Penambahan Sr dapat menghaluskan ukuran butir. Kekerasan dan kekuatan luluh (*yield strength*) dari paduan juga meningkat dengan penambahan Sr [11].

Stronsium dalam implan mampu luruh akan menghasilkan ion Sr^{2+} sebagai hasil dari degradasi yang terjadi dalam tubuh. Ion ini dapat membantu mempercepat pertumbuhan jaringan tulang baru karena pengaruhnya dapat mempercepat regenerasi dan mineralisasi tulang [12].

Scaffold merupakan implan berpori yang digunakan dalam proses penyembuhan kerusakan tulang yang *massive* hingga menyebabkan adanya celah pada tulang. Kerusakan jenis ini tidak bisa di sembuhkan hanya dengan mekanisme *mechanical fixation* saja. Magnesium memiliki potensi yang baik untuk dijadikan sebagai bahan *scaffold*. Hal ini dikarenakan magnesium memiliki sifat mekanik yang hampir mirip dengan tulang manusia, serta sifat mampu luruhnya yang membuatnya lebih unggul jika dibandingkan dengan *scaffold* berbahan titanium atau baja tahan karat (*stainless steel*) yang bersifat kaku dan tidak mampu luruh sehingga berpotensi menimbulkan terjadinya *stress shielding* [13].

Implan berbasis Mg sangat menjanjikan pendekatan dalam pengembangan *scaffold* berpori yang cocok secara mekanik untuk menggantikan tulang subchondral [14].

Penelitian ini sangat menarik untuk dilakukan, selain masih sangat terbatas informasi yang diperoleh, juga untuk mengetahui pengaruh penambahan $SrCO_3$ dan temperatur sinter terhadap sifat mekanik dan struktur mikro dalam paduan magnesium sebagai aplikasi implan yang habis dalam tubuh

(*bioresorbable*). Beberapa pengujian yang akan dilakukan adalah pengamatan struktur dengan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectrometry*), mengetahui fasa yang terbentuk dengan alat uji XRD (*x-ray diffraction*), mengetahui keterkaitan penggunaan agen pengembang dengan pembentukan poros dan densitas, serta sifat mekanik dengan menggunakan metoda Archimedes dan alat uji kompresi pada temperatur kamar.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

2.1. Persiapan Material

Material yang digunakan pada penelitian ini meliputi serbuk Mg murni (ukuran partikel: 0,06-0,3 mm), serbuk Zn (kemurnian >98%, ukuran partikel: $\pm 63 \mu\text{m}$) serta SrCO_3 sebagai agen pengembang (*foaming agent*). Seluruh bahan kemudian melalui proses *dry milling* untuk mencampur serbuk Mg, Zn dan SrCO_3 dalam *shaker mill* selama 30 menit sesuai dengan komposisi paduan pada Tabel 2. Setelah tercampur melalui proses pencampuran kering, campuran serbuk logam masing-masing 1 gram dimasukkan ke dalam cetakan dan dikompaksi dengan beban 100 Psi selama 2 menit kemudian dilanjutkan dengan beban 200 psi selama 2 menit. Dari hasil kompaksi diperoleh *green compact* dengan diameter 10 mm. Proses metalurgi serbuk kemudian dilanjutkan dengan *sintering* dengan varisasi temperatur 650, 675, dan 700 °C dalam atmosfer Ar dengan waktu tahan 3 jam. Sampel hasil *sintering* kemudian dikarakterisasi lebih lanjut yang mencakup uji porositas, pengamatan struktur mikro serta EDS (*energy dispersive spectrometry*) *mapping*, kekuatan mekanik dengan uji kompresi, dan pembentukan fasa.

Tabel 1. Komposisi paduan magnesium yang digunakan dalam penelitian

Komposisi Paduan	%Berat		
	Mg	Zn	SrCO_3
Mg-4Zn-5 SrCO_3	91	4	5
Mg-4Zn-10 SrCO_3	86	4	10
Mg-4Zn-20 SrCO_3	76	4	20

2.2. Uji DTA/TGA

Uji DTA/TGA (*differential thermal analysis/thermogravimetric analysis*) dilakukan pada sampel untuk mengetahui rentang temperatur terjadinya reaksi antara lelehan Mg dengan SrCO_3 . Reaksi akan menghasilkan gas untuk proses pembusaan pada sampel sehingga terbentuk pori. Sampel dipanaskan mulai dari

temperatur ruang hingga temperatur 800 °C. Pengujian ini juga bertujuan untuk menetapkan variasi temperatur yang akan digunakan dalam penelitian ini.

2.3. Karakterisasi dan Struktur Mikro

Struktur mikro dari sampel diamati dengan menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*) serta dilakukan EDS (*energy dispersive spectrometry*) *mapping* untuk melihat persebaran fasa dan unsur yang terdapat pada paduan Mg-Zn- SrCO_3 hasil proses *sintering*. Spesimen dipreparasi dengan prosedur standar metalografi, spesimen diampelas dengan kertas ampelas grid 1000, dan dilanjutkan dengan pelapisan emas.

2.4. Analisa XRD

Analisis XRD (*x-ray diffraction*) digunakan untuk mengetahui fasa yang terdapat pada paduan Mg-Zn- SrCO_3 hasil proses *sintering*. Uji XRD dilakukan pada 2θ dari 20° hingga 90°. Pengukuran XRD dioperasikan pada 15 mA dan 40 kV menggunakan radiasi Cu K α .

2.5. Uji Porositas

Pengujian porositas dilakukan untuk melihat pengaruh penggunaan SrCO_3 sebagai agen pengembang (*foaming agent*) pada paduan Mg. Pengujian porositas dan densitas dapat dilakukan dengan menggunakan metode Archimedes. Pada metode Archimedes, besaran yang diukur adalah massa kering sampel, massa sampel basah dan massa sampel di dalam air.

2.6. Pengujian Tekan

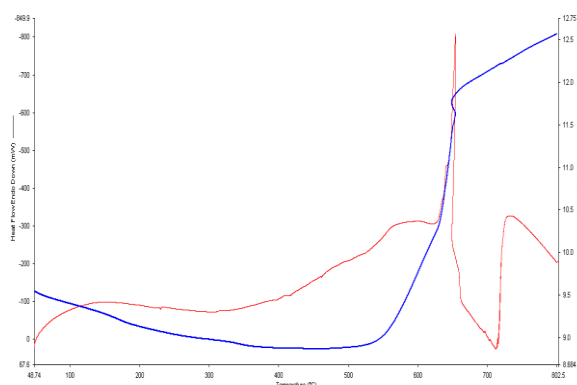
Pengujian tekan dilakukan untuk mengetahui nilai kekuatan mekanik paduan. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan *universal testing machine* (Shimadzu AGS-10 KN) pada temperatur ruangan dengan laju kompresi 1,33 mm/menit. Spesimen uji tekan berbentuk silinder dengan diameter 10 mm dan tinggi 10 mm.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

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Kurva DTA/TGA

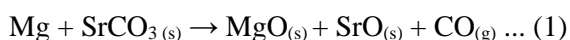
Sebelum dilakukannya proses *sintering*, telah dilakukan pengujian DTA/TGA (*differential thermal analysis/thermogravimetric analysis*) terhadap serbuk logam paduan untuk melihat titik awal dekomposisi dari SrCO_3 dalam paduan. Serbuk logam paduan dipanaskan mulai dari temperatur ruang hingga temperatur 800 °C.

dari hasil pengujian didapatkan kurva DTA/TGA dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva DTA/TGA SrCO₃ dalam paduan Mg-Zn-SrCO₃

Berdasarkan Gambar 1 dapat terlihat bahwa titik awal terjadinya perubahan masa dimulai pada temperatur sekitar 560 °C. Pada titik tersebut mulai terjadi perubahan masa. Perubahan masa terus terjadi hingga di atas temperatur 800 °C. Perubahan fasa yang signifikan terjadi pada rentang 630 - 670 °C. Namun perubahan fasa tetap berlanjut pada temperatur selebihnya namun tidak signifikan. Jika dilihat dari aliran panasnya, pada rentang tersebut terjadi 2 jenis reaksi yaitu endotermis dan eksotermis. Reaksi eksotermis terjadi mulai dari temperatur 650 sampai 700 °C. Pada rentang inilah panas dalam sistem mengalir ke lingkungan. Pada daerah reaksi eksotermis ini terjadi reaksi antara lelehan magnesium dengan foaming agent. Pada rentang tersebut reaksi menghasilkan gas CO yang akan membentuk pori dalam paduan [15]. Hal inilah yang mendasari rentang tersebut sebagai variasi temperatur sinter. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



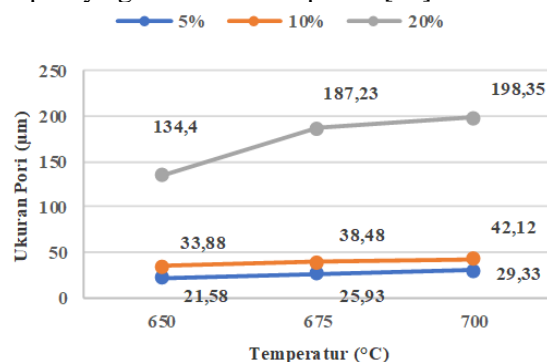
3.2. Struktur Mikro

Untuk lebih jauh melihat pengaruh temperatur terhadap ukuran pori yang terbentuk, hasil pengukuran ukuran pori pada masing-masing variasi komposisi dan temperatur dapat dilihat pada Gambar 2.

Hasil pengujian SEM (*scanning electron microscopy*) untuk paduan Mg-Zn dengan komposisi SrCO₃ 5 %berat pada variasi temperatur 650, 675 dan 700°C dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan Gambar 2, hasil SEM menunjukkan bentuk permukaan paduan Mg-Zn 5 %berat SrCO₃ untuk tiap variasi temperatur sinter memiliki kemiripan yaitu adanya pori yang terbentuk dari hasil

dekomposisi SrCO₃. Hal ini dibuktikan dengan hasil EDS (*energy dispersive spectrometry*) yang ditandai dengan warna gelap pada daerah tersebut yang menandakan bahwa pada daerah tersebut adalah benar telah terbentuk pori. Berdasarkan gambar dapat terlihat bahwa jumlah dan ukuran pori semakin bertambah dengan kenaikan temperatur sinter (Gambar 2). Kondisi ini berbanding terbalik dengan teori bahwa temperatur berpengaruh terhadap ukuran pori dan porositas dimana semakin tinggi temperatur sinter yang digunakan maka nilai porositas dan ukuran porinya akan semakin kecil [16]. Hal ini dapat terjadi karena pada kasus ini terdapat SrCO₃ yang berfungsi sebagai agen pengembang (*foaming agent*) yang bertujuan untuk menghasilkan pori pada paduan Mg-Zn. Kenaikan temperatur berdampak pada semakin optimalnya dekomposisi yang terjadi, sehingga dihasilkan jumlah dan ukuran pori yang semakin besar.

Selain itu dari Gambar 2 dapat terlihat terdapat mikro poros yang terbentuk. Mikro poros ini bisa terbentuk akibat menghilangnya Zn yang terdapat di dalam serbuk paduan akibat temperatur sinter yang digunakan di atas temperatur leleh Zn sehingga ada Zn yang hilang akibat adanya pembusakan awal dari lepasnya gas hasil dekomposisi [17].

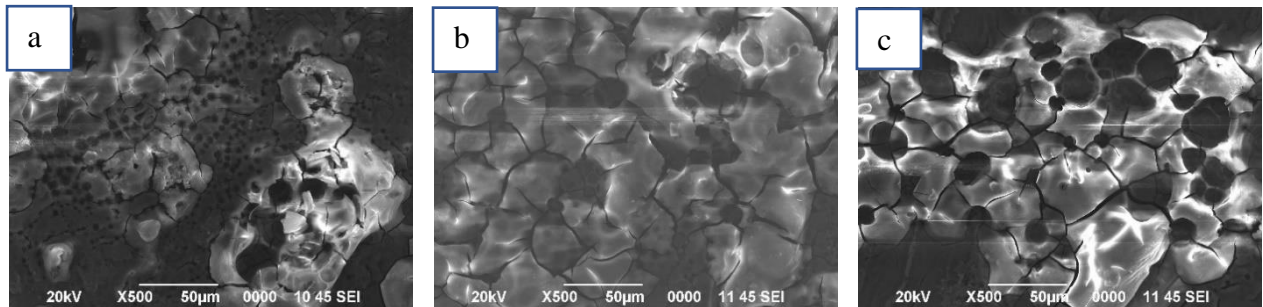


Gambar 2. Grafik pengaruh temperatur terhadap ukuran pori pada masing-masing variasi komposisi dalam paduan Mg-Zn-SrCO₃

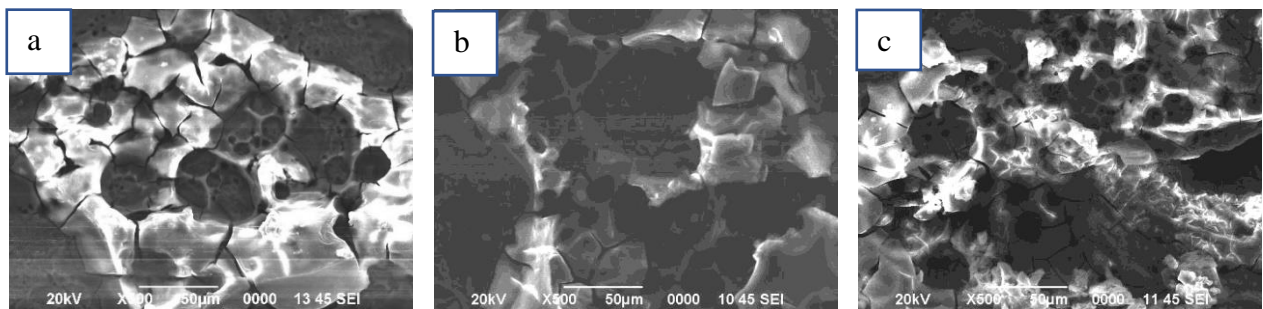
Untuk hasil pengujian SEM pada paduan dengan 10 dan 20 %berat SrCO₃ dapat dilihat pada Gambar 4 dan Gambar 5. Pada kedua gambar tersebut didapatkan hasil yang mirip yaitu temperatur mempengaruhi ukuran pori, dimana semakin tinggi temperatur sinter yang digunakan akan berakibat pada semakin besarnya ukuran pori yang dihasilkan. Selain itu semakin tinggi temperatur akan terjadi pertumbuhan ukuran pori akibat dekomposisi yang terjadi pada agen pengembang SrCO₃. Dengan semakin besarnya pori yang terbentuk akan terjadi penggabungan dari beberapa pori

yang akan membentuk pori yang lebih besar. Jika ditinjau berdasarkan komposisi SrCO_3 yang digunakan, untuk paduan Mg dengan komposisi SrCO_3 yang lebih tinggi akan

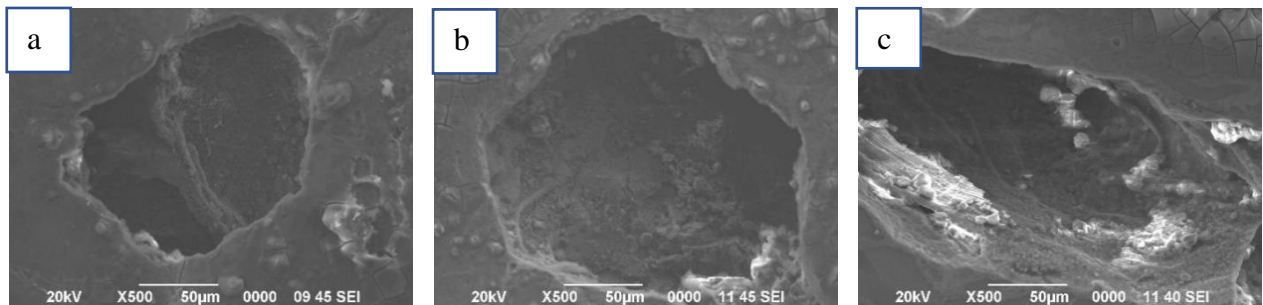
menghasilkan ukuran pori yang semakin besar, karena ruang yang ditinggalkan akibat proses dekomposisi SrCO_3 akan semakin besar pula.



Gambar 3. Bentuk pori paduan Mg-Zn- SrCO_3 dengan 5 %berat SrCO_3 pada variasi temperatur sinter ($^{\circ}\text{C}$); (a) 650, (b) 675, dan (c) 700



Gambar 4. Bentuk pori paduan Mg-Zn- SrCO_3 dengan 10 %berat SrCO_3 pada variasi temperatur sinter ($^{\circ}\text{C}$); (a) 650, (b) 675, dan (c) 700



Gambar 5. Bentuk pori paduan Mg-Zn- SrCO_3 dengan 20 %berat SrCO_3 pada variasi temperatur sinter ($^{\circ}\text{C}$); (a) 650, (b) 675, dan (c) 700

3.3. Analisa XRD

Hasil uji menggunakan XRD (*x-ray diffraction*) dilakukan untuk melihat fasa-fasa apa saja yang terbentuk selama proses *sintering* dan akibat dari dekomposisi SrCO_3 yang terjadi. Hasil analisa XRD untuk paduan dengan komposisi SrCO_3 5 %berat pada variasi temperatur 650, 675 dan 700 $^{\circ}\text{C}$ dapat dilihat pada Gambar 6.

Berdasarkan hasil analisa XRD terhadap paduan Mg dengan 5 %berat SrCO_3 , dari ketiga variasi temperatur terbentuk fasa utama yaitu Mg dan MgO. Hal ini dikarenakan Mg merupakan matriks dan unsur dengan komposisi terbanyak pada paduan implan

magnesium dalam penelitian ini. MgO terbentuk akibat terjadi reaksi antara matriks Mg dengan oksigen yang dilepaskan dari hasil dekomposisi.

Oksida lain yang terbentuk adalah SrO. Oksida ini terbentuk akibat hasil proses dekomposisi SrCO_3 yang melepaskan CO_2 dan menghasilkan SrO. Pada temperatur yang lebih tinggi SrO akan terdekomposisi menjadi Sr.

Dari Gambar 6 dapat dilihat bahwa tidak adanya unsur Zn yang terdeteksi baik sebagai unsur tunggal maupun senyawa berupa oksida atau fasa lain yang terbentuk. Ini menunjukkan bahwa intensitas Zn dalam paduan sangat kecil sehingga tidak terbaca oleh difraksi sinar-X.

Hilangnya Zn diakibatkan karena temperatur proses yang melebihi titik lebur dari Zn. Hal ini berakibat pada hilangnya Zn yang terdapat pada paduan atau dikarenakan intensitasnya yang relatif kecil sehingga tertutupi oleh unsur yang lebih dominan yaitu Mg sebagai matriks.

Untuk analisa hasil XRD paduan dengan kandungan 10 %berat SrCO₃ dengan variasi temperatur sinter 650, 675 dan 700 °C dapat dilihat pada Gambar 6. Dalam gambar tersebut dapat terlihat bahwa terbentuk fasa-fasa seperti terlihat pada Gambar 6. Dalam gambar tersebut dapat terlihat bahwa terbentuk fasa-fasa seperti terlihat pada Gambar 6. Dalam gambar tersebut dapat terlihat bahwa terbentuk fasa-fasa seperti terlihat pada Gambar 6. Dalam gambar tersebut dapat terlihat bahwa terbentuk fasa-fasa seperti terlihat pada Gambar 6.

Dari Gambar 7 untuk paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan 10 %berat SrCO₃ dapat dilihat tidak adanya fasa MgSr yang terbentuk. Padahal fasa ini dapat dikatakan fasa yang diharapkan muncul dalam paduan Mg-Zn-SrCO₃. Fasa MgSr dapat berpengaruh pada peningkatan sifat mekanik implan magnesium berpori yang dihasilkan. Untuk komposisi 5 dan 20 %berat SrCO₃, fasa MgSr tidak muncul. Unsur Sr memiliki kelarutan yang terbatas terhadap Mg, yaitu sekitar 0,11 %berat [10]. Hal ini menyebabkan fasa MgSr biasanya sedikit terbentuk. Unsur Sr biasanya akan terdistribusi ke batas butir dalam paduan dengan bahan magnesium membentuk presipitat sehingga terjadi penghalusan butir yang berdampak pada peningkatan sifat mekanik dari paduan yang dihasilkan [10].

