

Jurnal

Sains Materi Indonesia

Indonesian Journal of Materials Science

Vol. 17, No. 1, Oktober 2015

**Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju
Badan Tenaga Nuklir Nasional
INDONESIA**

Jurnal Sains Materi Indonesia	Vol. 17	No. 1	Hal. 1 - 48	Tangerang Selatan Tahun 2015	ISSN 1411-1098
-------------------------------	---------	-------	-------------	---------------------------------	-------------------

JURNAL SAINS MATERI INDONESIA
Indonesian Journal of Materials Science
Vol. 17, No. 1, Oktober 2015

Terbit tiga bulanan : Oktober, Januari, April, Juli

PENANGGUNG JAWAB
MANAGING EDITOR

Kepala Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - Badan Tenaga Nuklir Nasional

DEWAN REDAKSI
EDITORIAL BOARD

KETUA
EDITOR IN CHIEF

Dr. Abu Khalid Rivai, M.Eng., BATAN
(Bahan Reaktor Nuklir, Logam dan Paduannya, Korosi)

WAKIL KETUA
VICE EDITOR IN CHIEF

Teguh Yulius Surya P.P., Ph.D., BATAN
(Baterai, Logam, Komposit, *Powder Diffraction-Neutron*)

STAF EDITOR
EDITORIAL STAFF

Dr. Sudaryanto, M.Eng., BATAN (Kimia, Polimer)

Dr. Wisnu Ari Adi, M.Si., BATAN (Magnetik, Kristalografi)

Dr. Eng. Iwan Sumirat, BATAN (Magnet, Hamburan Neutron)

Dr. Salim Mustofa M.Eng., BATAN (Lapisan Tipis, Komposit, PVD, Pengelasan Laser, *Carbon Nano Tube*)

Drs. Sudirman, M.Sc., BATAN (Kimia, Polimer, *Fuel Cell*)

Dra. Grace Tj. Sulungbudi, M.Sc., BATAN (Kimia, Korosi, Nano Material)

Dr. Eng. Asep Ridwan Setiawan, ITB (Korosi, Elektrokimia, *Coating, Solid State Ionic*)

Dr. Mochamad Chalid, M.Sc., UI (*Polymer Engineering*)

Mohammad Badaruddin, Ph.D., UNILA (Logam dan Paduannya, *Aluminizing Coating*, Korosi Temperatur Tinggi, Analisis Kegagalan)

Dr. Jarot Raharjo, BPPT (Keramik, *Solid Oxide Fuel Cell*, Nano Material)

Dr. Ir. Myrtha Karina Sancoyorini, LIPI (Biokomposit)

MITRA BESTARI
PEER REVIEWER

Dr. Ir. Mardiyanto, M.Sc., BATAN (Ferroelektrik, Material Energi, Instrumentasi)

Dr. Marzuki Silalahi, MT., BATAN (Logam dan Paduannya, Teknologi Serbuk, Teknologi Pemaduan dengan Ultrasonik, Material Energi)

Dr. Adel Fisli, M.Si., BATAN (Kimia Organik, Kimia Anorganik, Fotokatalis, Magnetik)

Dr. Aziz Khan Jahja, BATAN (*Solid State Ionic*, Baterai, Fisika Zat Mampat, Hamburan Neutron)

Drs. Engkir Sukirman, M.Sc. BATAN (Magnet dan *Magnetism*, Superkonduktor, Hamburan Neutron)

REDAKTUR PELAKSANA
EXECUTIVE EDITORIAL

Aswan Edysyah Putra, S.IP., Rd. Nenny Gunawati, Dra. Mirah Yulaili,
Dra. Rina Ramayanti, Yualina Riasuti Partiw

Penerbit : Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN

Terbit Pertama Kali : Oktober 1999

Alamat Redaksi/Editorial Address : PSTBM - BATAN, Gedung 43, Kawasan Puspipetek Serpong 15314, Tangerang Selatan

Telepon : (021) 75874261, 7562860 Ext. 4009 - 4010, *Fax* : (021) 7560926

e-mail : jusami@batan.go.id, *Website* : <http://jusami.batan.go.id>

JURNAL SAINS MATERI INDONESIA

Indonesian Journal of Materials Science

Vol. 17, No. 1, Oktober 2015

KATA PENGANTAR

Pada Jurnal Sains Materi Indonesia Volume 17, No. 1, terbitan bulan Oktober 2015 ini disajikan 7 makalah. Makalah-makalah ini adalah hasil-hasil penelitian dari berbagai lembaga penelitian dan perguruan tinggi Indonesia dengan topik terkait bahan keramik untuk baterai, lapisan tipis *Multi-Walled Carbon Nanotubes*, logam dan polimer.

Terkait bahan keramik untuk baterai, Bambang P., dkk. menyajikan hasil penelitian mengenai bahan keramik lithium titanat (*LTO-Lithium-Titanium Oxide*) yang digunakan sebagai material anoda pada baterai lithium ion. Dilaporkan bahwa hasil analisis menunjukkan keberadaan *LTO* spinel pada padatan hasil sintering dengan ukuran kristalit yang diperoleh dalam kisaran di bawah 100 nm.

Terkait bahan lapisan tipis *Multi-Walled Carbon Nanotubes (MWCNT)*, P. Purwanto, dkk. menyajikan hasil penelitian mengenai pembuatan lapisan tipis *MWCNT-Fe* pada permukaan gelas. Dilaporkan bahwa hasil analisis menunjukkan teridentifikasinya lapisan tipis yang terdiri dari karbon dan Fe saja dengan tidak ditemukan unsur pengotor lainnya serta nilai konduktansi relatif stabil terhadap perubahan frekuensi.

Terkait bahan logam, Nita R., dkk. menyajikan hasil penelitian mengenai *coating* aluminium pada permukaan baja karbon rendah (*low carbon steel*). Dilaporkan bahwa dengan menggunakan metode pepaduan mekanik (*mechanical alloying*) telah berhasil dideposisikan aluminium di atas permukaan baja karbon rendah tersebut. Kemudian, Parikin, dkk. menyajikan hasil penelitian mengenai efek rol panas pada sifat mekanik pelat baja 15%Cr-25%Ni yang diharapkan sebagai bahan struktur reaktor. Dilaporkan bahwa pengerolan panas yang dilakukan mampu mendeformasi ukuran butiran baja tersebut menjadi lebih kecil. Selanjutnya, Tubagus N. R., dkk. menyajikan hasil penelitian mengenai perilaku korosi pada baja karbon dalam media NaCl 3,5% setelah dilakukan penambahan ekstrak kulit buah jeruk dan kulit buah mangga sebagai inhibitor korosi. Dilaporkan bahwa penambahan ekstrak kulit jeruk dan kulit mangga tersebut dapat menurunkan laju korosi logam API 5LGr.B dalam larutan NaCl.

Terkait bahan polimer, M Lindu, dkk. menyajikan hasil penelitian mengenai penentuan dosis optimum pada ketiga jenis koagulan *Poly Aluminium Chloride (PAC)*, tawas dan *Polydiallyl Dimethyl Ammonium Chloride (POLYDADMAC)* pada air lindi yang berasal dari inlet Instalasi Pengolahan Air Sampah (IPAS) III Bantar Gebang Bekasi. Dilaporkan bahwa telah teridentifikasi dosis optimum penyisihan *Chemical Oxygen Demand (COD)* untuk koagulan *Poly Aluminium Chloride (PAC)*, tawas dan *Polydiallyl Dimethyl Ammonium Chloride (POLYDADMAC)*. Kemudian, Achmad Sjaifullah, dkk. menyajikan hasil penelitian mengenai sintesis hidrogel kopolimer graft pati iles-iles dengan asam akrilat, akrilamida dan metilena bis-akrilamida menggunakan teknik polimerisasi dalam larutan dengan pelarut air dan inisiator kalium persulfat. Dilaporkan bahwa telah berhasil dipolimerisasi pati iles-iles dalam larutan dengan kopolimer asam akrilat/akrilamida/metilena bis-akrilamida.

Telah disajikan hasil-hasil penelitian yang relatif terbaru dan inovatif di bidang terkait dalam makalah-makalah pada nomor ini. Semoga informasi-informasi ilmiah dapat menjadi salah satu sumber acuan utama untuk perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi material di Indonesia.

Dewan Redaksi

Bambang Priyono, Juliadi, Anne Zulfia Syahrial, Akhmad Herman Yuwono

(Departemen Teknik Metalurgi dan Material, FT - UI)

Evy Kartini

(Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - BATAN)

Sintesis Lithium Titanat Dengan Metode Hidrotermal Dan Efek Suhu Sintering Pada Karakteristik Nanostrukturnya

Synthesis of Lithium Titanate using Hydrothermal Method and the Effect of Sintering Temperature on Its Nanostructure

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 17, No. 1, Oktober 2015, hal 1-9

Lithium titanat merupakan salah satu senyawa yang digunakan sebagai material anoda pada baterai *lithium ion*. Senyawa ini disintesis dengan mencampurkan TiO_2 *anatase* dan *lithium karbonat* (Li_2CO_3) dan diproses menggunakan metode hidrotermal pada suhu 120 °C selama 15 jam, selanjutnya disinter pada tiga variasi suhu *sintering* yaitu 550 °C, 650 °C dan 750 °C untuk menghasilkan LTO fasa *spinel* kristalin. TiO_2 *anatase* yang dipakai dibuat dengan metode *sol-gel* dengan suhu kalsinasi 300 °C selama 2 jam. Senyawa yang dihasilkan diamati dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Brunauer Emmet Teller (BET)*, Spektroskopi Infra Merah (*FT-IR*) dan *Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)*. Hasil foto mikrograf *FE-SEM* memperlihatkan padatan senyawa *lithium titanat* ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$), Li_2TiO_3 , dan sisa TiO_2 *rutile* dengan struktur morfologi tidak beraturan sebagai aglomerat. Hasil *XRD* dan *BET* menunjukkan bahwa pada suhu *sintering* 550 °C dihasilkan ukuran kristalit rata-rata 23,45 nm, luas permukaan 6,65 m²/g, dan didominasi oleh TiO_2 *rutile*, sementara suhu *sintering* 650 °C dihasilkan ukuran kristalit rata-rata 27,70 nm, luas permukaan 1,91 m²/g, dan masih didominasi oleh TiO_2 *rutile* dan pada suhu 750 °C dihasilkan ukuran kristalit rata-rata 52,06 nm, luas permukaan sangat kecil, dan didominasi oleh *lithium titanat* ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$). Hasil *FT-IR* mengkonfirmasi keberadaan LTO *spinel* pada padatan hasil *sintering*. Ukuran kristalit yang diperoleh dalam kisaran di bawah 100 nm, sesuai dengan tujuan penelitian ini.

Kata kunci: Hidrotermal, Litium titanat, *Sintering*, *Sol-gel*, *Xerogel* TiO_2

P. Purwanto, Yunasfi dan Salim Mustofa

(Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - BATAN)

Studi Pendahuluan Pembuatan Lapisan Tipis *MWCNT-Fe* pada Permukaan Gelas dengan *Spin Coating*
Preliminary Study of Fabrication of MWCNT-Fe Thin Film on Glass by Using Spin Coating

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 17, No. 1, Oktober 2015, hal 10-14

Telah dilakukan pembuatan lapisan tipis *Multi-Walled Carbon Nanotubes (MWCNT)-Fe* pada permukaan gelas. Pengukuran struktur kristal campuran serbuk *MWCNT-Fe* dilakukan dengan *XRD*, dimana pola difraksi yang nampak menunjukkan adanya puncak dari *carbon* dan Fe saja, tidak ditemukan unsur pengotor lainnya. Pengamatan morfologi dengan menggunakan *SEM* menunjukkan permukaan lapisan tipis *MWCNT-Fe* yang terbentuk pada permukaan substrat gelas. Pengukuran sifat listrik pada lapisan tipis *MWCNT-Fe* selanjutnya dilakukan untuk mengetahui efek perubahan frekuensi ukur terhadap nilai konduktansi dan kapasitansi. Secara umum nilai konduktansi relatif stabil terhadap perubahan frekuensi, sedangkan nilai kapasitansi lapisan tipis *MWCNT-Fe* mengalami penurunan seiring dengan naiknya frekuensi ukur. Namun seiring dengan bertambahnya persen (%) berat Fe di dalam lapisan tipis, nilai konduktansi lapisan tipis naik drastis, dan sebaliknya nilai kapasitansi mengalami penurunan drastis seiring dengan naiknya frekuensi pengukuran. Dari spektrum Raman terlihat adanya puncak *D band* pada posisi 1310 cm⁻¹ hingga 1320 cm⁻¹, puncak harmonik pertama *G band* (tangensial *G band*) pada posisi 1580 cm⁻¹ hingga 1595 cm⁻¹, dan puncak harmonik kedua *G band* (*G' band*) pada posisi 1605 cm⁻¹ hingga 1615 cm⁻¹.

Kata kunci: Lapisan tipis, *XRD*, *Spin Coating*, Konduktansi, Kapasitansi, Spektrum Raman

Nita Rosita, Mahardika Prasetya Aji

(Jurusan Fisika, FMIPA - Universitas Negeri Semarang)

Nita Rosita, Toto Sudiro, Didik Aryanto

(High Temperature Materials Research Group, Pusat Penelitian Fisika - LIPI)

Studi X-Ray Diffractometry pada Struktur Coating Aluminium yang Dipreparasi dengan Metode Mechanical Alloying

X-Ray Diffractometry Study on Structure of Aluminum Coating Prepared by A Mechanical Alloying Method

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 17, No. 1, Oktober 2015, hal 15-21

Coating aluminium (Al) telah berhasil dideposisikan pada permukaan baja karbon rendah (*low carbon steel*) dengan menggunakan metode pepaduan mekanik (*mechanical alloying*). Setelah dideposisikan, coating aluminium diannealing di dalam *vacuum furnace* pada suhu 600 °C, 700 °C dan 800 °C dengan kondisi vakum sekitar 5,6 Pa. Transformasi fasa dan perubahan struktur pada coating aluminium sebagai fungsi suhu annealing dipelajari dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X (*XRD*). Puncak difraksi Al(111) dari hasil karakterisasi *XRD* mengindikasikan bahwa coating aluminium telah terdepositasi pada permukaan *low carbon steel*. Selain itu, hasil *XRD* juga menunjukkan transformasi fasa dan perubahan struktur coating aluminium sebagai efek suhu annealing. Hal itu ditandai dengan munculnya fasa Al_{3,2}Fe, Fe₃Al, dan Fe_{0,8}Al_{0,2} pada pola difraksi *XRD* setelah diannealing. Peningkatan suhu annealing menyebabkan penurunan *d-spacing*, parameter kisi dan konstanta kisi kristal Fe_{0,8}Al_{0,2}(110), namun terjadi peningkatan pada regangan kisi dan kerapatan dislokasi. Evolusi pada struktur coating terjadi karena difusi aluminium ke dalam *low carbon steel*.

Kata kunci: Mechanical alloying, Coating, XRD, Struktur, Annealing

Parikin, T.H. Priyanto, A.H. Ismoyo dan M. Dani

(Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - BATAN)

Efek Rol Panas pada Sifat Mekanik Plat Baja 15%Cr-25%Ni Bahan Struktur Reaktor

Hot-Rolling Effects on Mechanical Properties of 15%Cr-25%Ni Steel Plates for Reactor Structure Materials

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 17, No. 1, Oktober 2015, hal 22-28

Pengukuran pengaruh proses pengerolan panas pada sifat mekanik plat baja 15%Cr-25%Ni untuk menentukan mampu bentuk (*formability*) bahan, telah dilakukan. Spesimen bahan plat dibentuk balok berdimensi 50x20x7 mm³ untuk memudahkan pengambilan data pengukuran. Hasil memperlihatkan bahwa: pengerolan panas mampu mendeformasi ukuran butiran baja 15%Cr-25%Ni menjadi lebih kecil; mula-mula bulat sebesar 6 µm dan setelah direduksi 70% menjadi panjang sebesar 4 µm (arah longitudinal) dan pipih sebesar 3 µm (arah transversal). Kekerasan baja 15%Cr-25%Ni meningkat hingga 27% dari nilai mula-mula sekitar 100,02 HVN untuk bahan non rol panas menjadi sekitar 126,86 HVN untuk bahan yang direduksi rol panas 70%. Peningkatan kekerasan ini didominasi oleh fenomena *strain hardening* dan penghalusan butir (bukan inklusi krom karbida Cr_xC_y). Peningkatan kekerasan ditandai oleh angka HVN yang membesar, yang diakibatkan oleh penyusutan volume kristal sebesar 0,35%. Penyusutan ini teridentifikasi dari pergeseran puncak bidang difraksi (311) dan (222) pada sudut difraksi berturut-turut sekitar θ=91° dan 96° yang mengakibatkan parameter kisi mengecil. Berbeda dengan pengerolan dingin yang dilakukan di bawah temperatur rekristalisasi bahan, transformasi fasa akibat deformasi tidak terjadi pada pengerolan panas baja 15%Cr-25%Ni ini seluruhnya memiliki struktur kristal kubus pusat muka (*fcc*) dengan grup ruang *Fm3m* (I-225) dan parameter kisi a = 3,58 Å. Akibat pengerolan terjadi orientasi kristalit yang kuat dalam komponen tekstur Brass {110} <112> dengan pelebaran dalam komponen Goss {011} <100> dimana sebelum pengerolan kristalit terorientasi secara dominan dalam komponen kubik {001} <100>.

Kata kunci: Baja 15%Cr-25%Ni, Rol panas, Sifat mekanik, Difraksi sinar-X, Neutron

Tubagus Noor R., Sari Kusuma W., Agung Purniawan, Budi Agung K. dan Sulistijono
(Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri - ITS)

Pengaruh Penambahan Ekstrak Kulit Buah Jeruk dan Kulit Buah Mangga Sebagai Inhibitor Korosi pada Baja Karbon dalam Media NaCl 3,5%

Effects of Concentration of Orange and Mango Rinds Extracts as Corrosion Inhibitors on Carbon Steel in 3.5% NaCl Water

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 17, No. 1, Oktober 2015, hal 29-33

Penanggulangan korosi didalam pipa, salah satunya menggunakan suatu senyawa yang dinamakan inhibitor korosi. Pada penelitian ini digunakan pipa API 5L Gr B dalam media NaCl 3,50% dengan pemberian inhibitor ekstrak kulit jeruk (*Citrus*) dengan variasi konsentrasi 0 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 370 ppm and 400 ppm dan kulit mangga (*Mangifera indica L*) dengan variasi konsentrasi 0 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm dan 600 ppm. Metode ekstrak menggunakan proses maserasi dan komposisi senyawa ekstrak diuji dengan alat uji *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)*. Perhitungan laju korosi menggunakan alat uji *Potentiodynamic Polarization*. Mekanisme inhibisi diamati dengan menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*. Hasil uji komposisi menunjukkan adanya kandungan asam *12-bromolauric* 8,14% dan asam *hexadecanoic* 4,30% yang dapat membentuk lapisan tipis pada permukaan logam. Pengujian tanpa menggunakan inhibitor didapatkan laju korosi sebesar 8,20 mpy sedangkan dengan variabel konsentrasi inhibitor ekstrak kulit jeruk 400 ppm didapatkan laju korosi sebesar 0,60 mpy dan untuk kulit mangga konsentrasi 600 ppm didapatkan laju korosi sebesar 1,0 mpy. Kesimpulan yang didapatkan dari percobaan ini adalah penambahan inhibitor alami dapat menurunkan laju korosi pada baja karbon.

Kata kunci: Inhibitor alami, Laju korosi, API 5L Gr B

Muhammad Lindu, Bambang Iswanto dan Nancy Senduk
(Jurusan Teknik Lingkungan, FALTL - Universitas Trisakti)

Penentuan Koagulan untuk Mengolah Air Lindi Bantar Gebang Menggunakan Koagulan *Poly Aluminium Chloride*, Tawas dan *Polydiallyl Dimethyl Ammonium Chloride*

Determination of Coagulant for Water Treatment of Bantar Gebang Leachate using Poly Aluminium Chloride, Alum and Polydiallyl Dimethyl Ammonium Chloride Coagulant

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 17, No. 1, Oktober 2015, hal 34-40

Telah dilakukan penentuan dosis optimum pada ketiga jenis koagulan *Poly Aluminium Chloride (PAC)*, tawas dan *Polydiallyl Dimethyl Ammonium Chloride (POLYDADMAC)* pada air lindi yang berasal dari inlet Instalasi Pengolahan Air Sampah (IPAS) III Bantar Gebang Bekasi. Tujuan penelitian untuk menentukan jenis koagulan, dosis dan pH optimum untuk mengolah air lindi serta mengetahui sifat atau karakteristik dari lumpur hasil koagulasi. Air lindi dikoagulasi dan diflokulasi menggunakan jartest pada pH 7 pada berbagai variasi dosis koagulan. Dosis *PAC* divariasi antara 150 mg/L sampai dengan 1200 mg/L, dosis tawas antara 200 mg/L sampai dengan 1400 mg/L dan dosis *POLYDADMAC* antara 25 mg/L sampai dengan 225 mg/L guna mendapatkan dosis koagulan optimum. Dosis optimum koagulan ini selanjutnya digunakan untuk menentukan pH optimum dengan cara memvariasikan pH koagulasi pada pH 6; 6,5; 7; 7,5 dan 8. Parameter yang diukur adalah *Chemical Oxygen Demand (COD)*, *TSS*, ammonia, nitrat, dan kekeruhan serta penentuan karakteristik lumpur berupa nilai *sludge volume index (SVI)*. Penyisihan *COD* optimum diperoleh pada dosis 800 mg/L untuk *PAC* dan 1200 mg/L untuk Tawas, dan 125 mg/L untuk *POLYDADMAC*. Penyisihan ammonia dan nitrat dari proses koagulasi dan flokulasi terbukti tidak efektif, penurunan kekeruhan mencapai 66,6% - 71,2% dan *TSS* 42,4% - 52%. Penyisihan terbesar hanya pada *TSS* dan kekeruhan dan tidak banyak berpengaruh pada penyisihan ammonia dan nitrat. Lumpur hasil koagulasi penggunaan ketiga koagulan tersebut menunjukkan bahwa lumpur hasil koagulasi dengan *PAC* menghasilkan lumpur yang lebih kompak dan padat dibanding dengan tawas dan *POLYDADMAC*. Lumpur yang dihasilkan menggunakan koagulan *POLYDADMAC* lebih banyak menyerap air dibanding tawas dan *PAC*. Lama waktu yang diperlukan untuk pengeringan lumpur sampai mencapai berat stabil adalah 12 hari dengan suhu ruang 26,7 °C hingga 28,7 °C dengan kelembaban 48 hingga 61%.

Kata kunci: Leachate, Koagulasi, *PAC*, Tawas, *POLYDADMAC*

Achmad Sjaifullah, Agung Budi Santoso
(Jurusan Kimia FMIPA - Universitas Jember)
Sugeng Winarso
(Jurusan Tanah Faperta - Universitas Jember)

Sintesis Hidrogel Kopolimer Pati Iles-Iles dengan Asam Akrilat, Akrilamida dan Metilenabisakrilamida Sebagai Pembenh Tanah

Sinthesys of Hydrogel Copolymer of Konjac Starch With Acrylic Acid, Acrylamide and Methylenebisacrylamide For Soil Amendment

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 17, No. 1, Oktober 2015, hal 41-46

Hidrogel kopolimer cangkok pati iles-iles dengan asam akrilat, akrilamida dan metilena bis-akrilamida disintesis menggunakan teknik polimerisasi dalam larutan dengan pelarut air dan inisiator kalium persulfat. Pati iles-iles yang digunakan diperoleh dengan menghomogenkan umbi iles-iles, mencucinya dengan air dan menggumpalkannya dengan metanol beberapa kali. Kelarutan pati iles-iles yang diperoleh dengan cara tersebut mencapai 5 % b/b. Polimerisasi dalam larutan dilakukan tanpa hembusan gas nitrogen. Hidrogel yang dihasilkan ditentukan daya serap airnya dan struktur kimianya berdasarkan spektrum FTIR. Berdasarkan berat hidrogel yang dihasilkan dapat dikatakan bahwa sintesis menghasilkan 100 % polimerisasi pada suhu 55-60 °C. Hidrogel yang dihasilkan pada kondisi polimerisasi tertentu mempunyai daya serap air hingga 51 kali, yaitu yang disintesis dengan perbandingan konsentrasi pati iles-iles dengan asam akrilat, akrilamida dan bis-akrilamida = 1:3:3:0,01. Hidrogel kopolimer kemudian digunakan sebagai pembenh tanah dengan mempelajari kemampuan tanah berpasir dalam menyimpan dan menguapkan airnya. Tanah berpasir yang dicampur dengan 0,5 % b/b hidrogel dapat menyerap air hingga dua setengah kali dari pada tanah tanpa hidrogel dan dapat menahan lebih dari separo air yang diserapnya saat terjadi kesetimbangan penguapan dan penyerapan air. Kesetimbangan penguapan dan penyerapan air dicapai setelah 5 hari pada suhu udara 23-29 °C dan kelembaban 40-83 %.

Kata kunci: Hidrogel, Pati iles-iles, Pembenh tanah, Daya serap air

SINTESIS LITHIUM TITANAT DENGAN METODE HIDROTERMAL DAN EFEK SUHU SINTERING PADA KARAKTERISTIK NANOSTRUKTURNYA

**Bambang Priyono¹, Juliadi¹, Anne Zulfia Syahrial¹,
Akhmad Herman Yuwono¹ dan Evvy Kartini²**

¹Departemen Teknik Metalurgi dan Material, FT - UI
Depok, Jawa Barat 16424

²Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan
E-mail: bambang.priyono@ui.ac.id

Diterima: 10 Agustus 2015

Diperbaiki: 4 September 2015

Disetujui: 25 September 2015

ABSTRAK

SINTESIS LITHIUM TITANAT DENGAN METODE HIDROTERMAL DAN EFEK SUHU SINTERING PADA KARAKTERISTIK NANOSTRUKTURNYA. Lithium titanat merupakan salah satu senyawa yang digunakan sebagai material anoda pada baterai lithium ion. Senyawa ini disintesis dengan mencampurkan TiO₂ anatase dan lithium karbonat (Li₂CO₃) dan diproses menggunakan metode hidrotermal pada suhu 120 °C selama 15 jam, selanjutnya disinter pada tiga variasi suhu sintering yaitu 550 °C, 650 °C dan 750 °C untuk menghasilkan LTO fasa spinel kristalin. TiO₂ anatase yang dipakai dibuat dengan metode sol-gel dengan suhu kalsinasi 300 °C selama 2 jam. Senyawa yang dihasilkan diamati dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), Brunauer Emmet Teller (BET), Spektroskopi Infra Merah (FT-IR) dan Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM). Hasil foto mikroskop FE-SEM memperlihatkan padatan senyawa lithium titanat (Li₄Ti₅O₁₂), Li₂TiO₃, dan sisa TiO₂ rutile dengan struktur morfologi tidak beraturan sebagai aglomerat. Hasil XRD dan BET menunjukkan bahwa pada suhu sintering 550 °C dihasilkan ukuran kristalit rata-rata 23,45 nm, luas permukaan 6,65 m²/g, dan didominasi oleh TiO₂ rutile, sementara suhu sintering 650 °C dihasilkan ukuran kristalit rata-rata 27,70 nm, luas permukaan 1,91 m²/g, dan masih didominasi oleh TiO₂ rutile dan pada suhu 750 °C dihasilkan ukuran kristalit rata-rata 52,06 nm, luas permukaan sangat kecil, dan didominasi oleh lithium titanat (Li₄Ti₅O₁₂). Hasil FT-IR mengkonfirmasi keberadaan LTO spinel pada padatan hasil sintering. Ukuran kristalit yang diperoleh dalam kisaran di bawah 100 nm, sesuai dengan tujuan penelitian ini.

Kata kunci: Hidrotermal, Lithium titanat, Sintering, Sol-gel, Xerogel TiO₂

ABSTRACT

SYNTHESIS OF LITHIUM TITANATE USING HYDROTHERMAL METHOD AND THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON ITS NANOSTRUCTURE. Lithium titanate is one of the compounds used as anode material in lithium ion batteries. This compound is synthesized using hydrothermal method at 120°C for 15 h by mixing TiO₂ anatase and lithium carbonate (Li₂CO₃) as a source of lithium followed by sintering at 550, 650 and 750 °C to obtain the LTO with spinel crystalline phase. The TiO₂ anatase in this research was made by the sol-gel method with calcination temperature at 300°C for 2 hours. The obtained compounds were investigated using X-ray diffraction (XRD), Brunauer-Emmet-Teller (BET), FT-IR spectroscopy and field emission scanning electron microscope (FE-SEM). The FE-SEM micrograph results show the compounds of lithium titanate (Li₄Ti₅O₁₂), Li₂TiO₃ and the remainder of TiO₂ rutile with irregular morphological structures as agglomerates. The XRD and BET results shows that sintering at 550 °C produced average crystallite size of 33.45 nm and a surface area of 6.65 m²/g, dominated by TiO₂ rutile. Further, the sintering temperature of 650 °C produced average crystallite sizes of 27.70 nm, surface area of 1.91 m²/g, dominated by TiO₂ rutile. Finally, the temperature of 750 °C produced average crystallite sizes of 52.06 nm, dominated by lithium titanate (Li₄Ti₅O₁₂). The FT-IR results confirms the presence of LTO spinel in the sintered product. Finally, the aim of this work to obtain the crystallite size below 100 nm has been achieved.