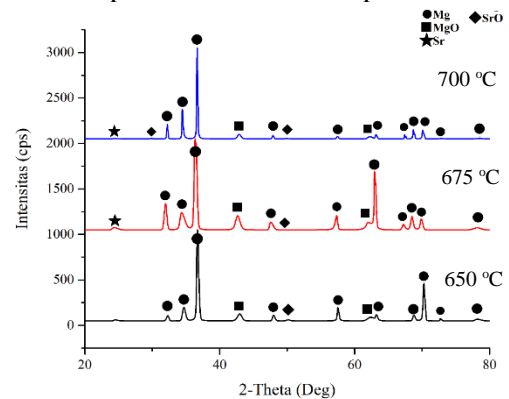
Berdasarkan Gambar 8 dapat terlihat bahwa untuk paduan dengan 20 %berat SrCO₃, tidak terdapat MgSr yang terbentuk. Jika kita lihat secara keseluruhan, unsur Sr hanya muncul pada rentang temperatur 675 sampai 700 °C. Pada temperatur 650 °C baru mulai terjadi reaksi *solid-liquid* antara SrCO₃ dengan matriks Mg, sehingga yang terbentuk hanya MgO dan SrO [15]. SrO yang terbentuk semakin meningkat seiring dengan semakin meningkatnya temperatur dan SrCO₃ yang ditambahkan. Unsur Sr mulai muncul pada temperatur di atas 675 °C.

Jika ditinjau secara keseluruhan hasil analisa XRD untuk semua paduan, dapat dilihat bahwa hasil dekomposisi SrCO₃ dalam penelitian ini dapat berupa SrO dan Sr. Selain itu fasa dominan yang muncul adalah Mg dan MgO. Senyawa tersebut muncul sebagai hasil reaksi yang terjadi selama proses. Berdasarkan hasil XRD dapat terlihat bahwa dengan peningkatan komposisi SrCO₃ dan temperatur sinter yang

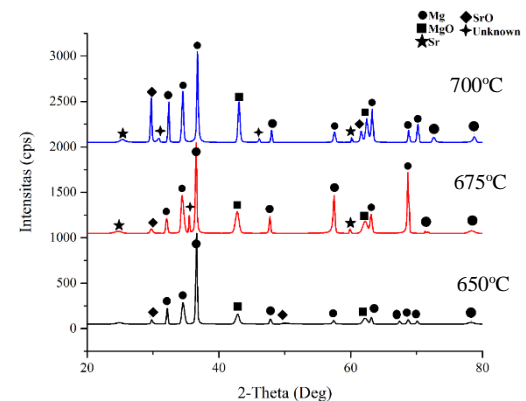
digunakan akan menyebabkan peningkatan jumlah SrO dan MgO yang dihasilkan.

3.3. Uji Porositas

Berdasarkan pengujian yang telah dilakukan dengan metode *Archimedes*, didapatkan hasil berupa nilai porositas dari paduan untuk setiap variasi komposisi SrCO₃ dan temperatur.



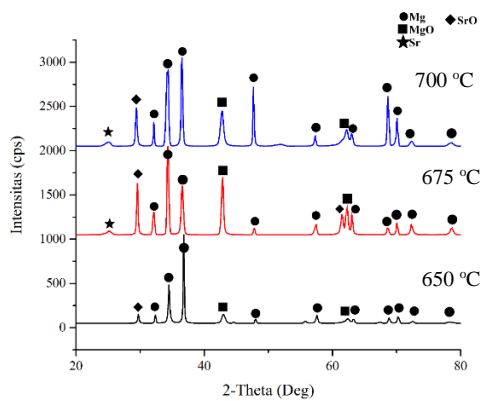
Gambar 6. Hasil XRD untuk paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan 5 %berat SrCO₃ pada variasi temperatur (°C); (a) 650, (b) 675, dan (c) 700



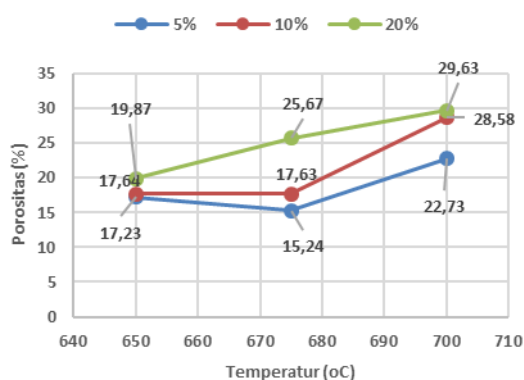
Gambar 7. Hasil XRD untuk paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan 10 %berat SrCO₃ pada variasi temperatur (°C); (a) 650, (b) 675, dan (c) 700

Hasil tersebut disajikan dalam bentuk grafik seperti pada Gambar 9. Pada grafik daam gambar tersebut menunjukkan pengaruh temperatur terhadap nilai porositas pada variasi komposisi SrCO₃ yang berbeda-beda.

Dari Gambar 9 dapat terlihat bahwa besarnya porositas paduan dipengaruhi oleh banyaknya SrCO₃ yang ditambahkan dan temperatur sinter yang digunakan. Banyaknya SrCO₃ yang ditambahkan sudah pasti berpengaruh pada nilai porositas dari paduan Mg-Zn-SrCO₃. Hal ini karena SrCO₃ bertindak sebagai *foming agent* yang bertugas menghasilkan pori pada paduan Mg-Zn-SrCO₃.



Gambar 8. Hasil XRD untuk paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan 20 %berat SrCO₃ pada variasi temperatur (°C); (a) 650, (b) 675, dan (c) 700

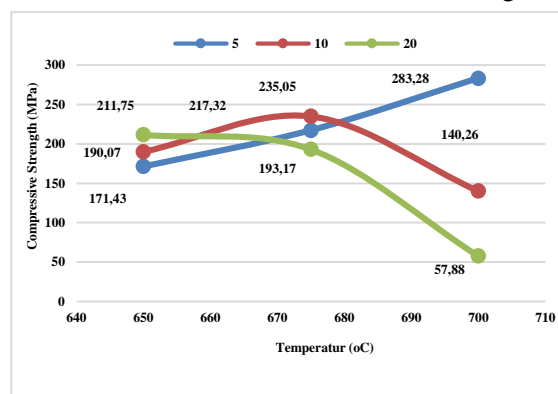


Gambar 9. Grafik pengaruh temperatur terhadap nilai porositas pada masing-masing variasi komposisi dalam paduan Mg-Zn-SrCO₃

Semakin banyak yang ditambahkan maka nilai porositasnya juga akan meningkat. Untuk temperatur, berdasarkan Gambar 9 juga berpengaruh pada nilai porositas dalam paduan Mg-Zn-SrCO₃. Semakin tinggi temperatur akan menghasilkan nilai porositas yang semakin besar. Hal ini terjadi karena pada temperatur yang lebih tinggi sampai batas tertentu akan berpengaruh pada proses dekomposisi *foaming agent* sehingga pori yang dihasilkan dari proses dekomposisi tersebut akan semakin besar karena *foaming agent* terdekomposisi semakin banyak.

Berdasarkan Gambar 9, temperatur sinter dan komposisi SrCO₃ yang ditambahkan berpengaruh linear terhadap nilai porositas. Hal ini terjadi untuk paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan komposisi 10 dan 20 %berat SrCO₃. Namun anomali terjadi pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan 5 %berat SrCO₃ nilai porositas menurun pada kenaikan temperatur dari 650 °C menuju 675 °C. pada keadaan tersebut, nilai porositasnya menurun dengan kenaikan

temperatur namun nilai porositasnya naik pada temperatur 700 °C hal ini dapat disebabkan akibat adanya mikro poros pada paduan dengan 5 %berat SrCO₃ dengan temperatur 650 °C. dari hasil SEM pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa untuk paduan Mg-Zn-SrCO₃ 5 %berat SrCO₃ pada temperatur 650 °C memiliki mikro poros yang lebih banyak jika dibandingkan dengan paduan Mg-Zn-SrCO₃ yang sama namun dengan temperatur yang lebih tinggi. Sehingga nilai porositas dari paduan tersebut menjadi lebih besar jika dibanding paduan Mg-Zn-SrCO₃ yang sama namun dengan temperatur yang lebih tinggi. Seiring dengan naiknya temperatur, mikro poros yang terbentuk akan semakin kecil bahkan hilang.



Gambar 10 Grafik pengaruh temperatur terhadap kekuatan kompresi pada masing-masing variasi komposisi

3.4. Uji Tekan

Uji kompresi juga dilakukan pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ implan berpori. Pengujian dilakukan untuk melihat pengaruh penambahan SrCO₃ dan temperatur sinter terhadap kekuatan kompresi paduan magnesium berpori. Setelah dilakukan pengujian didapatkan hasil yang bervariasi. Untuk dengan penambahan 5% SrCO₃ didapatkan hasil yaitu dengan semakin naiknya temperatur sinter yang digunakan menyebabkan nilai kekuatan kompresinya naik. Untuk hasil uji kompresi secara lengkap dapat dilihat pada Gambar 10.

Hasil yang berbeda didapatkan pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan penambahan 10% SrCO₃, yaitu kekuatan kompresinya meningkat seiring dengan naiknya temperatur sinter hingga temperatur 675 °C. Namun setelah temperatur tersebut tercapai, kekuatan kompresinya menurun seiring dengan bertambahnya temperatur. Hasil yang berbeda juga didapatkan pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan penambahan 20 %berat SrCO₃. Pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ ini didapatkan hasil

yaitu seiring dengan kenaikan temperatur sintering, maka kekuatan kompresinya akan semakin menurun. Hasil yang variatif ini diakibatkan adanya pengaruh dari fasa-fasa yang terbentuk pada saat proses *sintering* dengan adanya pengaruh temperatur. Jika kita melihat kembali hasil olah data XRD pada Gambar 6 sampai Gambar 8, terlihat adanya perbedaan fasa yang terbentuk seiring dengan kenaikan temperatur untuk tiap variasi komposisi SrCO₃. Hal yang menjadi perhatian adalah adanya fasa MgO, SrO dan unsur Sr pada hasil tersebut.

Sr pada implan magnesium berpori memiliki pengaruh terhadap sifat mekanik dari implan tersebut [10]. Berdasarkan hasil XRD menunjukkan bahwa seiring dengan semakin naiknya temperatur sinter, jumlah SrO dan Sr yang dihasilkan juga semakin banyak. Kelarutan unsur Sr yang terbatas pada matriks Mg. kelarutan Sr dalam Mg adalah sekitar 0,11 %berat [18]. Seiring dengan naiknya temperatur jumlah Sr yang dihasilkan dari proses dekomposisi SrCO₃ juga semakin banyak. Karena adanya kelarutan yang terbatas dari unsur Sr pada matriks Mg, akibat nya Sr tersebut membentuk presipitat Sr yang terdistribusi dan berkumpul di sekitar batas butir. Atom Sr pada paduan bergerak melewati lapisan permukaan *solid-liquid*, dan menyebabkan batas yang menghalangi pertumbuhan butir. Hal inilah yang menyebabkan unsur Sr dikatakan sebagai penghalus butir ketika ditambahkan pada matriks Mg karena kecenderungannya membentuk senyawa yang tersegregasi ke batas butir. Sama halnya dengan Zn, unsur Sr juga dikenal sebagai agen *precipitation strengthening* dalam paduan magnesium [10].

Penambahan Sr pada implan magnesium memiliki pengaruh pada peningkatan sifat mekanik implan magnesium sampai pada batas tertentu. Beberapa hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan optimum unsur Sr murni pada implan magnesium adalah sekitar 0,5 – 1,5 %berat. Pada penambahan melebihi nilai tersebut menunjukkan adanya penurunan sifat mekanik. Dalam penelitian ini didapatkan hasil serupa. Seiring dengan naiknya temperatur sinter, unsur Sr dan SrO yang terbentuk akan semakin banyak. Dalam penelitian ini untuk paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan penambahan 10 %berat SrCO₃ dengan temperatur sinter di atas 675 °C menunjukkan adanya penurunan kuat tekan dari paduan implan magnesium berpori yang dihasilkan.

Hal yang sama terjadi pada paduan dengan penambahan 20 %berat SrCO₃, seiring dengan naiknya temperatur dari 600 sampai 700 °C menunjukkan terjadinya penurunan kuat tekan, karena semakin banyaknya unsur SrO yang terbentuk dari hasil dekomposisi SrCO₃. Sebenarnya peningkatan jumlah SrO ini dapat meningkatkan nilai kuat tekan [12]. Hal inilah yang menyebabkan nilai kuat tekan paduan Mg-Zn-SrCO₃ meningkat untuk paduan dengan 5 dan 10 %berat SrCO₃. Namun kuat tekan semakin menurun pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan 10 %berat SrCO₃ pada temperatur sinter 700 °C, sedangkan untuk paduan dengan 20 %berat SrCO₃ nilai kuat tekan semakin menurun seiring dengan naiknya temperatur. Jika kita melihat hasil analisa XRD dapat terlihat pada keadaan tersebut terjadi peningkatan SrO yang cukup tinggi. Pengaruh SrO dalam meningkatkan nilai kuat tekan hanya terbatas sampai konsentrasi 5 %berat SrO dalam paduan Mg-Zn-SrCO₃. Lebih dari batas tersebut peningkatan SrO akan berakibat pada penurunan nilai kuat tekan [19]. Selain itu peningkatan persen porositas juga mengakibatkan penurunan nilai kuat tekan, karena meningkatnya persen porositas akan menyebabkan turunnya nilai kuat tekan [16].

Implan magnesium berpori untuk aplikasi *scaffold* sebenarnya sifat mekanik bukan fokus utama. Yang menjadi fokus utama dari implan magnesium berpori adalah nilai porositasnya. Namun sifat mekanik ini menjadi hal terpenting berikutnya untuk melihat kecocokan sifat mekaniknya dengan tulang yang akan dipasangkan implan dari paduan Mg-Zn-SrCO₃ tersebut. Hal ini bertujuan untuk menghindarkan adanya efek *stress shielding*. Oleh sebab itu pada penelitian ini penurunan pada nilai kuat tekan bukanlah hal yang tidak diinginkan. Berdasarkan hasil didapatkan hasil nilai kuat tekan tertinggi adalah pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan penambahan 5 %berat SrCO₃ dengan temperatur sinter 700 °C yaitu sebesar 283,28 MPa. Nilai ini mendekati nilai kuat tekan dari *cortical bone* yaitu sebesar 130-200 MPa. Sedangkan untuk nilai kuat tekan yang terkecil adalah pada paduan Mg-Zn-SrCO₃ dengan penambahan 20 %berat SrCO₃ dengan temperatur sinter 700 °C yaitu sebesar 57,88 MPa. Nilai ini mendekati nilai kuat tekan dari *conselous bone* yaitu sebesar 0,2 – 80 MPa [20].

4. KESIMPULAN

Hasil studi menunjukkan bahwa logam paduan Mg dan Zn dapat dibuat menjadi struktur berpori dengan menggunakan agen pengembang SrCO_3 sebagai sumber pori melalui metode metalurgi serbuk. Bentuk pori yang dihasilkan heterogen dengan ukuran bervariasi antara 21,58 - 198,35 μm serta volume porositas dalam paduan berkisar antara 17,23 - 29,63%. Komposisi SrCO_3 sebagai agen pengembang memiliki peranan yang amat penting dalam menentukan besarnya pori yang tercipta pada paduan. Begitu juga proses pelepasan gas CO pada saat sinter memiliki kontribusi penting terhadap struktur mikro dan morfologi porositas. Berdasarkan uji porositas, komposisi 20 %berat SrCO_3 sebagai agen pengembang memiliki porositas tertinggi sekitar 29,63% untuk variasi 700 °C dan kekuatan tekan tertinggi didapat pada komposisi 5 %berat SrCO_3 pada temperatur sinter 700 °C yaitu 283,28 MPa. Porositas pada paduan Mg-Zn dengan agen pengembang SrCO_3 memiliki kecenderungan pembentukan pori jenis *closed cell* atau pori tertutup. Studi ini juga menggambarkan bahwa porositas dan kekuatan yang dihasilkan mendekati sifat tulang *cortical bone* dan *conselous bone* pada tubuh manusia.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didanai oleh INSINAS Ristekdikti Tahun 2018. Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementerian RISTEK DIKTI dan Pusat Penelitian Metalurgi dan Material-LIPI, serta semua tim yang terlibat dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Tan, X. Yu, P. Wan, dan K. Yang, "Biodegradable materials for bone repairs: A review," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 29, no. 6, pp. 503-513, 2013. Doi:10.3390/jfb8040044.
- [2] C. Chua, "Review the design of scaffolds for use in tissue engineering. Part I. Traditional Factors," vol. 7, no. 6, pp. 679-689, 2001.
- [3] K. Alvarez dan H. Nakajima, "Metallic scaffolds for bone regeneration," *Material (Basel)*, vol. 2, no. 3, pp. 790-832, 2009.
- [4] S. J. Hollister, "Porous scaffold design for tissue engineering," *Nature Materials*, vol. 4, no. 7, pp. 518-574, 2005.
- [5] V. Karageorgiou dan D. K. Å, "Porosity of

3D biomaterial scaffolds and osteogenesis," *Biomaterials*, vol. 26, no. 27, pp. 5474-5491, 2005.

- [6] Z. Li, M. Chen, W. Li, H. Zheng, Y. Chen, D. Liu, dan F. Jin, "The synergistic effect of trace Sr and Zr on the microstructure and properties of a biodegradable Mg-Zn-Zr-Sr alloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 702, pp. 290-302, 2017.
- [7] Y. Yan, H. Cao, Y. Kang, K. Yu, T. Xiao, J. Luo, Y. Deng, H. Fang, H. Xiong, dan Y. Dai, "Effects of Zn concentration and heat treatment on the microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of as-extruded Mg-Zn alloys produced by powder metallurgy," *J. Alloys Compd.*, vol. 693, pp. 1277-1289, 2016.
- [8] C. T. Walsh, H. H. Sandstead, A. S. Prasad, P. M. Newberne, dan P. J. Fraker, "Zinc: health effects and research priorities for the 1990s," *Environ Health Perspect*, vol. 102, no. 2, pp. 5-46, 1994.
- [9] H. Du, Z. Wei, X. Liu, dan E. Zhang, "Effects of Zn on the microstructure, mechanical property and bio-corrosion property of Mg-3Ca alloys for biomedical application," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 125, no. 3, pp. 568-575, 2011.
- [10] H. S. Brar, J. Wong, dan M. V Manuel, "Investigation of the mechanical and degradation properties of Mg-Sr and Mg-Zn-Sr alloys for use as potential biodegradable implant materials," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 7, pp. 87-95, 2012.
- [11] H. Sevik dan S. C. Kurnaz, "The effect of strontium on the microstructure and mechanical properties of Mg-6Al-0.3Mn-0.3Ti-1Sn," *Journal of Magnesium and Alloys*, vol. 2, no. 3, pp. 214-219, 2014.
- [12] S. Tarafder, N. M. Davies, A. Bandyopadhyay, dan S. Bose, "3D printed tricalcium phosphate bone tissue engineering scaffolds: Effect of SrO and MgO doping on in vivo osteogenesis in a rat distal femoral defect model," *Biomater. Sci.*, vol. 1, no. 12, pp. 1250-1259, 2013.
- [13] P. Lichte, H. C. Pape, T. Pufe, P. Kobbe, dan H. Fischer, "Scaffolds for bone healing: Concepts, materials and evidence," *Injury*, vol. 42, no. 6, pp. 569-573, 2011.
- [14] F. Witte, H. Ulrich, C. Palm, dan E. Willbold, "Biodegradable magnesium scaffolds: Part II: Peri-implant bone

- remodeling,” *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, vol. 81, no. 3, pp. 757-765, 2007.
- [15] D. H. Yang, B. Y. Hur, dan S. R. Yang, “Study on fabrication and foaming mechanism of Mg foam using CaCO₃ as blowing agent,” *J. Alloys Compd.*, vol. 461, no. 2, pp. 221-227, 2008.
- [16] G. S. UPADYAYA, *POWDER METTALURGY TECHNOLOGY*, vol. 53, no. 9, 2013.
- [17] Y. J. Zhou, A. Y. Jiang, dan J. X. Liu, “The effect of sintering temperature to the microstructure and properties of AZ91 magnesium alloy by powder metallurgy,” *Appl. Mech. Mater.*, vol. 377, pp. 250-254, 2013.
- [18] E. Brooks dan M. Ehrensberger, “Bio-corrosion of magnesium alloys for orthopaedic applications,” *J. Funct. Biomater.*, vol. 8, no. 3, pp. 38, 2017.
- [19] S. Deb dan J. W. Nicholson, “The effect of strontium oxide in glass-ionomer cements,” *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, vol. 10, no. 8, pp. 471-474, 1999.
- [20] M. Cheng, T. Wahafu, G. Jiang, W. Liu, dan Y. Qiao, “A novel open-porous magnesium scaffold with controllable microstructures and properties for bone regeneration,” *Scientific Report*, vol. 6, no. 24134, pp. 1-14, 2016. Doi: 10.1038/srep24134.



REDUKSI BIJIH BESI LAMPUNG MEMANFAATKAN REDUKTOR MODEL GAS PRODUSER

Suharto ^{a,*}, Soesaptri Oediyani^b, Syuqron Fajri Shiddiq^b, Suropto Dwi Yuwono^c
Suhartono^d

^aBalai Penelitian Teknologi Mineral - LIPI

Jalan Ir. Sutami Km. 15 Lampung Selatan, Indonesia 35361

^bTeknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Jalan Jendral Soedirman Km.3 Cilegon, Indonesia 42435

^cJurusan Kimia - FMIPA UNILA

Jalan Prof. Dr. Sumantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung

^dJurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Jenderal Achmad Yani

Jl. Terusan Jenderal Sudirman, Cimahi 40533

*E-mail : harto_berg@yahoo.com

Masuk Tanggal : 21-10-2018, revisi tanggal : 09-02-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 06-11-2019

Intisari

Model gas produser hasil gasifikasi limbah biomassa digunakan sebagai reduktor dalam proses reduksi bijih besi. Campuran gas dengan kandungan CO, H₂, CH₄, CO₂, C_nH_m dan N₂ digunakan sebagai model gas produser untuk mereduksi bijih besi Lampung, yang kandungan mineral primernya berupa hematit. Bijih besi ini dipreparasi hingga ukuran -6+3 mm dan -12+10 mm, kemudian direduksi dalam *vertical tube furnace* dengan variasi temperatur 800, 900 dan 1000 °C, dan waktu reduksi 45, 60 dan 75 menit. Persentase Fe dan metalisasi diamati pada berbagai temperatur, waktu reduksi dan ukuran bijih besi tersebut. Reduksi bijih besi dengan ukuran -6+3 mm pada temperatur 1000 °C selama 75 menit menghasilkan persentase Fe dan metalisasi tertinggi, masing-masing sebesar 67,36% dan 84,25%. Analisa menggunakan *software Image-J* menunjukkan bijih besi dengan ukuran -6+3 mm memiliki jumlah porositas (39,48%) lebih banyak dibanding porositas bijih besi ukuran -12 +10 mm. Hasil analisa XRD menampilkan bahwa kandungan logam Fe paling banyak (puncak tertinggi) diperoleh dari bijih besi ukuran -6+3 mm pada temperatur dan waktu reduksi 1000 °C dan 75 menit. Gas produser hasil gasifikasi diharapkan dapat digunakan secara nyata sebagai reduktor bijih besi dalam upaya mensubstitusi batubara dan gas alam.

Kata Kunci: Bijih besi, gas produser, gasifikasi, persentase metalisasi, reduktor

Abstract

The producer gas model from the biomass waste gasification was utilized as reduction in the iron ore reduction process. A mixture of gases containing CO, H₂, CH₄, CO₂, C_nH_m, and N₂ was used as a producer gas model for reducing the Lampung iron ore, which hematite as the primary mineral content. Iron ore is prepared up to sizes -6+3 mm and -12+10 mm, and then to be reduced in the vertical tube furnace at a temperature variation of 800, 900 and 1000 °C, and a reduction time of 45, 60 and 75 minutes, respectively. The percentage of Fe and metallization were observed at various temperatures, reduction times, and the size of the iron ore. The reduction of iron ore of a size of -6+3 mm at a temperature of 1000 °C during 75 minutes yielded the highest percentage of Fe and metallization of 67.36% and 84.25%, respectively. Image-J analysis depicted than iron ore of a size of -6+3 mm had a greater amount of porosity (39.48%) than the porosity of the size of the iron ore size -12+10 mm. The XRD analysis results show that the highest content of Fe metal (highest peak) was obtained from samples of -6+3 mm at temperatures and reduction times of 1000 °C and 75 minutes, respectively. Producer gas from gasification is expected to be employed as an iron ore reduction actually in an effort to substitute coal and natural gas.

Keywords: Gas producer, gasification, iron ore, percent metallization, reductor

1. PENDAHULUAN

Gas CO dan H₂ hasil *cracking* atau reformasi dari gas alam dan batubara (*sub-bituminous coal*) umumnya digunakan sebagai reduktor pada proses reduksi bijih besi. Ketersediaan sumber daya jenis batu bara kadar karbon rendah dengan nilai kalori tidak lebih dari 5.100 kalori per kilogram di Indonesia sampai pada tahun 2014 adalah sebanyak 32.365,39 juta ton, dengan cadangan sebesar 9.193,20 juta ton [1]. Batubara dan gas alam ini merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbaharui, ketersediaannya terbatas dan akan habis sewaktu-waktu. Ketersediaan limbah biomassa hasil pertanian dan kehutanan yang melimpah sangat potensial untuk menggantikan batu bara dan gas alam tersebut. Limbah biomassa ini dapat dikonversi menjadi gas produser. Gas produser dapat diperoleh dari sumber energi biomassa yang berasal dari tanaman sisa pengolahan atau limbah hasil pertanian melalui proses gasifikasi [2]. Teknologi gasifikasi dikenal sebagai salah satu teknologi konversi termal dengan memanfaatkan reaksi kimia antara biomassa dan *gasiyng agent* (udara) pada temperatur tinggi [3]. Gas produser dengan komposisi utama CO dan H₂ hasil gasifikasi limbah biomassa ini dapat digunakan sebagai reduktor untuk mereduksi bijih besi. Komposisi gas produser hasil gasifikasi biomassa janggel jagung pada umumnya berada pada kisaran 25% CO, 20% H₂, 2% CH₄, 10% CO₂ dan sisanya N₂ dengan panas pembakaran 3500 – 5000 kJ/m³ [4].

Susanto, dkk. [5]-[6] melaporkan 3-4 kg limbah biomassa (janggel jagung) sebagai bahan baku proses gasifikasi dapat menghasilkan ±1,6 Nm³ gas produser. Gas produser dengan komposisi pada kisaran tersebut di atas hasil gasifikasi 4–8 kg janggel jagung akan setara dengan 1 Liter BBM. Selain dapat digunakan sebagai reduktor, gas produser ini dapat digunakan sebagai bahan bakar langsung untuk memproduksi listrik.

Bijih besi Lampung yang tergolong dalam bijih besi primer dengan kandungan mineral utama berupa hematit (Fe₂O₃) dipilih untuk proses reduksi bijih besi pada penelitian ini. Model gas produser berupa campuran gas dengan kandungan CO, H₂, CH₄, CO₂, C_nH_m dan N₂ digunakan sebagai reduktornya. Proses reduksi bijih besi dilakukan menggunakan *vertical tube furnace*, dengan variable proses temperatur reduksi, waktu tahan reduksi dan ukuran bijih besi. Persentase Fe dan metalisasi merupakan indikator kualitas proses reduksi bijih besi yang

dihasilkan. Kajian penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan terkait penggunaan gas produser nyata hasil gasifikasi limbah biomassa sebagai reduktor proses reduksi bijih besi. Penggunaan gas produser ini merupakan upaya dalam mensubstitusi batubara dan gas alam.

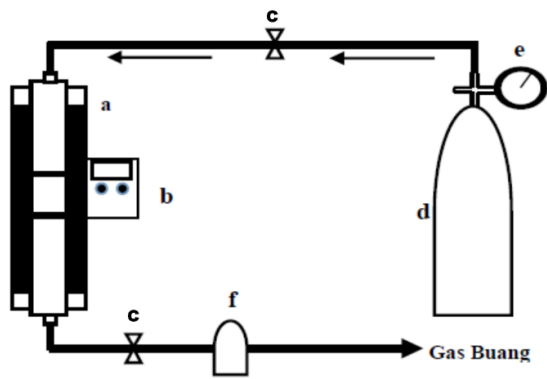
2. PROSEDUR PERCOBAAN

Sampel penelitian adalah bijih besi Lampung dengan kandungan mineral utamanya berupa hematit (Fe₂O₃). Bijih besi Lampung direduksi dalam *vertical tube furnace* menggunakan model gas produser sebagai reduktor yang dipesan dari PT. Aneka Gas Industri Tbk. Komposisi model gas produser ini disesuaikan dengan komposisi gas produser hasil gasifikasi janggel jagung; 25,51% CO, 20,03% H₂ dan 54,46% N₂. Model gas produser dalam tabung dengan tinggi 150 cm dan diameter 25 cm bertekanan awal 160 bar diumpakan ke dalam *vertical tube furnace* dengan temperatur ±1100 °C. Bahan baku, *vertical tube furnace* dan produk berupa besi spons disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. (a) *Vertical tube furnace*, (b) Gas produser, (c) Bijih besi, (d) Besi spons

Bongkahan bijih besi Lampung terlebih dahulu dihancurkan dengan menggunakan palu untuk memperoleh bongkahan dengan ukuran lebih kecil. Setelah diperoleh bongkahan dengan ukuran lebih kecil, bijih besi di-*screening* untuk memperoleh bijih besi dengan ukuran -6+3 mm (kode sampel C31) dan -12+10 mm (kode sampel A12). Percobaan dilanjutkan dengan proses reduksi bijih besi menggunakan reduktor model gas produser dalam sebuah tungku yang dinamakan *vertical tube furnace*.



Gambar 2. Instalasi *vertical tube furnace*

Keterangan:

- a. *vertical tube furnace*, b. *thermocontroller*,
 c. *needle valve*, d. tabung gas produser, e. regulator,
 f. CuCl dalam larutan HCl

Proses reduksi bijih besi dilakukan dengan variasi ukuran (-6+3 dan -12+10 mm), variasi temperatur (800, 900 dan 1000 °C) dan variasi waktu reduksi (45, 60 dan 75 menit). Setelah dilakukan reduksi bijih besi, besi spons yang dihasilkan dianalisa untuk mengetahui kadar Fe metal dengan standar uji ISO 16878:2016 (E), sedangkan kadar Fe totalnya dianalisa atas dasar standar uji ISO 2597-2:2008(E) [7]-[8], sehingga dapat dihitung persentase metalisasinya. Jumlah porositas pada masing-masing variasi ukuran bijih besi dilakukan melalui pengamatan menggunakan mikroskop optik. Hasil karakterisasi XRF (*x-ray fluorescence*) yang dilakukan di Laboratorium MIPA terpadu, Universitas Sebelas Maret terhadap bijih besi Lampung, disajikan pada Tabel 1. Sedangkan skema instalasi *vertical tube furnace* dapat dilihat pada Gambar 2.

Tabel 1. Komposisi kimia bijih besi Lampung

Senyawa	Kadar %
Fe ₂ O ₃	86,42
SiO ₂	10,28
Al ₂ O ₃	1,00
P ₂ O ₅	0,41
K ₂ O	0,33
Nd ₂ O ₃	0,28
SO ₃	0,27
MnO	0,26

Catatan: Senyawa dengan kadar di bawah 0,20% tidak ditampilkan dalam tabel yang memiliki jumlah sebanyak 0,75%.

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1. Perolehan Metalisasi

Keberhasilan proses reduksi bijih besi ini dinyatakan sebagai banyaknya oksigen yang

bereaksi/tersingkirkan oleh reduktor pada saat proses reduksi. Persen reduksi dan persen metalisasi digunakan untuk melihat kualitas reduksi besi spons. Persentase perolehan metalisasi besi spons reduksi bijih besi Lampung dengan menggunakan reduktor gas produser pada berbagai temperatur, waktu reduksi dan ukuran bijih besi, disajikan pada Tabel 2 dan Gambar 3. Secara umum, perolehan metalisasi besi spons untuk berbagai sampel (kode) bijih besi meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur reduksi dan waktu reaksi untuk ukuran bijih yang mengecil. Pada Tabel 2 nampak, bahwa dengan semakin tinggi suhu proses yang digunakan untuk reduksi bijih besi maka derajat metalisasi juga semakin lebih besar. Perubahan oksida besi (Fe₂O₃) menjadi logam besi dapat terjadi melalui magnetit (Fe₃O₄) maupun wustit (FeO). Keduanya dapat direduksi oleh CO. Seiring dengan tingginya temperatur semakin tinggi tekanan gas CO, perubahan oksida besi menjadi logam semakin banyak jumlahnya. Pada Tabel 2 terlihat, persen metalisasi meningkat seiring meningkatnya waktu dan temperatur reduksi. Pada temperatur 1000 °C, magnetit dapat tereduksi menjadi wustit dengan baik dibandingkan pada temperatur 900 dan 800 °C, karena ketersediaan panas yang cukup untuk mereduksi magnetit (Fe₃O₄) menjadi wustit (FeO), yang berlangsung secara endotermik dengan kebutuhan persen gas CO lebih kecil. Secara termodinamika, pada temperatur 900 °C dan 800 °C diperlukan persen gas CO yang lebih tinggi untuk mereduksi magnetit menjadi wustit, dibanding pada temperatur 1000 °C. Dengan jumlah persen gas CO yang tidak mencukupi, maka hematit (Fe₂O₃) hanya tereduksi menjadi FeO. Karena itu, diperlukan temperatur yang lebih tinggi agar gas CO dapat mereduksi hematit dengan sempurna. Reduksi bijih besi yang dilakukan Matsubara dan Rigakushi [7] juga menyatakan bahwa, pada temperatur di bawah 910 °C, proses reduksi bijih oksida terdisosiasi lebih rendah dan lebih sulit untuk direduksi dibanding hematit dan magnetit oksida.

Meningkatnya temperatur menyebabkan reaksi reduksi bijih besi akan cenderung berjalan lebih spontan ke arah kanan (membentuk produk [logam Fe]). Sehingga reaksi reduksi bijih besi akan berjalan semakin baik pada setiap kenaikan temperatur. Sedikit perbedaan perolehan metalisasi disebabkan ukuran partikel bijih besi. Persentase reduksi akan menuju konstan, sebagai akibat perubahan gas CO menjadi CO₂, sebagaimana terlihat

pada Gambar 3. Secara teoritis, hal ini juga selaras dengan reaksi kesetimbangan disosiasi besi oksida; (1) $\text{FeO} \leftrightarrow \text{Fe} + \frac{1}{2} \text{O}_2$, dan (2) $\text{CO} \leftrightarrow \text{CO} + \frac{1}{2} \text{O}_2$ (Boudouard). Jika temperatur reduksi diturunkan, reaksi penguraian gas akan bergeser dari gas CO menjadi CO_2 , yang menyebabkan jumlah reduktor akan tidak mencukupi [9]-[11].

Tabel 2. Perolehan metalisasi besi spons reduksi bijih besi Lampung dengan reduktor model gas produser

Ukuran (mm)	Suhu (°C)	Waktu Reduksi (menit)	Kode	Fe Metal (%)	Fe Total (%)	Metalisasi (%)
-6+3	800	45	A11	36,30	67,18	54,03
		60	A21	45,84	72,21	63,48
		75	A31	45,66	73,54	62,09
900	45	B11	32,60	65,21	49,99	
	60	B21	46,93	74,31	63,15	
	75	B31	55,82	74,31	75,12	
1000	45	C11	50,93	79,14	64,35	
	60	C21	61,29	77,33	79,26	
	75	C31	67,36	79,95	84,25	
800	45	A12	26,53	67,33	39,40	
	60	A22	33,27	70,33	47,31	
	75	A32	36,59	72,83	50,24	
-12+10	900	45	B12	36,37	71,31	51,00
		60	B22	43,37	74,31	58,36
		75	B32	45,35	78,41	57,84
1000	45	C12	39,61	72,21	54,85	
	60	C22	46,35	75,34	61,52	
	75	C32	45,61	72,14	63,22	

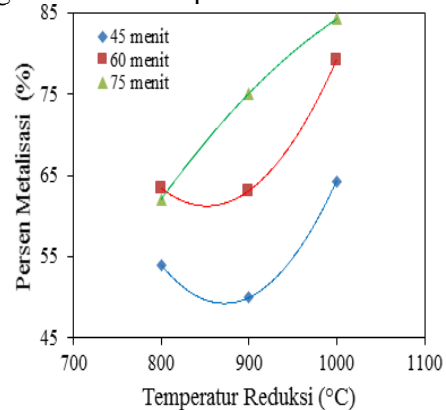
Pada suhu rendah ($T < 1000 \text{ }^\circ\text{C}$) dengan jumlah persen gas CO yang tidak mencukupi maka hematit (Fe_2O_3) tidak dapat tereduksi secara sempurna menjadi logam Fe melainkan hanya sampai FeO. Diperlukan temperatur yang lebih tinggi agar konsentrasi gas CO dapat mereduksi hematit dengan sempurna. Secara teoritis, hematit tidak dapat direduksi pada temperatur di bawah $580 \text{ }^\circ\text{C}$ dan magnetit tidak dapat direduksi pada temperatur di bawah $670 \text{ }^\circ\text{C}$, karena CO terdekomposisi menjadi CO_2 dan C sesuai dengan diagram reaksi kesetimbangan CO/CO_2 [9]-[10].

Hasil pengamatan pada setiap percobaan berbagai sampel menunjukkan bahwa, reaksi maksimum terjadi pada temperatur $1000 \text{ }^\circ\text{C}$. Pada Tabel 2, untuk fraksi ukuran -6+3 untuk waktu tahan 75 menit dengan temperatur proses sebesar $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, persen metalisasi dapat mencapai 84,25%. Pada temperatur ini, FeO dapat tereduksi maksimum menjadi logam Fe dan masih terdapat senyawa besi oksida yang belum tereduksi. Penggunaan model gas produser sebagai reduktor memerlukan tahapan kesetimbangan, pada saat gas CO belum stabil dan kesetimbangan antara gas $\text{CO}-\text{CO}_2$ berada pada daerah wustit, maka untuk mendapatkan Fe metal akan menjadi sulit. Waktu reduksi semakin lama menyebabkan persen metalisasi

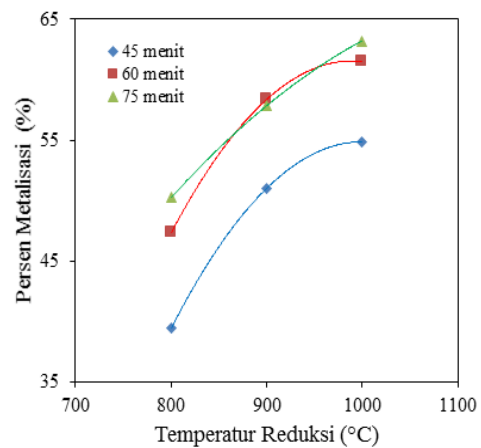
meningkat, mengindikasikan proses wustit menjadi Fe metal berlangsung lebih baik.

3.2. Pengaruh Variasi Temperatur terhadap Persentase Metalisasi Besi Spons

Persentase metalisasi tertinggi dari reduksi bijih besi berukuran -6+3 mm, pada temperatur reduksi $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan lama waktu proses reduksi 75 menit sebesar 84,25% (Gambar 3). Sedangkan persentase metalisasi terendah diperoleh pada kondisi temperatur $900 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan lama waktu proses reduksi 45 menit, sebesar 49,99%. Reduksi bijih besi berukuran -12+10 mm, persentase metalisasi tertinggi diperoleh pada kondisi temperatur reduksi $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan lama waktu proses reduksi 75 menit, sebesar 63,22%, sedangkan persentase metalisasi terendah diperoleh pada kondisi temperatur $800 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan lama waktu proses reduksi 45 menit, yaitu sebesar 39,40%, sebagaimana terlihat pada Tabel 2.



(a)



(b)

Gambar 3. Pengaruh variasi temperatur terhadap persentase metalisasi untuk ukuran lump ore; (a) -6+3 mm dan (b) -12+10 mm

Merujuk pada Gambar 3, persen metalisasi, yang merupakan perbandingan banyaknya logam Fe pada Fe total, dalam besi spons. Semakin meningkat temperatur maka persen

metalisisasi akan naik dan menuju konstan (cenderung turun) setelah temperatur 1000 °C, hal ini dapat dimungkinkan karena gas reduktor (CO) yang dibutuhkan untuk reaksi reduksi bijih tidak mencukupi. Pada saat eksperimen, kekurangan gas CO dapat terjadi karena laju aliran gas produser mengecil, seiring dengan berkurangnya tekanan gas dalam tabung model gas produser. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa bijih besi hematit Lampung tereduksi optimal pada temperatur 1000 °C (persen metalisisasi 84,25% dengan lama waktu proses reduksi 75 menit) dibandingkan pada temperatur 800 dan 900 °C. Sebagai hasil pembandingan Li, dkk. [12] melaporkan bahwa, peningkatan temperatur reduksi 1473 K (1200 °C) dengan waktu 50 menit, hanya memberikan tingkat metalisisasi sebesar 85,47%.