Keywords: Hydrothermal, Lithium titanate, Sintering, Sol-gel, Xerogel TiO₂

PENDAHULUAN

Senyawa $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (LTO) merupakan keramik *lithium-titanium oxide* atau biasa dikenal dengan *lithium titanat*. Senyawa ini mempunyai struktur *spinel FCC (Face Centered Cubic)*. $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ *spinel* adalah material anoda alternatif untuk menggantikan karbon karena memiliki kemampuan untuk memberikan arus besar yang dapat diaplikasikan sebagai baterai pada mobil listrik. Secara umum senyawa ini mempunyai keunggulan antara lain tidak akan membentuk lapisan *Solid Electrolyte Interface (SEI)*, kemampuan strukturnya yang tidak mengalami perubahan bentuk ataupun volume selama insersi ion Li^+ (*zero strain material*) [1] atau tingkat kestabilannya tinggi, tingkat keamanan yang tinggi, masa pemakaian yang tahan lama (*long life*), laju *charge discharge* tinggi, fabrikasinya mudah dan murah serta operasi yang stabil (1,5V vs Li^+/Li) [2].

Disamping keunggulan-keunggulan LTO tersebut, bahan ini memiliki kelemahan yakni, kemampuan pengisian/pelepasan arus relatif rendah karena adanya polarisasi yang besar akibat konduktivitas listrik yang rendah dan difusi ion-Li yang lambat [3]. Karena konduktivitas listriknya yang rendah, sehingga memerlukan modifikasi struktur bahan tersebut untuk pemakaian pada arus yang tinggi. Jadi, meskipun LTO memiliki kapasitas spesifik teoritis 175 mAh/g, akibat dari kemampuan pengisian/pelepasan arus relatif rendah tersebut maka selalu dihasilkan sel anoda di bawah kapasitas teoritisnya. Upaya untuk meningkatkan konduktivitas LTO diantaranya dengan cara memperkecil ukuran partikel sehingga meningkatkan bidang kontak elektroda/elektrolit dan memperpendek jarak difusi ion *lithium* dan elektron sehingga meningkatkan kinetika litiasi [3].

Pembuatan LTO oleh peneliti sebelumnya dengan metode *solid-state* dilakukan melalui pembakaran (*combustion*) selulosa dibantu glisin nitrat, dengan prekursor TiO_2 *anatase*, Li-nitrat, menghasilkan kapasitas 175 mAh/g pada 1 C, dilakukan oleh Tao Yuan, dkk., tahun 2010 [4]. Kemudian Jin-Wook Shin, dkk., tahun 2012 [5] dengan memakai *high-energy milling* pada 3000 rpm dengan 0,4 mm ZrO_2 *beads*, dengan prekursor TiO_2 *anatase* dan Li_2CO_3 . Penelitian selanjutnya dengan menggunakan *High energy ball milling* dengan ZrO_2 *beads* berukuran 0,30 dan 0,45 mm, dengan prekursor TiO_2 *anatase* dan Li_2CO_3 , menghasilkan kapasitas 174 mAh/g pada 0,1 C, telah dilakukan oleh Seung-Woo Han, dkk., tahun 2013 [6]. Peneliti lain yakni Yi-Jie Gu, dkk., tahun 2014 [7], memakai *Planetary mixing mill*, dengan komposisi *excess Li*⁺ : 2 s/d 8%, dengan prekursor lain TiO_2 *anatase* dan Li_2CO_3 , menghasilkan kapasitas 159,4 mAh/g pada 2% *excess*. Akhirnya, pemakaian peralatan ultrasonik dengan prekursor TiO_2 partikel nano Ø 20 nm dan larutan LiOH dalam etanol/air (4/1), menghasilkan kapasitas 176 mAh/g pada 1C, dilakukan oleh Weijian Liu, dkk., tahun 2014 [8].

Penelitian lebih lanjut dengan menggunakan metode hidrotermal, dengan prekursor Ti-sulfat (*aqs-mix*), n-propanol, PVP, LiOH, menghasilkan 165 mAh/g pada 0,2 C, dilakukan oleh Hui Yan, dkk. tahun 2012 [9]. Kemudian Xuefei Guo, dkk. tahun 2012 [10], memakai prekursor TiCl_4 (*aqs*) dan LiOH, menghasilkan kapasitas 172,8 mAh/g pada 0,1 C.

Penggabungan pemakaian metode *sol-presipitat* dan hidrotermal, dengan memakai prekursor Ti-Butoksida, etanol, LiOH, menghasilkan kapasitas 172,5 mAh/g pada 0,1 C, dilakukan oleh Zhenwei Zhang, dkk., tahun 2013 [11]. Kemudian Zhenwei Zhang, dkk., tahun 2013 [12], dengan memakai prekursor Ti-Butoksida, etanol, LiOH, menghasilkan kapasitas 175,45 mAh/g pada 0,1C dengan T kalsinasi 600 °C. Sedangkan Soojeong Kim, dkk., tahun 2014 [13], dengan memakai prekursor Titanium-triisopropoksida (TTIP), hidrogen peroksida, LiOH, menghasilkan kapasitas 160 mAh/g pada 1 C. Sedangkan pemakaian metode *sol-gel*, dengan menggunakan ekstraksi superkritis CO_2 , dengan prekursor TTIP, Li-asetat, trietanolamina, kloroform, air-metanol, menghasilkan kapasitas 137 mAh/g, dilakukan oleh Ryan P. Maloney, dkk. pada tahun 2012 [14].

Prosedur *sol-gel* diterapkan secara luas untuk sintesis nanopartikel, karena menawarkan kemungkinan untuk mengontrol jalur reaksi pada tingkat molekuler, sehingga memungkinkan dihasilkan nanopartikel dengan homogenitas tinggi [15]. Hasil dari proses *sol-gel* memiliki luas permukaan yang lebih tinggi dibanding dengan metode *solid-state* [16]. Karena itu, LTO hasil dari metode *sol-gel* dengan luas permukaan yang tinggi akan secara signifikan meningkatkan bidang kontak elektroda/elektrolit dan memperpendek jarak difusi ion lithium dan elektron. Suhu *sintering* yang dibutuhkan untuk menghasilkan kristal *spinel* lebih rendah dibandingkan dengan suhu *sintering* dari metode *solid state* [3]. Sehingga LTO dengan ukuran kristalit dalam kisaran di bawah 100 nanometer sangat diharapkan.

Jadi untuk menghasilkan LTO dengan sifat-sifat yang unggul, maka dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan bahan anoda LTO dengan mengkombinasikan keunggulan proses *sol-gel* dalam mempersiapkan *xerogel* TiO_2 sebagai bahan baku dengan harapan diperolehnya struktur nanokristalin ditambah dengan proses perlakuan hidrotermal untuk membangun struktur jaringan TiO_2 yang lebih baik. Proses perlakuan panas untuk pembentukan fasa kristal TiO_2 *anatase* dilakukan pada suhu 300 °C yang jauh lebih rendah dari penelitian sebelumnya pada 420 °C [16], untuk memaksimalkan luas permukaan dan menghindari pembesaran ukuran kristalit TiO_2 *anatase*. Temuan ini diperoleh dari penelitian pendahuluan.

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh senyawa $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ dengan kemurnian sebaik mungkin

dengan ukuran kristalinitas dalam kisaran dibawah 100 nm. Sehingga LTO dengan ukuran kristalin dalam kisaran nanometer sangat diharapkan.

Sol-gel merupakan metode yang berbasis pada reaksi hidrolisis dan kondensasi yang akhirnya pada kondisi tertentu akan menghasilkan senyawa hidroksida atau oksida. Proses *sol-gel* itu sendiri dapat diartikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui suatu reaksi kimia pada suhu rendah dalam suatu larutan [17]. Pada proses tersebut akan terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (*sol*) menjadi fasa cair kontinu (*gel*) [18]. Adapun kelebihan dari metode ini adalah biaya proses yang murah, dapat dilakukan pada suhu yang rendah, tingkat stabilitas termal yang baik, stabilitas mekanik yang tinggi, daya tahan pelarut yang baik, modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan kemungkinan dan menghasilkan luas permukaan yang besar [19].

Metode hidrotermal merupakan metode yang digunakan untuk mereaksikan dua atau lebih senyawa didalam autoklaf dengan bantuan uap air bertekanan lebih dari 1 atm dan suhu diatas 100°C [20]. Keuntungan utama dari sintesis hidrotermal bila dibandingkan proses lain adalah kemampuannya untuk membentuk kristalinitas senyawa yang baik, sehingga tidak diperlukan lagi proses perlakuan panas pada suhu yang lebih tinggi. Selain itu, reaksi berlangsung cukup cepat dengan pengontrolan kristalinitas, ukuran kristal, kemurnian, dan proses pembuatan yang mudah karena hanya memainkan suhu dan waktu sintesis [21].

Pada penelitian ini proses impregnasi larutan digunakan untuk mencampurkan *xerogel* TiO₂ dengan larutan senyawa yang mengandung *lithium* yaitu Li₂CO₃ yang berfungsi sebagai sumber ion *lithium*. Campuran *xerogel* TiO₂ larutan senyawa Li₂CO₃ diproses menggunakan metode hidrotermal dan proses *sintering* ini agar didapatkan senyawa *lithium* titanat *spinel* dengan ukuran kristalinitas dalam kisaran dibawah 100 nm.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan alat

Bahan-bahan pada penelitian ini adalah: Titanium tetra-n-buktoksida/Ti(OC₄H₉)₄ (*Kanto Chemical, JP*), serbuk Li₂CO₃, etanol, HCl 1M, aquadest, larutan HNO₃ 1M. Peralatan yang digunakan terdiri atas labu erlenmeyer, pipet tetes, *magnetic stirrer*, *tube furnace*, otoklaf. Pengujian yang dilakukan *Simultaneous Thermal analysis (STA)*, *FT-IR*, *X-ray diffraction (XRD)*, Luas permukaan *BET (Brunauer-Emmet-Teller)* dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*.

Cara Kerja

Pembuatan *sol* TiO₂ dilakukan dengan menghidrolisis bahan titanium tetra-n-buktoksida

dengan *water-ratio* 3,5 dalam etanol pH 3 dengan cara menambahkan HCl 1M tetes demi tetes. Pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama sekitar 3 jam sampai terbentuk sol dan didiamkan selama sehari agar berubah menjadi gel. Pengeringan gel dilakukan dengan penguapan biasa di ruang terbuka dan menjadi *xerogel*. Selanjutnya *xerogel* tersebut dihaluskan dengan menggunakan mortar dan dilakukan kalsinasi pada suhu 300°C selama 2 jam. Tujuan kalsinasi ini adalah untuk menghilangkan sisa-sisa *volatile matter* yang masih terdapat pada *xerogel* dan membentuk fasa kristalin TiO₂ *anatase*.

Proses pencampuran TiO₂ *anatase* hasil kalsinasi dengan senyawa Li₂CO₃ 5M dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal dalam autoklaf berlapis teflon. Cara membuat larutan Li₂CO₃ 5M yaitu serbuk Li₂CO₃ dilarutkan dalam HNO₃ 1M. Proses hidrotermal dilakukan pada suhu 120°C selama 15 jam. Selanjutnya dilakukan *sintering* pada suhu 550, 650 dan 750°C. Senyawa-senyawa yang didapatkan pada tiap tahapan proses dikarakterisasi dengan menggunakan *STA*, *FT-IR*, *XRD*, *BET* dan *SEM*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

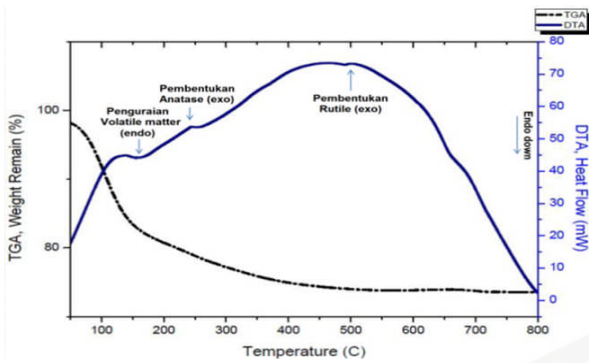
Pengamatan visual *gel* yang dikeringkan pada kondisi ambien dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. *Xerogel* TiO₂ hasil sol-gel.

Xerogel yang terbentuk terlihat jernih dan transparan yang menandakan bahwa jaringan TiO₂ terbentuk dari partikel terlarut bukan partikel yang mengendap/presipitat. Hal ini membuat *xerogel* hasil sintesis akan memiliki ukuran kristalinitas dalam kisaran nanometer. *Xerogel* TiO₂ akan memiliki kepadatan yang tinggi setelah penguapan pelarut gel TiO₂ dengan kondisi ambien.

Pada Gambar 2 diperlihatkan grafik hasil uji *STA* pada *xerogel* TiO₂. Pada kisaran suhu 50 sampai 800°C. Puncak endotermik ini ditunjukkan pada suhu 175°C. Adanya puncak endotermik tersebut mengindikasikan bahwa pada suhu tersebut terjadi penguapan dan dekomposisi *volatile matter*. Selanjutnya puncak eksotermik muncul pada suhu 260°C yang dapat dikatakan pada suhu tersebut fasa *amorf* mulai bertransformasi menjadi fasa *anatase*.

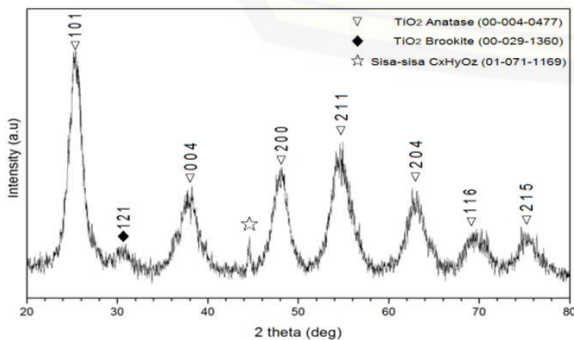


Gambar 2. Hasil pengujian STA xerogel TiO₂.

Hasil uji STA ini konsisten dengan hasil yang dilakukan oleh Sun, dkk. [22]. Selanjutnya pada suhu sekitar 500 °C muncul puncak eksotermik yang cukup kecil, yang dapat dikatakan menandakan terjadinya perubahan fasa TiO₂ fasa anatase menjadi rutile yang bersifat stabil.

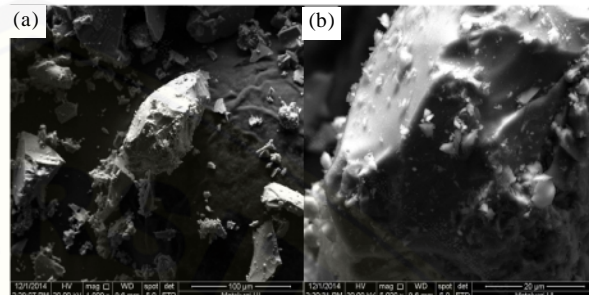
Dari kurva termogravimetri/TG pada gambar yang sama, dapat dilihat bahwa pengurangan sampel sebagai fungsi dari suhu yang mana pada sampel terjadi pengurangan massa sekitar 20% ketika dipanaskan sampai suhu 500 °C dan kemudian relatif stabil seterusnya sampai suhu 800 °C. Sehingga TiO₂ tersebut tidak lagi bertransformasi fasa pada rentang suhu 500 °C sampai 800 °C.

Pada Gambar 3 terlihat hasil pengujian XRD terhadap TiO₂ xerogel yang telah dikalsinasi pada suhu 300 °C selama rising-time 1,5 jam dan holding-time 0,5 jam. Pola difraksi sinar-X diolah dengan menggunakan perangkat lunak X'pert High Score Plus sebagaimana terpasang pada alat uji XRD yang digunakan, ternyata mendapatkan pola difraksi TiO₂ anatase (JCPDS: 00-004-0477) yang dominan dengan ukuran kristalit sebesar 13,53 nm. Terdapat pula puncak senyawa lain yakni TiO₂ brookite, dan sisa-sisa dekomposisi gugus butoksida/C_xH_yO_z (01-071-1169). Senyawa TiO₂ brookite (00-029-1360) muncul karena pemakaian suasana asam (pH=3) selama proses sol-gel [23]. Untuk pengujian BET pada TiO₂ xerogel didapatkan luas permukaan sebesar 148.04 m²/g.



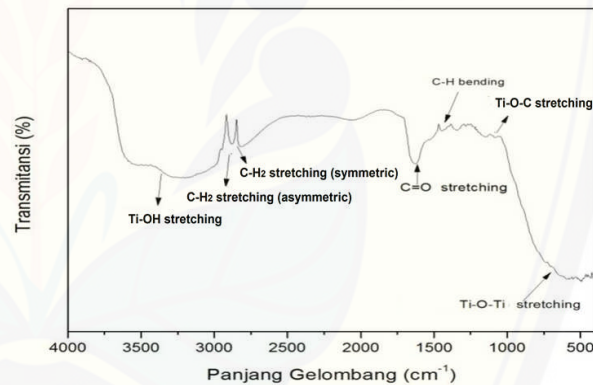
Gambar 3. Hasil pengujian XRD xerogel TiO₂.

Gambar 4 adalah hasil pengujian dengan menggunakan SEM yang mana terlihat adanya partikel-partikel yang tidak beraturan dengan bentuk dan ukuran yang berbeda-beda. Hal ini disebabkan karena pengaruh dari kalsinasi yang diberikan pada suhu 300 °C dimana suhu tersebut memberikan efek terhadap proses difusi yang terjadi pada atom akan semakin besar sehingga partikel akan cenderung membentuk aglomerasi yang besar.



Gambar 4. Hasil FE-SEM Xerogel TiO₂ perbesaran (a). 1000X dan (b). 5000X.

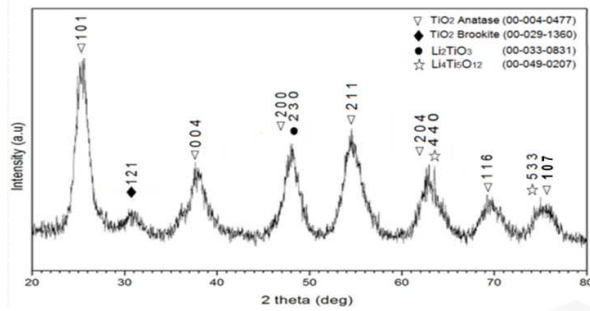
Hasil pengujian FT-IR xerogel TiO₂ ditampilkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Hasil pengujian FT-IR Xerogel TiO₂.

Pada Gambar 5 terlihat adanya puncak-puncak pengotor dari alkoksida seperti C-H₂ stretching pada panjang gelombang 2930 cm⁻¹ (C-H₂ mode stretching asymmetric) dan pada 2867 cm⁻¹ (C-H₂ mode stretching symmetric) [24]. Untuk C-H bending pada panjang gelombang 1446,6 cm⁻¹, C=O stretch pada panjang gelombang 1631,74 cm⁻¹. Untuk puncak yang mengandung ikatan Ti-OH terdapat pada panjang gelombang 3400-3600 cm⁻¹ [25]. Ikatan ini terbentuk dari proses kondensasi selama proses gel berlangsung. Sementara, ikatan pada 1080 cm⁻¹ berasal dari ikatan vibrasi Ti-O-C (bridging vibrations) gugus alkoksida. [24] Untuk ikatan Ti-O-Ti terdapat pada panjang gelombang 668,3 cm⁻¹ [26].

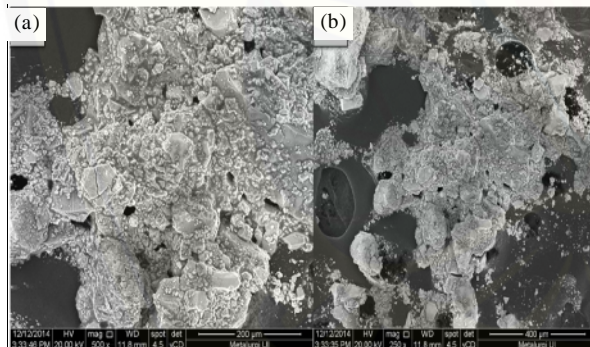
Selanjutnya, pada Gambar 6 diperlihatkan hasil pengujian XRD terhadap hasil dari pencampuran TiO₂ anatase dengan Li₂CO₃ dalam asam nitrat 1M yang diproses hidrotermal pada 120 °C selama 15 jam.



Gambar 6. Hasil pengujian XRD TiO₂ setelah hidrotermal.

Pola difraksi menunjukkan bahwa terdapat 4 senyawa yaitu TiO₂ anatase, TiO₂ brookite, Li₂TiO₃ dan Li₄Ti₅O₁₂, sedangkan puncak sisa-sisa senyawa sisa-sisa dekomposisi gugus butoksida (C_xH_yO_z) sudah tidak ada. Puncak kedua senyawa Li₂TiO₃ dan Li₄Ti₅O₁₂ muncul terdeteksi oleh perangkat lunak X'pert HighScore Plus dengan nilai kecocokan (*match*) yang rendah, yang mengindikasikan mulai terbentuknya benih-benih kristal kedua senyawa tersebut. Puncak untuk senyawa Li₂CO₃ tidak terdeteksi karena lithium karbonat ditambahkan ke dalam campuran TiO₂ anatase dalam bentuk larutan dalam asam nitrat. TiO₂ anatase merupakan senyawa yang mempunyai intensitas yang paling tinggi pada sampel tersebut dengan ukuran kristal sebesar 16,20 nm.

Pada Gambar 7 diperlihatkan hasil SEM pada bitiran partikel hasil proses hidrotermal.

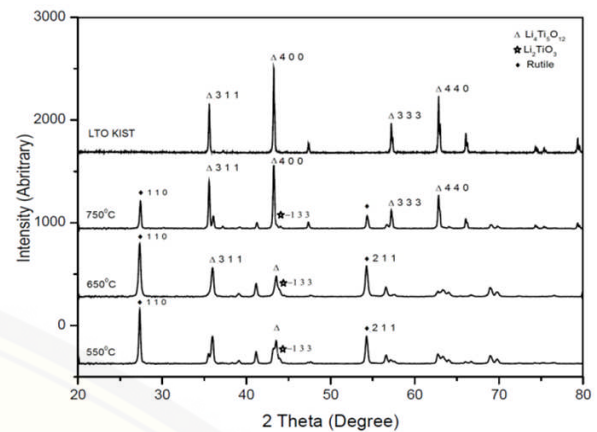


Gambar 7. Hasil SEM TiO₂ pasca hidrotermal perbesaran (a). 500X dan (b). perbesaran 250X.

Terlihat struktur morfologi dari sampel yang menunjukkan struktur morfologi yang tidak seragam dan beraglomerasi. Aglomerasi ini disebabkan karena adanya tegangan permukaan ketika proses hidrotermal dilakukan sehingga penggumpalan partikel tidak dapat dihindarkan.

Pada Gambar 8 diperlihatkan hasil uji XRD dari sampel hasil sintering pada suhu 550 °C, 650 °C dan 750 °C serta sampel Li₄Ti₅O₁₂ pembandingan yang diperoleh dari Korean Institute of Science and Technology (KIST).

Dari Gambar 8 tersebut terlihat adanya 3 senyawa pada sampel hasil sintering pada suhu 550 °C, 650 °C dan 750 °C yaitu Li₄Ti₅O₁₂, Li₂TiO₃ dan TiO₂ rutile serta tidak nampak adanya senyawa TiO₂ anatase. Dengan



Gambar 8. Hasil pengujian XRD LTO hasil sintering dan pembandingan dari KIST.

meningkatnya suhu sintering sampai suhu 750 °C, terlihat bahwa intensitas puncak senyawa lithium titanat (Li₄Ti₅O₁₂) meningkat sedangkan intensitas puncak senyawa rutile pada 2θ di 27,4° menurun dibandingkan dengan hasil sintering pada suhu 550 °C dan 650 °C, yang mengindikasikan bahwa reaksi pembentukan lithium titanat (Li₄Ti₅O₁₂) semakin meningkat.

Diperolehnya TiO₂ rutile pada sampel disebabkan karena suhu sintering yang diberikan pada masing-masing sampel dibawah 800 °C. D.H Yoon [27] menjelaskan bahwa suhu sintering yang optimal untuk mendapatkan fasa Li₄Ti₅O₁₂ adalah 800 °C karena bila suhu sintering yang digunakan dibawah 800 °C maka akan menghasilkan TiO₂ rutile dan apabila suhu sintering diatas 800 °C maka akan menyebabkan ukuran partikel semakin meningkat akibat terjadinya grain growth pada senyawa Li₄Ti₅O₁₂. Keberadaan dari TiO₂ rutile yang terdapat pada sampel akan berpengaruh terhadap performa elektrokimia dari senyawa Li₄Ti₅O₁₂ apabila diaplikasi sebagai bahan anoda baterai Li-ion dan terjadi pengurangan charge capacity akibat dari adanya TiO₂ rutile tersebut karena akan mengganggu proses pergerakan ion Li⁺ pada proses charge dan discharge baterai lithium ion [28].

Keberadaan TiO₂ rutile ini kemungkinan disebabkan karena tidak bereaksinya semua bahan yang dicampurkan selama proses hidrotermal dimana setelah dilakukan proses pencampuran TiO₂ anatase dengan Li₂CO₃ pada suhu 120 °C selama 15 jam. Hal ini diindikasikan dengan adanya senyawa Li₂TiO₃. Keberadaan senyawa Li₂TiO₃ yang memiliki rasio molar Li/Ti yang lebih besar dibanding Li₄Ti₅O₁₂, menunjukkan tidak semua ion Li⁺ yang dicampurkan bereaksi secara merata dengan TiO₂ anatase sehingga justru membentuk Li₂TiO₃ dan sisa TiO₂ anatase yang tidak bereaksi akan bertransformasi menjadi TiO₂ rutile [29].

Senyawa Li₂TiO₃ ini juga biasanya menjadi pengotor pada proses pembuatan senyawa Li₄Ti₅O₁₂. Untuk mendapatkan dengan single phase Li₄Ti₅O₁₂ tanpa adanya pengotor seperti Li₂TiO₃ adalah sangat sulit,

karena pengotor seperti Li_2TiO_3 yang terdapat pada sampel $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ mempunyai struktur kristal yang berbentuk lapisan (*layer*) dan memiliki jarak interplanar (*interplanar distance*) antara senyawa Li_2TiO_3 (022) dan senyawa $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (111) yang sangat dekat yaitu 4,80 Å dan 4,84 Å [1].

Tabel 1 menampilkan ukuran kristalita rata-rata yang dihasilkan ukuran besar kristalita melalui pengukuran besarnya pelebaran atau *broadening* pada setengah puncak maksimum (*FWHM*) dari puncak-puncak utama difraktogram. Pengukuran dilakukan dengan bantuan perangkat lunak *X'Pert HighScore* yang terdapat pada instrumen *XRD* dari masing-masing sampel hasil *sintering* dan dihitung menggunakan persamaan *Scherrer* dengan memakai metode *fit-size* dari *Williamson-Hall* [30].

Nilai *FWHM* diperoleh dari pengolahan kurva difraktogram dengan pencarian puncak (*search peak*) dengan *minimum significance* 15,0 dan langsung didapatkan daftar puncak (*peak list*) sebanyak sembilan puncak utama tanpa penghalusan *Rietveld*.

Perhitungan diameter kristalita menggunakan persamaan *Scherrer* :

$$t = \frac{k \lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots (1)$$

Dimana:

- t = Diameter kristalita (nm)
- k = Konstanta *Scherrer* (0,89)
- λ = Panjang gelombang sinar-X (0,15406 nm)
- B = Pelebaran/*FWHM* (rad)
- θ = Sudut puncak difraksi

Sedangkan B (pelebaran) adalah terdiri dari komponen pelebaran akibat kristalita (B_r) dan pelebaran akibat instrumen (B_{inst}). Dengan menggunakan model Gaussian:

$$B^2 = B_r^2 + B_{inst}^2 \dots\dots\dots (2)$$

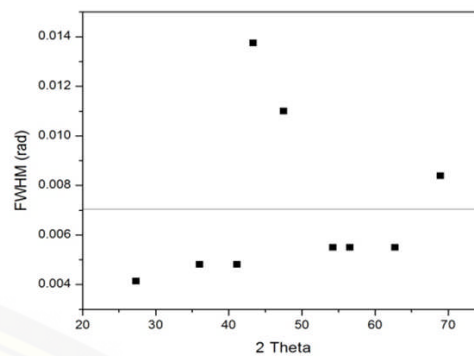
Dimana:

- B_r = Pelebaran kristalita
- B_{inst} = Pelebaran instrumen (0,00107 rad)

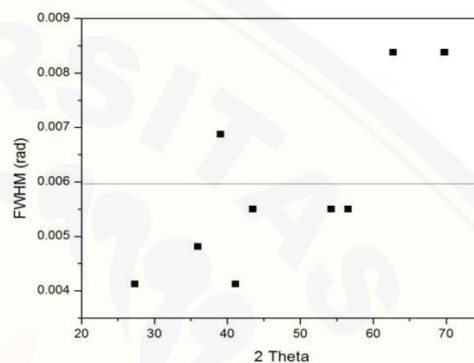
Komponen pelebaran kristalita (B_r) terdiri dari pelebaran akibat diameter kristalita (B_{size}) dan akibat strain (B_{strain}) yang dapat diketahui dari plot *FWHM* terhadap sudut puncak difraksi 2θ. Apabila pola plot dari *FWHM* membentuk kemiringan/slop tertentu dengan 2θ maka dipakai model *fit size and strain*, sedangkan sebaliknya bila membentuk pola acak dan tidak memiliki slop tertentu maka dipakai model *fit size* saja.

Pada Gambar 9, Gambar 10 dan Gambar 11 ditampilkan plot antara *FWHM* dengan sudut difraksi 2θ untuk sampel hasil *sintering* suhu 550 °C, 650 °C dan 750 °C.