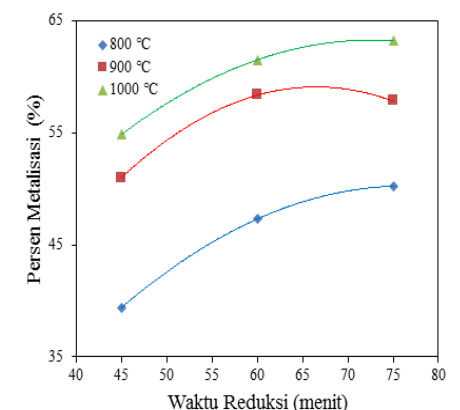
3.3. Pengaruh Variasi Waktu terhadap Persentase Metalisisasi Besi Spons

Pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa terdapat perbedaan pola kenaikan kurva persen metalisisasi terhadap waktu tahan untuk bijih besi ukuran -6+3 mm dan -12+10 mm. Semakin lama proses reduksi dilakukan maka persentase metalisisasi yang dihasilkan juga semakin tinggi. Namun demikian, pada gambar nampak kecenderungan penurunan persen metalisisasi pada waktu yang lebih lama dari 75 menit, hal ini dimungkinkan karena terbentuknya lapisan padat besi-metal pada permukaan besi oksida. Pada waktu tahan yang lebih lama ion Fe^{2+} mengalami difusi pada reaksi perubahan wustit menjadi besi metal yang pada akhirnya mengendap sebagai Fe (metal) pada permukaan besi oksida. Lapisan padat besi-metal ini akan menghambat difusi gas CO, sehingga proses reduksi akan menjadi semakin sulit. Penurunan konsentrasi gas CO pada kesetimbangan gas $CO-CO_2$ mengakibatkan konsentrasi reaksi produk CO_2 menjadi semakin banyak pada permukaan.

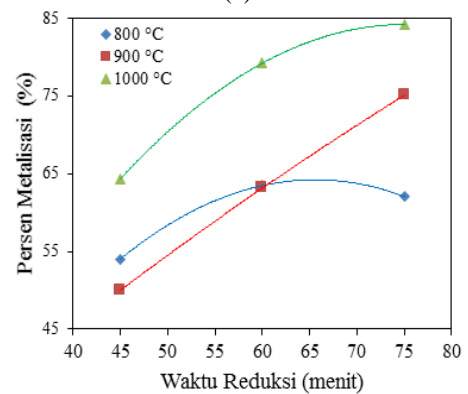
Bijih besi yang berukuran -12+10 mm, persentase metalisisasi tertinggi diperoleh pada lama waktu proses reduksi 75 menit dengan temperatur reduksi 1000 °C, yaitu sebesar 63,22%, sedangkan persentase metalisisasi terendah diperoleh pada lama waktu proses reduksi 45 menit dengan temperatur reduksi 800 °C, yaitu sebesar 39,40%. Hal ini menunjukkan bahwa pada waktu 75 menit reduksi berlangsung lebih optimal dibandingkan pada waktu reduksi 45 dan 60 menit, karena panas yang terserap dan reduksi besi oksida menjadi besi metal lebih maksimal. Temperatur reduksi, waktu reduksi, dan ukuran

bijih berpengaruh signifikan terhadap pertumbuhan partikel besi. Ukuran rata-rata partikel besi meningkat, dan partikel besi tumbuh seiring dengan peningkatan temperatur, waktu reduksi, atau pengecilan ukuran bijih besi [12].

Pada proses reduksi menggunakan gas CO atau H_2 , diperlukan penahanan waktu, untuk memberikan kesempatan gas-gas tersebut berdifusi terlebih dahulu sampai ke bagian inti bijih besi, agar proses reduksi berjalan dengan sempurna. Konsentrasi CO dan H_2 semakin besar maka proses reduksi terhadap biji besi lebih cepat dicapai, melalui reaksi kimia (1) $Fe_2O_3 + 3CO \rightarrow 2Fe + 3CO_2$ dan (2) $Fe_2O_3 + 3H_2 \rightarrow 2Fe + 3H_2O$.



(a)



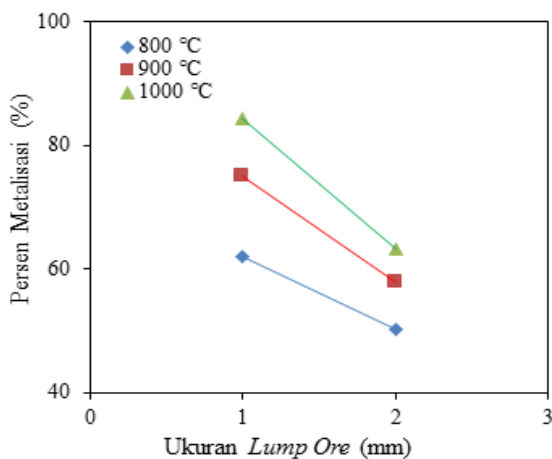
(b)

Gambar 4. Pengaruh variasi waktu terhadap persentase metalisisasi untuk ukuran bijih besi Lampung; (a) -6+3 mm dan (b) -12+10 mm

Namun demikian, konsentrasi produk reaksi CO_2 akan semakin banyak pada permukaan bijih besi dan dapat menghambat difusi gas CO dan H_2 , sehingga proses reduksi akan menjadi semakin sulit [13]. Karena itu, laju alir dan konsentrasi CO dan H_2 dalam gas produser sangat berpengaruh pada proses reduksi biji besi ini.

Pada penelitian ini, bertambahnya waktu reduksi sampai batas waktu tertentu akan meningkatkan persentase metalisisasi menuju

konstan. Dari hasil analisa metalisasi, logam Fe yang terbentuk semakin bertambah seiring bertambahnya waktu tinggal pada saat proses reduksi. Peningkatan ini terjadi, karena besi oksida telah tereduksi oleh gas CO dan H₂. Semakin lama waktu tinggal, semakin banyak pula logam Fe yang terbentuk. Namun demikian, terlalu lamanya waktu tahan untuk proses reduksi juga tidak selalu menghasilkan hasil yang bagus. Karena, waktu tahan yang terlalu lama akan menyebabkan penurunan persen metalisasi, diantaranya disebabkan oleh terbentuknya lapisan padat besi-metal pada permukaan besi oksida. Pada waktu tahan yang lebih lama ion Fe²⁺ mengalami difusi pada reaksi perubahan wustit menjadi besi metal. Fe (metal) ini mengendap pada permukaan besi oksida [12].



Gambar 5. Pengaruh variasi ukuran bijih besi Lampung terhadap persentase metalisasi

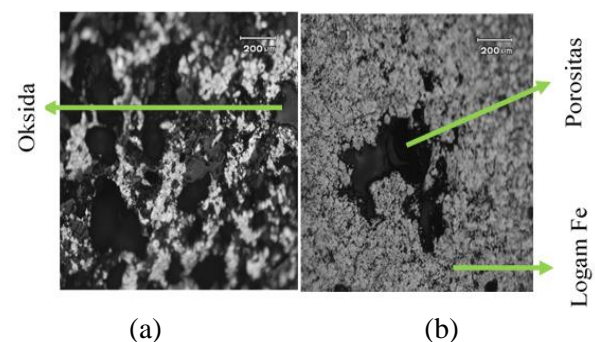
3.4. Pengaruh Variasi Ukuran Bijih Besi terhadap Persentase Metalisasi Besi Spons

Gambar 5 menunjukkan bahwa semakin besar ukuran bijih besi yang digunakan untuk proses reduksi maka persentase metalisasi yang dihasilkan semakin rendah. Persentase metalisasi tertinggi diperoleh pada bijih besi berukuran -6+3 mm dengan temperatur reduksi 1000 °C, yaitu sebesar 84,25%, sedangkan persentase metalisasi terendah diperoleh pada bijih besi berukuran -12+10 mm dengan temperatur reduksi 800 °C, sebesar 50,24%. Hal ini mengindikasikan bahwa bijih besi dengan ukuran -6+3 mm, reduksi berlangsung lebih optimal dibandingkan bijih besi dengan ukuran -12+10 mm. Bijih besi dengan ukuran yang lebih kecil memiliki lebih banyak porositas dibandingkan dengan bijih besi berukuran lebih besar. Porositas diperlukan untuk memudahkan proses difusi gas reduktor

pada bijih besi. Selain itu, makin kecil ukuran bijih, maka luas permukaannya akan makin besar, akibatnya kontak antara gas reduktor dengan bijih besi akan makin besar [14].

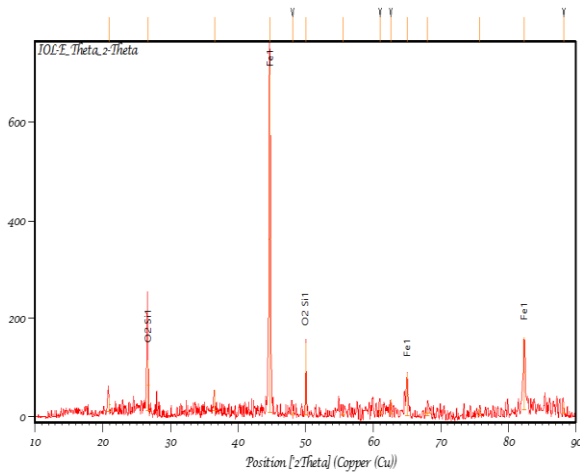
Gambar 6 memberi gambaran, bahwa porositas pada bijih besi ukuran -6+3 mm lebih banyak dibandingkan pada bijih besi ukuran -12+10 mm. Jumlah porositas pada bijih besi ukuran -6+3 mm sebanyak 39,48%, sedangkan jumlah porositas pada bijih besi ukuran -12+10 mm sebanyak 15,27%. Karena itu, berdasarkan hasil pengamatan porositas menggunakan *software Image-J* ini, ukuran bijih yang lebih optimal untuk dilakukan proses reduksi adalah bijih besi dengan ukuran -6+3 mm [10].

Besi spons dengan ukuran -6+3 mm direduksi pada temperatur 1000 °C dalam waktu 75 menit memberikan hasil terbaik pada penelitian ini dengan persentase metalisasi sebesar 84,25%. Hasil analisa XRD dari bijih besi dengan ukuran -6+3 mm dapat dilihat pada Gambar 7. Terlihat bahwa *puncak* tertinggi dan dominan yang terdapat pada grafik analisa XRD adalah unsur Fe [15].



Gambar 6. Porositas pada bijih besi Lampung ukuran; (a) -6+3 mm, dan (b) -12+10 mm

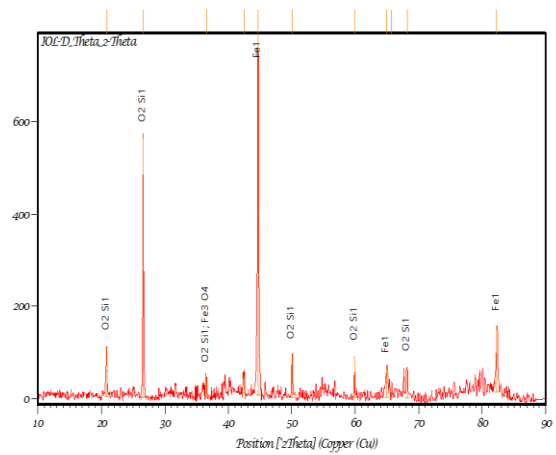
Hasil ini menunjukkan bahwa proses reduksi berlangsung dengan optimal, karena mineral besi oksida seperti hematit, magnetit dan wustit tidak terdeteksi. Selain itu, dari penelitian diperoleh pula besi spons dengan hasil terkecil yang terdapat pada bijih besi dengan ukuran awal -12+10 mm. Besi spons dengan ukuran awal -12+10 mm direduksi pada temperatur 800 °C dalam waktu 45 menit. Adapun persentase metalisasi yang diperoleh adalah sebesar 39,40%. Hasil analisa XRD dari bijih besi dengan ukuran awal -12+10 mm dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 7. Hasil Analisa XRD bijih besi dengan ukuran -6+3 mm

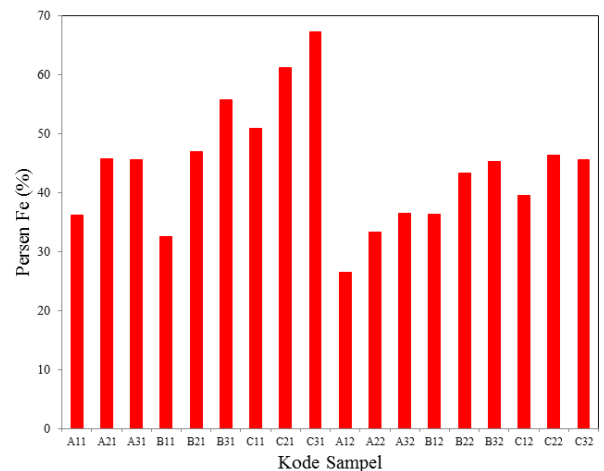
Pada Gambar 8 terlihat bahwa puncak tertinggi dan dominan yang terdapat pada grafik analisa XRD adalah unsur Fe [15]. Namun masih terdapat puncak mineral magnetit yang mengindikasikan proses reduksi bijih besi belum berlangsung optimal.

Atas dasar penelitian ini, diketahui bahwa variasi temperatur, waktu reduksi dan ukuran bijih besi mempengaruhi besarnya persentase Fe yang dihasilkan dalam besi spons. Besarnya persentase Fe pada tiap sampel bisa disajikan pada Gambar 9. Pada Gambar 9 nampak bahwa sampel dengan persentase Fe terbaik sebesar 67,36% Fe terdapat pada bijih besi dengan ukuran -6+3 mm. Bijih besi dengan ukuran -6+3 mm merupakan sampel besi spons yang mengalami reduksi pada kondisi temperatur 1000 °C, waktu tahan reduksi selama 75 menit. Sedangkan persentase Fe terkecil terdapat pada bijih besi dengan ukuran awal sebesar -12+10 mm dengan nilai sebesar 26,53% Fe. Bijih besi ini merupakan besi spons yang mengalami reduksi pada kondisi temperatur 800 °C, waktu tahan reduksi selama 45 menit. Gambar 9 juga bahwa sampel dengan persentase Fe terbaik sebesar 67,36% Fe terdapat bijih besi dengan ukuran awal -6+3 mm. Bijih besi dengan ukuran ini merupakan besi spons yang mengalami reduksi pada kondisi temperatur 1000 °C, waktu tahan reduksi selama 75 menit. Sedangkan persentase Fe terkecil terdapat pada bijih besi dengan ukuran awal -12+10 mm dengan nilai sebesar 26,53% Fe. Bijih besi dengan ukuran awal -12+10 mm mengalami reduksi pada kondisi temperatur 800 °C, waktu tahan reduksi selama 45 menit.



Gambar 8. Hasil analisa XRD bijih besi dengan ukuran awal -12+10 mm

Merujuk pada Peraturan Menteri ESDM No.1 Tahun 2014 tentang peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian mineral di dalam negeri dapat diketahui bahwa batas minimal pengolahan konsentrat bijih besi baik berupa hematit, magnetit ataupun pirit menjadi besi spons adalah sebesar 75% Fe [16]-[17]. Dari hasil penelitian diperoleh satu sampel yang hampir memenuhi syarat tersebut, yaitu pada sampel C31 dengan besar persentase Fe 67,36% Fe.



Gambar 9. Persentase Fe pada bijih besi ukuran; -6+3 mm (sampel C31) dan -12+10 mm (sampel A12)

Hal ini menunjukkan bahwa model gas produser dengan komposisi 25,51% CO, 20,03% H₂ dan 54,46% N₂ layak dipakai sebagai reduktor untuk mereduksi bijih besi Lampung. Hasil ini memberikan informasi, bahwa gas produser nyata hasil gasifikasi biomassa dapat digunakan sebagai reduktor untuk mereduksi bijih besi. Namun demikian, agar hasil reduksi lebih maksimal, masih perlu dilakukan kajian modifikasi ukuran bijih besi menjadi *pellet*.

4. KESIMPULAN

Persentase metalisasi tertinggi dicapai pada kondisi waktu tinggal reduksi selama 75 menit pada temperatur 1000 °C dengan bijih besi ukuran -6+3 mm dan -12+10 mm, masing-masing sebesar 84,25% dan 63,22%, Persentase Fe tertinggi dicapai pada kondisi waktu tinggal reduksi selama 75 menit pada temperatur 1000 °C dengan bijih besi ukuran -6+3 mm sebesar 67,36%. Sedangkan persentase Fe yang direduksi selama 60 menit pada temperatur 1000 °C dengan bijih besi ukuran -12+10 mm sebesar 46,35%.

Penggunaan model gas produser sebagai reduktor bijih bijih besi dapat memberikan hasil yang hampir memenuhi syarat minimal konsentrat pemurnian mineral bijih besi. Dengan demikian, gas produser nyata hasil gasifikasi limbah biomassa yang direpresentasikan dengan model gas produser tersebut, terbukti dapat mereduksi bijih besi dengan baik. Penggunaan batu bara dan gas alam sebagai reduktor untuk mereduksi bijih besi dapat disubstitusi dengan gas produser tersebut.

Penelitian lanjut akan diarahkan pada kajian kinetika reduksi bijih besi Lampung menggunakan reduktor gas produser (berbagai komposisi CO dan H₂) nyata hasil gasifikasi limbah biomassa. Gambaran mekanisme dan parameter laju reaksi selama proses reduksi bijih besi berlangsung, diharapkan dapat dicapai pada penelitian ini. Selain itu, untuk memaksimalkan keberhasilan proses reduksi bijih besi akan digunakan bijih besi yang telah berbentuk pelet dengan temperatur reduksi di atas 1000 °C.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih sebesar-besarnya kepada Balai Penelitian Teknologi Mineral-LIPI yang telah memberikan kesempatan untuk melakukan penelitian ini melalui kegiatan Insentif SINAS Kemenristek RI tahun 2013.

DAFTAR PUSTAKA

[1] J. Mulyono, "Prospek dan tantangan batu bara Indonesia," Seminar Himpunan Mahasiswa Teknik Pertambangan (HMTT), Universitas Trisakti, Jakarta, pp. 1-11, 2015.

[2] B. Kretschmer, A. Buckwell, C. Smith, E. Watkins dan B. Allen, "Recycling Agricultural, Forestry and Food Wastes and Residues for Sustainable Bioenergy and Biomaterials, Brussels: Science and

Technology Options Assessment", pp. 42-58, 2013.

- [3] E. Madadian, M. Lefsrud, C. A. P. Lee dan Y. Roy, "Green energy production: The potential of using biomass gasification," *Journal of Green Engineering*, vol. 4, pp. 101-116, 2014.
- [4] Suhartono, B. D. Prasetyo dan I. N. Azizah, "Synthetic gas (syngas) production in downdraft gasifier and its application as fuel using conventional domestic (LPG) stove," *Journal of Engineering and Applied Sciences*, vol. 11, no. 8, pp. 5238-5243, 2016.
- [5] H. Susanto, T. Suria dan S. H. Pranolo, "Economic Analysis of Biomass Gasification for Generating Electricity in Rural Areas in Indonesia," *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, vol. 334, pp. 012012, 2018. Doi :10.1088/1757-899X/334/1/012012.
- [6] Waluyanto, Suharyati, S. H. Pambudi, J. L. Wibowo, dan N. I. Pratiwi, "Outlook energi Indonesia 2018," Sekretariat Jenderal Dewan Energi Nasional, ISSN 2527-3000 Jakarta, pp. 39-72, 2018.
- [7] ISO 2597-2, Titrimetric Methods After Titanium (III) Chloride Reduction, Switzerland: ISO 2008, 2018.
- [8] ISO 16878, Iron Ore-Determination of Metallic Iron Content- Iron (III) Chloride Tittimetric Methode, Switzerland: ISO 16878, 2016.
- [9] Matsubara dan Rigakushi, "Chemical equilibrium between iron, carbon and oxygen," *Proceedings of the New York Meeting*, pp. 1-53, 1921.
- [10] R. Béchara, H. Hamadeh, O. Mirgoux dan F. Patisson, "Optimization of the iron ore direct reduction process through multiscale process modeling," *Materials*, vol. 11, no. 1094, pp. 2-18, 2018.
- [11] T. Lindstad, M. Syvertsen, R.J. Ishak, H.B. Arntzen dan P.O. Grøntvedt, "The influence of alkalis on the boudouard reaction," *Tenth International Ferrous Congress; INFACON X: Transformation through Technology*, pp. 261-271, 2004.
- [12] Y. Li, Y. Han, Y. Sun, P. Gao, Y. Li dan G. Gong, "Growth behavior and size characterization of metallic iron particles in coal-based reduction of oolitic hematite-coal composite briquettes," *Material*, vol. 8, no. 177, pp. 1-14, 2018.
- [13] H. Chena, Z. Zhenga dan W. Ship, "Investigation on the kinetics of iron ore fines reduction by CO in a micro-fluidized

- bed,” *Procedia Engineering*, vol. 102, pp. 1726 – 1735, 2015.
- [14] D. S. Scott dan F. A. L. Dullien, “Diffusion of ideal gases in capillaries and porous solids,” *A.I.Ch.E.*, vol. 8, no. 1, pp. 113-117, 1962.
- [15] M. Krispin, A. Ullrich dan S. Horn, “Crystal structure of iron-oxide nanoparticles synthesized from ferritin,” *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 14, no. 2, pp. 1-10, 2012.
- [16] E. Herianto, "Nilai tambah bijih besi Indonesia," *Prosiding Seminar Material Metalurgi*, pp. 35-42, 2013.
- [17] Suharto, Y. Supriyatna dan M. Amin, "Peleburan sponge iron pada tungku kupola menjadi hot metal," *Prosiding Seminar Nasional Insentif Riset SINas*, pp. 25-29, 2013.