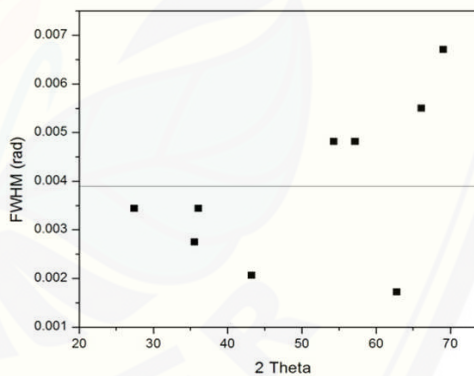
Dari Gambar 9, Gambar 10 dan Gambar 11 tersebut dapat dinyatakan bahwa plot dari ketiga sampel tersebut



Gambar 9. Plot antara *FWHM* (rad) dengan sudut difraksi 2θ dari sampel hasil *sintering* suhu 550 °C.



Gambar 10. Plot antara *FWHM* (rad) dengan sudut difraksi 2θ dari sampel hasil *sintering* suhu 650 °C.



Gambar 11. Plot antara *FWHM* (rad) dengan sudut difraksi 2θ dari sampel hasil *sintering* suhu 750 °C.

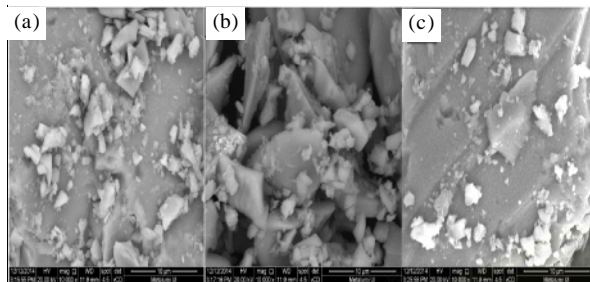
tidak membentuk *slop* tertentu sehingga dipakai model *fit size* untuk menghitung diameter rata-rata kristalita dengan hasil sebagaimana ditampilkan pada Tabel 1.

Jadi ukuran kristalita dari masing-masing sampel meningkat seiring dengan peningkatan suhu *sintering*.

Tabel 1. Ukuran kristalita padatan hasil *sintering*.

Suhu <i>sintering</i> (°C)	Ukuran kristalita rata-rata (nm)
550	23,45
650	27,70
750	52,06

Selanjutnya, pada Gambar 12 diperlihatkan hasil SEM sampel hasil sintering pada suhu 550 °C, 650 °C, dan 750 °C (c) dengan perbesaran 10.000X.



Gambar 12. Hasil SEM LTO perbesaran 10.000X hasil sintering suhu (a). 550 °C, (b). 650 °C, dan (c). 75 °C

Berdasarkan hasil pengujian SEM pada masing-masing variasi suhu sintering sebesar 550 °C, 650 °C dan 750 °C tidak menunjukkan adanya perbedaan yang mana ketiga sampel mempunyai bentuk morfologi berupa gumpalan/aglomerasi dan tidak beraturan. Hal ini disebabkan karena ikatan butiran dan pertumbuhan partikel pada saat proses hidrotermal maupun sintering.

Pada Tabel 2 diperlihatkan hasil pengujian luas permukaan BET pada sampel hasil sintering pada suhu 550 °C, 650 °C dan 750 °C.

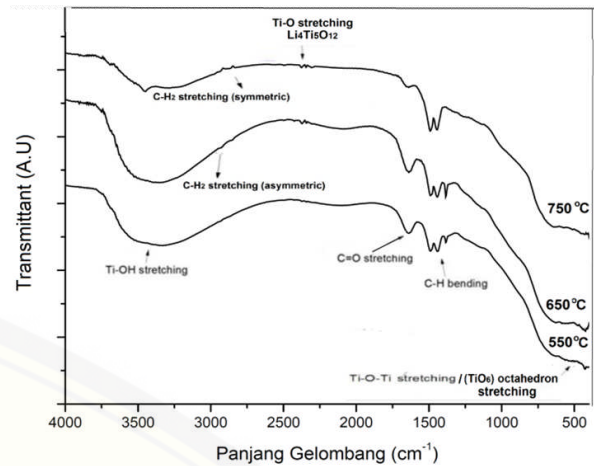
Tabel 2. Hasil pengujian BET sampel hasil sintering.

Suhu (°C)	Luas permukaan (m ² /g)
550	6,65
650	1,91
750	0,01

Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa luas permukaan yang besar didapatkan pada variasi suhu 550 °C yaitu 6,65 m²/g dan untuk suhu 650 °C sebesar 1,91 m²/g, sedangkan untuk suhu 750 °C hasilnya tidak terdeteksi. Luas permukaan yang dihasilkan ini bisa dikatakan belum cukup besar dan harus ditingkatkan pada penelitian selanjutnya, sekalipun sudah dipakai bahan awal berupa TiO₂ hasil proses sol-gel dengan luas permukaan sebesar 148,04 m²/g. Hal ini mungkin disebabkan belum optimalnya proses hidrotermal dan pencampuran TiO₂ anatase dengan sumber ion Li⁺ melalui metode impregnasi Li₂CO₃ dalam larutan HNO₃.

Hasil pengujian FT-IR sampel hasil sintering pada suhu 550 °C, 650 °C dan 750 °C ditampilkan pada Gambar 13.

Dengan membandingkan Gambar 10 dengan Gambar 5, maka dapat diketahui efek sintering pada sampel. Efek proses sintering dari pengujian FT-IR menunjukkan beberapa gugus seperti C=O, -CH₃, Ti-OH, Ti-O-Ti masih dijumpai dengan intensitas yang menurun di setiap kenaikan suhu sintering. Gugus lain seperti -CH₂ hampir tidak ditemui kembali setelah dilakukan proses pemanasan pada suhu diatas 550 °C karena proses degradasi gugus tersebut pada suhu tinggi. Sedangkan



Gambar 13. Spektra hasil uji FT-IR Sampel LTO hasil sintering pada suhu 550 °C, 650 °C dan 750 °C.

gugus Ti-OC mengalami penurunan intensitas yang signifikan sebagai hasil dari reaksi pembakaran Ti-OC dengan oksigen sehingga atom C yang berikatan akan berurai dan ikatan Ti-O sisa kemungkinan akan membentuk ikatan TiO₂ yang stabil.

Sebagaimana terlihat dari Gambar 10, terlihat munculnya spektrum di sekitar panjang gelombang 2300 cm⁻¹, dimana spektrum tersebut semakin kuat dengan meningkatnya suhu sintering. Proses selama sintering yakni sumber Li⁺ bereaksi dengan TiO₂ dapat dijelaskan sebagai migrasi dari ion lithium menuju nano-struktur TiO₂ untuk membentuk LTO (Li₄Ti₅O₁₂) dan proses tersebut semakin meningkat dengan naiknya suhu sintering pada kisaran 550 °C sampai 750 °C. Hasil ini memperkuat dengan difraktogram dari uji XRD. Sebagaimana dilaporkan oleh Yan, H et al. [26], senyawa Li₄Ti₅O₁₂ memiliki dua puncak absorpsi pada panjang gelombang 2359,7 cm⁻¹ dan 668,3 cm⁻¹, yang berasal dari vibrasi stretching ikatan Ti-O dan MO₆ (TiO₆) oktahedron.

Hasil pengujian FT-IR dari produk hasil sintering menunjukkan semua spektrum yang berasal dari gugus-gugus hidroksil dari Ti-OH dan air serta alkohol, ikatan C-H₂ stretching asimetrik dan ikatan C-H₂ stretching simetrik dari alkoksida menurun intensitasnya dan hampir menghilang pada suhu sintering 750 °C. Spektrum lainnya, seperti puncak-puncak disekitar 1750 - 1735 cm⁻¹ dari ikatan C=O bonds, dan puncak disekitar 1343 cm⁻¹ dari ikatan C-H bending dari gugus CH₃ dan beberapa puncak pada 1132, 1117, dan 1022 cm⁻¹ dari ikatan Ti-O-C juga menurun dengan peningkatan suhu sintering. Penurunan intensitas puncak-puncak itu tentunya disebabkan oleh terdekomposisinya gugus-gugus terkait akibat naiknya suhu.

Dari hasil pengujian sampel-sampel tersebut dapat dinyatakan bahwa uji FT-IR dapat mendeteksi keberadaan ikatan-ikatan yang merupakan ciri dari senyawa LTO, sehingga pengujian ini dapat mendukung

hasil pengujian karakterisasi LTO lainnya, seperti pengujian XRD.

KESIMPULAN

Dari hasil percobaan, dapat diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Senyawa *lithium* titanat ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) dapat disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal dari campuran TiO_2 anatase yang dipreparasi memakai metode *sol-gel* dengan *lithium* karbonat (Li_2CO_3), dengan kondisi optimum yakni pada suhu *sintering* 750°C .
2. Dari pengujian XRD terlihat bahwa pada suhu 550°C sudah terbentuk senyawa *lithium* titanat ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$). Selanjutnya, pada rentang suhu *sintering* sampai 750°C semakin tinggi suhu *sintering*, proporsi senyawa *lithium* titanat ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) semakin meningkat dan senyawa TiO_2 rutil semakin menurun, yang mengindikasikan reaksi pembentukan *lithium* titanat ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) semakin meningkat.
3. Ukuran kristalit yang diperoleh dari padatan hasil *sintering* semuanya dalam kisaran di bawah 100 nm.
4. Dari hasil pengujian FT-IR ternyata dapat terdeteksi adanya senyawa *lithium* titanat ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) yang semakin meningkat dengan peningkatan suhu *sintering* dalam kisaran 550°C sampai 750°C .
5. Proses hidrotermal dengan impregnasi larutan ini belum dapat membantu menghasilkan senyawa *lithium* titanat ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) dengan luas permukaan yang besar dan kemurnian yang tinggi dan masih perlu ditingkatkan dalam proses pencampuran (*mixing*) bahan baku dan metode impregnasi Li_2CO_3 dalam larutan HNO_3 masih perlu pengkajian lebih lanjut.
6. Pada proses preparasi TiO_2 anatase sebagai bahan baku proses hidrotermal, proses kalsinasi terhadap xerogel TiO_2 pada suhu 300°C selama 2 jam, telah mampu menghasilkan senyawa TiO_2 anatase dengan luas permukaan sebesar $148,04 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan kandungan pengotor yang minimal.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada DRPM (Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat) Universitas Indonesia yang telah mendanai penelitian ini melalui Hibah Riset Klaster tahun 2015 dengan nomor kontrak: 1869/UN2.R12/HKP.05.00/2015 serta Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN, Puspiptek Serpong atas segala dukungan bagi terselenggaranya penelitian ini.

DAFTARACUAN

- [1]. R. Wen. "Nanostructured $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ as Anode Material for Lithium Ion Batteries." M.Sc Thesis,

Faculty of Science, The University of New South Wales, 2012.

- [2]. B. Li, F. Ning, Y. He, H. Du, Q. Yang, F. Kang, and C. Hsu. "Synthesis and Characterization of Long Life $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{C}$ Composite Using Amorphous TiO_2 Nanoparticles." *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 6, pp. 3210 -3223, Aug. 2011.
- [3]. C. Zhang, Y. Zhang, J. Wang, D. Wang, D. He, and Y. Xia. " $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ prepared by a modified citric acid sol-gel method for lithium-ion battery." *Journal of Power Sources*, vol. 236, pp. 118-125, Jan. 2013.
- [4]. T. Yuan, R. Cai, R. Ran, Y. Zhou, Z. Shao, P. Gu, and Z. Shao. "A mechanism study of synthesis of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ from TiO_2 anatase." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 505, no. 1, pp. 367-373, Aug. 2010.
- [5]. J.-W. Shin, C.-H. Hong, and D.-H. Yoon. "Effects of TiO_2 Starting Materials on the Solid-State Formation of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$." *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 95, no. 6, pp. 1894-1900, Jun. 2012.
- [6]. S. Han, J. H. Ryu, J. Jeong, and D. Yoon. "Solid-state synthesis of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ for high power lithium ion battery applications." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 570, pp. 144-149, Mar. 2013.
- [7]. Y.J. Gu, Z. Guo, and H.Q. Liu. "Structure and electrochemical properties of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ with Li excess as an anode electrode material for Li-ion batteries." *Electrochimica Acta*, vol. 123, pp. 576-581, Jan. 2014.
- [8]. W. Liu, D. Shao, G. Luo, Q. Gao, G. Yan, J. He, D. Chen, X. Yu, and Y. Fang. "Mesoporous Spinel $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ Nanoparticles for High Rate Lithium-ion Battery Anodes." *Electrochimica Acta*, vol. 133, pp. 578-582, Jul. 2014.
- [9]. H. Yan, Z. Zhu, D. Zhang, and W. Li. "A new hydrothermal synthesis of spherical $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ anode material for lithium-ion secondary batteries." *Journal of Power Sources*, vol. 219, pp. 45-51, Jul. 2012.
- [10]. X. Guo, C. Wang, and M. Chen. "A novel non-organic hydrothermal/hydrolysis method for preparation of well-dispersed $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$." *Materials Letters*, vol. 83, pp. 39-41, Jun. 2012.
- [11]. Z. Zhang, L. Cao, J. Huang, D. Wang, J. Wu, and Y. Cai. "Hydrothermal synthesis of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ microsphere with high capacity as anode material for lithium ion batteries." *Ceramics International*, vol. 39, no. 3, pp. 2695-2698, Sep. 2013.
- [12]. Z. Zhang, L. Cao, J. Huang, D. Wang, Y. Meng, and Y. Cai. "Temperature effect on spinel $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ as anode materials for lithium ion batteries." *Electrochimica Acta*, vol. 88, pp. 443-446, Jan. 2013.
- [13]. S. Kim, S. Fang, Z. Zhang, J. Chen, L. Yang, J. E. Penner-Hahn, and A. Deb. "The electrochemical and local structural analysis of the mesoporous

- Li₄Ti₅O₁₂ anode.” *Journal of Power Sources*, vol. 268, pp. 294-300, Dec. 2014.
- [14]. R. P. Maloney, H. J. Kim, and J. S. Sakamoto. “Lithium Titanate Aerogel for Advanced Lithium-Ion Batteries.” *Applied Material & Interfaces*, vol. 4, pp. 2318-2321, Apr. 2012.
- [15]. I. Bilecka and M. Niederberger. “New developments in the nonaqueous and/or non-hydrolytic sol-gel synthesis of inorganic nanoparticles.” *Electrochimica Acta*, vol. 55, no. 26, pp. 7717-7725, Nov. 2010.
- [16]. B. Priyono, A. H. Yuwono, B. Munir, A. Rahman, A. Maulana, and H. Abimanyu. “Synthesis of Highly-Ordered TiO₂ through CO₂ Supercritical Extraction for Dye-Sensitized Solar Cell Application.” *Advanced Materials Research*, vol. 789, pp. 28-32, Sep. 2013.
- [17]. D.-S. Seo, J.-K. Lee, and H. Kim. “Preparation of nanotube-shaped TiO₂ powder.” *Journal of Crystal Growth*, vol. 229, no. 1-4, pp. 428-432, Jul. 2001.
- [18]. E. Morgado, M. A. S. de Abreu, O. R. C. Pravia, B. A. Marinkovic, P. M. Jardim, F. C. Rizzo, and A. S. Araújo. “A study on the structure and thermal stability of titanate nanotubes as a function of sodium content.” *Solid State Sciences*, vol. 8, no. 8, pp. 888-900, Aug. 2006.
- [19]. G. H. Du, Q. Chen, R. C. Che, Z. Y. Yuan, and L. M. Peng. “Preparation and structure analysis of titanium oxide nanotubes.” *Applied Physics Letters*, vol. 79, no. 22, pp. 3702-3704, Sep. 2001.
- [20]. K. Byrappa and M. Yoshimura. *Handbook of Hydrothermal Technology, A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. 2001.
- [21]. J. Ortiz-Landeros, C. Gómez-Yáñez, R. López-Juárez, I. Dávalos-Velasco, and H. Pfeiffer. “Synthesis of advanced ceramics by hydrothermal crystallization and modified related methods.” *Journal of Advanced Ceramics*, vol. 1, no. 3, pp. 204-220, Aug. 2012.
- [22]. A. H. Sun, P. J. Guo, Z. X. Li, Y. Li, and P. Cui. “Low temperature synthesis of anatase and rutile titania nanopowders by hydrolysis of TiCl₄ using ammonia gas.” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 481, pp. 605-609, Mar. 2009.
- [23]. Y. Hu, H. L. Tsai, and C. L. Huang. “Effect of brookite phase on the anatase-rutile transition in titania nanoparticles.” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 23, no. 5, pp. 691-696, Jun. 2003.
- [24]. D. C. L. Vasconcelos, V. C. Costa, E. H. M. Nunes, A. C. S. Sabioni, M. Gasparon, and W. L. Vasconcelos. “Infrared Spectroscopy of Titania Sol-Gel Coatings on 316L Stainless Steel.” *Materials Sciences and Applications*, vol. 02, no. 10, pp. 1375-1382, Mar. 2011.
- [25]. A. Verma, S. B. Samanta, a. K. Bakhshi, and S. a. Agnihotry. “Effect of stabilizer on structural, optical and electrochemical properties of sol-gel derived spin coated TiO₂ films.” *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 88, no. 1, pp. 47-64, Jan. 2005.
- [26]. H. Yan, Z. Zhu, D. Zhang, W. Li, and Qilu. “A new hydrothermal synthesis of spherical Li₄Ti₅O₁₂ anode material for lithium-ion secondary batteries.” *Journal of Power Sources*, vol. 219, pp. 45-51, Jul. 2012.
- [27]. J. W. W. Shin, C. H. H. Hong, and D. H. H. Yoon. “Effects of TiO₂ Starting Materials on the Solid-State Formation of Li₄Ti₅O₁₂.” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 95, no. 6, pp. 1894-1900, Jun. 2012.
- [28]. S. W. Han, J. W. Shin, and D. H. Yoon. “Synthesis of pure nano-sized Li₄Ti₅O₁₂ powder via solid-state reaction using very fine grinding media.” *Ceramics International*, vol. 38, no. 8, pp. 6963-6968, May. 2012.
- [29]. C. H. Hong, A. Noviyanto, J. H. Ryu, J. Kim, and D. H. Yoon. “Effects of the starting materials and mechanochemical activation on the properties of solid-state reacted Li₄Ti₅O₁₂ for lithium ion batteries.” *Ceramics International*, vol. 38, no. 1, pp. 301-310, Jan. 2012.
- [30]. S. Speakman. “Estimating Crystallite Size Using XRD.” *MIT Center for Materials Science and Engineering*, 2015. [Online]. Available: <http://prism.mit.edu/xray/>. [Accessed: 19-May-2015].

STUDI PENDAHULUAN PEMBUATAN LAPISAN TIPIS MWCNT-Fe PADA PERMUKAAN GELAS DENGAN SPIN COATING

P. Purwanto, Yunasfi dan Salim Mustofa

*Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan
E-mail: ppurwanto88@gmail.com*

Diterima: 17 Februari 2015

Diperbaiki: 30 Juli 2015

Disetujui: 1 September 2015

ABSTRAK

STUDI PENDAHULUAN PEMBUATAN LAPISAN TIPIS MWCNT-Fe PADA PERMUKAAN GELAS DENGAN SPIN COATING. Telah dilakukan pembuatan lapisan tipis *Multi-Walled Carbon Nanotubes (MWCNT)*-Fe pada permukaan gelas. Pengukuran struktur kristal campuran serbuk *MWCNT*-Fe dilakukan dengan *XRD*, dimana pola difraksi yang nampak menunjukkan adanya puncak dari *carbon* dan Fe saja, tidak ditemukan unsur pengotor lainnya. Pengamatan morfologi dengan menggunakan *SEM* menunjukkan permukaan lapisan tipis *MWCNT*-Fe yang terbentuk pada permukaan substrat gelas. Pengukuran sifat listrik pada lapisan tipis *MWCNT*-Fe selanjutnya dilakukan untuk mengetahui efek perubahan frekuensi ukur terhadap nilai konduktansi dan kapasitansi. Secara umum nilai konduktansi relatif stabil terhadap perubahan frekuensi, sedangkan nilai kapasitansi lapisan tipis *MWCNT*-Fe mengalami penurunan seiring dengan naiknya frekuensi ukur. Namun seiring dengan bertambahnya persen (%) berat Fe di dalam lapisan tipis, nilai konduktansi lapisan tipis naik drastis, dan sebaliknya nilai kapasitansi mengalami penurunan drastis seiring dengan naiknya frekuensi pengukuran. Dari spektrum Raman terlihat adanya puncak *D band* pada posisi 1310 cm^{-1} hingga 1320 cm^{-1} , puncak harmonik pertama *G band* (tangensial *G band*) pada posisi 1580 cm^{-1} hingga 1595 cm^{-1} , dan puncak harmonik kedua *G band* (*G' band*) pada posisi 1605 cm^{-1} hingga 1615 cm^{-1} .

Kata kunci: Lapisan tipis, *XRD*, *Spin Coating*, Konduktansi, Kapasitansi, Spektrum Raman

ABSTRACT

PRELIMINARY STUDY OF FABRICATION OF MWCNT-Fe THIN FILM ON GLASS BY USING SPIN COATING. The fabrication of *MWCNT*-Fe thin film on glass has been done. The measurement of crystal structure of *MWCNT*-Fe mixing powder has been carried out by *XRD*, which shows only the peak of carbon and Fe, found no other impurity elements. The observation of the surface morphology using *SEM* shows the surface of *MWCNT*-Fe thin film formed on the surface of glass substrate. The measurement of electrical properties of *MWCNT*-Fe thin film then was being done in order to know the effect of frequency changes against the value of conductance and capacitance against the changes of measuring frequency. In general, the conductance is relatively stable against changes in frequency, while the capacitance value of *MWCNT*-Fe thin film decrease with the increasing of measuring frequency. However, along with the increasing of weight percent (%) of Fe in a thin film, the conductance value of *MWCNT*-Fe thin film rises drastically, and contrary the value of capacitance decreased with the increasing of measuring frequency. From the Raman spectrum, it shows the *D band* peak at around 1310 cm^{-1} to 1320 cm^{-1} , the second harmonic peak of *G band* (*G' band*) was found at around 1605 cm^{-1} to 1615 cm^{-1} , and the tangential peak of *G band* was found at around 1580 cm^{-1} to 1595 cm^{-1} .

Keywords: Thin film, *XRD*, *Spin Coating*, Conductance, Capacitance, Raman Spectrum

PENDAHULUAN

Sensor adalah piranti yang mendeteksi atau mengukur kuantitas fisik dan kimia seperti suhu, tekanan, suara, dan konsentrasi. Hasil pengukuran dikonversi menjadi sebuah sinyal elektronik. Persyaratan utama sensor adalah sensitivitas yang tinggi, respons yang cepat, dan reliabilitas yang tinggi. Keberadaan piranti sensor telah memberi berbagai dampak signifikan di dalam kehidupan, dengan lingkup aplikasi yang luas mulai dari biomedikal sampai ke industri otomotif [1-3]. Sensor secara umum dari sisi pengukuran dan pengaturan harus memenuhi beberapa persyaratan yakni linieritas, kapasitansi, konduktivitas, stabil terhadap suhu, kepekaan, batas frekuensi terendah/tertinggi serta stabilitas waktu [4].

Pengembangan lapisan tipis sebagai sensor terus dikembangkan, salah satunya adalah dengan memanfaatkan bahan lapisan tipis berbasis *Carbon Nanotubes (CNT)*. Contoh aplikasi pemanfaatan lapisan tipis berbasis *CNT* adalah untuk sensor biomedik [5,6]. Berbagai macam sintesis *Multi-Walled Carbon Nanotubes (MWCNT)-Fe* dan karakterisasinya telah dilakukan oleh beberapa peneliti dalam kaitannya untuk aplikasi sensor biomedik [7,8].

Prinsip dasar kerja dari sensor biomedik adalah berdasarkan sifat konduktivitas dan impedansi dari lapisan tipis, dengan substratnya adalah gelas atau bahan lain [9]. Pada dasarnya, untuk meningkatkan kinerja biosensor membutuhkan sinyal bahan transduser yang baik yang berperan penting terhadap komunikasi antara target biomolekul dan permukaan sensor. Sifat fisik dan kimia yang unik dari lapisan tipis berstruktur nano membuka jalan untuk tercapainya sebuah biosensor dengan kinerja yang bagus. Lapisan tipis berbasis *CNT* bisa berfungsi sebagai konduktor listrik dan elektroda pengubah di dalam sebuah biosensor berbasis oksida. Oleh karena itu pada penelitian ini difokuskan pada pembuatan lapisan tipis untuk mendukung nantinya diperolehnya biosensor berkinerja bagus.

Tujuan akhir dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan lapisan tipis *MWCNT-Fe* yang dapat digunakan untuk sensor. Sebagai salah satu bagian dari pencapaian tujuan akhir tersebut, melalui penelitian ini telah diselidiki sifat listrik dari lapisan tipis *MWCNT-Fe* yang difabrikasi memakai metoda *spin coating*, yang selanjutnya dapat diketahui potensi pemanfaatan lapisan tipis ini secara optimal untuk elemen sensor biomedik.

METODE PERCOBAAN

Tahapan-tahapan yang dilalui pada proses percobaan ini sebagai berikut:

- Menyiapkan substrat gelas dan bahan fabrikasi lapisan tipis yakni Fe buatan *Aldrich* dengan kemurnian 99,9% dan *MWCNT* buatan *Cheap Tube* dengan kemurnian di atas 95%. Selanjutnya

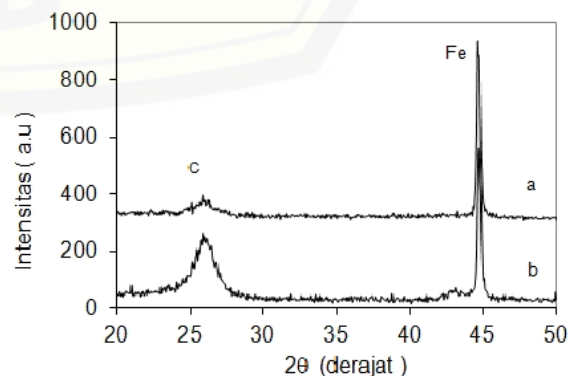
menyiapkan 2 variasi campuran serbuk *MWCNT-Fe* dengan persen (%) berat Fe sebesar 5% dan 7%. Tujuan penambahan kandungan unsur Fe di dalam campuran *MWCNT-Fe* adalah sebagai upaya untuk meningkatkan sifat listrik dari lapisan tipis yang dibuat.

- Menyiapkan larutan *PVA* 10%. Kemudian ke dalam larutan *PVA* 10% ini dimasukkan campuran serbuk *MWCNT-Fe* (5%) dan *MWCNT-Fe* (7%). Larutan *PVA* ini nantinya akan berfungsi sebagai pengikat (*binder*) pada saat pembuatan lapisan tipis *MWCNT-Fe* dengan metoda *spin coating*. Larutan *PVA* yang telah ditambahkan *MWCNT-Fe* lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam sambil dipanaskan pada suhu 50 °C. Hasil akhirnya berbentuk larutan sol gel.
- Menyiapkan peralatan *spin coating*. Peralatan tersusun atas komponen-komponen berupa ruang vakum, sistem pompa vakum, sumber tegangan *DC*, dan sistem gas masukan.
- Larutan sol-gel *MWCNT-Fe* (baik yang mengandung Fe 5% maupun Fe 7%) lalu ditetaskan secara bertahap sebanyak 3 tetes di atas permukaan gelas substrat yang diletakkan di dalam ruang *spin coating* dan diputar dengan kecepatan putar 300 *rpm*. Setelah itu lapisan tipis dikeringkan di udara terbuka pada suhu kamar.
- Melakukan karakterisasi terhadap lapisan tipis yang diperoleh menggunakan alat *XRD* merek *Shimadzu* tipe *XD-610*, *LCR*-meter merek *Hioki* tipe *3523-50 LCR Hitester*, Raman Spektroskopi merek *Bruker* tipe *Senterra R200-785* dan *SEM-EDX* merek *Jeol* tipe *JSM-6510LA*. Alat-alat ini digunakan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk, mengukur konduktansi dan kapasitansi, mengamati morfologi permukaan lapisan tipis *MWCNT-Fe*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil XRD

Gambar 1 memperlihatkan pola *XRD* terhadap sampel campuran serbuk *MWCNT-Fe* dengan persen (%)

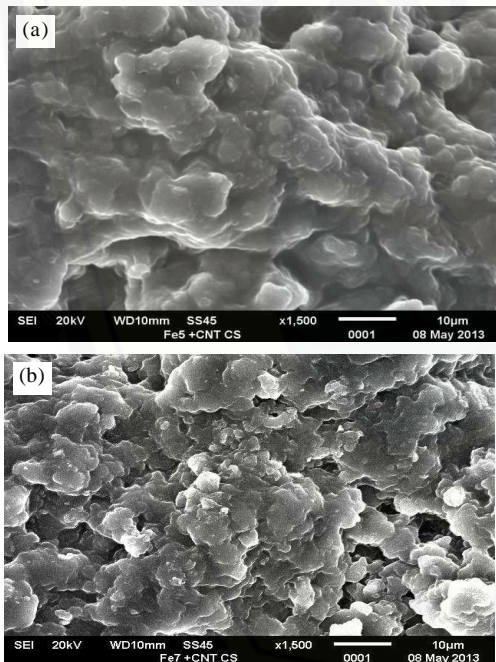


Gambar 1. Pola difraksi *XRD* campuran serbuk *MWCNT-Fe* (a). Fe (7%) dan (b). Fe (5%).

berat Fe sebesar 5% dan 7%. Hanya ada 2 puncak yakni karbon (C) dan Fe yang teridentifikasi dan tidak ada unsur pengotor ditemukan pada hasil XRD tersebut. Penambahan kandungan unsur Fe memberi dampak turunnya puncak karbon dan meningkatnya puncak Fe.

Morfologi Permukaan

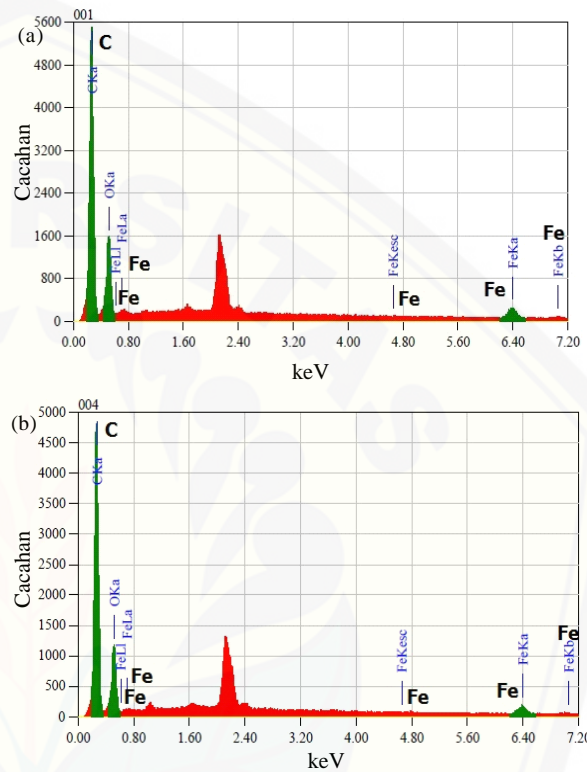
Gambar 2(a) menunjukkan morfologi permukaan lapisan tipis MWCNT-Fe (5%), dan Gambar 2b menunjukkan morfologi permukaan lapisan tipis MWCNT-Fe (7%). Pada kedua permukaan tampak adanya aglomerasi partikel dan pori-pori. Partikel-partikel terdispersi dengan lebih baik pada komposisi MWCNT-Fe (7%) yang ditandai dengan mengecilnya ukuran aglomerasi partikel (Gambar 2b). Dispersi ini diprediksi dari adanya penambahan kandungan unsur Fe di dalam MWCNT. Bertambahnya partikel Fe di dalam campuran serbuk MWCNT-Fe akan memecah aglomerasi MWCNT pada proses pengadukan larutan MWCNT-Fe oleh *magnetic stirrer*, sehingga berujung ke dispersi yang lebih bagus dari MWCNT. Fe sebagai surfaktan memiliki peran penting dalam mendispersikan MWCNT.



Gambar 2. Morfologi permukaan lapisan tipis MWCNT-Fe : (a). Lapisan tipis MWCNT-Fe (5%) dan (b). Lapisan tipis MWCNT-Fe (7%).

Namun secara keseluruhan pertumbuhan lapisan tipis yang halus dan rata serta homogen belum terjadi pada penelitian tahap awal pembuatan lapisan tipis ini. Diperlukan proses tambahan seperti aniling untuk menumbuhkan lapisan tipis MWCNT-Fe yang halus dan rata serta homogen dan homogen dengan morfologi berbentuk butiran partikel di atas substrat, seperti yang diperoleh oleh peneliti lainnya dengan parameter berbeda [10-11].

Untuk mengetahui unsur-unsur yang ada pada permukaan lapisan tipis MWCNT-Fe, dilakukan pengujian dengan EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) pada lapisan tipis MWCNT-Fe. Dari hasil analisis spektrum dengan EDX didapat informasi adanya unsur-unsur C (dianggap mewakili CNT), O dan Fe, seperti diperlihatkan pada Gambar 3. Tidak ditemukan unsur-unsur lainnya (pengotor) baik pada lapisan tipis MWCNT-Fe (5%) maupun MWCNT-Fe (7%) ini.



Gambar 3. Tampilan spektrum EDS lapisan tipis MWCNT-Fe (a). Lapisan tipis MWCNT-Fe (5%) dan (b). Lapisan tipis MWCNT-Fe (7%).

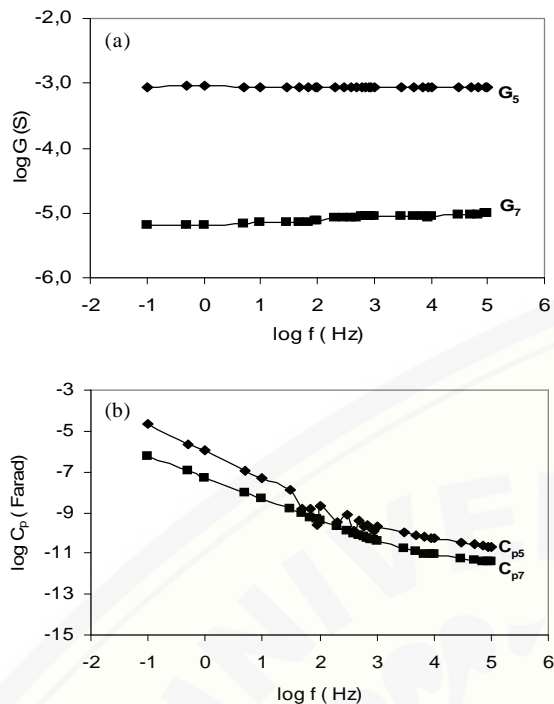
Konduktivitas dan Kapasitansi MWCNT-Fe

Gambar 4(a) menunjukkan kurva nilai konduktansi dan Gambar 4(b) menunjukkan kurva nilai kapasitansi lapisan tipis MWCNT-Fe di atas permukaan gelas substrat. Dari gambar tampak jelas bahwa nilai konduktansi lapisan tipis MWCNT-Fe relatif stabil terhadap perubahan frekuensi. Sedangkan nilai kapasitansi MWCNT-Fe turun seiring dengan naik nilai frekuensi.

Dari Tabel 1 diketahui bahwa nilai konduktansi lapisan tipis naik drastis seiring dengan bertambahnya persen (%) berat Fe di dalam

Tabel 1. Parameter listrik MWCNT-Fe.

Sampel	Konduktansi (μS)	Kapasitansi (μF)
MWCNT-Fe (5%)	0,0873	0,251
MWCNT-Fe (7%)	6,67	0,0301



Gambar 4. Kurva nilai konduktansi (G) dan kapasitansi (C) lapisan tipis MWCNT-Fe (a). (G_5 : MWCNT-Fe (5%), G_7 : MWCNT-Fe (7%)) dan (b). (C_{p5} : MWCNT-Fe5%, C_{p7} : MWCNT-Fe7%).

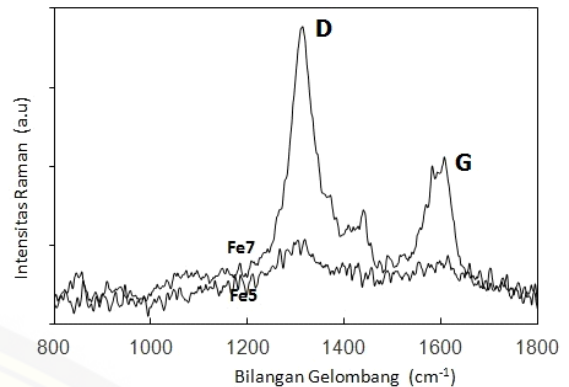
lapisan tipis. Sedangkan kecenderungan terhadap nilai kapasitansi adalah sebaliknya, yaitu mengalami penurunan drastis.

Secara teori unsur Fe adalah unsur yang menghantarkan listrik, artinya berfungsi sebagai konduktor, sehingga kenaikan kandungan unsur Fe dapat menaikkan nilai konduktansi. Sedangkan unsur karbon di dalam MWCNT memiliki sifat menyimpan listrik lebih bagus dibandingkan dengan Fe. Artinya unsur karbon memiliki nilai kapasitansi lebih tinggi dibandingkan Fe. Sehingga kebalikan dari nilai konduktansi, penambahan persen (%) berat Fe di dalam lapisan tipis akan membuat turunnya nilai kapasitansi, dan hal ini ditunjukkan dengan jelas pada hasil pengukuran nilai kapasitansi terhadap lapisan tipis MWCNT-Fe.

Dari hasil pengujian listrik ini lapisan tipis MWCNT-Fe (7%) memberikan nilai konduktansi jauh lebih besar dibandingkan MWCNT-Fe (5%), dan berpotensi diaplikasikan untuk bahan sensor yang memanfaatkan sifat konduktansi seperti sensor cahaya dan lain sebagainya. Sedangkan MWCNT-Fe (5%) dengan nilai kapasitansi yang lebih besar lebih cocok diterapkan sebagai bahan sensor yang memanfaatkan sifat kapasitansi seperti sensor kelembaban.

Spektroskopi Raman

Analisis Raman Spektroskopi dengan laser power 10 mV dan panjang gelombang 768 nm juga dilakukan terhadap sampel lapisan tipis MWCNT-Fe.



Gambar 5. Spektrum Raman MWCNT-Fe.

Gambar 5 menunjukkan spektrum Raman pada bahan lapisan tipis MWCNT-Fe (5%) dan MWCNT-Fe (7%). Puncak D band muncul pada posisi 1310 cm^{-1} hingga 1320 cm^{-1} , puncak harmonik kedua G band (G' band) muncul pada posisi 1605 cm^{-1} hingga 1615 cm^{-1} , dan puncak harmonik pertama G (tangensial G band) muncul pada posisi 1580 cm^{-1} hingga 1595 cm^{-1} . Munculnya 2 buah puncak G dan G' adalah berkaitan dengan mode tangensial grafit aktif E2g Raman, dimana dua atom dalam sel unit graphene yang bergetar tangensial satu terhadap yang lain. D band diaktifkan pada urutan yang pertama dari proses hamburan karbon sp^2 melalui keberadaannya di dalam vacancies, di batas butiran serbuk, atau cacat (defect) lainnya, yang semuanya akan menurunkan kesimetrian kisi kristal [12,13].

Dengan kata lain, puncak D band diperkirakan muncul dari adanya gangguan di dalam sp^2 karbon, dan dapat juga muncul karena adanya pengotor (impurities) atau distorsi kisi pada MWCNT. Oleh karena itu, keberadaan puncak D band dapat menjadi tanda atau menunjukkan adanya gangguan (kekacauan) di dalam kerangka heksagonal MWCNT [14]. Dalam hal terkait penelitian ini adalah gangguan berupa pencampuran atau penambahan serbuk Fe ke dalam MWCNT. Nilai intensitas Raman mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya nilai persen berat Fe ke dalam MWCNT atau semakin besarnya kandungan pengotor yang menimbulkan kekacauan atau distorsi kisi pada kerangka heksagonal MWCNT. Keberadaan puncak G band sendiri adalah berhubungan dengan modus E2g [15] dari grafit berorientasi tinggi dan menunjukkan adanya karbon kristal pada sampel MWCNT. Nilai intensitas Raman dari puncak G band juga menurun seiring dengan penurunan persen berat Fe di dalam MWCNT.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa struktur MWCNT-Fe telah terdeposisi di atas gelas substrat namun belum memiliki morfologi yang halus dan rata serta homogen sehingga perlu proses tambahan

untuk memperbaiki penumbuhannya. Nilai konduktansi lapisan tipis naik drastis seiring dengan bertambahnya persen (%) berat Fe di dalam lapisan tipis, dan sebaliknya nilai kapasitansi mengalami penurunan drastis seiring dengan naiknya frekuensi pengukuran. Terjadi pergeseran bilangan gelombang pada spektrum lapisan tipis MWCNT-Fe karena adanya cacat dan vibrasi pada MWCNT. Cacat dan vibrasi ini muncul karena adanya pengaruh penambahan Fe.

UCAPAN TERIMAKASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih atas bantuan staf BKAN yang telah membantu penelitian ini, terutama pada Mashadi, Muflikhah dan Tria Madesa serta kepala BKAN yang telah mengizinkan pemakaian alat.

DAFTAR ACUAN

- [1]. H. Yoon. "Current Trends in Sensors Based on Conducting Polymer Nanomaterials." *Nanomaterials*, vol. 3, pp. 524-549, Oct. 2013.
- [2]. H. S. Hassan, A.B. Kashyout, I. Morsi, A.A.A. Nasser and Ibrahim Ali. "Synthesis, Characterization and Fabrication of Gas Sensor Devices Using ZnO and ZnO:In Nanomaterials." *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*, vol. 3, pp. 216-221, Sept. 2014.
- [3]. K. Xu, Mohsen Purahmad *et al.* "Chapter 3: Design and Applications of Nanomaterial-Based and Biomolecule-Based Nanodevices and Nanosensors." in *Design and Applications of Nanomaterials for Sensors*, Jorge M. Seminario, Ed. Dordrecht: Springer, 2014, pp.61-97.
- [4]. M. Heidari and P. Azimi. "Conductivity Effect on the Capacitance Measurement of a Parallel-Plate Capacitive Sensor System." *Res. J. Appl. Sci. Eng. Technology*, vol.3, pp.53-60, Jan. 2011.
- [5]. C. Boero, Jacopo Olivo *et al.* "New Approaches for Carbon Nanotubes-Based Biosensors and Their Application to Cell Culture Monitoring." *IEEE Transactions on Biomedical Circuits and Systems*, vol. 6, no. 5, pp. 479-485, Oct. 2012.
- [6]. Y.T. Chang, J.H. Huang, M.C. Tu, *et al.* "Flexible Direct-growth CNT Biosensors." *Biosens Bioelectron*, vol. 26, pp. 898-902, 2013.
- [7]. D. Zheng, S.K. Vashist, M.M. Dykas *et al.* "Graphene versus Multi-Walled Carbon Nanotubes for Electrochemical Glucose Biosensing." *Materials*, vol. 6, pp. 1011-1027, Mar. 2013.
- [8]. J. C. Claussen, J. Shi, Chandra S. Rout *et al.* "Nano-seized Biosensors for Medical Applications." in *Biosensors for Medical Applications*, Series in Biomaterials Number 45, Seamus Higson, Ed. UK: Woodhead Publishing Limited, 2012, pp. 78-91.
- [9]. I. Akhtar, F. Hashmi *et al.* "A Review: Biomedical Applications of Carbon Nanotubes." *Pac. J. Life Sci.*, vol. 2 (3), pp. 117-125, Aug. 2014.
- [10]. S. Kim, A.A. Kafi, E. Bafekpour, *et al.* "Wettability Investigation of UV/O₃ and Acid Functionalized MWCNT and MWCNT/PMMA Nanocomposites by Contact Angle Measurement." *Journal of Nanomaterials*, vol. 2015, no.12, 2015.
- [11]. A.K. Srivastava, P. Sachan, C. Samanta, *et al.* "Domain Growth of Carbon Nanotubes Assisted by Dewetting of Thin Catalyst Precursor Films." *Applied Surface Science*, vol. 288, pp. 215-221, 2014.
- [12]. T. Ch. Hirschmann, P.T. Araujo *et al.* "Characterization of Bundled and Individual Triple-Walled Carbon Nanotubes by Resonant Raman Spectroscopy." *ACS Nano*, vol. 7 (3), pp.2381-2387, Mar. 2013.
- [13]. X. Hou, L. Sheng, L. Yu *et al.* "Surface-enhanced Raman Spectra of Individual Multiwalled Carbon Nanotubes with Small Innermost Diameters." *Journal of Raman Spectroscopy*, vol. 43 (10), pp. 1381-1384, Oct. 2012.
- [14]. L.G. Cancado, A. Jorio, E. H. Martins Ferreira *et al.* "Quantifying Defects in Graphene via Raman Spectroscopy at Different Excitation Energies." *Nano Lett.*, vol. 43 (10), pp. 3190-3196, Jun. 2011.
- [15]. C. Bower, O. Zhou *et al.* "Nucleation and Growth of Carbon Nanotubes by Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition." *Appl. Phys. Lett.*, vol. 77, pp. 2767-2769, 2000.

STUDI X-RAY DIFFRACTOMETRY PADA STRUKTUR COATING ALUMINIUM YANG DIPREPARASI DENGAN METODE MECHANICAL ALLOYING

Nita Rosita^{1,2}, Toto Sudiro², Didik Aryanto² dan Mahardika Prasetya Aji¹

¹Jurusan Fisika, FMIPA Universitas Negeri Semarang
Gunungpati, Semarang 50229, Jawa Tengah

²High Temperature Materials Research Group, Pusat Penelitian Fisika - LIPI
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan
E-mail: didik_phys@yahoo.co.id

Diterima: 5 Agustus 2015

Diperbaiki: 1 September 2015

Disetujui: 28 September 2015

ABSTRAK

STUDI X-RAY DIFFRACTOMETRY PADA STRUKTUR COATING ALUMINIUM YANG DIPREPARASI DENGAN METODE MECHANICAL ALLOYING. Coating aluminium (Al) telah berhasil dideposisikan pada permukaan baja karbon rendah (*low carbon steel*) dengan menggunakan metode pemaduan mekanik (*mechanical alloying*). Setelah dideposisikan, coating aluminium diannealing di dalam *vacuum furnace* pada suhu 600 °C, 700 °C dan 800 °C dengan kondisi vakum sekitar 5,6 Pa. Transformasi fasa dan perubahan struktur pada coating aluminium sebagai fungsi suhu *annealing* dipelajari dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X (*XRD*). Puncak difraksi Al(111) dari hasil karakterisasi *XRD* mengindikasikan bahwa coating aluminium telah terdepositasi pada permukaan *low carbon steel*. Selain itu, hasil *XRD* juga menunjukkan transformasi fasa dan perubahan struktur coating aluminium sebagai efek suhu *annealing*. Hal itu ditandai dengan munculnya fasa $Al_{3,2}Fe$, Fe_3Al , dan $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ pada pola difraksi *XRD* setelah *diannealing*. Peningkatan suhu *annealing* menyebabkan penurunan *d-spacing*, parameter kisi dan konstanta kisi kristal $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ (110), namun terjadi peningkatan pada regangan kisi dan kerapatan dislokasi. Evolusi pada struktur coating terjadi karena difusi aluminium ke dalam *low carbon steel*.

Kata kunci: Mechanical alloying, Coating, XRD, Struktur, Annealing

ABSTRACT

X-RAY DIFFRACTOMETRY STUDY ON STRUCTURE OF ALUMINUM COATING PREPARED BY A MECHANICAL ALLOYING METHOD. Aluminum (Al) coating was successfully deposited on the surface of low carbon steel by using a mechanical alloying method. After coating deposition, the aluminum coating was annealed in vacuum furnace of 5.6 Pa at elevated temperatures of 600 °C, 700 °C and 800 °C. Phase transformation and structure changes in aluminum coating at varying curing temperatures were studied by means of X-ray diffraction (XRD). The presence of Al (111) diffraction peak from the results of XRD characterization indicates that Al coating was deposited on the surface of low carbon steel. On the other hand, the results of XRD characterization show the phase transformation and structure changes of Al coating due to the effect of annealing temperature. It was indicated by the presence of diffraction peaks of $Al_{3,2}Fe$, Fe_3Al , and $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ after annealing. An increase in annealing temperature leads to decrease in *d-spacing*, lattice parameter, and lattice constant $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ (110). However, the lattice strain and dislocation density are likely to increase. Structure coating evolution occurred due to the diffusion of aluminum to the substrate of low carbon steel.

Keywords: Mechanical alloying, Coating, XRD, Structure, Annealing

PENDAHULUAN

Material logam seperti besi dan baja banyak dimanfaatkan pada industri perkapalan, permesinan, turbin-turbin gas, dan mesin pembangkit daya/energi. Sebagian besar material logam tersebut diaplikasikan pada lingkungan yang bersuhu tinggi. Namun, logam dan paduannya (*alloy*) cenderung bereaksi dengan oksigen pada suhu tinggi. Hal tersebut menyebabkan pembentukan lapisan oksida pada permukaan material tersebut. Jika lapisan oksida yang terbentuk tidak protektif, umur pakai (*life-time*) komponen dapat menjadi lebih pendek dan daya tahan komponen terhadap degradasi lingkungan menurun. Peningkatan ketahanan logam terhadap oksidasi telah dilakukan melalui *alloy enrichment* dan *coating*. Pada teknologi *alloy enrichment*, ketahanan logam terhadap oksidasi dapat ditingkatkan, namun sering berdampak pada penurunan sifat mekanik. Modifikasi permukaan logam dengan *coating* menjadi teknik yang menjanjikan untuk meningkatkan ketahanan oksidasi dengan tetap menjaga sifat mekanik logam.

Berbagai strategi dalam teknologi *coating* telah dikembangkan untuk melindungi struktur logam dari oksidasi [1-3]. Material yang digunakan sebagai bahan *coating* juga terus diteliti dan dikembangkan [2-4]. Pemilihan material *coating* didasarkan pada sifatnya yang dapat menahan oksidasi. Alumunium merupakan material memiliki sifat mekanik yang baik, densitas rendah dan dapat memberikan ketahanan terhadap oksidasi pada temperatur tinggi dengan membentuk lapisan oksida ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) [5,6] serta harganya murah. Hal tersebut menjadikan alumunium sangat potensial digunakan sebagai *coating* karena dapat berlaku sebagai sumber alumunium untuk pembentukan lapisan protektif oksida, alumina. *Coating* alumunium telah dikembangkan dan diaplikasikan pada pelapisan baja kapal [6], pelapisan logam Gd pada *magnetic refrigerant* [4], dan pelapisan anoda TiO_2 untuk meningkatkan efisiensi sel surya [7]. Pada lingkungan laut, *coating* alumunium telah terbukti menjadi satu dari sistem perlindungan korosi yang paling ekonomis. *Coating* alumunium pada substrat besi dan baja sangat menarik karena dapat terbentuk senyawa Fe-Al, yang mana memiliki sifat mekanik yang baik, densitas yang rendah dan memiliki ketahanan yang baik terhadap korosi dan oksidasi [6]. Beberapa teknik telah digunakan dalam teknologi *coating*, diantaranya *hot dipping* [2], *thermal spraying* [8], *Chemical Vapour Deposition (CVD)* [9] and *cold spraying* [10]. Pada beberapa tahun terakhir dikembangkan *coating* dengan menggunakan metode *mechanical alloying* [11,12].

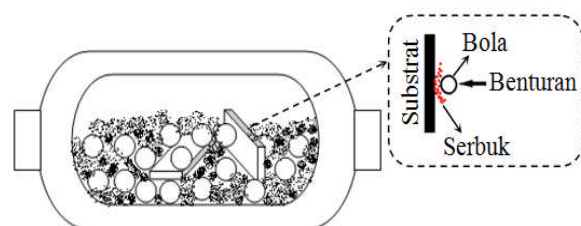
Mechanical alloying telah dikembangkan untuk meningkatkan sifat permukaan dari material, memperpanjang masa kerja bagian-bagian mesin dan mengeksplotasi potensi laten bahan [12]. Metode ini dapat diaplikasikan secara luas untuk sintesis serbuk

komposit yang berbeda. Dalam beberapa tahun terakhir, metode *mechanical alloying* digunakan untuk melapisi objek [11,12]. Proses *mechanical alloying* dapat membuat struktur multikomponen tebal dengan kemampuan ikat yang tinggi pada substrat yang berbeda [12]. Romankov et al [13] menunjukkan metode *mechanical alloying* dapat digunakan untuk memfabrikasi *coating* Ti-Al. Metode ini juga digunakan untuk mendeposisikan *intermetallic* Fe-Al pada permukaan baja [14]. Hingga saat ini, penelitian *coating* dengan metode *mechanical alloying* masih berfokus pada perubahan fasa selama proses *milling* [12,14].

Belum ada penelitian yang mempelajari efek panas tambahan (*annealing*) setelah proses *coating* dengan menggunakan metode *mechanical alloying*. Pada proses *coating*, perlakuan *annealing* diperlukan untuk memperbaiki kualitas struktur *coating*, dimana biasanya dilakukan pada suhu dibawah *melting point* [15]. Tujuan pada studi ini adalah mendeposisikan *coating* alumunium pada substrat *low carbon steel* dengan metode *mechanical alloying*. Selanjutnya, mempelajari efek *annealing* pada suhu di atas *melting point* alumunium dengan menggunakan teknik XRD.

METODE PERCOBAAN

Bahan yang digunakan sebagai substrat adalah pelat *low carbon steel* dengan dimensi $10 \times 8 \times 3 \text{ mm}^3$. Sebelum proses *coating*, semua substrat dihaluskan/*polish* secara mekanik dan dibersihkan dengan aseton dalam *ultrasonic cleaner*. Komersial serbuk alumunium (99,14% produk Kanto Chemical Co., INC) digunakan sebagai *raw material* untuk fabrikasi *coating*. Serbuk alumunium dan dua buah plat *low carbon steel* dimasukkan ke dalam 125 mL botol *grinding* panjang dengan bola *grinding stainless-steel* ($\phi = 4 \text{ mm}$). Perbandingan berat bola dan serbuk adalah 10:1. Ilustrasi skema dari proses ditunjukkan pada Gambar 1. Proses *Mechanical Alloying* dilakukan selama 1 jam dengan alat *high speed shaker mill* buatan Pusat Penelitian Fisika LIPI dengan frekuensi osilasi 700/menit. *Low carbon steel* yang sudah terlapisi alumunium (seperti ditunjukkan pada Gambar 2) selanjutnya diannealing pada suhu 600, 700, dan 800 °C di dalam *vacuum furnace* Zhenzhou Brother Type XD-1400S. Sampel diannealing selama 2 jam pada tekanan vakum 5,6 Pa. Setelah diannealing, sampel didinginkan sampai suhu ruang pada kondisi

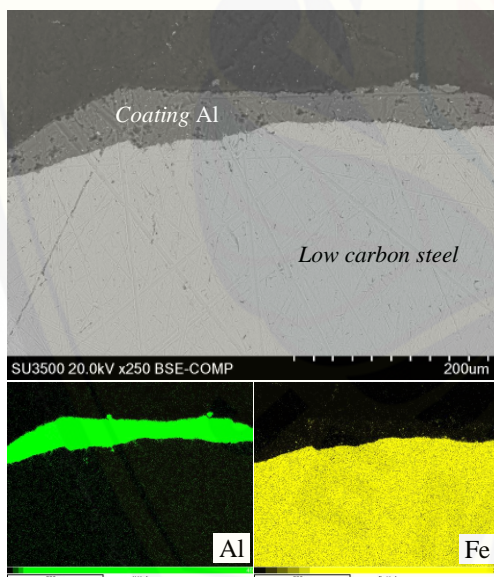


Gambar 1. Ilustrasi skema dari metode *mechanical alloying*.

vakum. Transformasi fasa dan perubahan struktur dari sample dipelajari dengan menggunakan XRD produk Rigaku Smart Lab dengan target Cu-K α ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Energy Dispersive X-Ray (EDX) mapping* unsur pada penampang lintang *coating* aluminium ditunjukkan pada Gambar 2. Terlihat jelas pada Gambar 2, substrat *low carbon steel* telah terlapisi aluminium. *Coating* aluminium memiliki permukaan kasar dan tebal yang tidak seragam, dimana ketebalannya sekitar 20-40 μm . Pada Gambar 2 juga tidak terlihat retakan atau *crack* pada daerah *interface coating* aluminium. Hal ini mengindikasikan terjadinya ikatan yang kuat antara *coating* aluminium dan substrat *low carbon steel*. Hasil ini menegaskan penelitian sebelumnya [11-14], dimana material yang *dicoating* dengan proses *mechanical alloying* memiliki kemampuan ikat yang tinggi pada substrat. Tumbukan antara bola-serbuk-substrat menyebabkan serbuk aluminium melekat dengan kuat pada permukaan *low carbon steel*. Tumbukan tersebut terjadi selama proses *mechanical alloying*, sehingga pada akhir proses terbentuk lapisan aluminium pada seluruh permukaan *low carbon steel*.