STUDI PERHITUNGAN UKURAN BUTIRAN MAGNESIUM KARBONAT HASIL PROSES KARBONASI DENGAN METODE FREE SETTLER

Ayu Dwi Priyanti¹, Nadia Chrisayu Natasha^{2*}, Eko Sulistiyono², Fariza Eka Yunita²,
Ahmad Rizky Ramdhani², Dian Maruto Wijanarko¹

¹Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir. Sutami No. 36 A, Pucangsawit, Surakarta, Indonesia 57126

²Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Indonesia 15310

*E-mail : nadia_natasha90@yahoo.com

Masuk Tanggal : 18-07-2019, revisi tanggal : 05-08-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 06-11-2019

Intisari

Metode penghitungan ukuran butiran dengan proses pengendapan suspensi (*free settler*) merupakan metode pengukuran yang paling praktis dan sederhana. Prinsip metode ini adalah adanya gaya gravitasi yang berlawanan dengan gaya apung akibat dari tekanan fluida cair terhadap padatan. Pada tulisan ini dibahas mengenai penggunaan metode *free settler* sebagai rujukan dalam proses penghitungan ukuran butiran magnesium karbonat. Magnesium karbonat berukuran nano pada percobaan ini dibuat dengan cara pemanasan larutan magnesium bikarbonat menggunakan gelombang ultrasonik dan pemanasan biasa menggunakan *hot plate* dan *stirrer*. Hasil optimum penghitungan ukuran butiran yang dihasilkan melalui proses pemanasan ultrasonik pada amplitudo 30% selama 35 menit menggunakan metode *Stokes* berada pada rentang 0,491 μm – 1,072 μm , sedangkan ketika dilakukan analisis menggunakan PSA Nano (*particle size analyses*) ukuran butiran berada pada rentang 0,451 μm – 2,617 μm . Hal ini menunjukkan bahwa meskipun hasil penghitungan ukuran butiran dengan kedua metode analisis tersebut memberikan hasil yang berbeda, namun masih berada pada rentang ukuran yang beririsan. Selain itu, dapat dilihat adanya kecenderungan berkurangnya ukuran ketika dilakukan penambahan gelombang ultrasonik. Dari analisis tersebut diperoleh kesimpulan bahwa metode *free settler* dapat digunakan sebagai metode awal untuk memprediksi ukuran partikel terutama bagi lembaga riset yang belum memiliki peralatan pengukur ukuran partikel (PSA).

Kata Kunci: Kecepatan endapan, PSA nano, magnesium karbonat, suspensi

Abstract

Particle size measurement with the free settler method is the most practical and straightforward method. The principle of this method is the presence of gravity that is opposite with buoyancy due to the pressure between liquid and solid. This paper explains the use of the free settler method as a reference in the magnesium carbonate particle size measurement method. In this research, nano magnesium carbonate was made by heating magnesium bicarbonate solution using ultrasonic wave and hot plate. The optimum result of nano magnesium carbonate using ultrasonic heating process with 30% amplitude for 35 minutes by stokes method is 0.491 μm – 1.072 μm , while using the PSA (particle size analysis) is 0.451 μm – 2.617 μm . It shows that although the particle size measurement with those analysis methods has different results, they still have intersecting size range. It also can be seen that the grain size will be reduced when an ultrasonic wave is added. In this work, the free settler method can be used as a preliminary method to predict the particle size of nanomaterial should a PSA (particle size analyzer) is not available.

Keywords: Free settler, PSA nano, magnesium carbonate, suspension

1. PENDAHULUAN

Pembentukan material dengan ukuran butiran sehalus mungkin merupakan salah satu bentuk pengembangan penelitian material

maju. Hal ini terjadi karena material yang memiliki tingkat kehalusan tertentu dapat memperbaiki sifat fisik material tersebut [1]. Penelitian tentang pembuatan ukuran material

yang sangat halus diperlukan instrumentasi khusus seperti PSA (*particle size analyzer*) berukuran nano, SEM-EDS (*scanning electron microscopy- energy dispersive spectrometry*), dan XRD (*x-ray diffraction*). Namun, terdapat alternatif pengukuran butiran tanpa menggunakan peralatan instrumentasi yaitu melalui pengukuran kecepatan endapan atau yang disebut dengan pengukuran *free settler*. Fungsi utama dalam analisis ukuran partikel adalah untuk mendapatkan data kuantitatif mengenai ukuran dan distribusi ukuran partikel secara akurat. Karena partikel memiliki bentuk yang berbeda – beda seperti bentuk bola, kubus, bulat, asimetris dan lain sebagainya maka dikembangkan teori diameter *equivalent*, yang dikenal dengan *stokes* diameter [2].

Metode pengukuran *free settler* telah lama digunakan untuk memprediksi ukuran partikel dengan cara memasukkan sejumlah partikel ke dalam media cair dengan konsentrasi kurang dari 15% padatan [2]. Dasar dari metode pengukuran *free settler* ialah setiap partikel yang masuk ke dalam cairan akan turun akibat dari adanya gaya gravitasi, tetapi gaya apung antara cairan dan padatan akan melawan pergerakan partikel tersebut [2]. Perlawanan antara gaya apung dengan gaya gravitasi akan mempengaruhi kecepatan turunnya partikel di dalam fluida cair. Oleh sebab itu setiap partikel akan mengalami waktu penurunan yang berbeda – beda, dimana partikel dengan ukuran butiran besar cenderung lebih cepat untuk turun jika dibandingkan dengan partikel yang berukuran kecil. Proses kecepatan penurunan partikel dalam fluida dipengaruhi oleh densitas fluida, densitas partikel, kekentalan fluida dan gaya gravitasi [2]. Pengaruh kecepatan penurunan partikel dalam fluida kemudian dirumuskan oleh *stokes*, dengan persamaan [3]:

$$V = \frac{d^2 g (\rho_s - \rho_f)}{18 \eta} \dots\dots\dots (1)$$

dimana :

- V = Kecepatan Pengendapan (m/s)
- d = Diameter Partikel (m)
- g = Percepatan Gravitasi (m/s²)
- ρ_s = Densitas partikel (kg/m³)
- ρ_f = Densitas Fluida (kg/m³)
- η = Viskositas cairan (Ns/ m²)

Untuk dapat menghitung besar ukuran partikel rata – rata, maka persamaan (1) dapat diubah menjadi:

$$d^2 = V x \left(\frac{18 \eta}{g x (\rho_s - \rho_f)} \right) \dots\dots\dots (2)$$

Jika fluida yang digunakan adalah air dan padatannya berupa magnesium karbonat maka nilai konstanta yang diperoleh berdasarkan literatur yaitu :

- η air , 20 °C = 1 x 10⁻³ Ns/m²
- ρ_{air} = 1 g/ cm³
- ρ_{hidromagnesite} = 1,840 kg/ m³
- Gravitasi bumi = 9,807 m / s²

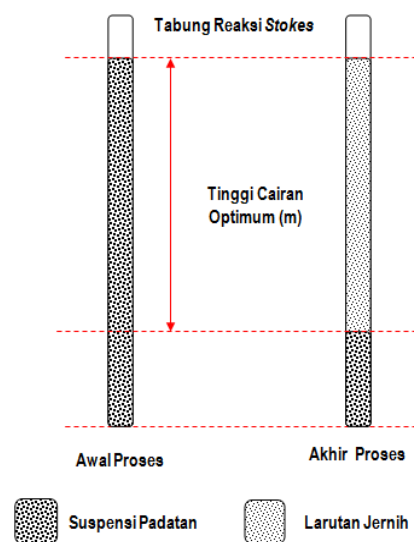
Dengan memasukkan nilai konstanta tersebut ke dalam persamaan (2) maka persamaan tersebut dapat disederhanakan menjadi:

$$d^2 = V x 2,1852 x 10^{-6} \dots\dots\dots (3)$$

dimana :

- d = diameter partikel (m)
- V = kecepatan suspensi cairan turun (m/s)

Pengukuran dengan metode *free settler* mengacu pada persamaan *stokes* di atas dengan adanya sebuah parameter berupa pengukuran perbedaan ketinggian optimum (H). Ketinggian optimum (H) terjadi karena partikel yang memiliki massa jenis tinggi akan mengendap terlebih dahulu kemudian diikuti oleh partikel dengan massa jenis rendah sehingga menghasilkan larutan jernih (*daerah supernatant*). Fenomena ini dapat diamati dalam Gambar 1.



Gambar 1. Ilustrasi pengukuran laju endap dengan metode *free settler* [2]

Pada proses pengukuran ukuran dengan metode *free settler*, media yang dapat digunakan tidak hanya berupa air, tetapi juga

dapat berupa media organik seperti etilen glicol butanol, dan iso propanol [4]. Syarat penggunaan fluida pada metode pengukuran *free settler* adalah fluida tidak bereaksi dengan padatan yang diukur, tidak terlalu kental (viskositas tinggi) dan memiliki tegangan permukaan yang rendah [5]. Hingga saat ini metode *free settler* masih digunakan sebagai metode pengukuran di dunia farmasi dan pengukuran ukuran butiran di lapangan [5]. Pengukuran ukuran partikel dengan metode *free settler* dapat juga digunakan untuk partikel yang memiliki ukuran lebih besar dari 0,1 mikron atau 100 nm dengan syarat penambahan padatan ke dalam fluida kurang dari 15% padatan [6].

Proses pembentukan butiran hidromagnesit ($MgCO_3 \cdot nH_2O$) dari larutan magnesium bikarbonat yang dipanaskan menggunakan gelombang ultrasonik dan tanpa gelombang ultrasonik dilakukan pada penelitian ini. Penggunaan gelombang ultrasonik diharapkan dapat memperkecil ukuran butiran karena adanya energi aktivasi. Proses aktivasi dihasilkan karena adanya energi plasma yang mampu memanaskan plasma hingga temperatur 5500 °C dengan tekanan sampai 2000 atm pada *hotspot* yang sangat kecil [7]. Dengan dihasilkannya ukuran *hotspot* yang sangat kecil, maka energi aktivasi dapat ditingkatkan dan pemecahan butiran menjadi lebih cepat [7]. Penambahan gelombang ultrasonik yang efektif untuk memicu pemecahan butiran baik pada skala laboratorium maupun komersial yaitu pada intensitas 50 hingga 500 watt / cm² [7].

Selanjutnya, metode *free settler* digunakan untuk mengukur partikel magnesium karbonat sebagai langkah awal penentuan ukuran butiran. Setelah diperoleh ukuran butiran yang optimum, kemudian dilakukan analisis menggunakan PSA Nano. Penelitian mengenai penghitungan ukuran partikel sebelumnya sudah pernah dilakukan oleh Rondang Tambun pada tahun 2016 [8]. Perbedaan yang dilakukan antara penelitian terdahulu dan penelitian ini adalah pada metode yang digunakan. Penelitian sebelumnya menggunakan metode BWM (*buoyancy weighing – bar method*). Oleh sebab itu tujuan dari tulisan ini adalah untuk mengetahui keakuratan metode *free settler* sebagai metode awal dalam penentuan ukuran partikel sebelum dilakukan analisis dengan instrumen. Dengan demikian, hal ini dapat membantu untuk mengetahui kecenderungan ukuran partikel secara efektif dan efisien.

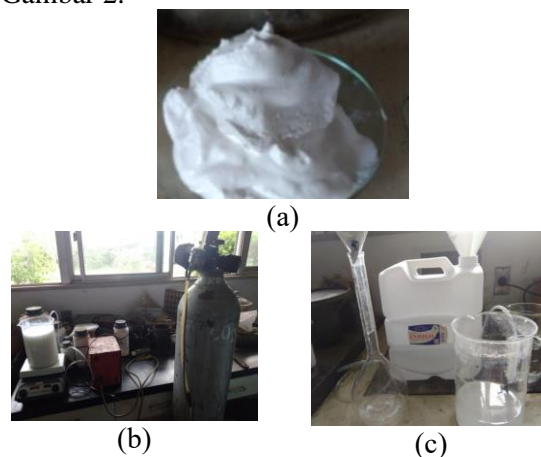
2. PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan magnesium bikarbonat yang berasal dari proses pengolahan dolomit hasil tambang P.T. Polowijo Gosari, Gresik. Dolomit merupakan mineral berbasis karbonat yang senyawa utamanya tersusun atas kalsium karbonat dan magnesium karbonat [9]. Jika dilakukan proses kalsinasi pada dolomit, maka akan menghasilkan dua senyawa yang berbeda yaitu senyawa $CaCO_3 \cdot MgO$ jika dilakukan kalsinasi parsial dan senyawa $CaO \cdot MgO$ jika dilakukan kalsinasi total [10]. Larutan magnesium bikarbonat sebagai bahan baku percobaan memiliki kadar magnesium yang sangat tinggi dan kadar kalsium yang cukup rendah. Hasil analisis ICP (*inductively coupled plasma*) yang telah dilakukan terhadap larutan magnesium bikarbonat dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis ICP larutan magnesium bikarbonat

No	Keterangan	Kadar (ppm)	
		Mg	Ca
1	Bahan-baku Proses	1446,42	45,794

Larutan magnesium bikarbonat tersebut diperoleh dari proses kalsinasi parsial dolomit atau yang disebut dengan kalsin dolomit. Selanjutnya, kalsin dolomit ditambahkan air sehingga terbentuk pulp magnesium hidroksida ($MgOH$) dan kalsium karbonat ($CaCO_3$). Pulp tersebut kemudian diencerkan dengan air dan diberikan gas karbon dioksida (CO_2) sehingga terbentuk larutan magnesium bikarbonat [10], [11]-[12]. Persiapan bahan baku larutan magnesium bikarbonat dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Persiapan bahan baku larutan magnesium bikarbonat; (a) Bubur magnesium hidroksida, (b) Proses karbonasi, (c) Larutan magnesium bikarbonat

Pada percobaan ini dilakukan proses pembuatan padatan magnesium karbonat dari larutan magnesium bikarbonat dengan proses pemanasan menggunakan *hot plate* dan gelombang ultrasonik dengan temperatur masing-masing 90 °C. Larutan magnesium bikarbonat yang digunakan memiliki konsentrasi magnesium 1446,42 ppm dengan volume 200 ml. Pada proses pemanasan menggunakan gelombang ultrasonik, frekuensi yang digunakan adalah 20 kHz dengan amplitudo bervariasi antara 20% dan 30% selama 10-40 menit.

2.1. Persiapan Bahan Baku

Bahan baku yang berupa larutan magnesium bikarbonat disiapkan dengan cara melarutkan pulp MgOH sebanyak 93,33 gram ke dalam 2 L air sehingga diperoleh suspensi 3,4% padatan. Selanjutnya suspensi tersebut dialirkan gas karbon dioksida pada temperatur ruang sehingga terjadi penurunan pH dari 10 menjadi 8. Setelah terjadi penurunan pH menjadi 8, suspensi dilakukan proses penyaringan untuk memperoleh padatan dan filtrat. Filtrat yang diperoleh adalah larutan magnesium bikarbonat yang selanjutnya digunakan sebagai bahan baku untuk proses pembuatan magnesium karbonat sedangkan padatannya yang berupa kalsium karbonat tidak digunakan.

2.2. Pembuatan Magnesium Karbonat tanpa gelombang ultrasonik

Sebanyak 200 ml larutan magnesium bikarbonat dipanaskan dan diaduk pada temperatur 90 °C menggunakan *hot plate* dan tanpa gelombang ultrasonik. Proses pemanasan dilakukan selama 10; 15; 20; 25 dan 30 menit. Selanjutnya hasil dari proses pemanasan dimasukkan ke dalam tabung uji *stokes* untuk diukur laju pengendapannya dengan cara menghitung waktu yang dibutuhkan bagi partikel untuk mengendap sempurna.

2.3. Pembuatan Magnesium Karbonat dengan Gelombang Ultrasonik

Larutan magnesium bikarbonat sebanyak 200 ml diaduk dengan *magnetic stirrer* di atas *hot plate* tanpa dilakukan pemanasan. Kemudian, gelas beaker dimasukkan *probe* ultrasonik dan dinyalakan gelombang ultrasonik sehingga temperaturnya meningkat dan dijaga agar temperatur tidak melebihi 90 °C. Proses ultrasonik dilakukan selama 10; 15; 20; 25; 30; 35 dan 40 menit. Pada proses ultrasonik ini menggunakan dua jenis amplitudo yaitu 20% dan 30%. Lalu hasil dari

proses tersebut dimasukkan ke dalam tabung uji *stokes* untuk diukur laju pengendapannya.

2.4. Analisis Ukuran Partikel

Titik optimum diperoleh setelah dilakukan pengujian analisis *stokes* dengan cara membandingkan laju pengendapan dalam satu variabel. Hasil yang optimum terjadi ketika waktu yang dibutuhkan untuk pengendapan partikel lebih lama jika dibandingkan dengan yang lain. Hal tersebut disebabkan oleh semakin halus butiran maka laju pengendapan partikel akan semakin lama. Titik optimum yang diprediksi mengandung partikel paling halus dilakukan tahap pengujian berikutnya yaitu instrumentasi PSA (*particle size analyzer*) dan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectrometry*).

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1. Pengukuran Laju Endap dengan Persamaan Stokes

Hasil pengukuran laju pengendapan dengan persamaan *stokes* menunjukkan bahwa proses ultrasonik memberikan ketinggian padatan yang berbeda dengan proses tanpa menggunakan ultrasonik. Hasil pengukuran tinggi cairan optimum (H) pada proses pengendapan dengan persamaan *stokes* dapat dilihat pada Gambar 3.

Dari Gambar 3 terlihat bahwa tanpa penggunaan gelombang ultrasonik diperoleh nilai H yang lebih kecil jika dibandingkan dengan adanya penambahan gelombang ultrasonik. Nilai H yang paling tinggi tercapai ketika amplitudo gelombang ultrasonik yang diberikan sebesar 30% yaitu 0,31 m. Dengan demikian fenomena tersebut mengindikasikan bahwa penambahan gelombang ultrasonik mampu memecah partikel dan menghasilkan ukuran butiran yang lebih kecil. Hal ini dapat terjadi karena gelombang ultrasonik dapat menghasilkan energi kinetik yang cepat sehingga menyebabkan terjadinya pemecahan ikatan kimia dan pertumbuhan inti molekul menjadi terhambat [13].

Disamping itu, proses yang tidak menggunakan ultrasonik memiliki nilai H optimum yang kecil yaitu 0,222 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 20 menit. Hal ini menunjukkan bahwa kolom reaktor pada proses yang tidak menggunakan gelombang ultrasonik lebih dipenuhi oleh partikel-partikel padatan jika dibandingkan dengan proses ultrasonik. Fenomena tersebut disebabkan oleh semakin besar ukuran partikel

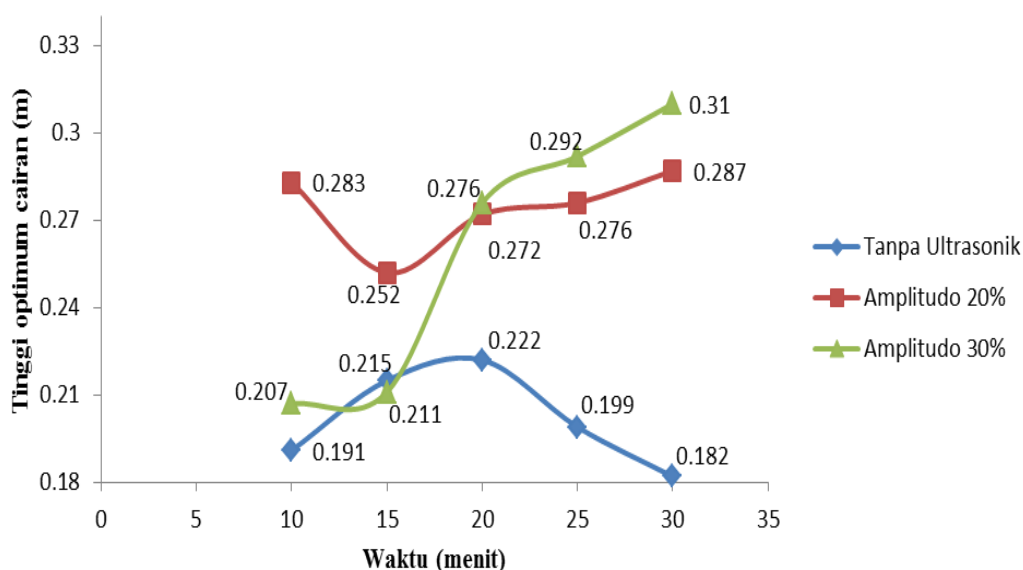
padatan maka semakin kecil ruang antar partikel yang diberikan sehingga menghasilkan ketinggian padatan dalam kolom *stokes* semakin rendah.