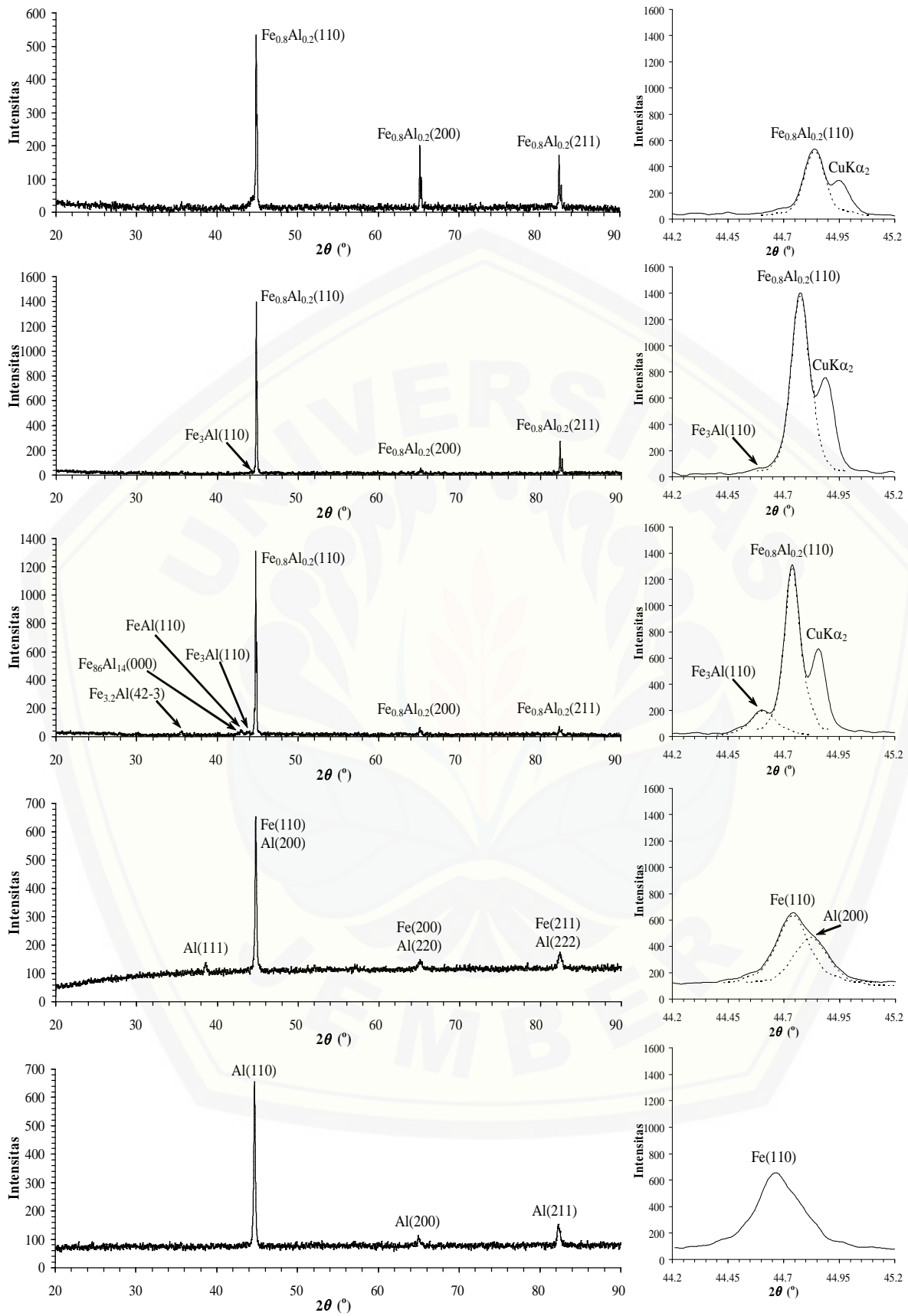
Gambar 2. Morfologi penampang lintang dan *Energy Dispersive X-ray (EDX) mapping* unsur dari *coating* aluminium pada substrat *low carbon steel*.

Gambar 3 menunjukkan pola XRD dari *low carbon steel*, *coating Al*, *coating Al* yang *diannealing* pada suhu 600 $^{\circ}\text{C}$, 700 $^{\circ}\text{C}$, dan 800 $^{\circ}\text{C}$. Setelah proses *mechanical alloying* dengan *High Energy Milling (HEM)* selama 1 jam terlihat intensitas puncak Al (111) yang rendah. Hal itu menegaskan hasil SEM dan EDX, dimana substrat *low carbon steel* telah *tercoating* dengan aluminium. Selain itu, terbentuknya *coating* aluminium juga ditandai dengan pergeseran puncak

spektrum XRD ke sudut yang lebih besar dan bertambah lebar *Full Width Half Maximum (FWHM)*. Berdasarkan hasil XRD pada Gambar 3, proses *coating* aluminium dengan metode *mechanical alloying* selama 1 jam tidak menyebabkan reaksi antara aluminium dan substrat *low carbon steel*. Hasil ini sesuai dengan hasil EDX mapping unsur pada Gambar 2. Detail observasi puncak XRD di Gambar 3 menunjukkan unsur aluminium masih berdiri sendiri. Hal ini ditandai dengan puncak difraksi aluminium yang berimpit dengan puncak substrat *low carbon steel*. Pola XRD dari permukaan *coating* aluminium setelah *diannealing* pada suhu 600 $^{\circ}\text{C}$, 700 $^{\circ}\text{C}$ dan 800 $^{\circ}\text{C}$ menunjukkan puncak Al(111) hilang dan muncul puncak-puncak yang lain. Hal tersebut dikarenakan atom aluminium menyisip ke dalam kisi Fe. Hasil karakterisasi XRD pada *coating* aluminium yang *diannealing* pada suhu 600 $^{\circ}\text{C}$ menunjukkan terjadinya transformasi fasa, dimana muncul puncak difraksi senyawa $\text{Fe}_{3,2}\text{Al}$, $\text{Al}_{86}\text{Fe}_{14}$, FeAl , Fe_3Al , dan $\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$.

Pola difraksi XRD juga menunjukkan perubahan yang sangat signifikan ketika suhu *annealing* ditingkatkan menjadi 700 $^{\circ}\text{C}$, dimana hanya terdapat puncak difraksi Fe_3Al dan $\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$, serta tidak terdapat puncak difraksi yang lain. Hasil yang berbeda ditunjukkan ketika suhu *annealing* ditingkatkan menjadi 800 $^{\circ}\text{C}$, intensitas difraksi $\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$ menurun diikuti dengan pergeseran puncak difraksi. Perbedaan pola difraksi pada *coating* aluminium setelah *diannealing* pada suhu yang berbeda disebabkan perbedaan laju difusi aluminium ke dalam substrat *low carbon steel*. Hal ini dikarenakan *melting point* aluminium (660,3 $^{\circ}\text{C}$) lebih rendah dari *melting point* *low carbon steel* (1538 $^{\circ}\text{C}$). Hasil penelitian Shen et al. [16] menunjukkan terjadinya difusi aluminium ke dalam substrat Fe, ketika *diannealing* pada suhu 610 $^{\circ}\text{C}$.

Peningkatan suhu *annealing* di atas *melting point* Al mempengaruhi laju difusi atom aluminium ke dalam substrat *low carbon steel*. Hal itu ditandai dengan perubahan fasa pada permukaan *coating* aluminium setelah *diannealing* selain fasa dominan $\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$. Pada suhu *annealing* 600 $^{\circ}\text{C}$, terbentuk fasa FeAl , $\text{Al}_{86}\text{Fe}_{14}$ dan Fe_3Al , sedangkan pada suhu *annealing* 700 $^{\circ}\text{C}$ terbentuk Fe_3Al . Hasil yang berbeda ditunjukkan pada suhu *annealing* 800 $^{\circ}\text{C}$, dimana hanya terdapat fasa $\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$ dan tidak terdapat fasa lainnya. Hasil tersebut mengindikasikan laju difusi aluminium meningkat dengan meningkatnya suhu *annealing* dari 600 $^{\circ}\text{C}$ hingga 700 $^{\circ}\text{C}$. Namun pada suhu 800 $^{\circ}\text{C}$ hanya sebagian *coating* aluminium yang berdifusi dan sebagian lagi diyakini menguap. Hal ini dikarenakan suhu *annealing* yang jauh lebih tinggi dari *melting point* aluminium. Peningkatan suhu *annealing* dari 600 $^{\circ}\text{C}$ hingga 700 $^{\circ}\text{C}$ meningkatkan energi aktivasi dari atom aluminium dan substrat, sehingga mempengaruhi pergerakan atom untuk berdifusi lebih dalam dari permukaan substrat. Hukum Fick's tentang difusi mengatakan bahwa laju difusi dipengaruhi oleh koefisien difusi dan gradien



Gambar 3. Pola Difraksi XRD dari (a) substrat low carbon steel, (b) coating Al, coating Al diannealing pada suhu (c) 600 °C, (d) 700 °C, dan (e) 800°C.

konstraksi. Koefisien difusi sendiri sangat bergantung pada suhu, seperti ditunjukkan pada persamaan 1 [17],

$$D = D_0 \times e^{-E_A/RT} \dots\dots\dots (1)$$

Dimana:

- D = Koefisien difusi
- D_0 = Konstanta difusi yang tidak bergantung pada suhu
- E_A = Energi aktivasi
- R = Konstanta gas ideal
- T = Suhu mutlak

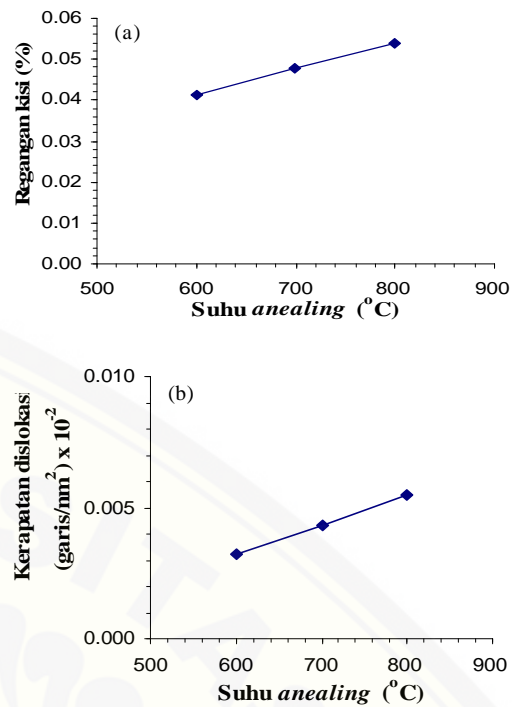
Selain itu, koefisien difusi juga tergantung pada mekanisme difusi, struktur kristal, konsentrasi dari spesies difusi dan cacat kristal. Ukuran partikel dan ukuran kristal aluminium yang semakin kecil karena proses *mechanical alloying* mempermudah proses difusi aluminium ketika di *annealing*. Partikel yang lebih kecil menyebabkan berkurangnya distorsi dari kisi sehingga lebih mudah berdifusi daripada partikel yang besar. Struktur polikristal aluminium dan besi juga mempercepat proses difusi sepanjang batas butir.

Tabel 1. Parameter karakteristik *d-spacing*, *FWHM*, ukuran kristal dan konstanta kisi (*a*) dari puncak difraksi $Fe_{0,8}Al_{0,2}$.

Suhu	2θ	<i>d-spacing</i> (Å)	<i>FWHM</i>	<i>Crystalline size</i> (Å)	<i>a</i> (Å)
600	44,74	2,0239	0,068	22,06738	2,86465
700	44,78	2,0223	0,079	18,99743	2,86222
800	44,84	2,0196	0,089	16,86653	2,85859

Detail observasi dari profil puncak $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ (110) juga ditunjukkan pada Gambar 3. Intensitas puncak $CuK\alpha_2$ terlihat pada semua *coating* aluminium setelah di *annealing*. Disamping itu, puncak difraksi $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ (110) bergeser ke arah sudut 2θ yang besar dan terjadi perubahan intensitas difraksi. Hasil tersebut mengindikasikan terjadinya perubahan struktur akibat reaksi antara *coating* aluminium dan substrat *low carbon steel*. Tabel 1 menunjukkan *d-spacing*, *FWHM*, ukuran kristal, dan konstanta kisi dari fasa $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ (110).

Terlihat jelas, *d-spacing* dan konstanta kisi berkurang dengan meningkatnya suhu *annealing*. Ketika suhu *annealing* tinggi, terjadi rekristalisasi dan pemulihan yang cepat [16], hal itu dikarenakan jarak migrasi lebih besar sehingga mudah terjadi difusi pada batas butir. Proses difusi tersebut mengakibatkan konstanta kisi berkurang. Namun, *FWHM* dari puncak difraksi bertambah lebar dengan berkurangnya *d-spacing*, konstanta kisi dan ukuran kristal. Regangan kisi dan kerapatan dislokasi diyakini sebagai penyebab bertambah lebar *FWHM*. Substitusi antara atom aluminium dan besi yang memiliki jari-jari ion yang berbeda (jari-jari ion aluminium lebih kecil dari jari-jari ion besi) mengakibatkan terjadinya regangan kisi dan dislokasi.



Gambar 4. Regangan kisi dan kerapatan dislokasi dari $Fe_{0,8}Al_{0,2}$ sebagai fungsi suhu *annealing*.

Peningkatan regangan kisi dan kerapatan dislokasi sebagai fungsi suhu *annealing* ditunjukkan pada Gambar 4. Terlihat jelas, regangan kisi meningkat dengan bertambahnya suhu *annealing*. Hasil yang diperoleh dalam studi ini berbeda dengan hasil penelitian sebelumnya, dimana peningkatan suhu *annealing* (250-650 °C) akan mengurangi regangan kisi dan dislokasi [16]. Pada studi ini, suhu *annealing* lebih besar dari *melting point* aluminium, sehingga peningkatan regangan kisi diyakini karena pengaruh perbedaan koefisien ekspansi panas yang cukup besar antara unsur Al dan Fe, dimana koefisien ekspansi panas untuk Al dan Fe yaitu $22,9 \times 10^{-6} K^{-1}$ dan $11,9 \times 10^{-6} K^{-1}$ [18]. Perbedaan tersebut menghasilkan stress pada batas partikel/matrik, dan menyebabkan kerapatan dislokasi tinggi. Seperti ditunjukkan oleh Yu et al., [19] pada tumpukan Al/Ti/Al, perbedaan koefisien ekspansi termal yang besar menghasilkan *stress* pada batas partikel mengakibatkan peningkatan kerapatan dislokasi. Secara teori peningkatan regangan kisi berpengaruh terhadap peningkatan kerapatan dislokasi. Hubungan antara regangan kisi dan kerapatan dislokasi secara matematis dituliskan pada persamaan (2) [19],

$$\rho_g = (bl)^{-1}\epsilon \dots\dots\dots (2)$$

dimana:

- ρ_g = Total pembentukan kerapatan dislokasi,
- b = Vektor Burgers, l rata-rata bagian bebas untuk pergerakan dislokasi
- ϵ = Regangan kisi

Kerapatan dislokasi perlu untuk diketahui dalam struktur material. Hal tersebut dikarenakan kerapatan dislokasi merupakan variabel kritis pada material yang menunjukkan mobilitas dislokasi, kekuatan dan elastisitas material.

KESIMPULAN

Hasil morfologi penampang lintang, *Energy Dispersive X-Ray (EDX) mapping* unsur dan *X-Ray Diffraction (XRD)* memperlihatkan bahwa aluminium telah berhasil dideposisi pada substrat *low carbon steel*. Perubahan struktur dan transformasi fasa terjadi pada *coating* aluminium sebagai efek suhu *annealing*. Difusi aluminium ke dalam substrat *low carbon steel* terjadi pada suhu *annealing* 600 °C hingga 700 °C dan *coating* aluminium sebagian menguap ketika di *annealing* pada suhu 800 °C. Kajian *XRD* dalam proses *coating* pada permukaan logam sangat penting untuk dilakukan. Hal tersebut terkait dengan informasi struktur hasil *coating* dan secara tidak langsung memberikan prediksi sifat mekanik dari material *coating* yang digunakan untuk melapisi permukaan logam.

UCAPAN TERIMAKASIH

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

DAFTAR ACUAN

- [1]. J. Romanowska. "Aluminum diffusion in aluminide coatings deposited by the CVD method on pure nickel." *CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, vol. 44 pp. 114-118, March 2014.
- [2]. L. Lihong, S. Dejiu, Z. Jingwu, S. Jian, and L. Liang. "Evolution of micro-arc oxidation behaviours of the hot-dipping aluminum coatings on Q235 steel substrate." *Applied Surface Science*, vol. 257, pp. 4144-4150, Feb. 2011.
- [3]. P. Guo, Y. Shao, C. Zeng, M. Wu, and W. Li. "Oxidation characterization of FeAl coated 316 stainless steel interconnects by high energy micro arc alloying technique for SOFC." *Materials-Letter*, vol. 65, pp. 3180-3183, Oct. 2011.
- [4]. H.-Y. Wu, J. Liu, H-F. Zhao, Q. Jiang, Y. Xu, and J. Xu. "Effect of surface microstructure of aluminium coating on corrosion properties of magnetic refrigerant gadolinium." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, pp. 3280-3285, Nov. 2013.
- [5]. T. Sudiro, T. Sano, S. Kyo, O. Ishibahi, M. Nakamori, and K. Kurokawa. "A Comparative Study of High Temperature Corrosion of Al₂O₃, SiO₂ and Al₂O₃-SiO₂ Forming Alloys in a Na₂SO₄-NaCl Atmosphere." *Oxidation of Metals*, vol. 80, pp.589-597, Dec. 2013.
- [6]. F. Ahnia, and B. Demri. "Evaluation of aluminum coatings in simulated marine environment." *Surface & Coatings Technology*, vol. 220, pp. 232-236, Apr. 2013.
- [7]. Y.-J. Liou, Y.J. Chen, B-R. Chen, L-M. Lee, and C-H. Huang. "XPS Study of Aluminum Coating on TiO₂ Anode of Dye-Sensitized Solar Cells." *Surface & Coatings Technology*, vol. 231, pp. 535-538, Sept. 2013.
- [8]. B. Torres, , C. Taltavull, A.J. López, M. Campo, and J. Rams. "Al/SiCp and Al11Si/SiCp coatings on AZ91 magnesium alloy by HVOF." *Surface & Coatings Technology*, vol. 261, pp. 130-140, Jan. 2015
- [9]. J. Romanowska. "Aluminum diffusion in aluminide coatings deposited by the CVD method on pure nickel." *Calphad*, vol. 44, pp. 114-118, Marc. 2014.
- [10]. N. Cinca, A. List, F. Gärtner, J. M. Guilemany, and T. Klassen. "Influence of spraying parameters on cold gas spraying of iron aluminide intermetallics." *Surface & Coatings Technology*, vol. 268, pp. 99-107, Apr. 2015
- [11]. A. Canakci, F. Erdemir, T. Varol, and S. Ozkaya. "Formation of Fe-Al intermetallic coating on low-carbon steel by a novel mechanical alloying technique" *Powder Technology*, vol. 247, pp. 24-29, Oct. 2013.
- [12]. Y. Li, C. Chen, R. Deng, X. Feng, and Y. Shen. "Microstructure evolution of Cr coatings on Cu substrates prepared by mechanical alloying method." *Powder Technology*, vol. 268, pp. 165-172, Dec. 2014.
- [13]. S. Romankov, A. Mamaeva, S. D. Kaloshkin, and S.V. Komarov. "Pulsed plasma treatment of Ti-Al coatings produced by mechanical alloying method." *Materials Letters*, vol. 61, pp. 5288-5291, Dec. 2007.
- [14]. Z. L. Zhan, Y. D. He, D. R. Wang, and W. Gao. "Low-temperature processing of Fe-Al intermetallic coatings assisted by ball milling." *Intermetallics*, vol. 14, pp. pp. 75-81, Jan. 2006
- [15]. M. Mhadhbi, M. Khitouni, L. Escoda, J. J. Sunol, and M. Dammak. "Microstructure evolution and mechanical properties of nanocrystalline FeAl obtained by mechanical alloying and cold consolidation." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 3293-3298, Feb. 2011.
- [16]. P. Z. Shen, Y.H. He, H.Y. Gao, J. Zou, N.P. Xu, Y. Jiang, B.Y. Huang, and C.T. Liu. "Development of a New Graded-Porosity FeAl Alloy by Elemental Reactive Synthesis." *Desalination*, vol. 249, pp. 29-33, Nov. 2009.

Studi X-Ray Diffractometry pada Struktur Coating Aluminium yang Dipreparasi dengan Metode Mechanical Alloying
(Nita Rosita)

- [17]. W. D. Callister. *Materials Science and Engineering An Introduction*. John Willey & Sons: New York, 2007, pp. 114-124
- [18]. V. I. Dybkov. "Interaction of iron-nickel alloys with liquid aluminum." *J. Materials Science*, vol. 35, pp. 1729-1736, Apr. 2000.
- [19]. H. Yu, A. K. Tieu, C. Lu, and C. Kong. "Abnormally high residual dislocation density in pure aluminum after Al.Ti/Al laminate annealing for seven days." *Philosophical Magazine Letters: Structures and properties of condensed matter*, vol. 94, pp. 732-740, Dec. 2014.





EFEK ROL PANAS PADA SIFAT MEKANIK PLAT BAJA 15%Cr-25%Ni BAHAN STRUKTUR REAKTOR

Parikin, T.H. Priyanto, A.H. Ismoyo dan M. Dani

Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

E-mail: farihin@batan.go.id

Diterima: 03 Agustus 2015

Diperbaiki: 1 September 2015

Disetujui: 28 September 2015

ABSTRAK

EFEK ROL PANAS PADA SIFAT MEKANIK PLAT BAJA 15%Cr-25%Ni BAHAN STRUKTUR REAKTOR. Pengukuran pengaruh proses pengerolan panas pada sifat mekanik plat baja 15%Cr-25%Ni untuk menentukan mampu bentuk (*formability*) bahan, telah dilakukan. Spesimen bahan plat dibentuk balok berdimensi 50x20x7 mm³ untuk memudahkan pengambilan data pengukuran. Hasil memperlihatkan bahwa: pengerolan panas mampu mendeformasi ukuran butiran baja 15%Cr-25%Ni menjadi lebih kecil; mula-mula bulat sebesar 6 µm dan setelah direduksi 70% menjadi panjang sebesar 4 µm (arah longitudinal) dan pipih sebesar 3 µm (arah transversal). Kekerasan baja 15%Cr-25%Ni meningkat hingga 27% dari nilai mula-mula sekitar 100,02 HVN untuk bahan non rol panas menjadi sekitar 126,86 HVN untuk bahan yang direduksi rol panas 70%. Peningkatan kekerasan ini didominasi oleh fenomena *strain hardening* dan penghalusan butir (bukan inklusi krom karbida Cr_xC_y). Peningkatan kekerasan ditandai oleh angka HVN yang membesar, yang diakibatkan oleh penyusutan volume kristal sebesar 0,35%. Penyusutan ini teridentifikasi dari pergeseran puncak bidang difraksi (311) dan (222) pada sudut difraksi berturut-turut sekitar θ=91° dan 96° yang mengakibatkan parameter kisi mengecil. Berbeda dengan pengerolan dingin yang dilakukan di bawah temperatur rekristalisasi bahan, transformasi fasa akibat deformasi tidak terjadi pada pengerolan panas baja 15%Cr-25%Ni ini seluruhnya memiliki struktur kristal kubus pusat muka (*fcc*) dengan grup ruang *Fm3m* (I-225) dan parameter kisi a = 3,58 Å. Akibat pengerolan terjadi orientasi kristalit yang kuat dalam komponen tekstur Brass {110} <112> dengan pelebaran dalam komponen Goss {011} <100> dimana sebelum pengerolan kristalit terorientasi secara dominan dalam komponen kubik {001} <100>.

Kata kunci: Baja 15%Cr-25%Ni, Rol panas, Sifat mekanik, Difraksi sinar-X, Neutron.

ABSTRACT

HOT-ROLLING EFFECTS ON MECHANICAL PROPERTIES OF 15%Cr-25%Ni STEEL PLATES FOR REACTOR STRUCTURE MATERIALS. The measurements of hot rolling effects on the mechanical properties of 15%Cr-25%Ni steel plates have been carried out to determine the formability of the materials. The specimens were prepared in the dimension of 50x20x7 mm³ to facilitate obtaining the measurement data. The results show that hot rolling was able to deform the grain size of 15%Cr-25%Ni steel plates to a smaller size, from 6 µm round into 4 µm (longitudinal) and 3 µm (transversal) lengthening bands after hot-roll reduction of 70%. The hardness of 15%Cr-25%Ni steel plates increased by 27%, from 100.02 HVN before hot rolling to 126.86 HVN after hot-rolling reduction of 70%. The improvement in hardness is predominantly caused by strain hardening and grain refinements, instead of by Cr_xC_y inclusion effects. The hardness increase was probably caused by crystal volume shrinkage of 0.35%, i.e. the rolled lattice parameter was smaller than unrolled specimen (initial). The shrinkage is identifiable from the shifted diffraction peaks of (311) and (222) around diffraction angles of 2θ=91° dan 96° respectively. In cold rolling which was, unlike hot rolling, carried out below the recrystallization temperature, there was no phase transformation due to hot rolling process. All of the 15%Cr-25%Ni steel was a face centered cubic (*fcc*) with space group of *Fm3m* and the lattice parameter a= 3.58 Å. Hot rolling effects caused strong crystal orientation in {110} <112> texture Brass components with broadening in {011} <100> texture Goss components, while prior to the rolling the dominant orientation was the {001} <100> cubic component.

Keywords: 15Cr-25%Ni steel, Hot rolling, Mechanical properties, X-ray, Neutron diffraction.

PENDAHULUAN

Pengembangan bahan struktur daya dan dukung untuk reaktor BATAN, dituangkan dalam kebijakan *landmark*, yang terbagi dalam dua zona litbang yaitu: zona primer; *cladding materials* berupa paduan ZrNbMoGe [1] dan zona sekunder-tertier; *high temperature materials* berupa baja *chrom* tinggi [2] yang dirintis sejak tahun 2006 oleh kelompok bahan reaktor nuklir di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju. Dilatarbelakangi kebutuhan baja yang memiliki keunggulan khusus untuk bahan struktur operasi temperatur tinggi [3] dengan kandungan lokal yang signifikan mendorong para perekayasa material di BATAN mensintesa baja secara mandiri. Fabrikasi skala laboratorium telah dilakukan dengan menggunakan metode *casting*, dengan membuat serial baja austenitik (A) dan feritik (F) non standar. Baja serial A dan F non standar ini merupakan baja *low carbon* yang diramu dari bahan lokal. Sampai saat ini telah dibuat dua buah serial baja Austenitik (A1&A2) dan baja Feritik (F1&F2).

Baja tahan karat austenitik merupakan bahan non magnetik yang banyak digunakan di industri, karena memiliki sifat tahan korosi, plastik dan mekanik yang baik. Tipe baja ini banyak diproduksi dan diterapkan pada struktur konstruksi gedung, seperti reaktor nuklir pembangkit listrik. Sifat mampu bentuk (*formability*) salah satu yang sangat penting dalam produk baja, karena kebutuhan akan variasi bentuk aplikasi dan pemasangan yang mudah. Disamping itu beberapa usaha dilakukan untuk memperingan bagian-bagian tertentu dan untuk mengurangi biaya produksi. Demikian juga dalam industri komponen konstruksi baja, kegiatan riset diarahkan untuk mengintegrasikan dan meminimalkan bagian-bagian tertentu sehingga memperpendek proses manufaktur batangan baja dengan *hot-forging* menjadi lembaran/plat baja dengan *cold-forming* [4]. Dalam beberapa tahun terakhir, kemajuan pesat telah dicapai dalam teknologi pengerjaan dingin (*cold working*), salah satunya peralatan yang mampu secara praktis membentuk lembaran/plat logam dengan penebalan lokal, yang disebut lembaran/plat logam tempa [5].

Sejumlah proses mulai dari pembentukan *via* mekanisasi (*machining*) hingga perlakuan panas dilakukan dalam pembuatan bahan logam. Salah satu proses destruktif pada manufaktur logam berupa pengerolan yang mampu mengubah struktur dan sifat bahan. Pengerolan/pencapaian merupakan proses reduksi atau pengurangan luas penampang/ketebalan melalui deformasi. Proses ini dilakukan dengan cara melewati benda kerja pada satu pasang silinder rol berputar yang berlawanan arah. Baja plat merupakan salah satu hasil proses pengerolan. Proses ini dapat dilakukan pada temperatur kamar (*cold forming*; di bawah temperatur rekristalisasi) atau di atas temperatur rekristalisasi bahan (*hot forming*). Terdapat tiga

fenomena penting dalam proses mekanisasi ini; yaitu: (i) pengerasan bahan, (ii) transformasi fasa γ (FCC) menjadi fasa α (BCT) [6], dan (iii) perubahan orientasi kristal yang dikenal dengan *texturing*. Fenomena ini sangat diperlukan untuk mengetahui performa kekuatan bahan struktur.

Selain struktur mikro-kristal dan sifat kekerasan, karakterisasi baja 15%Cr-25%Ni non standar ini masih belum banyak dilakukan orang. Termasuk sifat tekstur yang dapat menaikkan performa keandalan bahan teknik. Sifat tekstur sangat dipengaruhi oleh arah orientasi kristal dalam bahan. Sifat ini mampu mengubah kekuatan mekanik pada suatu arah tertentu. Efek tekstur banyak dibutuhkan pada baja teknik untuk keperluan khusus; misalnya tali baja penarik jembatan gantung antar tempat, tali *crane*, tali kereta gantung, tali *lift* dan lain-lain. Penelitian tekstur pada serial baja A&F non standar ini baru dilakukan pada tahun 2011 oleh Azis dkk. [7] yang melaporkan hasil identifikasi sifat tekstur baja non standar F1 dan disusul pada tahun 2014, Priyanto dkk. [8] melaporkan hasil identifikasi sifat tekstur baja A2 non standar yang diperlakukan rol panas dengan memanfaatkan plot ODF-MAUD.

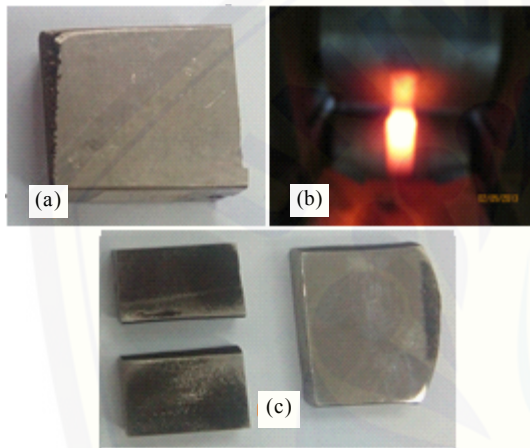
Pada makalah ini pemaparan dibatasi pada sifat mampu bentuk (*formability*) baja austenitik tipe A2 dengan kandungan 15%Cr dan 25%Ni, yang dirol panas hingga 70% reduksi ketebalan. Sifat *formability* ini sangat penting dimiliki oleh bahan konstruksi seperti baja yang sudah terstandarisasi (JIS, BSI, AISI, ASTM dll.). Hipotesis penelitian ini adalah setelah proses pengerolan panas dapat terjadi perubahan strukturmikro, kekerasan dan arah orientasi kristal (*texture*). Apa dan bagaimana pengaruh proses mekanisasi pengerolan panas terhadap material baja untuk bahan struktur reaktor, khususnya terkait sifat mampu bentuk (*formability*) bahan, dijelaskan dan dilaporkan. Beberapa sifat karakteristik plat baja ini telah diukur antara lain densitas [2], kekerasan [3], pola tekstur [8], struktur mikro [9] dan struktur kristal [10]. Sifat tersebut merupakan beberapa sifat dasar yang mencerminkan karakteristik unggul sebuah bahan struktur. Baja ini bila sudah berhasil dikarakterisasi dengan baik diharapkan dapat diterapkan sebagai kandidat bahan struktur/konstruksi reaktor nuklir pada zona tertentu.

METODE PERCOBAAN

Bahan, Alat dan Tata Kerja

Baja tipe A2 non standar ini merupakan baja *low carbon* ramuan mandiri, yang dibuat dengan teknik *casting* di Pusat Penelitian Telimek LIPI Bandung. Proses formulasi dan peleburan baja dilakukan dengan cara memadu unsur kandungan lokal (*scrap & nikelin*) Indonesia hingga 99,99%. Kandungan komposisi baja

yang diukur dengan *Optical Emission Spektrometry (OES)* di Politeknik Manufaktur Bandung adalah: 57,74% Fe, 15,42% Cr, 25,01% Ni, 0,32% Mn, 0,96% Si, 0,34% C dan di bawah 0,10% kandungan pengotor (*impurities*) Ti, S, P, V, Cu dan Nb [3]. Selanjutnya baja tipe A2 ini disebut baja 15%Cr-25%Ni. Dalam kegiatan ini telah disiapkan sebuah spesimen baja 15%Cr-25%Ni. Pengerolan spesimen dilakukan di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI Serpong pada temperatur sekitar 1100 °C dengan reduksi 0,1 mm per *pass* dari ketebalan tertentu hingga ketebalan setelah rol panas lebih kurang mencapai ketebalan 7 mm. Spesifikasi ini sesuai dengan deformasi antara sekitar 70% reduksi ketebalan bahan. Hasil pengerolan panas di-*quench* ke dalam air, agar pemulihan bahan dapat dihambat dan memunculkan sifat tekstur rol.



Gambar 1. Spesimen baja tipe A2 : (a). ingot/non rol, (b). mesin rol panas dan (c). hasil potongan spesimen reduksi 70%.

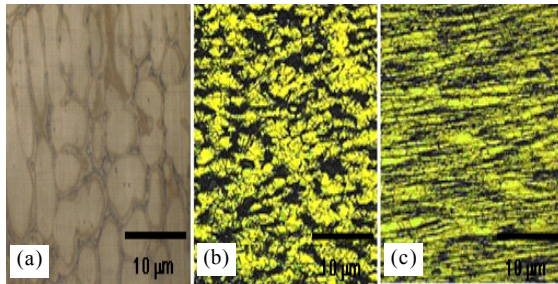
Bahan plat dibentuk balok berdimensi $50 \times 20 \times 7 \text{ mm}^3$ untuk memudahkan penempatan spesimen di atas meja uji. Spesimen uji yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 1. Karakterisasi spesimen hasil pengerolan ini, dilengkapi pengukuran kekerasan Vickers (*Mikrohardness Tester*) dan pengamatan strukturmikro (*Optical Microscope*) yang dibandingkan dengan kondisi spesimen awal (*as cast*). Pengukuran pola difraksi sinar-X (*Shimadzu XD-610*) pada spesimen dilakukan untuk mengetahui fenomena transformasi fasa dan *stress hardening* pada bahan sebagai efek proses pengerolan panas. Pengukuran pola difraksi dilakukan dengan difraktometer menggunakan *Cu-target*, lebar langkah pencacahan $0,05^\circ$ dan jangkauan sudut pengukuran $2\theta=40^\circ-100^\circ$, dengan *mode step counting* dan *preset time* 1 detik. Fenomena orientasi kristal (*texture*) pada cuplikan akibat pengerolan panas diamati dengan teknik difraksi neutron menggunakan difraktometer DN2, kristal monokromator Si (311), panjang gelombang, $\lambda = 1,2799 \text{ \AA}$ yang ada di Bidang Teknologi Berkas Neutron, PSTBM-BATAN.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Strukturmikro

Gambar 2(a)-(c) memperlihatkan struktur mikro permukaan spesimen baja *casting* (ingot) dan reduksi 70 % arah *longitudinal-transversal*, dengan pembesaran foto 100 kali menggunakan Mikroskop Optik. Distribusi struktur mikro terlihat tidak homogen (pada Gambar 2(a)) antara fasa austenit sebagai matriks dengan fasa kedua yang tersebar di batas butir yang terlihat agak gelap. Fasa kedua ini masih sedikit dan merupakan inklusi karbida (karbida; Cr_xC_y). Inklusi ini dikemukakan dalam hasil penelitian yang dilaporkan oleh N. Effendi [2]. Butir fasa austenit terlihat besar-besar dan menggambarkan sebuah struktur yang tidak terdeformasi, dengan ukuran butir rata-rata $6 \mu\text{m}$. Gambar 2(b) memperlihatkan efek pengerolan panas 70% reduksi ketebalan pada struktur mikro permukaan bahan searah dengan perlakuan rol (*longitudinal*). Butir kecil austenit dan inklusi karbida terlihat jelas yang mengindikasikan terpecah-pecahnya struktur awal selama proses pengerolan. Pita-pita deformasi *longitudinal* teramati sepanjang arah rol yang memperlihatkan rekristalisasi tak lengkap. Besar deformasi (pengerolan) saat rekristalisasi berlangsung pada temperatur rol tertentu, tidak mampu menghilangkan atau melebur seluruh pita deformasi. Struktur inklusi karbida masih tersisa di sekitar batas butir, dan terpecah-pecah membentuk inklusi baru yang tersebar di sepanjang arah pengerolan. Fenomena ini mengimplikasikan bahwa pembentukan inklusi tidak dapat dihindarkan dengan proses deformasi dan rekristalisasi. Efektifitas proses rol membentuk butir sebesar $4 \mu\text{m}$ terjadi sepanjang alur pengerolan.

Inklusi karbida; Cr_xC_y masih sedikit terlihat pada Gambar 2(c), yang merupakan struktur mikro permukaan baja arah tegak lurus pengerolan (*transversal*). Inklusi ini tidak teramati jelas pada bahan ingot *as cast* (*virgin*). Pengaruh temperatur tinggi menyebabkan inklusi karbida banyak terbentuk, dan terpecah-pecah di sepanjang arah pengerolan. Pembentukan inklusi karbida ini boleh jadi akibat persentase Cr sangat tinggi. Gambar 2(c) sebagian memperlihatkan penyebaran pembentukan fasa intermediet (Cr_xC_y) pada spesimen dalam batas butir fasa austenit. Pita deformasi *transversal* terlihat lebih memipih sempit dan memanjang akibat proses rol panas. Besar ukuran rata-rata butir yang teramati adalah sekitar $3 \mu\text{m}$. Pembentukan karbida ini sangat mengganggu sifat kekuatan bahan karena dapat meningkatkan kekerasan dan sekaligus merapuhkan. Inklusi lain juga bisa terbentuk akibat berlebihnya unsur lain dalam komposisi baja, dimana unsur terlarut padat (*solid solution*) mencapai titik jenuh. Butir kecil inklusi karbida teramati jelas pada gambar tersebut dan boleh jadi merupakan titik awal kerapuhan bahan. Oleh karena itu, perhitungan



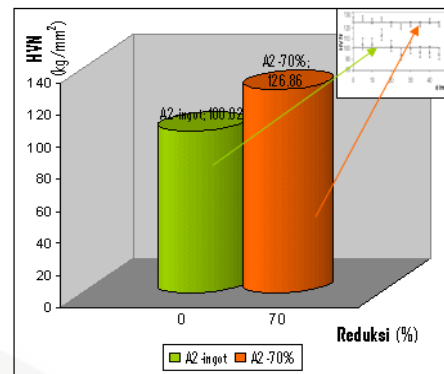
Gambar 2. Struktur mikro permukaan spesimen uji; pembesaran 100 kali; (a). ingot *as cast*, (b). rol panas 70% reduksi ketebalan arah longitudinal (searah rol), (c). rol panas 70% reduksi ketebalan arah transversal (tegak lurus rol).

dan pepaduan unsur-unsur harus dilakukan secara teliti karena sangat mempengaruhi sifat dan kekuatan bahan baja yang dihasilkan.

Perbandingan strukturmikro baja *mild steel* dengan komposisi: C(0.3081), Si(0.3699), S(0.0929), Ni(0.0973), Mn(0.9635) Cr(0.1531), Cu(0.2706), Sn(0.0165), Pb(0.00061) dan Fe(97.64), yang dilaporkan dan dijelaskan oleh Ekpan dkk. [9]; terhadap baja yang diteliti diantaranya adalah keduanya memiliki struktur cor yang mirip yakni memperlihatkan ketidak-seragaman distribusi ferit (terang) dan perlit (gelap), dengan struktur ferit yang tersebar di beberapa daerah. Butiran tampak besar-besar yang menggambarkan bahwa strukturmikro belum terdeformasi (tidak cacat / masih utuh) dengan ukuran ASTM sekitar rata-rata 5,5 µm. Setelah dideformasi plastis struktur ferit dan perlit berubah dari struktur awal menjadi butiran halus. Pita deformasi teramati sepanjang arah rol saat peristiwa rekristalisasi berlangsung. Hal ini menunjukkan bahwa besar deformasi pada temperatur rekristalisasi sesaat, tidak dapat menghilangkan terjadinya batas pemisah atau pita deformasi. Butiran halus yang diamati pada tahap ini dengan ukuran ASTM butir rata-rata 6,5 µm. Struktur ferit pada produk akhir tidak banyak berbeda dalam ukuran butir, yang terjebak di batas butir matriks austenit. Ukuran butir teramati rata-rata sekitar 7 µm.

Kekerasan

Gambar 3 memperlihatkan grafik peningkatan kekerasan bahan setelah proses rol panas dengan reduksi sebesar 70%. Mula-mula kekerasan bahan baja ingot *as cast* sebesar 100,02 HVN. Sesudah dirol panas dengan reduksi sebesar 70%, kekerasan menjadi 126,86 HVN. Pengukuran kekerasan bahan ini meningkat sepanjang plat dengan pertambahan sekitar 27% dari kekerasan bahan baja ingot *as cast*. Peningkatan ini boleh jadi disebabkan oleh distribusi inklusi Cr_xC_y (krom karbida), penghalusan butir dan pengerasan regangan (*strain hardening*) dalam bahan. Pengerasan akibat inklusi ini bukan satu-satunya penyebab utama dari peningkatan kekerasan bahan ini, tetapi proses pengerasan regangan dan penghalusan butir juga



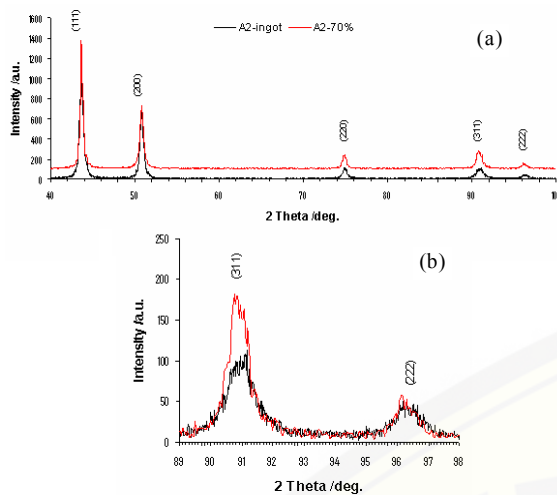
Gambar 3. Kekerasan rata-rata spesimen baja 15%Cr-25%Ni ingot *as cast* dan rol panas 70% reduksi ketebalan. Inset hasil pengukuran indenter sepanjang ±50 mm dimensi spesimen.

merupakan faktor yang berkontribusi pada peningkatan nilai kekerasan bahan ini.

Pergeseran puncak bidang difraksi dapat menunjukkan besar pengaruh *strain hardening* melalui pengukuran dan pengamatan pola difraksi bahan. Kombinasi ukuran butir yang kecil, fasa kedua yang terdistribusi merata dan kehomogenan yang serbasama, dapat berkontribusi pada sifat kekuatan bahan yang tinggi [9,11-14]. Fakta ini yang hendak dicapai pada fabrikasi bahan struktur baja 15%Cr-25%Ni non standar, agar cukup *reliable* sebagai bahan pendukung struktur reaktor. Persyaratan umum bahan pendukung struktur reaktor adalah tahan beban mekanik, tahan temperatur tinggi, tahan korosi dan tahan iradiasi. Kombinasi parameter tersebut di atas selalu digunakan sebagai acuan untuk meyakinkan bahwa suatu produk akhir boleh diterapkan pada struktur konstruksi bangunan reaktor, khususnya daerah (zona) sekunder-tertier.

Struktur Kristal

Gambar 4 memperlihatkan pola difraksi sinar-X spesimen baja 15%Cr-25%Ni sebelum dan sesudah dirol panas. Lima buah bidang refleksi karakteristik baja teramati cukup jelas, yakni: (111), (200), (220), (311) dan (222). Meskipun pola difraksi bahan ini berkontribusi oleh efek fluoresensi sinar-X (*2nd level X-ray; K_β*) terhadap unsur besi (Fe), yang terlihat pada data *background* berupa garis yang tebal atau lebar (tidak *smooth*). Tetapi *peak to background ratio* cukup memadai dan masih dapat dibedakan antara puncak difraksi dan cacah latar. Efek ini tidak terjadi pada kasus difraksi neutron, karena memiliki daya penetrasi yang kuat. *Full profile* difraksi bahan ini mengindikasikan tidak terjadi transformasi fasa pada proses pengerolan panas (di atas temperatur rekristalisasi). Gambar 4(a) memperlihatkan pola difraksi bahan sebelum dan sesudah proses mekanisasi rol panas. Baja 15%Cr-25%Ni ini seluruhnya memiliki struktur kristal *face centered cubic (fcc)* dengan grup ruang *Fm3m* (I-225) dan parameter kisi $a = 3,58 \text{ \AA}$.



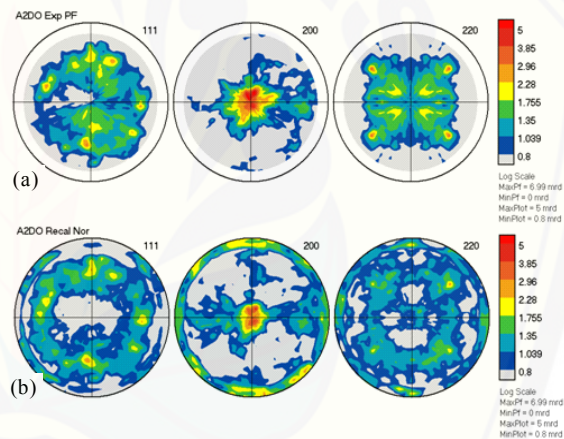
Gambar 4. Pola difraksi spesimen baja 15%Cr-25%Ni; (a). full profile dan (b). pergeseran puncak bidang (311) dan (222) pada ingot *as cast* dan rol panas 70% reduksi ketebalan.

Hal ini sangat berbeda pada kasus pengerolan dingin temperatur kamar (di bawah temperatur rekristalisasi bahan) pada baja austenitik SS-304, seperti yang telah dilaporkan oleh Parikin dkk. [6]. Pengerolan dingin temperatur kamar dapat menyebabkan transformasi fasa austenit (fasa γ ; FCC) menjadi fasa martensit (fasa α ; BCT). Pengerolan dingin mampu memecahkan bidang refleksi (220) dari fasa austenit menjadi *splitting plane* berupa *martensite doublet* yakni: dua buah bidang refleksi, yaitu: (200) dan (211) dalam fasa martensit. Kedua bidang martensit ini dapat tumbuh sebanding dengan bertambahnya persen reduksi pengerolan. Oleh karena tidak ada bukti bidang refleksi fasa martensit dalam kedua pola difraksi sinar-X dalam Gambar 4(a), maka spesimen baja ingot dan rol panas reduksi 70%, dianggap seluruhnya berstruktur kristal austenit (γ -Fe). Gambar 4(b) memperlihatkan pergeseran puncak bidang (311) dan (222) yang terjadi dalam bahan baja ingot *as cast* dan rol panas reduksi 70%, berturut-turut pada sekitar sudut $2\theta = 91$ derajat dan $2\theta = 96$ derajat. Sebelum dilakukan pengerolan bidang refleksi (311) dan (222) berada berturut-turut pada sekitar sudut $2\theta = 91,15$ derajat dan $2\theta = 96,50$ derajat. Setelah dilakukan pengerolan panas sebesar 70% reduksi ketebalan, bidang refleksi bergeser berturut-turut pada sekitar sudut $2\theta = 90,75$ derajat dan $2\theta = 96,10$ derajat. Selisih keduanya berkisar antara $\Delta 2\theta = 0,4$ derajat ($\sim 0,007$ radian). Pergeseran ini yang mengindikasikan adanya peregangan kisi dalam bahan, yang mengakibatkan bertambahnya angka kekerasan bahan (*strain hardening*). Besar peregangan bidang kristal ini dapat dihitung dengan perumusan $\Delta 2\theta = -2 \varepsilon \tan \theta$ [15]. Perhitungan sederhana peregangan kisi pada bidang (311) dan (222) dapat dilakukan. Bila angka-angka dimasukkan dalam perumusan tersebut didapat nilai peregangan kisi kristal sebesar $-0,0035$. Angka negatif ini mengisyaratkan bahwa kristal bahan terkompresi (*compressive strain*) sebesar 0,35%. Dengan

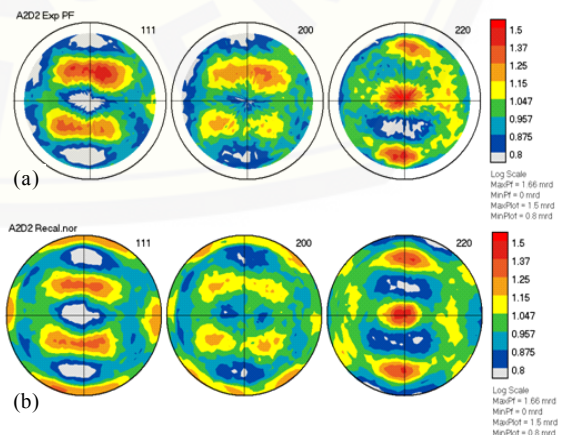
kata lain reduksi 70% menyebabkan volume kristal fasa austenit dalam bahan mengalami penyusutan (*shrinkage*) sebesar 0,35% akibat proses pengerolan panas. Penyusutan volume ini mengakibatkan peningkatan kekerasan bahan sebesar 27% seperti ditunjukkan dalam Gambar 3.

Pole Figure

Sifat mampu bentuk (*formability*) juga dapat diidentifikasi dari banyaknya jumlah bidang *slip* yang dimiliki oleh suatu bahan polikristal. Bidang *slip* ini sangat bergantung pada orientasi kristal yang memiliki jumlah atom per satuan volume paling banyak, misalnya bidang (111) untuk sistem kristal *fcc*. Salah satu pengukuran orientasi kristal (tekstur) dalam bahan adalah dengan menggunakan teknik difraksi (sinar-X & neutron) untuk mendapatkan pola gambar kutub (*pole figure*). Pengolahan data tekstur hasil pengukuran difraksi umumnya dilakukan dengan *software* khusus yang dapat menampilkan pola warna-warna yang berbeda, seperti program ODF-MAUD yang dibuat oleh Lutterotti [8].



Gambar 5. Pole figure (gambar kutub) ingot *as cast* spesimen baja 15%Cr-25%Ni (a). *incomplete pole figure* dan (b). rekalkulasi normalisasi *pole figure* [16].



Gambar 6. Pole figure (gambar kutub) rol panas 70% reduksi ketebalan spesimen baja 15%Cr-25%Ni (a). *incomplete pole figure* dan (b). rekalkulasi normalisasi *pole figure* [8].

Pole figure bahan *as cast* dan setelah pengerolan 70% diukur dengan teknik difraksi neutron menggunakan difraktometer tekstur (DN2), seperti yang telah dilaporkan oleh T.H. Priyanto dkk. [8,16]. Dalam eksperimen *pole figure* cuplikan di-tilt dalam jangkauan sudut *tilting* $0^\circ \leq \chi \leq 60^\circ$ dan dirotasi dengan jangkauan rotasi $0^\circ \leq \chi \leq 360^\circ$ sehingga diperoleh *pole figure* tak lengkap (*incomplete pole figure*) seperti ditunjukkan pada Gambar 5(a) dan Gambar 6(a). Melalui proses perhitungan ulang normalisasi (*normalized recalculation*) didapatkan pola *pole figure* dalam jangkauan maksimum ($\chi=90^\circ$). Gambar 5 dan Gambar 6 menampilkan pola gambar kutub *normalized recalculation* spesimen baja 15%Cr-25%Ni sebelum dan sesudah di rol panas dengan reduksi 70%. Dari *pole figure* tersebut diperoleh hasil sebagian besar kristalit terorientasi dalam arah $\langle 001 \rangle$ dalam komponen tekstur kubik $\{100\} \langle 001 \rangle$ dan akibat proses pengerolan komponen kubik $\{100\} \langle 001 \rangle$ menjadi berkurang dan terjadi perubahan orientasi kristalit menjadi komponen Brass $\{110\} \langle 112 \rangle$ dengan pelebaran yang mengarah pada komponen Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$ [14]. Pembahasan sifat tekstur pada baja 15%Cr-25%Ni (tipe A2 non standar) ini dikupas lebih mendalam pada literatur [8] dan [16].

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa pengerolan panas mampu mendeformasi ukuran butiran baja 15%Cr-25%Ni menjadi lebih kecil. Hasil pengamatan struktur mikro mendapatkan ukuran butiran baja ingot/non rol panas mula-mula bulat sebesar 6 μm dan setelah direduksi 70% menjadi panjang sebesar 4 μm (arah *longitudinal*) dan pipih sebesar 3 μm (arah *transversal*). Kekerasan baja 15%Cr-25%Ni meningkat hingga 27 % dari mula-mula sekitar 100,02 HVN untuk bahan non rol panas menjadi sekitar 126,86 HVN untuk bahan yang direduksi rol panas 70%. Peningkatan kekerasan ini diikuti dengan penyusutan volume kristal sebesar 0,35%, yang dapat diidentifikasi berturut-turut dari pergeseran bidang difraksi (311) dan (222) pada sekitar sudut hambur $2\theta=91^\circ$ dan 96° . Ditinjau dari tekstur bahan sebelum dan sesudah pengerolan menunjukkan bahwa sebelum proses pengerolan (*as cast*) kristalit terorientasi dalam komponen tekstur kubik $\{001\} \langle 100 \rangle$ dan setelah 70% pengerolan panas, kristalit mengarah dalam komponen tekstur Brass $\{110\} \langle 112 \rangle$ dengan pelebaran dalam komponen Goss $\{011\} \langle 100 \rangle$.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis berterima kasih kepada Drs. Nurdin Effendi, M.Sc. atas saran diskusi yang bermanfaat. Drs. Bambang Sugeng M.T. dan Imam Wahyono, S.ST. yang telah ikut andil dalam penelitian ini sebagai penanggung jawab dan operator difraktometer sinar-X

di PSTBM-BATAN. Penelitian ini didanai oleh program DIPA tahun 2014 dalam pengembangan baja FeCrNi untuk bahan struktur reaktor tahan temperatur tinggi.

DAFTARACUAN

- [1]. B.Bandriyana, A.K. Rivai, A.H. Ismoyo dan Parikin. "Penelitian dan Pengembangan Paduan Zirkonium untuk Material Kelongsong PLTN." dalam Prosiding Seminar Nasional Pengembangan Energi Nuklir V, hal. 217-225, 2012.
- [2]. N. Effendi and A. K. Jahja. "Structural Characterization and Its Physical Properties of Non-Standard A1 Austenite Steel." *Int. Journal of Materials and Mechanical Engineering*, vol. 3, no.2, pp. 38-44, 2014.
- [3]. B.A. Pint, K.A. Terrani, M.P. Brady, T. Cheng and J.R. Keiser. "High Temperature Oxidation of Fuel Cladding Candidate Materials in Steam-Hydrogen Environments." *Journal of Nuclear Materials*, vol. 440, pp. 420-427, 2013.
- [4]. K. A. Cashell and N. R. Baddoo. "Ferritic Stainless Steel in Structural Applications." *Thin-Walled Structures*, vol. 83, pp. 169-181, 2014.
- [5]. T. Suzumura. "Trends in Sheet Forged Parts Manufacturing." *Jour. Jpn. Soc. Tech. Plasticity*, vol. 51, no. 594, pp. 633-637, 2011.
- [6]. Parikin, P.Killen and A. Rafterry. "Measurements of Residual Stresses in Cold-Rolled 304 Stainless Steel Plates Using X-ray Diffraction with Rietveld Refinement Method." *Atom Indonesia*, vol. 35, no. 1, pp.19-36, 2009.
- [7]. A.K. Jahja, N. Effendi and M.R. Muslich. "Texture Measurement by Neutron Diffraction for A1 Non Standar Steel Bars." *Jurnal Sains Materi Indonesia*, vol. 13, no. 1, hal. 34-38, 2011.
- [8]. T. H. Priyanto, N. Effendi and Parikin. "Texture Analysis of the Hot Rolling Effect on Austenitic Cr-Ni Steel Obtained from Extracted Materials using Neutron Diffraction Method." *Advanced Materials Research*, vol.1123, pp. 104-108, 2015.
- [9]. E. I. Akpan and I. A. Haruna. "Structural Evolution and Properties of Hot Rolled Steel Alloys." *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, vol. 11, no. 4, pp.417-426, 2012.
- [10]. Parikin, T.H. Priyanto, A.H. Ismoyo, dkk. "Transformasi Struktur Kristal Fasa α - γ pada Serbuk Baja A2 Non Standar Bahan Struktur Reaktor." *Urania, Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir*, vol. 20, no. 2, hal. 65-75, 2014.
- [11]. W. Ozgowicz and A. Kurc. "The Effect of the Cold Rolling on the Structure and Mechanical Properties in Austenitic Stainless Steels Type 18-8." *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 38, no.1, pp.26-33, 2009.
- [12]. A. K.Lisiecka and E. K. Ozgowicz. "Structure and Mechanical Properties of Austenitic Steel After

- Cold Rolling.” *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 44, no. 2, pp.148-153, 2011.
- [13]. M. Milad, N. Zreiba, F. Elhalouanin and C. Baradai. “The Effect of Cold Work on Structure and Properties of AISI 304 Stainless Steel.” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 203, pp.80-85, 2008.
- [14]. A. K. Lisiecka, W. Ozgowicz, W. Ratuszek and K. Chrusciel. "Texture and Structure Evolution During Cold Rolling of Austenitic Stainless Steel." *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 52, no.1, pp. 22-30, 2012
- [15]. G. Mallailah, P. R. Reddy and A. Kumar. “Influence of Titanium Addition on Mechanical Properties, Residual Stresses and Corrosion Behaviour of AISI-430 Grade Ferritic Stainless Steel GTA Welds.” *Procedia Materials Science*, vol. 6, pp. 1740-1751, 2014.
- [16]. T. H. Priyanto, Parikin and M.J. Lie. “Texture Analysis Using Neutron Diffraction Method on Non Standardized Austenitic Steel Process by Machining, Annealing and Rolling.” *Makara Journal of Technology, University of Indonesia*, 2016. (submitted/under review).



PENGARUH PENAMBAHAN EKSTRAK KULIT BUAH JERUK DAN KULIT BUAH MANGGA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI PADA BAJA KARBON DALAM MEDIA NaCl 3,5%

Tubagus Noor R., Sari Kusuma W., Agung Purniawan,
Budi Agung K. dan Sulistijono

Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri - ITS
Jalan Arif Rahman Hakim Sukolilo Surabaya, 60111
E-mail: roma_r2001@yahoo.com

Diterima: 05 Januari 2015

Diperbaiki: 02 Februari 2015

Disetujui: 27 Februari 2015

ABSTRAK

PENGARUH PENAMBAHAN EKSTRAK KULIT BUAH JERUK DAN KULIT BUAH MANGGA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI PADA BAJA KARBON DALAM MEDIA NaCl 3,5%. Penanggulangan korosi didalam pipa, salah satunya menggunakan suatu senyawa yang dinamakan inhibitor korosi. Pada penelitian ini digunakan pipa API 5L Gr B dalam media NaCl 3,50% dengan pemberian inhibitor ekstrak kulit jeruk (*Citrus*) dengan variasi konsentrasi 0 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 370 ppm and 400 ppm dan kulit mangga (*Mangifera indica L*) dengan variasi konsentrasi 0 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm dan 600 ppm. Metode ekstrak menggunakan proses maserasi dan komposisi senyawa ekstrak diuji dengan alat uji *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)*. Perhitungan laju korosi menggunakan alat uji *Potentiodynamic Polarization*. Mekanisme inhibisi diamati dengan menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*. Hasil uji komposisi menunjukkan adanya kandungan asam 12-bromolauric 8,14% dan asam hexadecanoic 4,30% yang dapat membentuk lapisan tipis pada permukaan logam. Pengujian tanpa menggunakan inhibitor didapatkan laju korosi sebesar 8,20 mpy sedangkan dengan variabel konsentrasi inhibitor ekstrak kulit jeruk 400 ppm didapatkan laju korosi sebesar 0,60 mpy dan untuk kulit mangga konsentrasi 600 ppm didapatkan laju korosi sebesar 1,0 mpy. Kesimpulan yang didapatkan dari percobaan ini adalah penambahan inhibitor alami dapat menurunkan laju korosi pada baja karbon.