Pada proses penambahan amplitudo gelombang ultrasonik 20%, nilai H maksimum yang diperoleh yaitu 0,287 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 30 menit. Nilai H yang diperoleh tidak jauh berbeda ketika proses pemanasan dilakukan selama 10 menit yaitu 0,283 m. Di lain sisi, proses pemanasan ketika menggunakan gelombang ultrasonik dengan amplitudo 20% dan 30% menghasilkan nilai H yang terus menerus meningkat. Oleh sebab itu, perlu dilakukan optimasi agar diperoleh waktu dan nilai H optimum pada proses ultrasonik dengan ampiltudo 20% dan 30%. Proses optimasi dilakukan dengan cara penambahan waktu pemanasan menjadi 35 dan 40 menit. Hasil dari proses optimasi menggunakan gelombang ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 4. Pada Gambar 3 terlihat bahwa tanpa penggunaan gelombang ultrasonik diperoleh nilai H yang lebih kecil jika dibandingkan dengan adanya penambahan gelombang ultrasonik. Nilai H yang paling tinggi tercapai ketika amplitudo gelombang ultrasonik yang diberikan sebesar 30% yaitu 0,31 m. Dengan demikian fenomena tersebut mengindikasikan bahwa penambahan gelombang ultrasonik mampu memecah partikel dan menghasilkan ukuran butiran yang lebih kecil. Hal ini dapat terjadi karena gelombang ultrasonik dapat menghasilkan energi kinetik yang cepat sehingga menyebabkan terjadinya pemecahan

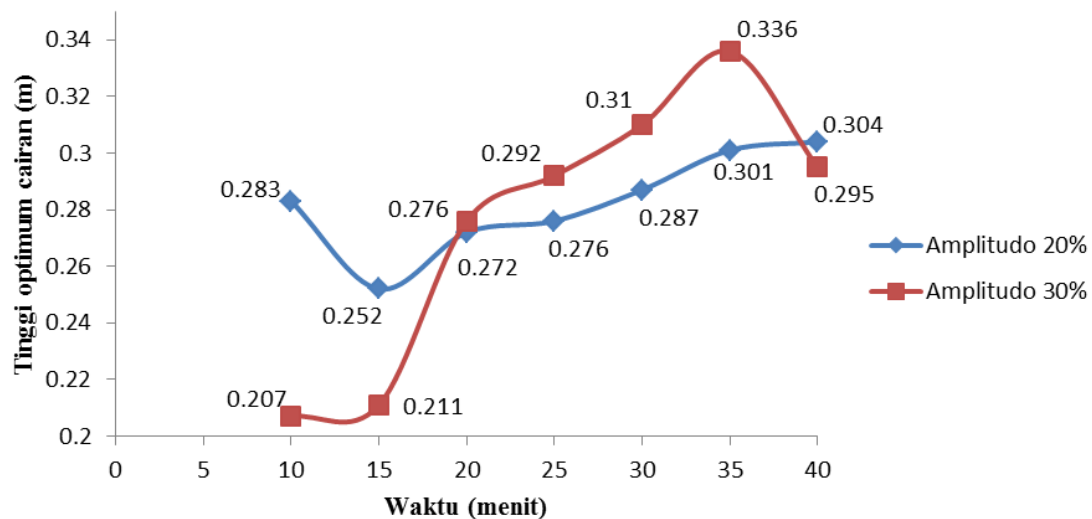
ikatan kimia dan pertumbuhan inti molekul menjadi terhambat [13].

Di samping itu, proses yang tidak menggunakan ultrasonik memiliki nilai H optimum yang kecil yaitu 0,222 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 20 menit. Hal ini menunjukkan bahwa kolom reaktor pada proses yang tidak menggunakan gelombang ultrasonik lebih dipenuhi oleh partikel-partikel padatan jika dibandingkan dengan proses ultrasonik. Fenomena tersebut disebabkan oleh semakin besar ukuran partikel padatan maka semakin kecil ruang antar partikel yang diberikan, sehingga menghasilkan ketinggian padatan dalam kolom *stokes* semakin rendah.

Pada proses penambahan amplitudo gelombang ultrasonik 20%, nilai H maksimum yang diperoleh yaitu 0,287 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 30 menit. Nilai H yang diperoleh tidak jauh berbeda ketika proses pemanasan dilakukan selama 10 menit yaitu 0,283 m. Di lain sisi, proses pemanasan ketika menggunakan gelombang ultrasonik dengan amplitudo 20% dan 30% menghasilkan nilai H yang terus menerus meningkat. Oleh sebab itu, perlu dilakukan optimasi agar diperoleh waktu dan nilai H optimum pada proses ultrasonik dengan ampiltudo 20% dan 30%. Proses optimasi dilakukan dengan cara penambahan waktu pemanasan menjadi 35 dan 40 menit. Hasil dari proses optimasi menggunakan gelombang ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 3. Perbedaan tinggi optimum cairan (H) terhadap waktu menggunakan metode *stokes*



Gambar 4. Perbedaan tinggi optimum cairan (H) terhadap waktu menggunakan metode *stokes*

Berdasarkan Gambar 4, penambahan waktu proses pemanasan ketika menggunakan gelombang ultrasonik dapat menghasilkan nilai H yang optimum yaitu 0,336 m. Nilai H tersebut diperoleh ketika proses pemanasan menggunakan amplitudo gelombang ultrasonik 30% dilakukan selama 35 menit. Pada saat proses pemanasan dilakukan selama 40 menit nilai H mengalami penurunan menjadi 0,295 m. Jika dibandingkan dengan pemberian gelombang ultrasonik amplitudo 20%, nilai H yang diperoleh antara waktu proses 35 menit dan 40 menit tidak berbeda jauh yaitu 0,301 dan 0,304 secara berurutan.

Selanjutnya dilakukan pengukuran kecepatan pengendapan dengan cara menghitung waktu yang dibutuhkan bagi partikel untuk mengendap sempurna. Hasil perhitungan waktu pengendapan pada proses pemanasan larutan magnesium bikarbonat dengan *hot plate* dan proses ultrasonik dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Perhitungan waktu pengendapan menggunakan *hot plate* dan proses ultrasonik

No	Waktu Proses (menit)	Waktu Pengendapan (t) dalam menit		
		Tanpa Ultrasonik	Ultrasonik Amplitudo 20%	Ultrasonik Amplitudo 30%
1	10	93,12	1.362,35	2.368,29
2	15	93,92	1.780,27	2.206,15
3	20	108,71	1.598,23	2.470,16
4	25	110,00	1.443,38	2.465,44
5	30	94,91	1.424,55	2.443,03
6	35	-	1.417,58	2.498,08
7	40	-	1.391,39	2.494,76

Dari hasil perhitungan pada Tabel 3 terlihat bahwa proses pemanasan tanpa ultrasonik menghasilkan waktu pengendapan yang jauh lebih cepat jika dibandingkan dengan proses pemanasan menggunakan gelombang

ultrasonik. Hasil perhitungan tersebut menunjukkan bahwa partikel yang berasal dari proses ultrasonik mempunyai ukuran yang lebih kecil. Jika membandingkan antara pengaplikasian amplitudo 30% dan 20%, pada amplitudo ultrasonik 30% menghasilkan ukuran butiran yang lebih kecil dibandingkan dengan amplitudo ultrasonik 20%. Hal ini dapat dilihat dari waktu yang dibutuhkan untuk pengendapan partikel-partikel pada amplitudo 30% jauh lebih lama dari pada waktu dengan amplitudo 20%. Fenomena tersebut disebabkan oleh adanya hubungan yang linear antara nilai amplitudo dengan daya serta energi yaitu semakin tinggi daya serta energi yang diberikan maka nilai amplitudo yang dihasilkan semakin tinggi pula [14]. Tingginya daya serta energi tersebut maka akan berakibat pada pengurangan ukuran partikel [15].

Dengan memasukkan data hasil pengukuran perbedaan ketinggian (Tabel 2) dan waktu pengendapan (Tabel 3) ke dalam persamaan (3) maka dapat diperkirakan ukuran diameter partikel yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Perhitungan ukuran partikel magnesium karbonat

No	Waktu Proses (menit)	Ukuran Partikel Magnesium Karbonat (μm)		
		Tanpa Ultrasonik	Ultrasonik Amplitudo 20 %	Ultrasonik Amplitudo 30 %
1	10	17,365	1,082	1,072
2	15	18,284	1,043	0,967
3	20	15,178	0,972	0,914
4	25	15,428	0,964	0,775
5	30	17,922	0,966	0,663
6	35	-	0,915	0,491
7	40	-	0,949	0,747

Berdasarkan Tabel 4, terlihat bahwa ukuran partikel optimum yang diperoleh dari proses pemanasan larutan magnesium bikarbonat

tanpa menggunakan gelombang ultrasonik adalah ketika proses pemanasan dilakukan selama 20 menit. Dimana ukuran partikel yang diperoleh sekitar 15 mikron yaitu 15,178 nm. Sedangkan pada proses pemanasan dengan gelombang ultrasonik diperoleh ukuran partikel antara 491 hingga 1,082 nm atau berada pada rentang ukuran 0,5 – 1,1 mikron. Hasil tersebut mengindikasikan bahwa proses pemanasan dengan metode ultrasonik dapat mengurangi ukuran partikel sepertiga kali lebih kecil dari proses pemanasan tanpa menggunakan ultrasonik. Lalu ketika amplitudo ultrasonik sebesar 20% dan 30% diberikan, terlihat bahwa dengan menggunakan amplitudo ultrasonik 30% menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil jika dibandingkan dengan penggunaan amplitudo ultrasonik 20%. Dengan demikian dari hasil pengukuran dengan menggunakan persamaan (3) diperoleh tiga hasil optimum yaitu tanpa ultrasonik terjadi pada waktu pengadukan 20 menit, dengan amplitudo ultrasonik 20% dan amplitudo ultrasonik 30% terjadi pada waktu pengadukan 35 menit. Oleh sebab itu data – data tersebut yang akan dilakukan pengujian PSA.

3.2. Analisis PSA Nano

Analisis PSA Nano dilakukan pada tiga sampel yaitu proses pemanasan magnesium bikarbonat tanpa gelombang ultrasonik selama 20 menit, proses pemanasan magnesium bikarbonat dengan gelombang ultrasonik pada amplitudo 20% dan 30% selama 35 menit. Hasil analisis PSA tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil uji dengan instrumen PSA Nano

No	Perlakuan	Hasil PSA (μm)	
		Ukuran Partikel	Rata-rata Ukuran
1	Tanpa ultrasonik	6,456 – 95,688	34,829
2	Ultrasonik 20%	1,768 – 8,504	2,725
3	Ultrasonik 30%	0,451 – 2,617	0,834

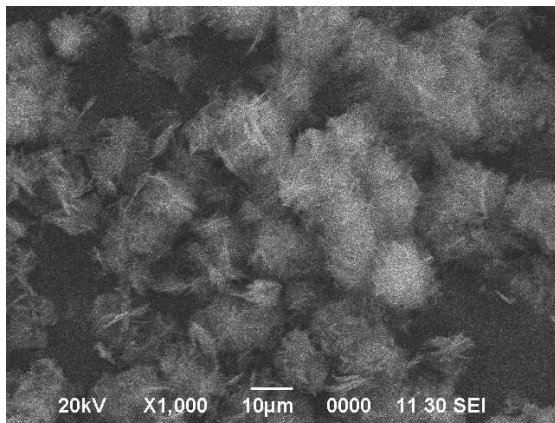
Dari Tabel 5 terlihat bahwa ukuran partikel pada proses pembentukan hidromagnesit dari larutan magnesium bikarbonat tidak berukuran nano. Ukuran partikel yang dihasilkan memiliki rentang yang cukup jauh dari material nano yang memiliki ukuran rentang 1 sampai 100 nm [16]. Oleh karena itu untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan penyempurnaan dengan cara menambah waktu proses, penggunaan amplitudo yang lebih tinggi atau menggunakan jenis media lain.

Berdasarkan hasil analisis menggunakan persamaan *stokes* diperoleh hasil yang berbeda dari analisis PSA. Namun, ukuran partikel yang dihasilkan oleh metode *stokes* masih berada di dalam rentang ukuran partikel saat menggunakan analisis PSA. Fenomena ini dapat dilihat pada Tabel 4 yakni dengan persamaan *stokes* pada proses pemanasan tanpa gelombang ultrasonik menghasilkan ukuran partikel dalam rentang 15,178 μm - 18,284 μm , sedangkan berdasarkan analisis PSA Nano ukuran partikel berada dalam rentang 6,456 μm – 95,688 μm .

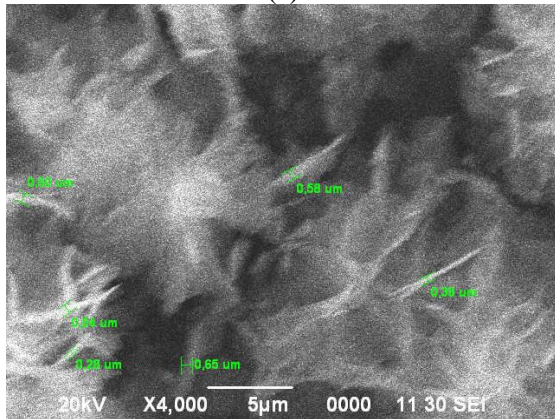
Kondisi yang sama juga terjadi pada proses penggunaan gelombang ultrasonik dengan amplitudo 30% yaitu melalui metode *stokes* ukuran partikel yang diberikan berada pada rentang 0,491 μm – 1,072 μm , sedangkan berdasarkan analisis PSA Nano ukuran partikel berada pada rentang 0,451 μm – 2,607 μm . Selain itu menurut hasil perhitungan menggunakan persamaan *stokes* dan analisis PSA menunjukkan kecenderungan yang sama yaitu proses pemecahan ukuran partikel dipengaruhi oleh penambahan gelombang ultrasonik dan amplitudo. Dimana ukuran partikel akan semakin kecil ketika menggunakan gelombang ultrasonik dan amplitudo yang tinggi [14]-[15]. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa persamaan *stokes* dapat digunakan untuk mengetahui kecenderungan ukuran partikel yang akan dihasilkan dalam sebuah proses.

3.3. Analisis SEM

Analisis SEM dari partikel yang dihasilkan melalui proses pemanasan dan proses penambahan ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 3. Menurut Gambar 3 terlihat bahwa magnesium karbonat terbentuk dari hasil proses pengolahan larutan magnesium bikarbonat dengan penambahan gelombang ultrasonik. Hal ini dapat dilihat pada penampakan morfologi padatan yang terbentuk berupa lembaran tipis yang mengalami aglomerasi dan membentuk butiran (Gambar 3(a)). Bentuk morfologi yang serupa juga terjadi pada penelitian N. T. Dung di tahun 2018 [17] yaitu terbentuknya senyawa magnesium karbonat berupa lembaran tipis yang mengalami aglomerasi dan membentuk butiran. Berdasarkan Gambar 3(b), terlihat bahwa ukuran butiran yang dihasilkan berukuran mikron. Hal ini ditunjukkan oleh ketebalan lembarannya yang berkisar 0,28 μm sampai 0,80 μm .

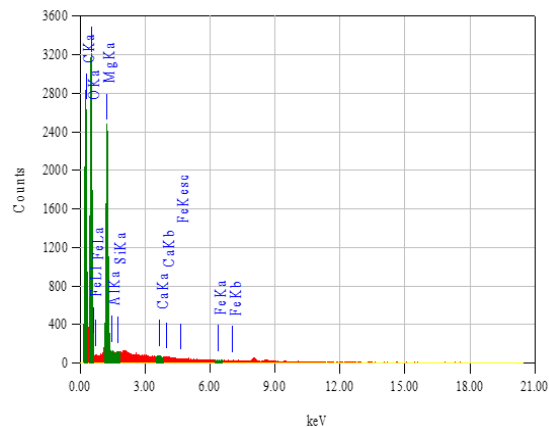


(a)



(b)

Gambar 3. Hasil SEM partikel magnesium karbonat pada amplitudo 30% dan waktu 35 menit dengan perbesaran skala bar 5 mikron dan 10 mikron : (a) skala bar 10 µm, (b) skala bar 5 µm



Gambar 4. Hasil EDS partikel magnesium karbonat pada amplitudo 30% dan waktu 35 menit

Dari hasil analisis *free settler* dan analisis PSA terlihat ukuran butiran cenderung lebih besar daripada analisis SEM. Hal ini mengindikasikan partikel – partikel mengalami *aglomerasi* atau pengelompokan lembaran senyawa magnesium karbonat menjadi butiran dengan ukuran yang lebih besar. Padatan tersebut kemudian dilakukan analisis EDS untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalamnya. Analisis EDS menunjukkan

bahwa sampel padatan didominasi oleh unsur karbon, oksigen dan magnesium. Fenomena ini ditunjukkan oleh *peak – peak* Mg, C dan O jauh lebih tinggi jika dibandingkan dengan peak unsur – unsur lain seperti Al, Si, Ca dan Fe. Dengan demikian dapat disimpulkan senyawa yang teramati adalah magnesium karbonat. Hasil analisis EDS (*energy dispersive spectrometry*) dapat dilihat pada Gambar 4.

Menurut Tabel 5, terlihat bahwa butiran yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang cukup tinggi. Hal ini terlihat dari rendahnya unsur pengotor yang terdapat dalam senyawa tersebut seperti aluminium, kalsium dan silika yang kurang dari 1%.

Tabel 5. Hasil analisis semi kuantitatif dengan metode EDS

No	Nama Unsur	Kadar (% berat)
1	Karbon (C)	42,66
2	Oksigen (O)	46,89
3	Magnesium (Mg)	10,13
4	Aluminium (Al)	0,30
5	Silikon (Si)	0,02
6	Kalsium (Ca)	0,03
7	Besi (Fe)	0,00

4. KESIMPULAN

Analisis *free settler* menggunakan Persamaan *stokes* masih layak digunakan sebagai analisis awal ukuran butiran. Meskipun hasil analisis *free settler* berbeda dengan analisis PSA Nano, namun hasil analisis *free settler* dan analisis PSA Nano menunjukkan kecenderungan yang sama, yaitu ukuran partikel akan dipengaruhi oleh gelombang ultrasonik dan amplitudo. Hasil pengukuran ukuran partikel optimum terjadi pada proses pemanasan ultrasonik amplitudo 30% dan waktu 35 menit yakni pada rentang 0,491 µm sampai 1,072 µm ketika menggunakan metode *stokes* dan pada rentang 0,451-2,617 µm ketika diukur menggunakan PSA Nano.

Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa padatan yang terbentuk berupa senyawa magnesium karbonat. Hal ini dapat dilihat dari bentuk material berupa lembaran tipis yang mengalami aglomerasi menjadi butiran dengan ukuran lebih besar. Selain itu, menurut analisis SEM butiran magnesium karbonat memiliki tingkat kemurnian yang tinggi yaitu ditunjukkan oleh pengotor Al, Si, Ca dan Fe yang sangat rendah.

Dari analisis tersebut dapat diambil kesimpulan bahwa metode *free settler* dapat digunakan sebagai metode awal penghitungan

ukuran butiran material walaupun pada penelitian ini masih belum dihasilkan partikel berukuran nano sehingga masih perlu dilakukan penelitian lebih lanjut.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI yang telah mendanai kegiatan ini melalui Kegiatan Kompetensi Inti Tahun Anggaran 2019.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. Pokhrel, N. Pala, dan P. K. Vabbina, "Sonochemistry: Science and Engineering," *Ultrasonics Sonochemistry* vol. 29, pp. 104-128, 2016. Doi: 10.1016/j.ultsonch.2015.07.023.
- [2] B. A. Wills dan T. N. Munn, "*Mineral Processing Technology : An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral*," 7th edn., Elsevier Science and technology Books, pp. 90-107, 2006.
- [3] Stokes, G. G. 1891. *Mathematical and Physical Papers*. 3rd edn. Cambridge: Cambridge University Press.
- [4] E. Sulistiyono, M. Azwar, F. Firdiyono, "Pengaruh media suspensi terhadap proses ultrasonik milling pada partikel hydromagnesite," *Majalah Metalurgi*, vol. 27, no. 2, pp. 135-140, 2012.
- [5] T. Allen, "*Powder sampling and particle size determination*," 1st edn, Pharmaceutical Technology, Wilmington: Elsevier B.V, pp. 56-88, 2003.
- [6] M. Altiner, dan M. Yildirim, "Preparation of periclase (MgO) nanoparticles from dolomite by pyrohydrolysis-calcination processes", *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, vol. 12, no. 6, pp. 842-857, 2017. Doi: 10.1002/apj.2123.
- [7] J. M. Crocker, "*Encyclopedia of acoustic, Chapter 25: Cavitation, Chapter 26: Sonochemistry and sonoluminescence*," John Wiley and Sons, Inc., vol. 1, pp. 25:1-26:12, 1997.
- [8] R. Tambun, N. Pratama, Ely, dan F. Hanum, "Measurement of cement's particle size distribution by the buoyancy weighing-bar method," *Internat. J. Sci. Eng.*, vol. 10, no. 2, pp. 74-77, 2016. Doi: 10.12777/ijse.10.2.74-77.
- [9] E. Febriana, "Kalsinasi Dolomit Lamongan untuk Pembuatan Bahan Baku Kalsium dan Magnesium karbonat Presipitat," Skripsi Program Ekstensi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, 2011.
- [10] E. Sulistiyono, F. Firdiyono, D. Sufiandi dan N. Chrisayu, "Pengamatan pelepasan unsur karbon pada proses kalsinasi dolomit gresik dengan SEM-EDX," *Prosiding Seminar Nasional Metalurgi dan Material*, pp. 67-72, 2015.
- [11] Andliswarman, "Proses ekstraksi MgO dari mineral dolomit dan analisis techno economic proses produksi," Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia, 2003.
- [12] E. Yustanti, "Ekstraksi calcite dan hydromagnesite dalam dolomit secara hidrasi dan karbonisasi", Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia, 2004.
- [13] A. Gedanken, "Using sonochemistry for the fabrication of nanomaterials," *Ultrasonic Sonochemistry*, vol. 11, pp 47-55, 2004. Doi: 10.1016/j.ultsonch.2004.01.037.
- [14] T. A. Mamvura, S. E. Iyuke, dan A. E. Paterson, "Energy changes during use of high-power ultrasound on food grade surfaces," *South African Journal of Chemical Engineering*, vol. 25, pp 62-73, 2018. Doi:10.1016/j.sajce.2017.12.001.
- [15] N. Pokhrel, P. K. Vabbina, dan N. Pala, "Sonochemistry: Science and engineering," *Ultrasonic Sonochemistry*, vol. 29, pp. 104-128, 2016. Doi:10.1016/j.ultsonch.2015.07.023.
- [16] I. M. Chung, I. Park, K. H. Seung, M. Thiruvengadam dan G. Rajakumar, "Plant mediated synthesis of silver nanoparticles: Their characteristic properties and therapeutic applications," *Nanoscale Research Letter*, vol. 11, no. 1, edisi 40, pp. 2-14, 2016. Doi: 10.1186/s11671-016-1257-4.
- [17] N. T. Dung, dan C. Unluer, "Improving the carbonation of reactive MgO cement concrete via the use of NaHCO₃ and NaCl," *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 30, no. 12, pp. 1-8, 2018. Doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-533.0002509.



CARBURIZATION STUDY ON A FIRED HEATER TUBE OF A PETROLEUM PROCESSING REFINERY

Dewa Nyoman Adnyana

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Industrial Technology
National Institute of Science and Technology (ISTN), Jakarta, Indonesia

*E-mail : adnyanadn@yahoo.com

Masuk Tanggal : 31-10-2019, revisi tanggal : 05-11-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 05-11-2019

Intisari

Dapur pemanas pada sebuah kilang pengolahan minyak bumi mengalami kebocoran pada salah satu pipa konveksi. Pipa tersebut terbuat dari baja karbon rendah jenis ASTM A-106 Gr.B. Cairan proses di dalam pipa adalah xylene dengan tekanan desain 15,8 kg/cm²g dan suhu desain yaitu 299 °C (pada saluran masuk) dan 405 °C (pada saluran keluar). Penelitian ini bertujuan untuk menentukan jenis dan faktor penyebab serta mekanisme terjadi kebocoran pada pipa tersebut. Sejumlah pengujian telah dilakukan meliputi pemeriksaan visual dan makroskopik, analisa kimia, pengujian metalografi dan kekerasan, serta analisa SEM (*scanning electron microscopy*) yang dilengkapi dengan EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa kebocoran yang terjadi pada pipa konveksi disebabkan oleh karburisasi dan pembentukan debu/serbuk logam. Karburisasi terjadi pada dinding bagian dalam pipa yang mengalami panas berlebih secara lokal akibat terbentuknya endapan kokas.

Kata Kunci: Pipa konveksi, karburisasi, endapan kokas, panas berlebih secara lokal, pembentukan debu logam

Abstract

*The fired heater of a petroleum processing refinery leaks in one of the convection tubes. The tube is made of ASTM A-106 Gr.B. Process fluid in the tube is xylene with a design pressure of 15.8 kg/cm²g and design temperature of 299 °C (at the inlet) and 405 °C (at the outlet). This study aims to determine the type and causes and the mechanism of leakage in the tube. A number of tests have been carried out including visual inspection and macroscopic analysis, chemical analysis, metallographic and hardness testing, and SEM (*scanning electron microscopy*) analysis which is equipped with EDS (*energy dispersive spectroscopy*). The results obtained showed that the leak that occurred in the convection tube was caused by carburization and metal dusting. Carburization occurs in the inner walls of the tube that experience some localized overheating due to the formation of coke deposits.*

Keywords: Convection tube, carburization, coke deposits, localized overheating, metal dusting

1. INTRODUCTION

Carbon steels with ferrite-pearlite microstructures are used extensively at elevated temperatures in petroleum-processing plants, chemical processing plants, fossil-fired power generating plants, etc. [1]-[2]. Besides, interest in carbon steels and other ferritic steels has increased because their relatively lower thermal expansion coefficient and higher thermal conductivity make them more attractive than austenitic steels in the application where thermal cycling is present [3].

Carbon steels are the predominant materials in the fabrication of fired heater, pressure vessel, etc., because of their low cost, versatile mechanical properties, and availability in fabricated forms. They are the most common materials used in a noncorrosive environment in the temperature range of -29 to 425 °C in oil refineries and chemical plants [1]. Although the ASME code gives allowable stresses for temperatures higher than 425 °C, it also notes that prolonged exposure at these temperatures may result in the carbide phase of the carbon steels being converted to graphite. This

phenomenon, known as graphitization, is a cumulative process dependent on the time the material is at or above 425 °C [4]. The result is a weakening of the steel after higher-temperature exposure. Carbon steels are also increasingly affected by creep at temperatures above 370 °C, especially when the steels experience some carbide spheroidized [3]-[4].

In the carburizing environment at the elevated temperatures, the decomposition of carburizing gases or carbonaceous material can release the carbon atoms, which can allow diffusion of carbon into the steel to form a hard, brittle structure at the surface that may crack or spall upon cooling. This phenomenon, known as carburization, can result in the loss of high temperature creep ductility, loss of ambient temperature mechanical properties, loss of weld-ability, and corrosion resistance [5]-[9]. This carburization can be taking place either in some extensive area of the metal surface or only in some localized area or spot. In a more advanced stage, there may be a volumetric increase in the affected area, and some severe forms of carburization may occur. This is known as metal dusting, which considered to be a saturation of the metal matrix by carburization, precipitation of metal carbides at the metal surface and grain boundaries, and or decomposition of the metal carbides under the graphite and metal particles. Also, this metal dusting is characterized by rapid metal wastage and indicated by the formation of pits, which usually form on the surface and may contain soot or graphite dust [10]-[11]. This leads to the premature failure of equipment made from these steels, resulting in the unplanned shutdown in many industrial processes.

This paper presents a metallurgical assessment performed on a damaged convection tube of a fired heater of a petroleum processing refinery after it had been in service for more than 20 years. The tube was made of ASTM A-106 Gr. B, a standard specification for seamless carbon steel tube or pipe for high-temperature service. The tube diameter was 168.3 mm, while its wall thickness was 7.11 mm. The process fluid in the tube was xylene with the design pressure of 15.8 kg/cm²g and a design temperature of 299 °C (inlet) /405 °C (outlet). The failed tube was installed in a horizontal position in the heater and located at first row immediately above the radiant section. The failure comprised of two leakage holes that

formed on its internal wall (see Fig.1). The type and factors that may have caused the leakage on the convection tube are discussed in this paper.

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

2. EXPERIMENTAL METHOD

In this study, several specimens were prepared from the as-received damaged convection tube for laboratory examination. A macroscopic examination on the damaged area was performed using a stereomicroscope. Chemical analysis of the prepared sample was carried out using an optical spark emission spectrometer. The purpose of this chemical analysis was to determine whether the material used for the damaged convection tube meets the specification. Besides, metallographic examinations were also performed on the prepared samples using an optical microscope at various magnifications. The scheme of specimen preparation for metallographic examination is given in Fig. 2, which included two areas of A and B. Area A is located approximately 180° or at the opposite side from the leakage hole of area B. The metallographic samples were cut away from the two areas in both transverse and longitudinal directions and mounted using epoxy and prepared by grinding, polishing, and etching. The etchant applied was 5% nital solution [11]. A hardness survey was also carried out on the same samples for the metallographic examination using the Vickers hardness method at a load of 5 kg (HV 5). Moreover, the examination of some surface deposits that formed either on the external or on the internal surfaces around the leakage hole area was also performed using SEM (scanning electron microscopy) to determine the deposit topography and nature of the failure. The SEM was also equipped with an EDS (energy dispersive spectroscopy) analysis to detect the presence of any corrosion by-product.

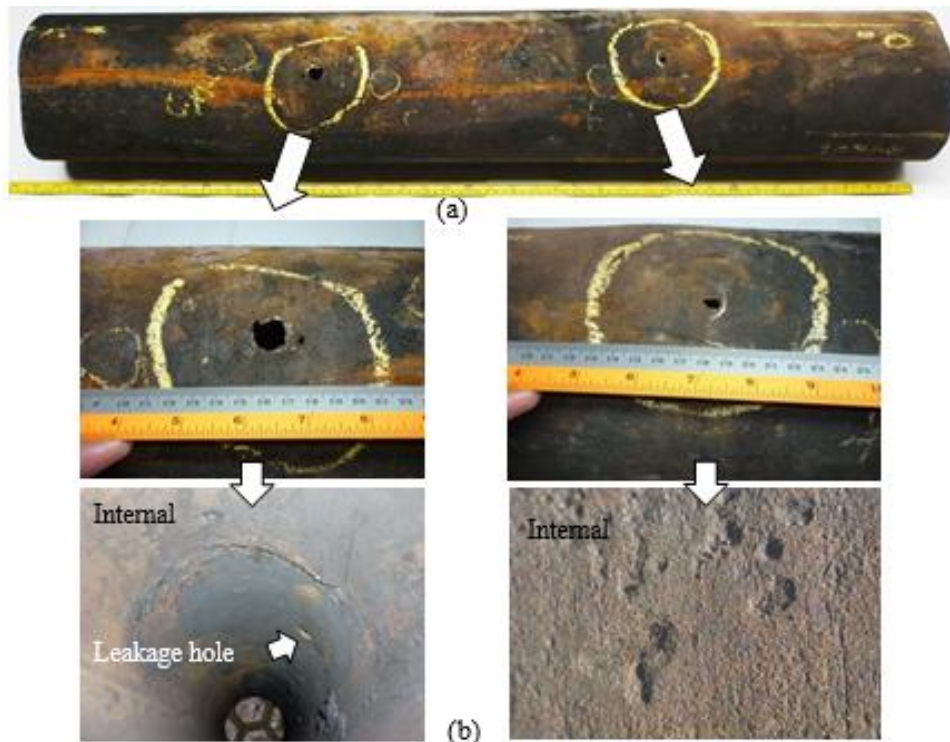


Figure 1. (a) As-received convection tube, showing two leakage holes that formed on the internal tube wall, (b) Close-up view of each of the two leakage holes shown in Fig.1(a), showing the damaged topology that formed around the tube inner surfaces

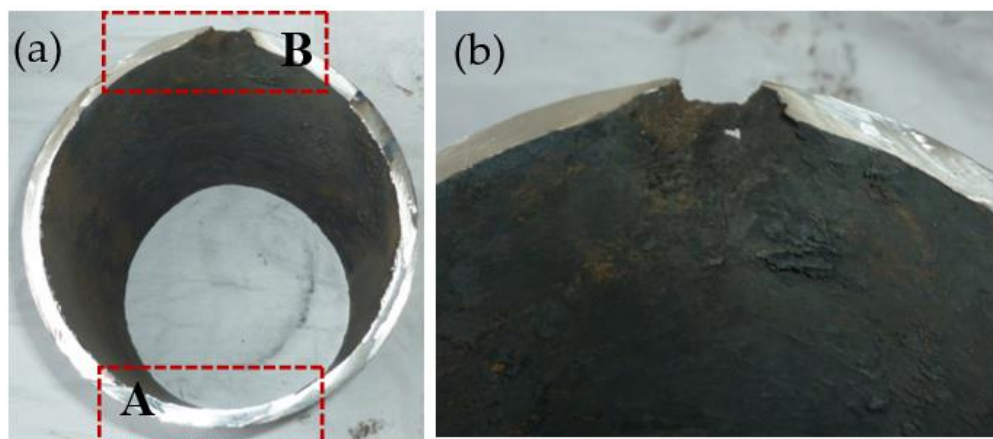


Figure 2. (a) Cross-section of the damaged tube that cutaway through one of the leakage holes, showing two areas A and B for specimen preparation, (b) Close-up view of the damaged tube around the leakage hole at area B shown in Fig. 2(a)

3. RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1. Visual and Macroscopic Examination

Close-up view of some damaged area obtained from the as-received convection tube shown in Figs. 1 and 2 showed the leakage hole(s), some remaining deposits, and a number of pits that formed at the internal tube wall. From Fig. 2, it can also be seen that the formation of the leakage hole was due to some local thinning that has occurred at the internal tube wall. In addition to a large hole shown in Fig. 1, a small hole was also observed to have

formed at a location approximately close to the large hole (see also Fig. 2(b)).

3.2. Chemical Analysis

For chemical analysis, a piece of the sample was cutaway from the damaged convection tube. The result of chemical analysis obtained showed that the material used for the convection tube was met entirely to the material specification of ASTM A-106 Gr. B, see Table 1 [12].

Table 1. Result of chemical analysis obtained from the damaged convection tube material in comparison with the standard material

Element	Composition (wt. %)	
	Sample	Standard Material
		ASTM A-106 Gr. B
Fe	98.9	Balance
C	0.124	0.30 max
Si	0.247	0.10 min
Mn	0.438	0.29 – 1.06
P	0.0335	0.035 max
S	0.0049	0.035 max
Cr	0.0389	0.40 max
Ni	0.0478	0.40 max
Mo	0.0127	0.15 max
Nb	0.0021	-
Cu	0.0293	0.40 max
Al	0.0021	0.08 max
V	0.0129	-
Ti	0.0044	-
Co	0.0293	-
W	0.0505	-

3.3. Metallographic Examination and Analysis

For metallographic examination, two areas A and B on the damaged tube were selected for specimen preparation (see Fig. 2(a)). The specimens were cut and prepared both in transverse and longitudinal sections of the tube. Area A has shown in Fig. 2(a) was located approximately at the opposite side from the leakage hole of area B.

Microstructures obtained from area A, which was located at the opposite side from the leakage hole area B, both in transverse and longitudinal sections are presented in Figs. 3 and 4, showing matrix ferrite phase (light color) with second pearlite phase (dark color), typical of low to medium carbon steels in as annealed condition [1]-[2], [11]. Most of the microstructures obtained are seen nearly equiaxed. This indicated that the tube was manufactured by hot rolling and followed by some annealing or normalizing heat treatment. Pattern and morphology of the microstructures obtained are well clearly defined and homogeneously distributed, no any metallurgical defect such as inclusion or crack observed. This clearly indicated that the tube material in area A which was located at the opposite side from the leakage hole area B was approximately still in normal condition, no any

signification change or degradation in the microstructures observed. The only damage that remained seen at area A was some slight surface damage, either on the tube surface exterior or on the tube surface interior (see Figs. 3 and 4). These surface damages may have been caused by the effect of surface corrosion and or oxidation that occurred on the tube during elevated temperature service.

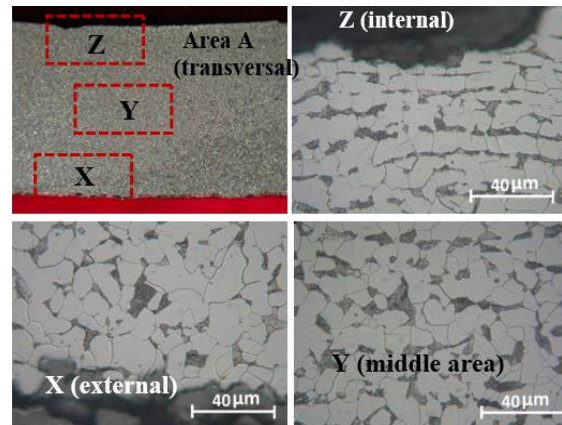


Figure 3. Microstructures at area A located approximately 180° from the leakage hole of area B (as shown in Fig. 2(a)) obtained at areas indicated by X, and Z shows all a mixture of ferrite matrix phase (light color) and second pearlite phase (dark color). Etched with 5% Nital solution

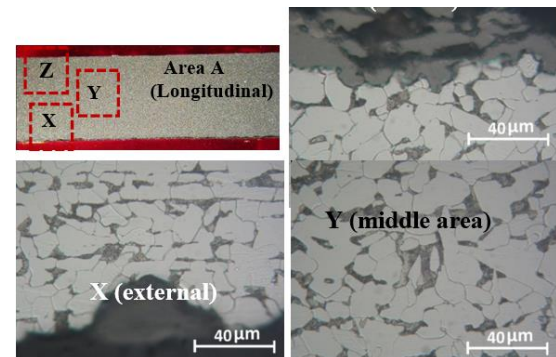


Figure 4. Macrostructure of specimen obtained from the longitudinal section at area A located approximately 180° (or at the opposite side) from the leakage hole of area B shown in Fig. 2(a). The corresponding microstructures obtained at areas indicated by X, Y and Z show all a mixture of ferrite matrix phase (light color) and second pearlite phase (dark color). Etched with 5% Nital solution

However, none of these surface damages may have significantly contributed to the thinning process that formed on the tube surface. On the contrary, the microstructures obtained from area B where the leakage hole was formed were completely different compared to the microstructures obtained from area A. The microstructures obtained in area B were no longer showing a mixture of ferrite and

pearlite as in its normal condition. Still, instead most of the microstructures obtained consisted of a mix of several transformed phases such as pearlite, cementite or iron carbide and/or ledeburite together with a number of graphite nodules or graphite flakes, see Figs. 5 to 9. The formation of these microstructures was most likely caused by some carburization in which carbon was absorbed into the internal wall of the tube at an elevated temperature while in contact with a carbonaceous material or carburizing environment. The temperature that allowed diffusion of carbon into the metal was probably high enough, typically above 593 °C [5]. In carbon steels and low-alloy steels, carbon reacts to form a hard, brittle structure at the internal surface of the tube that may crack or spall upon cooling. Carburization can result in the loss of high temperature creep ductility, loss of ambient temperature mechanical properties (especially toughness/ductility), loss of weld-ability, and corrosion resistance [13].

As the microstructures change occurred only around the leakage hole area shown in Figs. 5 to 9, this indicated that the damaged convection tube had been experiencing some localized overheating or local hot spot [14]. This local hot spot may have resulted from the internal deposit build-up, causing an inadequate cooling effect of the flowing process stream. It is likely, the type of fouling deposit that built upon the internal tube wall was some carbonaceous material that promoted some carburization.