Kata kunci: Inhibitor alami, Laju korosi, API 5L Gr B

ABSTRACT

EFFECTS OF CONCENTRATION OF ORANGE AND MANGO RINDS EXTRACTS AS CORROSION INHIBITORS ON CARBON STEEL IN 3.5% NaCl WATER. Corrothion rate on API 5L Gr B carbon steel pipes in 3.50% NaCl media at various concentrations of orange rinds extracts were at 0, 100, 200, 300, 370 and 400 ppm, while those of mango rinds were at 0, 200, 300, 400, 500, and 600 ppm. Extraction methods performed by maceration process to obtain the extraction. The rinds extraction was tested by using *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)*. Corrosion rates were calculated by *Potentiodynamic Polarization* and *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)* method. *Gas chromatography* test shows that the orange rinds extract contains 12-Bromolauric acid 8.14% and hexadecanoic acid 4.30%, which is a fatty acid that can form a hydrophobic layer on the metal surface. Without using corrothion inhibitor, potentiodynamic polarization indicate 8.20 mpy of corrothion rate. Surprisingly enough, the addition of green inhibitor from orange rinds extract of 400 ppm and mango rinds extract of 600 ppm exhibit 0.60 mpy and 1.0 mpy of corrosion rate, respectively. In general, addition of this green inhibitors gives significant effect on the reduction of corrosion rate for carbon steels.

Keywords: Green inhibitor, Corrosion rate, API 5L Gr B

PENDAHULUAN

Salah satu cara menghambat korosi adalah dengan penambahan inhibitor. Inhibitor adalah suatu senyawa kimia yang dalam jumlah kecil tetapi mampu menghambat reaksi korosi logam baja dengan lingkungannya [1]. Dapat juga dikatakan bahwa inhibitor membentuk lapisan protektif di permukaan logam dengan reaksi antara larutan dan permukaan logam. Sejauh ini penggunaan inhibitor merupakan salah satu cara yang efektif untuk mencegah korosi, karena prosesnya yang sederhana dan biaya yang murah [2]. Senyawa yang dapat digunakan sebagai inhibitor mengandung oksigen, nitrogen, sulfur, fosfor dan senyawa ikatan rangkap [3]. Pada umumnya semakin besar konsentrasi inhibitor, maka semakin efektif dalam menurunkan korosi logam [4].

Senyawa kimia sintetis untuk inhibitor seperti asam stearat dan imidazolin stearat yang di teliti oleh Xiuyu Liu et.al. merupakan inhibitor yang cukup baik untuk mengurangi laju korosi pada besi dalam larutan asam klorida [5]. Namun demikian, pada kenyataannya bahan kimia sintetis ini merupakan bahan kimia yang berbahaya, harganya cukup mahal, dan tidak ramah lingkungan. Untuk itu diperlukan adanya inhibitor yang aman, mudah didapatkan, bersifat *biodegradable*, biaya murah, dan ramah lingkungan. Hal ini bisa diwujudkan dengan melakukan penelitian terhadap bahan-bahan alam yang pada umumnya bersifat ramah lingkungan untuk digunakan sebagai inhibitor. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa ekstrak bahan alam dapat digunakan untuk menurunkan laju korosi logam. Bagian tanaman yang dapat digunakan sebagai inhibitor korosi diantaranya terdapat pada bagian daun, biji, kulit atau kombinasi biji dan daun. Proses ekstrak bahan alam ini dapat dilakukan dengan beberapa metode seperti maserasi, infundasi, digesti, perkolasi dan sokletasi [6].

Daun belimbing wuluh yang diteliti oleh Putri, dkk. merupakan salah satu tanaman yang digunakan sebagai inhibitor alami. Daun ini memiliki kandungan aktif yang dapat menstabilkan ion pada permukaan kawat logam dan membentuk lapisan pasif [7]. Wan Nik, dkk. menyatakan bahwa bahan alam mempunyai kandungan selain lemak yang dapat menghambat laju korosi, yaitu seperti senyawa protein, saponin, tanin dan alkaloid [8]. Senyawa-senyawa kompleks tersebut berfungsi sebagai penghalang serangan ion-ion korosif ke permukaan logam [9]. Beberapa bahan alam yang memiliki senyawa tersebut diantaranya kulit jeruk dan kulit mangga. Selain itu, kulit jeruk dan mangga merupakan bahan alam yang mudah didapat dan relatif murah sehingga berpotensi untuk diproduksi secara massal. Sebagian besar penelitian menunjukkan bahwa perilaku inhibisi korosi dilakukan pada media asam. Hal ini disebabkan pada media asam tersebut logam lebih mudah terkorosi jika dibandingkan pada media alkali/basa. Selain itu, proses inhibisi yang bersifat dua arah menuntut adanya suatu

konsentrasi minimum dari inhibitor sehingga pelapisan permukaan logam tetap terjaga [10].

Berdasarkan uraian diatas perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai ekstrak terhadap bahan-bahan alam sebagai inhibitor. Pada penelitian ini dilakukan ekstrak terhadap bahan alam kulit jeruk dan mangga sebagai penghambat laju korosi pada baja karbon API 5L Gr B dalam media air laut buatan. Latar belakang pemilihan kulit jeruk dan mangga adalah karena kulit jeruk mengandung minyak essensial, pigmen karotenoid, senyawa steroid, senyawa selulosa, hemiselulosa, lignin, pektat, dan fenolik yang memiliki kandungan zat antioksidan yang tinggi. Sedangkan kulit mangga merupakan antioksidan yang baik karena mengandung *flavonoid*, *polyphenols*, *antosianin*, dan *carotenoids*, *O- Flavonol* dan *C- glikosida xanton*. Selain itu, belum diteliti secara mendalam dalam kaitannya dengan inhibitor.

Hasil penelitian ini diharapkan dapat diaplikasikan pada sistem perpipaan minyak dan gas industri khususnya di Indonesia.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Baja karbon API 5L Gr B digunakan untuk uji korosi. Sedangkan untuk larutan digunakan NaCl sebanyak 35 gram kedalam 1000 mL *aquades*. Sebagai inhibitor digunakan ekstrak kulit buah jeruk dan mangga yang diproses dengan menggunakan metode maserasi.

Pengujian kandungan senyawa inhibitor menggunakan alat GCMS *Hewlett Packard Series II*. Pada pengujian ini dilarutkan campuran ekstrak kulit Jeruk atau mangga dengan acetone. Larutan tersebut diinjeksikan melalui *heated injection port* yang telah dipanaskan terlebih dahulu selama ± 4 jam. Temperatur awal proses ini adalah sebesar 80 °C dengan *peak ratenya* 10 °C/s. Sedangkan temperatur akhir proses ini adalah sebesar 220 °C. Ekstrak kulit jeruk atau mangga akan diuapkan. Uap tersebut ditangkap oleh detektor sehingga menghasilkan grafik kandungan senyawa.

Pengujian laju korosi menggunakan alat *Potentiodynamic Polarization jenis VersaStat 4* yang dilengkapi *software VersaStudio* program kurva Tafel. Untuk menentukan nilai laju korosi menggunakan Persamaan (1) [11]:

$$CR = K \frac{a \times I_{corr}}{n \times D} \dots\dots\dots (1)$$

Dimana:

- C_r = Corrosion Rate
- K = Konstanta (0,13 untuk *mpy*)
- a = Berat atom (55,85)
- I_{cor} = Rapat arus korosi ($\mu A/cm^2$)
- n = Jumlah elektron (2)
- D = Berat jenis ($gram/cm^3$)

Efisiensi inhibitor didapatkan dengan menggunakan Persamaan (2):

$$\%IE = \frac{CR_0 - CR}{CR_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

Dimana:

- %IE = Efisiensi inhibitor dalam %
- C_{Ro} = Laju korosi tanpa inhibitor
- C_R = Laju korosi dengan inhibitor

Untuk mengetahui mekanisme inhibisi yang terjadi, dilakukan pengujian menggunakan alat *Potentiodynamic Polarization* jenis *VersaStat 4* yang dilengkapi *software VersaStudio* program EIS.

Cara Kerja

Baja karbon API 5L Gr.B dipotong menjadi bentuk persegi dengan ukuran panjang x lebar x tebal adalah 10 x 10 x 5 mm. Hasil potongan tersebut dihaluskan dengan proses *grinding* dan *polishing*.

Kulit jeruk dan mangga dipotong kecil lalu dikeringkan. Setelah kering, dihancurkan sehingga menjadi serbuk. Serbuk tersebut diekstraksi dengan metode maserasi yaitu dengan merendam ke dalam larutan yang bersisi campuran aseton dan *aquadest* dengan perbandingan 70 : 30, selama 24 jam lalu disaring. Hasil penyaringan dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator* sehingga didapatkan ekstrak kulit jeruk dan mangga sebagai *green inhibitor*.

Setelah itu sebanyak 1 L NaCl 3,5% dicampurkan dengan berbagai konsentrasi ekstrak kulit jeruk atau mangga. Larutan tersebut dinamakan larutan uji. Untuk ekstrak kulit jeruk sebesar 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 370 ppm, dan 400 ppm sedangkan untuk ekstrak kulit mangga sebesar 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm dan 600 ppm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil *Gas Chromatografi-Mass Spectroscopy* tersebut didapat 5 kandungan senyawa terbesar dalam ekstrak kulit jeruk sebagai *green inhibitor* seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Kandungan senyawa dalam ekstrak kulit buah jeruk sebagai inhibitor korosi adalah *12-Bromolauric acid* dan *hexadecanoic acid (palmitic)*. Kedua senyawa tersebut merupakan asam lemak yang bersifat hidrofobik

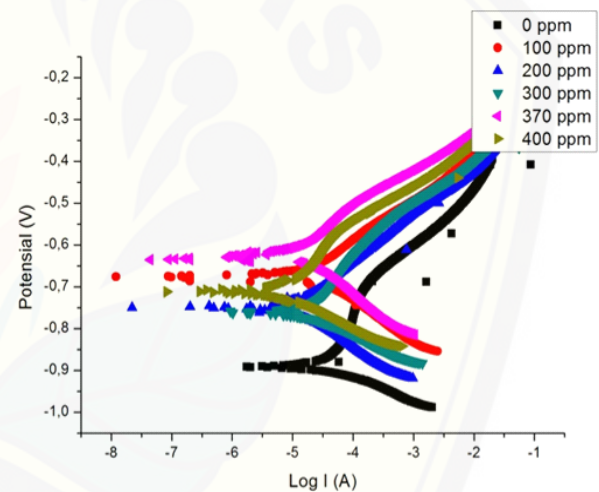
Tabel 1. Kandungan senyawa ekstrak kulit buah jeruk.

No	No. Peak	Area (%)	Nama Senyawa
1	112	8,14	12-Bromolauric acid
2	98	4,30	Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic
3	97	3,19	Isoxazolidine, 4-ethyl-2,5-dimethyl
4	111	2,99	2,5,10-Undecatrienoic acid, methyl
5	13	2,74	3-Bromo-5-bromomethyloxol-3-en-2-on

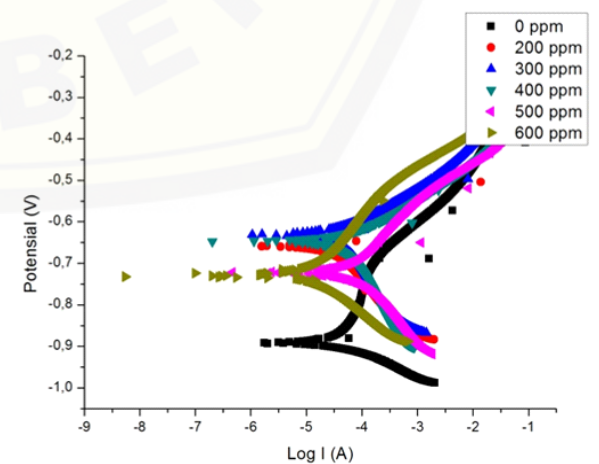
(tidak larut dalam air) yang pada salah satu ujung rantai ikatannya mengandung gugus OH. Molekul-molekul tersebut akan membentuk lapisan tipis pada permukaan logam yang menjadi penghalang pelarutan logam kedalam larutan elektrolit dengan kata lain dapat menghambat korosi pada permukaan logam.

Hasil *GC-MS* juga menunjukkan bahwa ekstrak kulit jeruk mengandung senyawa *Isoxazolidine*. Senyawa tersebut terdiri dari heteroatom (N-O) yang memiliki pasangan elektron bebas. Pasangan elektron bebas berfungsi sebagai ligan yang membentuk lapisan tipis pada permukaan logam. Lapisan ini yang dapat menghambat korosi pada permukaan logam tersebut.

Gambar 1 dan Gambar 2 menunjukkan bahwa dengan peningkatan konsentrasi inhibitor yang ditambahkan cenderung menggeser kurva polarisasi ke kiri. Pergeseran kurva polarisasi ke kiri tersebut menyebabkan nilai I_{corr} semakin negatif sehingga laju korosinya juga semakin kecil. Hal ini bisa dibuktikan dengan hasil ekstrapolasi kurva tafel yang ditunjukkan oleh Tabel 2 dan Tabel 3.



Gambar 1. Kurva polarisasi potensiodinamik inhibitor ekstraksi kulit buah jeruk.



Gambar 2. Kurva polarisasi potensiodinamik inhibitor ekstraksi kulit buah mangga.

Tabel 2. Hasil Ekstrapolasi kurva tafel untuk ekstrak kulit jeruk.

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	I_{Corr} (mA/cm ²)	Corr Rate (mpy)	Efisiensi Inhibitor (%)
0	17,94	8,22	-
100	7,63	3,49	57,50
200	5,53	2,53	69,20
300	4,49	2,05	75,04
370	2,05	0,94	88,55
400	1,26	0,58	92,93

Tabel 3. Hasil Ekstrapolasi kurva tafel untuk ekstrak kulit mangga.

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	I_{Corr} (mA/cm ²)	Corr Rate (mpy)	Efisiensi Inhibitor (%)
0	17,94	8,22	-
200	14,88	6,80	17
300	12,96	5,93	27,80
400	10,30	4,71	42,60
500	6,50	2,97	63,80
600	2,25	1	87,70

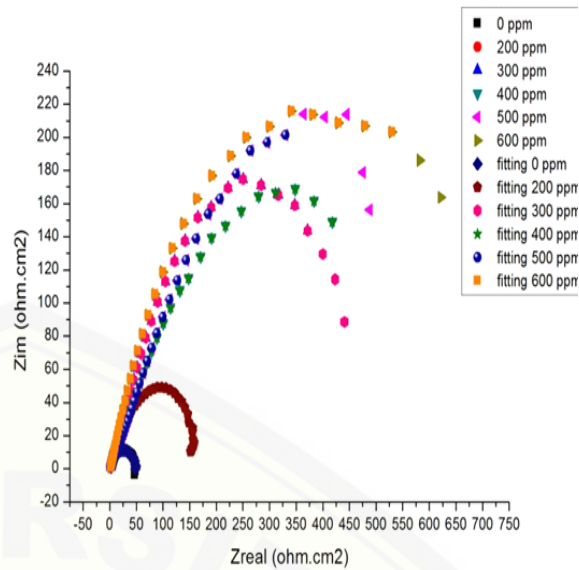
Menurunnya laju korosi disebabkan ekstrak kulit jeruk dan mangga mengandung senyawa antioksidan yang berfungsi memperlambat reaksi oksidasi. Dapat disimpulkan dengan bertambahnya senyawa antioksidan dalam media korosif, maka serangan ion-ion korosif pada permukaan baja akan semakin menurun karena terhalang dengan senyawa antioksidan.

Hasil ekstrapolasi pada Tabel 2 dan Tabel 3 dilakukan dengan menarik garis singgung pada bagian cabang anodik dan katodik yang memiliki kelurusan terbesar. Kedua garis singgung ini kemudian diperpanjang hingga bertemu pada suatu titik. Titik inilah yang menunjukkan I_{corr} dan E_{cor} dari spesimen pada larutan tersebut yang kemudian digunakan untuk menghitung laju korosi dan efisiensi.

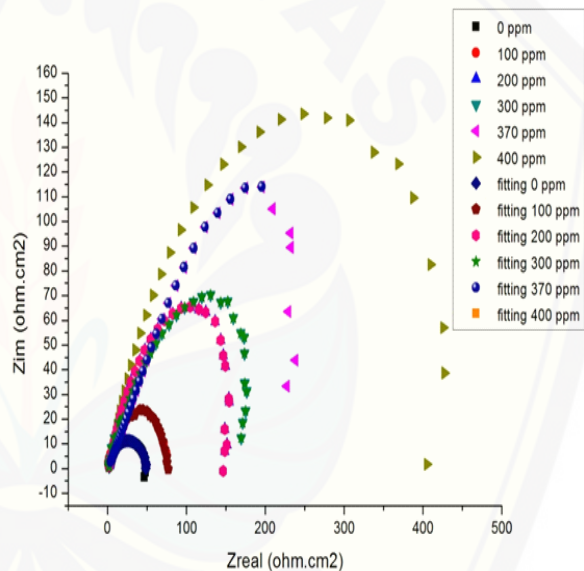
Tabel 2 dan Tabel 3 menunjukkan bahwa penambahan konsentrasi inhibitor korosi menunjukkan penurunan laju korosi dan peningkatan efisiensi inhibitor secara signifikan. Efisiensi terbesar dengan penambahan inhibitor ekstrak kulit buah jeruk sebesar 92,93% sedangkan dengan penambahan inhibitor ekstrak kulit buah mangga sebesar 87,70%.

Proses inhibisi ditunjukkan melalui hasil fitting dari plot Nyquist seperti pada Gambar 3 dan Gambar 4. Parameter-parameter elektrokimia dalam EIS untuk mengetahui mekanisme inhibisi suatu material dapat dijelaskan dalam bentuk rangkaian listrik yang disebut *equivalent circuit*. Grafik dari hasil EIS mulanya diekspor ke *software Zview*. Kemudian dilakukan *equivalent circuit* untuk menentukan jenis-jenis impedansi yang terjadi pada saat kapasitor elektrokimia bekerja. *Equivalent circuit* yang dihasilkan dari hasil fitting seperti pada Gambar 5.

Dalam *equivalent circuit* diperoleh elemen-elemen yang mewakili data percobaan yaitu R_s , Cdl , $W1$ dan Rct yang ditunjukkan pada Tabel 4 dan Tabel 5.



Gambar 3. Hasil fitting inhibitor ekstrak kulit buah jeruk.



Gambar 4. Hasil fitting inhibitor ekstrak kulit buah mangga.



Gambar 5. Equivalent circuit dari plot Nyquist pada software Zview.

Antara elektroda *reference* dan elektroda kerja (logam baja) terdapat hambatan yang ditimbulkan oleh larutan (R_s). Elektroda kerja akan mengalami proses difusi ke larutan yang dinyatakan dalam impedansi *Warburg*. Pada saat logam baja berinteraksi dengan larutan elektrolit akan terjadi pelarutan atom-atom logam. Kecepatan pelarutan ini dipengaruhi oleh besarnya hambatan larutan yang dinyatakan dengan tahanan transfer muatan (Rct).

Tabel 4. Hasil *equivalent circuit* ekstrak kulit buah jeruk.

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Rs ($\Omega.cm^2$)	Cdl (F.cm-2)	Rct ($\Omega.cm^2$)
0	0,781	0,010	48,640
100	1,076	0,005	72,810
200	1,227	0,001	157,000
300	0,139	0,003	180,700
370	0,972	0,008	412,800
400	0,781	0,010	48,640

Tabel 5. Hasil *equivalent circuit* ekstrak kulit buah mangga.

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Rs ($\Omega.cm^2$)	Cdl (F.cm-2)	Rct ($\Omega.cm^2$)
0	0,781	0,010	48,640
200	1,137	0,017	168,100
300	0,740	0,011	489,400
400	1,474	0,031	548,900
500	1,240	0,008	586,100
600	1,556	0,010	628,600

Mekanisme inhibisi dengan penambahan inhibitor terjadi akibat adanya adsorpsi. Adsorpsi molekul inhibitor pada permukaan baja API 5L Gr B akan menghasilkan lapisan pasif yang dapat menghambat laju korosi. Tabel 4 dan 5 menunjukkan bahwa dengan bertambahnya konsentrasi inhibitor mengakibatkan nilai Rct semakin besar. Peningkatan nilai Rct tersebut memperlihatkan bahwa hambatan yang disebabkan oleh transfer muatan dari elektrolit ke elektroda kerja semakin besar sehingga dapat menurunkan laju korosi pada permukaan logam.

KESIMPULAN

Kesimpulan yang didapatkan dari penelitian ini adalah bahwa ekstrak kulit jeruk dan kulit mangga dapat menurunkan laju korosi logam API 5L Gr B dalam larutan NaCl. Hal ini ditunjukkan dengan adanya kandungan asam 12-bromolauric 8,14% dan asam *hexadecanoic* 4,30% yang dapat membentuk lapisan tipis pada permukaan logam. Lapisan tipis ini telah menekan laju korosi sebesar 0,60 *mpy* dan untuk kulit mangga konsentrasi 600 *ppm* didapatkan laju korosi sebesar 1,0 *mpy*, sedangkan sebagai perbandingan pengujian tanpa menggunakan inhibitor didapatkan laju korosi sebesar 8,20 *mpy*.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (LPPM) ITS yang telah mendanai penelitian ini sehingga penelitian ini dapat diselesaikan dengan baik.

DAFTARACUAN

- [1]. Y. Ludiana, dkk. "Pengaruh Konsentrasi Inhibitor Ekstrak Daun Teh Terhadap Laju Korosi Baja Karbon Schedule 40 Grade B ERW." *Jurnal Fisika Unand*, vol.1, no.1, Oktober 2012.
- [2]. R. S. Iriyanty, dkk. "Ekstrak Daun Pepaya sebagai Inhibitor Korosi pada Baja AISI 4140 dalam Medium Air Laut." *Jurnal Teknobiologi*, vol. IV, no. 2, pp. 77-82, 2013.
- [3]. M. Erna, dkk. "Karbosimetil Kitosan sebagai Inhibitor Korosi pada Baja Lunak dalam Media Air Gambut." *Jurnal Matematika & Sains*, vol. 16, no.2, Agustus. 2011.
- [4]. Hussin, *et al.* "The Corrosion Inhibition and Adsorbition Behavior of Uncaria Gambir Extract on Mild Steel in 1 M HCl." *Journal Material Chemistry and Physics*, vol. 125, Issue 3, pp. 461-468, 2011.
- [5]. Xiuyu, *et al.* "Studies of protection of Iron Corrosion by Rosin Imidazoline Self-Assembled Monolayers." *Surface & Interface Analysis*, vol.39, pp. 317-323, 2007.
- [6]. Andi, dkk. "Studi Penggunaan Campuran Natural Green Corrosion Inhibitor Piper Betle dan Green Tea untuk Proteksi Korosi Material Baja API 5L X52 di dalam Lingkungan 3,5% NaCl pada Kondisi Turbulen". Disertasi Fakultas Teknik Departemen Metalurgi dan Material Universitas Indonesia, 2012.
- [7]. Putri, dkk. "Aktivitas Ekstrak Daun Belimbing Wuluh sebagai Bahan Inhibitor Korosi pada Kawat Ortodonsi Nikel-Titanium." *Artikel Ilmiah Unej*, 2014.
- [8]. W. Nik, *et al.* "Lawsonia Inermis as Green Inhibitor for Corrosion Protection of Aluminium Alloy." *International Journal of Modern Engineering Research (IJMER)*, Vol.1, issue. 2, pp. 723-728, 2011.
- [9]. Hermawan S, dkk. "Penentuan Efisiensi Inhibisi Korosi Baja Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Kakao." *Jurnal Teknik Kimia USU*, vol.1, no.2, hal. 31-33, 2012.
- [10]. Pramana, dkk. "Studi Ekstrak Daun Beluntas Sebagai Inhibitor Korosi Ramah Lingkungan terhadap Baja Karbon di Lingkungan NaCl 3,5%. Thesis, Universitas Indonesia, Jakarta, 2012.
- [11]. Sari, dkk. "Pengendalian Laju Korosi Baja ST-37 dalam Medium Klorida dan Natrium Klorida Menggunakan Inhibitor Ekstrak Daun Teh." *Jurnal Fisika Unand*, vol.2, no. 3, 2013.

PENENTUAN KOAGULAN UNTUK MENGOLAH AIR LINDI BANTAR GEBANG MENGGUNAKAN KOAGULAN *POLY ALUMINIUM CHLORIDE*, TAWAS DAN *POLYDIALLYL DIMETHYL AMMONIUM CHLORIDE*

Muhammad Lindu, Bambang Iswanto dan Nancy Senduk

Jurusan Teknik Lingkungan, FALTL - Universitas Trisakti

Jl. Kay Tapa No.1 Grogol, Jakarta Barat

Email: muhammad_lindu@yahoo.com

Diterima: 3 Agustus 2015

Diperbaiki: 4 September 2015

Disetujui: 29 September 2015

ABSTRAK

PENENTUAN KOAGULAN UNTUK MENGOLAH AIR LINDI BANTAR GEBANG MENGGUNAKAN KOAGULAN *POLY ALUMINIUM CHLORIDE*, TAWAS DAN *POLYDIALLYL DIMETHYLAMMONIUM CHLORIDE*. Telah dilakukan penentuan dosis optimum pada ketiga jenis koagulan *Poly Aluminium Chloride (PAC)*, tawas dan *Polydiallyl Dimethyl Ammonium Chloride (POLYDADMAC)* pada air lindi yang berasal dari inlet Instalasi Pengolahan Air Sampah (IPAS) III Bantar Gebang Bekasi. Tujuan penelitian untuk menentukan jenis koagulan, dosis dan pH optimum untuk mengolah air lindi serta mengetahui sifat atau karakteristik dari lumpur hasil koagulasi. Air lindi dikoagulasi dan diflokulasi menggunakan jarrest pada pH 7 pada berbagai variasi dosis koagulan. Dosis *PAC* divariasikan antara 150 mg/L sampai dengan 1200 mg/L, dosis tawas antara 200 mg/L sampai dengan 1400 mg/L dan dosis *POLYDADMAC* antara 25 mg/L sampai dengan 225 mg/L guna mendapatkan dosis koagulan optimum. Dosis optimum koagulan ini selanjutnya digunakan untuk menentukan pH optimum dengan cara memvariasikan pH koagulasi pada pH 6; 6,5; 7; 7,5 dan 8. Parameter yang diukur adalah *Chemical Oxygen Demand (COD)*, *TSS*, ammonia, nitrat, dan kekeruhan serta penentuan karakteristik lumpur berupa nilai *sludge volume index (SVI)*. Penyisihan *COD* optimum diperoleh pada dosis 800 mg/L untuk *PAC* dan 1200 mg/L untuk Tawas, dan 125 mg/L untuk *POLYDADMAC*. Penyisihan ammonia dan nitrat dari proses koagulasi dan flokulasi terbukti tidak efektif, penurunan kekeruhan mencapai 66,6% - 71,2% dan *TSS* 42,4% - 52%. Penyisihan terbesar hanya pada *TSS* dan kekeruhan dan tidak banyak berpengaruh pada penyisihan ammonia dan nitrat. Lumpur hasil koagulasi penggunaan ketiga koagulan tersebut menunjukkan bahwa lumpur hasil koagulasi dengan *PAC* menghasilkan lumpur yang lebih kompak dan padat dibanding dengan tawas dan *POLYDADMAC*. Lumpur yang dihasilkan menggunakan koagulan *POLYDADMAC* lebih banyak menyerap air dibanding tawas dan *PAC*. Lama waktu yang diperlukan untuk pengeringan lumpur sampai mencapai berat stabil adalah 12 hari dengan suhu ruang 26,7 °C hingga 28,7 °C dengan kelembaban 48 hingga 61%.

Kata kunci: *Leachate*, Koagulasi, *PAC*, Tawas, *POLYDADMAC*

ABSTRACT

DETERMINATION OF *POLY ALUMINIUM CHLORIDE*, ALUM AND *POLYDIALLYL DIMETHYL AMMONIUM CHLORIDE* COAGULANT FOR WATER TREATMENT OF BANTAR GEBANG LEACHATE. The determination of the optimum dosage has been performed on three types of *PAC* coagulant, alum and *POLYDADMAC* in leachate water that comes from Waste Water Treatment Plant inlet (IPAS) III Bantar Gebang Bekasi. The aim of research to determine the type of coagulant and pH optimum dose and to treat water leachate and to know the nature or characteristics of the sludge coagulation results. Water Leachate coagulated and flocculated using jarrest at pH of 7 at various dose of coagulant. *PAC* dose varied between 150 mg/L to 1200 mg/L, alum doses between 200 mg/L to 1400 mg/L and *POLYDADMAC* doses between 25 mg/L to 225 mg/L in order to obtain optimum coagulant dose. Coagulant optimum dose is then used to determine the optimum pH with pH varying ways coagulation at pH 6; 6.5; 7; 7.5 and 8. The parameters

measured were COD, TSS, ammonia, nitrate and turbidity as well as the determination of the characteristics of the sludge in the form of value SVI (sludge volume index). Optimum COD removal was obtained at a dose of 800 mg/L for the PAC and 1200 mg/L for Tawas, and 125 mg/L for POLYDADMAC. Provision for ammonia and nitrate from coagulation and flocculation processes proved ineffective, decreased turbidity reached 66.6% - 71.2% and 42.4% TSS - 52%. The allowance for only the TSS and turbidity and did not have much effect on the elimination of ammonia and nitrate. The sludge were produced by coagulation showed that the results of coagulation with PAC, sludge were produced more compact and dense compared with alum and POLYDADMAC. Sludge were produced using coagulant of POLYDADMAC absorb more water than alum and PAC. The length of time required for drying the sludge to reach a stable weight was 12 days at room temperature 26.70 °C - 28.7 °C with humidity of 48-61%.