From Figs. 5 to 9, it can also be seen that the graphite formation in the microstructures had two types of morphology. First is a graphite nodule, which was observed in some middle area of the tube, and secondly is a graphite flake that was observed in some internal surface of the tube. The difference in this graphite morphology may have been influenced by the difference in sulfur content. Due to carburization, the material of steel tube which containing low sulfur content ($< 0.05\%$) may have transformed the steel structure (iron carbide) into nodular graphite (or graphite nodules), while on the tube wall surface where sulfur content was probably high, the iron carbide was transformed into flake graphite [1]. This high sulfur content that presents in the leakage hole area of the damaged tube may have been associated with some form of scale or deposit containing higher sulfur content. The presence of this high sulfur content will be later confirmed by the results of EDS analysis obtained from the surface deposit that formed around the leakage hole area.

Furthermore, the formation of a number of graphite in the microstructures shown in Figs. 5 to 9 indicated that the damaged tube, particularly in the leakage area, had been experiencing some severe carburization as the level of carbon that may have been absorbed by the metal surface of the tube was quite high. This severe carburization was characterized by rapid metal wastage as a number of pits were found in most of the leakage hole area. Several pits that formed on the internal tube surface may have been containing soot or graphite dust. This phenomenon is known as metal dusting, which usually occurs in the operating temperature range of 482 °C to 816 °C [10].

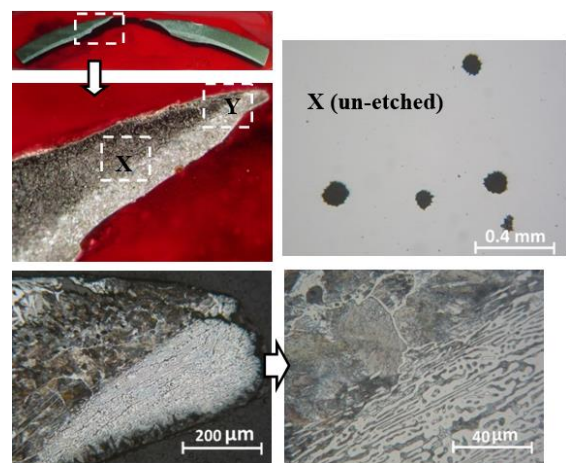


Figure 5. Microstructures obtained at the area indicated by X of un-etched specimen (as shown in Fig. 2(a)), show some formation of graphite nodules, whereas at the area indicated by Y of etched specimen shows a mixture of several transformed phases of ledeburite, iron carbide (cementite), pearlite, and some remaining ferrite and pearlite. Etched with 5% Nital solution

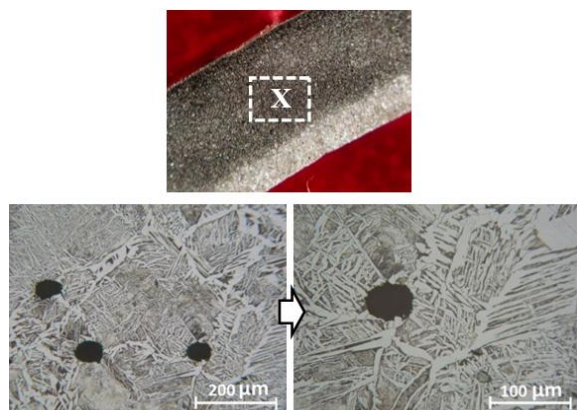


Figure 6. Microstructures of the cross-section area B (shown in Fig. 2(a)) of the leakage hole at the area indicated by X (middle area of a tube), showing a Widmanstatten structure containing several graphite nodules. Etched with 5% Nital solution

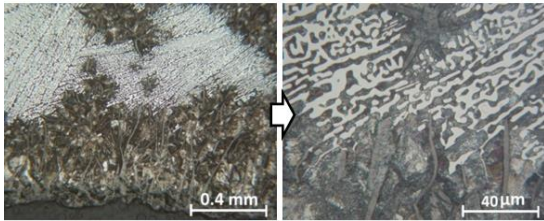
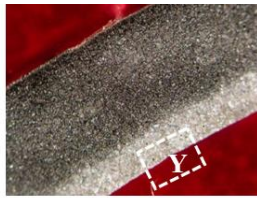


Figure 7. Microstructures of the cross-section area B (shown in Fig. 2(a)) of the leakage hole at the area indicated by Y (internal tube), showing several transformed phases of ledeburite, pearlite, iron carbide (cementite), and graphite flakes. Etched with 5% Nital solution

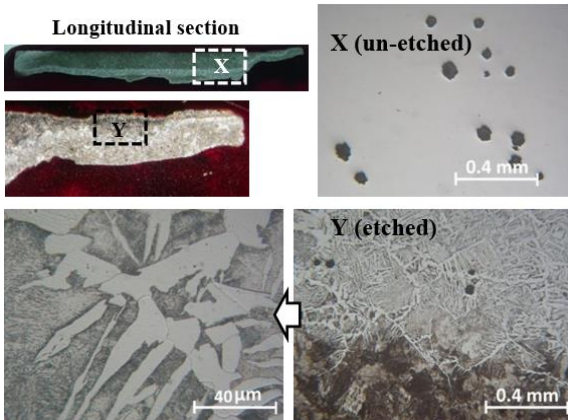


Figure 8. Macrostructure of specimen obtained from the longitudinal section of area B around the leakage hole shown in Fig. 2(a). The corresponding microstructures obtained at area indicated by X of un-etched specimen show formation of several graphite nodules (see Fig. 8(a)), whereas at area indicated by Y of etched specimen (see Fig. 8(b)) show a mixture of several transformed phases of iron carbide (cementite), pearlite, Widmanstatten structure and some graphite nodules. Etched with 5% Nital solution

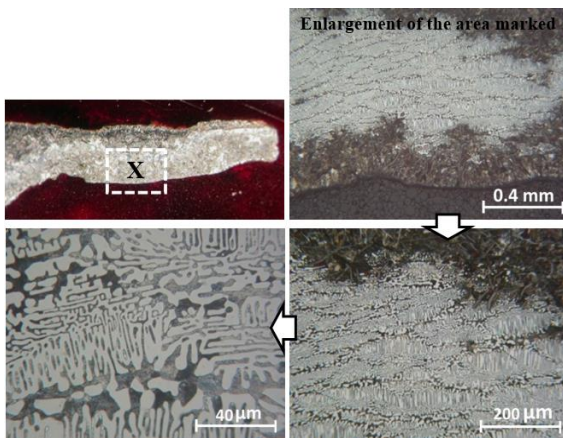


Figure 9. Microstructures obtained from the longitudinal section of specimen at area B of the leakage hole at area indicated by X, showing a mixture of several transformed phases of ledeburite, pearlite, iron carbide (cementite), and several graphite flakes at around the internal tube wall. Etched with 5% Nital solution

Table 2. Results of hardness test obtained from specimens at locations A and B at different test points of the damaged convection tube material using the Vickers hardness method (HV)

Measured Hardness(HV)				
Hardness Test Location	Specimen at Area A		Specimen at Area B	
	Transversal	Longitudinal	Transversal	Longitudinal
1	114.0	122.0	125.4	122.0
2	139.0	125.0	122.0	121.0
3	341.0	332.0	123.0	124.6
4	124.0	109.0		
5	127.0	148.0		
6	301.0	349.0		
7	550.0	541.0		
8	274.0	402.0		
9	441.0	165.0		
10	166.0			
11	153.0			
12	602.0			
13	642.0			
14	123.0			
15	118.0			
16	362.0			
Average	-	-	123.5	122.5

Note: Area A was located approximately 180° or at the opposite side from the leakage hole area B.

3.4. Hardness Test and Analysis

Results of hardness tests obtained from specimens of the damaged tube, either on the leakage hole (area B) or on the opposite side from the leakage hole (area A), are presented in Table 2. It can be seen that the hardness values obtained were very much different between area A and area B. The hardness values at area A were very much close to the normal condition of carbon steel tube material having ferrite and pearlite, i.e. ranging from 122.5 to 123.5 HV. On the other hand, the hardness values obtained from area B of the tube were very much different compared to those obtained from area A. Most of the hardness values obtained from area B were very much higher compared to the hardness values obtained from the normal condition of low carbon steel material. As seen in Table 2, the highest hardness value obtained in area B was up to 642.0 HV. This substantial increase in hardness value was very much associated with the formation of several transformed phases in the microstructures obtained around the leakage hole (area B), which included a mixture of pearlite, cementite, or iron carbide and/or ledeburite (see Figs. 5 to 9). These high hardness values obtained also confirmed that the area around the leakage hole was most likely subjected to some local carburization due to some localized overheating (or local hot spot) and exposure to a carburizing environment or carbonaceous material [15]. Consequently, the material around the affected

area became brittle and loss in ductility and vulnerable to crack and spall upon or swept away by the flowing process stream leaving behind only the thinned or pitted metal and eventually formed the leakage hole(s). In addition, the rapid metal wastage may have also indicated by the formation of numerous graphite in the affected area as the internal tube surface had been experiencing some severe carburization or metal dusting [5] -[10].

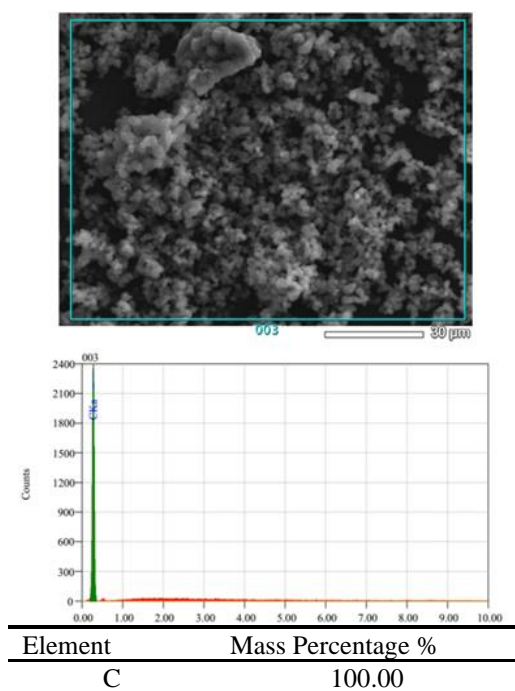


Figure 10. SEM and EDS analysis obtained from some deposits that formed on the damaged internal tube surface around the leakage hole area

3.5. SEM and EDS Analysis

SEM micrographs and the corresponding EDS spectrum of elements from some internal and external deposits obtained around the leakage hole area are presented in Figs. 10 and 11. From the results obtained, it is indicated that most of the deposits formed on the internal tube surface were containing major elements of carbon (C) from which the coke deposit may have formed (see Fig. 10). Coke deposits are a source of carbon that may promote carburization, particularly during decoke cycles where temperatures exceed the normal operating temperatures, accelerating the carburization [15]-[16]. On the other hand, the deposits that may have formed on the external tube surface, as seen in Fig. 11 containing with major elements of Fe, C, and O, where the other elements in small percentage may have also formed including Si, S, Ca, Al and K. Some of the elements such as S and Ca or Si may have been contributing to the oxidation,

pitting and/or corrosion occurred on some external tube surface. Most of the elements containing in the external deposit may be coming from the flue gas in the heater.

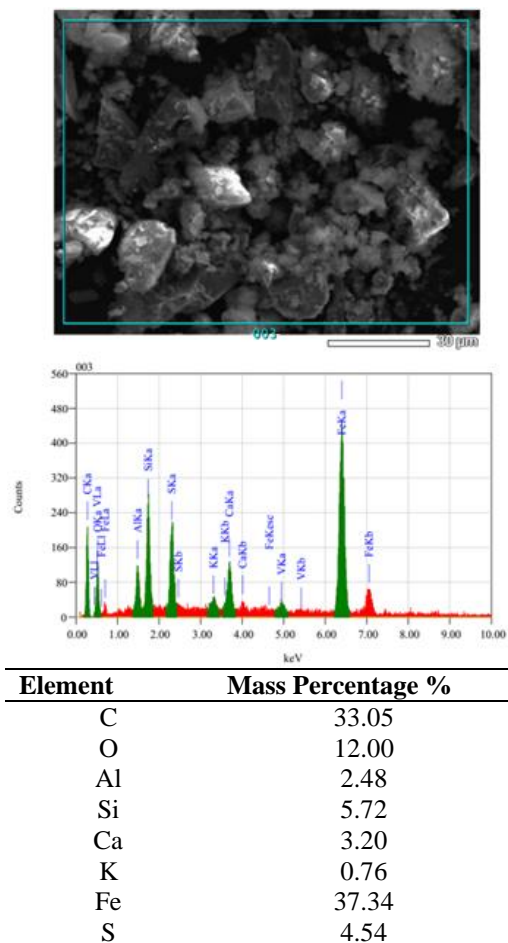


Figure 11. SEM and EDS analysis obtained from some deposits that formed on the damaged tube external surface around the leakage hole area

4. CONCLUSIONS

According to the damage topography and mode of failure, the convection tube had experienced some severe carburization due to the combined effect of a local hot spot or long-term localized overheating and coke deposit build-up on the internal tube surface. The local hot spot was probably affected by the formation of the coke deposit that may have caused some inadequate cooling effect of the flowing xylene to the internal tube wall, whereas the formation of the coke deposit itself was probably caused by the deposition of accumulated carbon particles from the flowing xylene in the tube. Consequently, carbon-containing in the coke deposit reacted to form a hard, brittle structure at the internal surface of the tube. The severely attacked area was later spall upon or swept away by the flowing xylene stream, leaving behind only the thinned or pitted metal and

eventually formed the leakage (or through a wall) hole (s) on the tube wall. In addition, the rapid metal wastage occurred may have also indicated by the formation of numerous graphite flakes in the affected area due to some severe carburization or metal dusting.

From the results of chemical analysis obtained, it can be seen that the material used for the failed convection tube was completely met to the material specification of ASTM A-106 Gr. B. In normal condition, the microstructures of the tube material consisted of ferrite matrix phase and second pearlite phase, typical of low to medium carbon steel in as annealed condition. This was also supported by the hardness values obtained, which was in the range of 122.5 to 123.5 HV. On the other hand, the microstructures and hardness values obtained at the leakage hole area were completely different compared to the tube material in normal condition. The microstructures obtained were no longer ferrite matrix phase with second pearlite phase, but instead, the microstructures had changed completely to become a mixture of pearlite, cementite, or iron carbide and or ledeburite together with some nodule or flake graphite. It was found that hardness values of the tube material in the leakage hole area increased substantially, and the highest hardness value obtained was up to 642.0 HV.

ACKNOWLEDGEMENTS

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

REFERENCES

[1] Metals Handbook, "Properties and selection: Irons, steels, and high performance alloys," ASM International, Materials Park, vol.1, 10th edn., pp. 617-652, 1990.

[2] D. N. Adnyana, "Metallurgical examination and life-time assessment of high pressure steam pipes," *Metalurgi*, vol. 33, no. 3, pp. 109-124, 2018.

[3] American Petroleum Institute Standard 530, "Calculation of heater tube thickness in petroleum refineries," Washington DC, 5th edn., pp. 48-49, 2004.

[4] American Petroleum Institute RP 571, "Graphitization and softening

(spheroidization)," Washington DC, 1st edn., pp. 1-7, 2003.

[5] American Petroleum Institute RP 571, "Carburization," Washington DC, 1st edn, pp. 4-113 to 4-115, 2003.

[6] H. J. Grabke, "Carburization, carbide formation, metal dusting, coking," *Materiali in Technologiye*, vol. 36, no. 6, pp. 297 - 305, 2002.

[7] C. A. Loto, R.T. Loto and A. P. I. Popoola, "An investigation of carburization resistance performance of ethylene furnace tube alloys," *Int. J. Physical Sci.*, vol. 6, no. 19, pp. 4596-4607, 2011.

[8] T. Chowwanorothapunya and C. Peeratatsuwat, "The study on high temperature degradation of AISI 1020 low carbon steel in the carburization state," *RMUTP Research Journal*, vol. 1, no. 2, pp. 22-29, 2016.

[9] G. F. Samaras and G. N. Haidemenopoulos, "Carburization of high-temperature steels: A simulation-based ranking of carburization resistance," *J. Case Stud. Eng. Fail. Anal.*, vol. 51, pp. 29-36, 2015.

[10] American Petroleum Institute RP 571, Metal Dusting, Washington DC, 1st edn., pp. 4-120, 2003.

[11] ASM Handbook, "Metallography and microstructures," ASM International, Materials Park, vol. 9, 6th print. pp. 165-216, 1995.

[12] ASME BPVC Section II Part A, "Ferrous materials specifications," The American Society of Mechanical Engineers, New York, NY, pp. 205-220, 2007.

[13] ASM Handbook, "Failure analysis and prevention," ASM International, Materials Park, vol. 11, 6th edn, pp. 1838-1849, 1998.

[14] D. N. Adnyana, "Failure of a heat exchanger return bend due to long-term localized overheating," *Metalurgi*, vol. 34, no. 1, pp. 19-30, 2019.

[15] A. P. Watkinson, "Deposition from crude oils in heat exchangers," *Proc. 6th Int. Conf. Heat Exchanger Fouling and Cleaning*, pp. 7-16, 2005.

[16] W. Wang and A.P. Watkinson, "Iron sulphide and coke fouling from sour oils: Review and initial experiments," *Proc. Int. Conf. Heat Exchanger Fouling and Cleaning*, pp. 23-30, 2011.

INDEKS PENULIS

A

Ahmad Rizky Ramdhani, 81
Ahmad Royani, 49
Aprilia Erryani, 61
Ayu Dwi Priyanti, 81

D

Dewa Nyoman Adnyana, 91
Dian Maruto Wijanarko, 81

E

Eko Sulistiyono, 81

F

Fariza Eka Yunita, 81
Franciska P. Lestari, 61

G

Gadang Priyotomo, 49

I

Ika Kartika, 61

J

Joko Triwardono, 49

M

Made S. Dwijaya, 61

N

Novantoro, 61

S

Siska Prifiharni, 49
Soesaptri Oediyani, 71
Suharto, 71
Suhartono, 71
Sundjono, 49
Suripto Dwi Yuwono, 71
Syuqron Fajri Syiddiq, 71

INDEKS KATA

B

Baja karbon, 49
Bijih besi, 71

E

Endapan kokas, 91

F

Foaming agent SrCO_3 , 61

G

Gas produser, 71

I

Implan mampu luruh, 61

K

Karburisasi, 91
Kecepatan endapan, 81
Korosi, 49

M

Magnesium karbonat, 81

N

NACE RP0775, 49

P

Paduan Mg, 61
Panas berlebih secara lokal, 91
Pembentukan debu logam, 91
Pengurangan berat, 49
Persentase metalisasi, 71
Pipa konveksi, 91
PSA nano, 81

R

Reduktor, 71

S

Simulasi, 49
Struktur berpori, 61
Suspensi, 81



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



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.

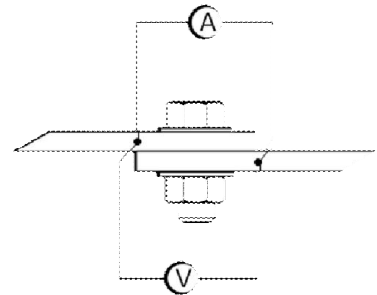


Figure 1. Figure caption

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

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

5. KESIMPULAN

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

UCAPAN TERIMA KASIH

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

- neutron methods," *J. Solid State Chem.*, vol. 45, no. 1, pp. 71–79, 1982.
- [7] H. Taguchi, M. Nagao, T. Sato, and M. Shimada, "High-temperature phase transition of $\text{CaMnO}_{3-\delta}$," *J. Solid State Chem.*, vol. 78, no. 2, pp. 312–315, 1989.
- [8] N. Pandey, "Studies on dielectric behaviour of an oxygen ion conducting ceramic - CaMnO_3 ," *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, vol. 15, no. April, pp. 191–195, 2008.
- [9] H. . and J. M. L. Horowitz, "PHASE RELATIONS IN THE Ca-Mn-O SYSTEM," *Mat. Res. Bull*, vol. 13, pp. 1359–1369, 1978.
- [11] W. R. R. and a. M. B. Brezny, "ACTIVITY-COMPOSITION RELATIONS IN CaO-MnO SOLID SOLUTIONS AT 1 100- 1300°C," *Mat. Res. Bull*, vol. 5, no. 68, pp. 481–488, 1970.
- [12] Suharno, A. Purwanto, A. Fajar, B. Kurniawan, H. Mugihardjo, and W. A. Adi, "PENENTUAN STRUKTUR MAGNETIK CaMnO_3 DENGAN DIFRAKSI NEUTRON," *J. Sains Mater. Indones.*, pp. 202–205, 2006.

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

↑Jika memungkinkan kolom dibuat sama ↑