Keywords: Leachate, Coagulant, PAC, Alum, POLYDADMAC

PENDAHULUAN

Air lindi (*leachate*) adalah cairan yang keluar dari tempat pembuangan akhir (TPA) sampah. Dampak kegiatan TPA ini sangat berperan dalam menurunkan kualitas lingkungan karena tingginya kandungan pencemar yang dikenal sebagai *leachate* [1]. Air lindi merupakan cairan yang mengandung pencemar dari hasil degradasi sampah baik secara biologi maupun kimiawi berupa senyawa anorganik, organik dan logam yang ikut terlarut dalam air baik dari air hujan maupun air tanah dan meresap dibawah tumpukan sampah tersebut [2]. Cairan air lindi *landfill* umumnya berwarna coklat tua dan berbau busuk. Empat kelompok utama senyawa yang ada dalam cairan ini adalah; organik terlarut yaitu asam lemak *volatile* yang banyak mengandung materi *organic refractory* (seperti asam-asam humat), senyawa anorganik makro (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Fe^{2+} , Mn^{2+} , HCO_3^-), logam-logam berat (Cd^{2+} , Cr^{3+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+}) dan senyawa organik *xenobiotic* yang berasal dari residu kimia dan domestik pada konsentrasi rendah (aromatis, hidrokarbon, fenol, pestisida, dan lain-lain), [1]. Air lindi ini jika tidak diolah dengan baik dapat mencemari lingkungan, khususnya air tanah [3].

Beberapa teknologi yang bisa digunakan untuk mengolah cairan air lindi adalah filtrasi, adsorpsi, teknologi membran, penukar ion, koagulasi-flokulasi-sedimentasi, oksidasi-reduksi, dan pengolahan biologis aerobik dan anaerobik [3-5]. Jika nilai senyawa ammonium dalam air lindi tinggi, maka proses pengolahan secara biologis kurang efektif karena ion ini bersifat racun terhadap mikroba [2]. Koagulasi dan flokulasi menggunakan tawas, ferri klorida dan polimer kationik terbukti efektif menurunkan kandungan organik, warna, partikel tersuspensi, *Chemical Oxygen Demand (COD)*, ammonia-N *leachate*[6].

Untuk mencegah dampak yang merugikan bila air lindi ini mencemari lingkungan maka Instalasi Pengolahan *leachate* memegang peranan yang cukup penting dalam usaha melindungi tercemarnya lingkungan disekitar TPA ini. Dalam penelitian ini telah dipilih teknik pengolahan menggunakan koagulasi dan flokulasi. Di Indonesia teknologi koagulasi dan flokulasi untuk pengolahan limbah cukup populer karena koagulan tawas dan PAC mudah di peroleh dipasaran. Polimer koagulan kationik POLYDADMAC termasuk koagulan organik

yang mulai banyak digunakan beberapa tahun terakhir ini. Oleh karena itu POLYDADMAC akan di uji keefektifannya dalam mengolah air lindi dari TPA bantar gebang. Parameter yang mempengaruhi karakteristik air lindi *landfill* antara lain umur *landfill*, lokasi, jenis sampah, iklim dan kondisi hidrogeologi, kelembaban, suhu, pH dan tingkat stabilisasi [7-9]. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan jenis koagulan dan dosis serta pH optimum untuk mengolah air lindi serta mengetahui sifat atau karakteristik dari lumpur hasil koagulasi.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain cairan air lindi dari inlet Instalasi Pengolahan Air Sampah (IPAS) III Bantar Gebang Bekasi. Koagulan *Poly Aluminium Chloride (PAC)*, Tawas $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$, dan *Poly Diallyl Dimethyl Ammonium Chloride (POLYDADMAC)* type FL 45 CLV produk SNF. Peralatan yang digunakan antara lain Spektrofotometer *UV-Vis*, jartes, *COD reactor*, *incubator* dan peralatan gelas.

Tahapan Kerja

Langkah-langkah tahapan kerja pada percobaan ini meliputi:

1. Pengambilan air lindi. Air lindi diambil dari inlet pengolahan IPAS III TPST Bantar Gebang, Bekasi Jawa Barat.
2. Penentuan dosis koagulan untuk koagulasi air lindi. Dosis PAC divariasi pada dosis 150, 200, 250, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1100, 1200 mg/L). Dosis Tawas divariasi pada dosis 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1100, 1200, 1300, 1400 mg/L, dan koagulan organik (POLYDADMAC) divariasi pada dosis 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225 mg/L.
3. Penentuan pH optimum air lindi diatur pada pH 6; 6,5; 7; 7,5; dan 8
4. Menentukan nilai COD, BOD₅, kekeruhan, TSS dan nitrat sebelum dan setelah proses koagulasi dan dekantasi.
5. Penentuan karakteristik lumpur hasil koagulasi.

Cara Kerja

Sebanyak 500 mL sampel air lindi dimasukkan ke dalam *beaker glass* ukuran 1000 mL. pH air lindi diatur sesuai dengan diinginkan dan ditambah koagulan pada konsentrasi tertentu masing-masingnya, seperti variasi yang disebutkan di atas. Selanjutnya, cairan campuran ini diaduk dengan dua tahap pengadukan dengan alat *Jar test*, yaitu; pengadukan cepat dilakukan selama 60 detik pada kecepatan putar 150 rpm sejak koagulan ditambahkan dan dilanjutkan kecepatan pengadukan yang diperlambat menjadi 25 rpm selama 20 menit.

Pada tahap pengadukan lambat pH air diatur kembali menjadi 7 dengan cara menambahkan asam sulfat 0,1 N atau NaOH 1 N. Setelah itu, sebagian sampel di ambil untuk ditentukan nilai *Sludge Volume Indeks (SVI)* pada SV30 menit. Sebagian sampel lain didekantasi selama 30 menit dan cairan jernihnya diambil untuk diukur nilai *COD*, *BOD₅*, *TSS*, nitrat dan kekeruhannya. Metode analisis dilakukan mengacu pada petunjuk *Standard Method*.

Analisis *COD* dilakukan dengan metode *titrimetric*, *BOD₅* metode *winkler*, kekeruhan dengan metode turbidimetri, *TSS* dengan metode *gravimetric*, kandungan nitrat ditentukan dengan metode spektrofotometri. Uji dosis koagulan menggunakan peralatan *Jar test*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sumber Air Limbah

Karakteristik air lindi yang diambil dari tempat pembuangan akhir sampah (*sanitary landfill*) (TPST) Bantar Gebang dapat dilihat pada Tabel 1. Secara visual air lindi ini berwarna coklat dan keruh.

Tabel 1. Karakteristik air lindi Inlet IPAS III TPST Bantar Gebang.

No	Parameter	Satuan	Hasil uji
1	COD	mg/L	2947
2	BOD ₅	mg/L	323
3	Nitrat	mg/L	60.5
4	Kekeruhan	NTU	250
5	TSS	mg/L	250
6	Amonia	mg/L	621
7	pH		8,25

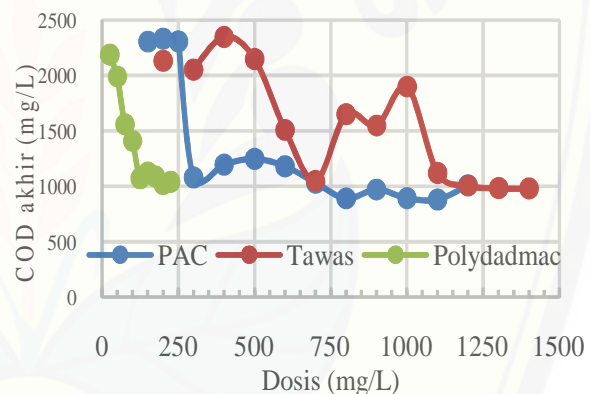
Karakteristik air lindi dari TPA IPAS III ini masuk kelompok TPA berumur tua karena nilai *COD* < 3000 mg/L, *BOD₅/COD* < 0,3 dan pH > 7,5 [7] dan telah memasuki fase metagnogenesis stabil yang ditandai pH yang tinggi [4]. Senyawa organik yang terkandung dalam air lindi ini didominasi oleh senyawa organik terlarut yang sulit dibiodegradasi, ditandai dengan perbandingan *BOD₅/COD* yang rendah, hanya 0,11 dan air berwarna coklat tua, kemungkinan termasuk senyawa

humik. Total organik terlarut (TOL) hanya mampu tersisih 25,56% pada zone anaerobik dan 41,58% TOL pada *effluent* anaerobik dengan proses *oxidation ditch* [8].

Komposisi kandungan organik terlarut dalam air lindi tergantung pada umur *landfill*, asam *humic*, *fulvic* dan fraksi *hydrophilik* yang diisolasi menggunakan resin *XAD*, terbukti kandungannya dominan dalam air lindi [10,11]. Tingginya nilai senyawa ammonium juga membuat proses pengolahan secara biologis jadi kurang efektif karena ion ini bersifat racun terhadap mikroba [2]. Pilihan lain untuk menurunkan *COD*, *TSS* dan kekeruhan adalah dengan proses koagulasi dan flokulasi.

Pengaruh Koagulan pada Penyisihan COD

Pengaruh dosis koagulan *PAC*, Tawas dan *POLYDADMAC* terhadap penyisihan *COD* ditampilkan pada Gambar 1. Berdasarkan bentuk pola nilai *COD* akhir setelah proses dekantasi dari hasil koagulasi, terlihat bahwa koagulan *PAC* menurunkan *COD* maksimum pada dosis 300 ppm, Tawas pada dosis 700 mg/L dan *POLYDADMAC* 125 mg/L.



Gambar 1. Pengaruh dosis koagulan *PAC*, tawas dan *POLYDADMAC* pada *COD* akhir cairan *decanter* hasil proses koagulasi.

Pada penambahan koagulan dengan dosis lebih tinggi, nilai *COD* akhir cairan *decanter* cenderung naik untuk ketiga koagulan ini. Hal ini diperkirakan pada dosis koagulan dengan nilai penurunan *COD* terbesar ini tercapai menunjukkan bahwa partikel koloid dalam air lindi telah mengalami proses netralisasi muatan yang sama atau telah tercapai titik isoelektriknya, sehingga penambahan senyawa koagulan lebih banyak menyebabkan sebagian partikel mengalami restabilisasi karena mendapat muatan positif dari ion-ion koagulan tersebut. Fenomena yang sama terjadi pada pemakaian koagulan *PAC* dan Tawas, yakni penurunan *COD* terjadi kembali dan cenderung stabil setelah penambahan *PAC* 800 mg/L dan Tawas 1200 mg/L.

Pemakaian koagulan *POLYDADMAC* tidak banyak berpengaruh pada penurunan *COD*. Kondisi ini

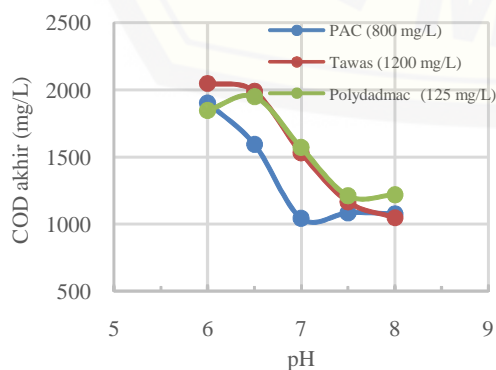
dapat dijelaskan dengan adanya mekanisme pembentukan flok polimer aluminium hidroksida yang kemudian memaksa dengan mengadsorpsi semua partikel yang ada untuk kemudian diendapkan atau disebut penjarangan partikel koloid. Fenomena ini tidak terjadi pada koagulan [12].

Koagulan *POLYDADMAC* dirancang sebagai polymer dengan muatan positif yang mempunyai gugus fungsi ammonium kuarterner cukup banyak sepanjang struktur molekulnya. Bentuk struktur ini memungkinkan tidak terjadinya proses pembentukan flok karena proses hidrolisis berlangsung [12]. Dari Gambar 1, juga dapat dijelaskan, bahwa *COD* akhir proses koagulasi maksimum yang dapat di capai untuk menyisihkan *COD* hanya mencapai 880 mg/L sampai mendekati 1000 mg/L, hal ini juga menunjukkan bahwa senyawa organik yang tidak dapat dikoagulasi ini merupakan senyawa organik yang mudah telarut dalam air [13].

Pengaruh pH pada proses koagulasi dengan menggunakan ketiga jenis koagulan ditampilkan dalam Gambar 2, pH optimum koagulasi menggunakan koagulan PAC mulai terjadi pada pH 7-8, sedangkan pH optimum koagulan tawas dan *POLYDADMAC* terjadi mulai pH 7,5-8. Hal ini bisa terjadi karena koagulan PAC lebih dulu membentuk polimer hidroksi aluminium dibanding koagulan tawas. Pengikatan partikel koloid ke dalam polimer dengan ukuran molekul yang lebih panjang, kemungkinan terbentuknya flok lebih besar dibanding senyawa koagulan tawas yang proses polimerisasi hidroksi aluminium lebih lambat.

Efektivitas koagulasi pemakaian *POLYDADMAC* terjadi setelah pH 7,5-8. Hal ini diperkirakan pada pH antara 7,5-8, muatan negative partikel koloid lebih besar dan mengimbangi jumlah ion positif dari polimer *POLYDADMAC* yang memiliki muatan yang padat dalam struktur molekulnya. Dengan kata lain destabilisasi oleh koagulan *POLYDADMAC* dan PAC yang dalam air memiliki muatan ion positif yang cukup padat lebih efektif karena berupa polimer dibanding tawas.

Hasil analisis terhadap *COD*, *TSS*, kekeruhan, ammonia dan nitrat dalam air *decanter* hasil koagulasi



Gambar 2. Pengaruh pH pada *COD* akhir cairan *decanter* hasil proses koagulasi untuk koagulan PAC, tawas dan *POLYDADMAC*.

pada pH optimum dengan dosis koagulan PAC 800 mg/L pada pH 7, Tawas 1200 mg/L pada pH 7,5 dan *POLYDADMAC* 125 mg/L pada pH 7,5 dapat dilihat pada Tabel 2. Berdasarkan Tabel 2, dapat dijelaskan bahwa hasil penyisihan yang terbesar terhadap semua parameter tersebut adalah PAC > Tawas > *POLYDADMAC*. Penyisihan terbesar hanya pada *COD* yakni masing-masing untuk PAC, tawas dan *POLYDADMAC* adalah, 64%, 64,3% dan 58,9%, *TSS* masing-masing 71,2%, 68,4% dan 66,6% sedang kekeruhan masing-masing 52%, 48% dan 42,4%.

Tabel 2. Konsentrasi *COD*, *TSS*, kekeruhan, ammonia dan nitrat air *decanter* hasil koagulasi pada pH optimum untuk koagulan PAC, tawas dan *POLYDADMAC*.

Parameter	Awal	PAC (1100 mg/L)	Tawas (1400 mg/L)	<i>POLYDADMAC</i> (225 mg/L)
<i>COD</i> (mg/L)	2947	1043	1050	1211
<i>TSS</i> (mg/L)	250	120	130	144
Kekeruhan (Ntu)	250	72	79	83.5
Ammonia (mg/L)	621	560	569	581
Nitrat (mg/L)	60.5	56	57.5	59.5

Penelitian lain yang dilakukan oleh M.A. Shabiiman dan D.S. Anil Kumar Dikshit [13] pada koagulasi air lindi *landfill* tua menggunakan koagulan tawas pada berbagai dosis dan pH dengan karakteristik air lindi *COD* 2451 mg/L, pH 7,6, *TSS* 533 mg/L dan kekeruhan 317 Ntu, diperoleh kondisi optimum terjadi pada pH 6 dengan dosis 15000 mg/L mampu menurunkan 54% *COD* dan 94% kekeruhan.

Penggunaan ke tiga jenis koagulan tersebut tidak banyak berpengaruh pada penyisihan ammonia dan nitrat. Hal ini menunjukkan bahwa ammonia dan nitrat mempunyai kelarutan tinggi dalam air dan sulit teradsorpsi dalam flok lumpur koagulan. M.T. Samadi dkk, [2] telah melakukan penelitian bahwa koagulasi pada air lindi TPA dengan karakteristik *COD* 75000 mg/L, *BOD₅* 2500 mg/L, *TSS* 31625 mg/L, pH 6,59, membutuhkan dosis PAC 2500 mg/L, pH 12 dan Tawas 1000 mg/L, pH 12. Dengan dosis tersebut mampu menyisihkan *COD* masing-masing 60% dan 62,2% serta penyisihan *TSS* masing-masing 39,14% dan 58,37%. Peneliti lainnya yaitu G. Rajan dkk, [14] telah melakukan koagulasi air lindi menggunakan tawas pada air lindi stabil (*COD* awal 1240 -19200 mg/L, pH =7,68-8,23) memerlukan dosis tawas 600 mg/L dengan efisiensi penyisihan 75% dan koagulasi leachate segar (*COD* awal 6240-66240 mg/L, pH = 6,96-7,77) memerlukan dosis tawas 800 mg/L dengan efisiensi penyisihan *COD* 55% [15].

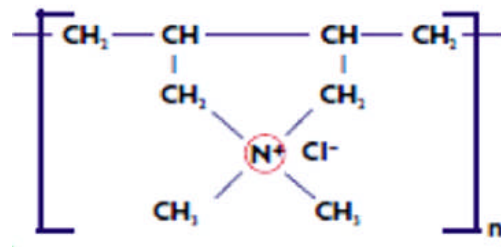
Dari penelitian penelitian ini terlihat bahwa efisiensi penyisihan *COD* dan kekeruhan sangat tergantung pada komposisi kimia dan umur air lindi. Air lindi berumur lebih muda (kurang dari 5 tahun) membutuhkan dosis koagulan yang lebih besar dibanding air lindi yang berasal dari *landfill* tua (diatas 10 tahun).

Penelitian ini menunjukkan bahwa efisiensi penyisihan kekeruhan rata-rata lebih tinggi dibanding pada penyisihan COD pada air lindi landfill tua dan sebaliknya efisiensi penyisihan COD lebih tinggi dibanding kekeruhan untuk koagulasi pada air lindi dari landfill muda. Hal ini menunjukkan bahwa kandungan organik terlarut dalam air lindi muda dalam bentuk tidak terlarut jauh lebih tinggi dibanding air lindi dari landfill tua. Pemakaian dosis koagulan tawas pada air lindi landfill muda jauh lebih sedikit dibanding air lindi landfill tua. Hal ini berbanding lurus dengan kinerja proses koagulasi yang efektif menyisihan partikel dalam bentuk tidak terlarut atau TSS tinggi. Nilai TSS pada ketiga penelitian ini, di landfill tua 31625 mg/L, dibanding landfill muda, masing-masing 533 mg/L dan 250 mg/L [2].

Sludge Volume Index

Penentuan kekompakan lumpur hasil koagulasi dari ketiga jenis koagulan ditentukan dengan membandingkan nilai *Sludge Volume Index* (SVI). Masing-masing koagulan PAC, Tawas dan POLYDADMAC mempunyai nilai SVI 150 mL/g, 453 mL/g dan 159 mL/g, secara berurutan. Berdasarkan data ini dapat disebutkan bahwa urutan nilai kekompakan lumpur hasil koagulasi tersebut adalah PAC > POLYDADMAC > tawas. Dengan perkataan lain, volume lumpur yang dihasilkan dari koagulasi dengan koagulan PAC adalah paling kecil dibanding POLYDADMAC atau tawas.

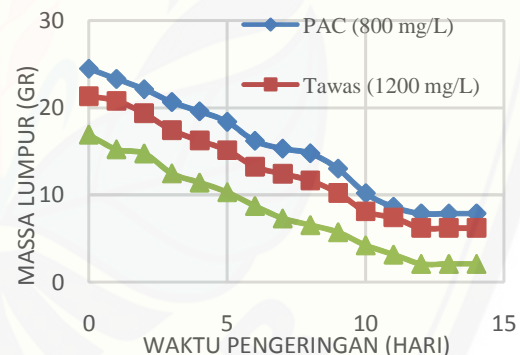
Tawas diketahui merupakan koagulan Al^{3+} yang dalam air akan mengalami proses hidrolisis dan proses polymerisasi berdasarkan pH air. Pada pH lebih besar dari 7,2 senyawa ini dominan dalam bentuk $Al(OH)_3$ dan $Al(OH)_4^-$. Pada pH 7,2-5,6 dominan dalam bentuk $Al(OH)_3$ dan $Al_{13}(OH)_{34}^{5+}$, sedangkan PAC telah dibuat dalam bentuk alum terpolimerisasi yang dalam air bisa berbentuk dimer $Al_2(OH)_2^{4+}$, trimer $Al_3(OH)_3^{5+}$ dan paling dominan dan stabil bentuk Al_{13} yakni $AlO_4Al_{12}(OH)_{24}(H_2O)_{12}^{6+,7+}$ dan beberapa polimer $Al_{30}O_8(OH)_{56}(H_2O)_{24}^{18+}$ [12]. Oleh karena itu, PAC lebih efektif dalam menetralisasi dan destabilisasi partikel koloid yang umumnya bermuatan negatif dibanding dengan tawas. Oleh karena ion polimer positif yang dihasilkan oleh PAC lebih banyak dibanding tawas maka lumpur flok yang terbentuk pada PAC lebih padat dan densitasnya lebih tinggi dibanding dengan lumpur flok tawas. POLYDADMAC termasuk koagulan polimer organik dengan berat molekul tinggi 10^4-10^7 g/mol yang mengandung gugus fungsi ammonium kuarterner sehingga muatan koagulan ini positif [12]. Bertambahnya berat molekul POLYDADMAC akan menambah besar potensial zeta mendekati nol [15], artinya partikel koloid dalam air lindi lebih mudah di koagulasi. Rumus molekul POLYDADMAC sebagai berikut :



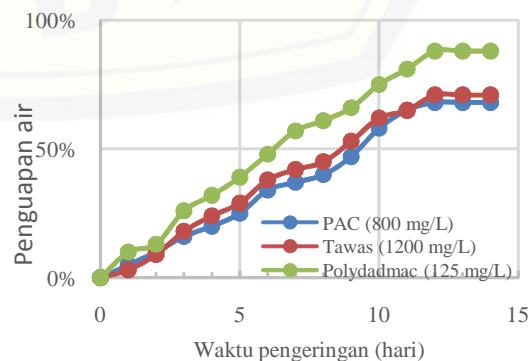
Pengeringan Lumpur

Lumpur yang diperoleh dari hasil proses koagulasi selanjutnya di keringkan pada temperatur dan kelembaban ruang tertentu selama 14 hari. Massa lumpur diukur setiap hari terhadap waktu pengeringan, seperti ditampilkan pada Gambar 3. Berdasarkan gambar ini terlihat bahwa untuk ketiga koagulan yang digunakan waktu pengeringan mencapai limit maksimum pengeringan pada hari ke 12 (lihat Gambar 4), memperlihatkan persen air yang diuapkan dari massa lumpur untuk ketiga jenis koagulan.

Persentasi kandungan air dalam ketiga lumpur hasil koagulasi menunjukkan kandungan air dalam lumpur POLYDADMAC > tawas > PAC. Hal ini juga menandakan bahwa lumpur POLYDADMAC lebih hidrofilik dibanding tawas dibanding PAC. Selain itu, POLYDADMAC diperkirakan termasuk senyawa organik yang banyak mengandung gugus fungsi



Gambar 3. Massa lumpur hasil koagulasi untuk ketiga jenis koagulan terhadap waktu pengeringan pada suhu ruang 26,7^o-28,7^oC dan kelembaban 48-61%.



Gambar 4. Hubungan persen penguapan air terhadap waktu pengeringan ketiga jenis koagulan, pada suhu ruang 26,7^o-28,7^oC dan kelembaban 48-61%.

berupa ion sehingga lebih mudah menyerap air dibanding tawas dan PAC. Karena, lumpur PAC berupa padat aluminium hidroksida terhidrat, maka molekul air dalam POLYDADMAC lebih sulit terlepas dari struktur kristalnya ke atmosfer dibanding dengan molekul air yang diikat oleh hidroksida aluminium.

Kekuatan molekul air yang terserap di dalam lumpur flok tawas lebih banyak dibanding flok PAC sesuai dengan SVI masing-masing lumpur. SVI lumpur tawas lebih besar dibanding SVI lumpur PAC. SVI makin besar maka lumpur tersebut makin suka menyerap air.

KESIMPULAN

Pemakaian koagulan PAC dan Tawas menghasilkan dosis optimum penyisihan COD pada dua konsentrasi dosis, yakni pada titik isoelektrik netralisasi muatan tercapai untuk PAC 300 mg/L dan Tawas 700 mg/L. Penambahan koagulan sedikit lebih dari dosis optimum cepat mengurangi efisiensi penyisihan COD.

Penyisihan mencapai kestabilan pada kondisi pembentukan flok koagulan PAC dan tawas dengan mekanisme penjarangan partikel koloid dalam flok yakni 800 mg/L PAC dan 1200 mg/L tawas. Sedangkan koagulan POLYDADMAC penyisihan optimum COD terjadi pada dosis 125 mg/L dan tidak terjadi proses pembentukan flok atau penjarangan partikel koloid.

Penyisihan ammonia dan nitrat dari proses koagulasi dan flokulasi terbukti tidak efektif, penurunan kekeruhan mencapai 66,6%-71,2% dan TSS 42,4% - 52%. Penyisihan terbesar hanya pada TSS dan kekeruhan dan tidak banyak berpengaruh pada penyisihan ammonia dan nitrat.

Lumpur hasil koagulasi menunjukkan bahwa lumpur hasil koagulasi dengan PAC menghasilkan lumpur yang lebih kompak dan padat dibanding dengan tawas dan POLYDADMAC. Lumpur koagulan POLYDADMAC lebih banyak menyerap air dibanding tawas dibanding PAC. Lama waktu yang diperlukan untuk pengeringan lumpur sampai mencapai berat stabil adalah 12 hari dengan suhu ruang 26,7^o-28,7^oC dengan kelembaban 48-61%.

DAFTAR ACUAN

- [1]. Y. Peng. "Perspective on technology for landfill leachate treatment". *Arabian Journal of Chemistry*, 2013.
- [2]. M. R. Lee and D. Zawawi, A. A. L..Abdul. "Information Technology Treatment of Leachate by Coagulation-Flocculation using different Coagulants and Polymer: A Review". *International Journal on Advanced Science Engineering Information Technology*, vol. 2, No. 2, 2012.
- [3]. E. Al Sabahi, S. A. Rahim, and W.Y. Wan Zuhairi. "The Characteristics of leachate and groundwater pollution at municipal solid waste landfill of ibb city, yemen". *Am. Journal of Env. Sci*, vol. 5 no. 5, pp. 230-240, 2009.
- [4]. Y. Dong. "Landfill Leachate Treatment Case Study, SRV Atervinning". Sweden, Master of Science Thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, 2007.
- [5]. A.J. Hamzeh, H.M. Amir, N.F.V. Ramin and A.O. Ghasem. "Combination of coagulation and ozonation processes for treatment of partially stabilized landfill leachate of Tehran". *World Appl. Sci. Journal*, vol. 5, pp. 9-15, 2009.
- [6]. M.R. Lee and D. Zawawi. "Eficiency of the coagulation-flocculation for the leachate treatment". *International Journal of sustainable development*, vol. 2, pp. 10, 2011.
- [7]. R.K. Rowe. "Characteristics of landfill leachates and bio-solids of municipal solid waste (MSW) in Riyadh City, Saudi Arabia", *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, vol. 10, Issue 2, pp. 65-70, June 2011.
- [8]. B. Barjinder, M.S., Saini and M.K. Jha. "Effect of age and seasonal variations on leachate characteristics of municipal solid waste landfill". *International Journal of Research in Engineering and Technology*, vol. 02, Issue 08, Aug, 2013.
- [9]. Yunus, Anika, Smallman, J. David, J. Stringfellow, Anne, Beaven, Richard, Porwie, and William. "Leachate dissolved organic matter characterization using spectroscopic methods". *Journal of Water Reuse & Desalination*, vol. 1, no. 2, pp. 78-87, 2011.
- [10]. Z. Liu, W. Wu, P. Shi, J. Guo and J. Cheng. "Characterization of dissolved organic matter in landfill leachate during combined treatment process of air stripping, Fenton, SBR and coagulation". *Waste Management*, vol. 41, pp. 111-8, Juli, 2015.
- [11]. S. Huo., B. Xi., H. Yu., L. He., S. Fans., and H. Liu. "Characteristics of dissolved organic matter (DOM) in leachate with different landfill ages". *J. Environmental Sci (china)*, vol. 20, no. 4, pp. 492-8, 2008.
- [12]. N.B., Prakash, S. Vimala and P. Jayakaran. "Waste Water Treatment by Coagulation and Flocculation". *International Journal of Engineering Science and Innovative Technology (IJESIT)*, vol. 3, Issue 2, pp. 479, March 2014.
- [13]. M.A. Shabiiman and D.S. Anil Kumar. "Treatment of landfill leachate using coagulation". *2nd International Conferenceson Environmental Science and Technology*, Singapore, 2011

- [14]. G. Rajan, J.D. Nalladurai, V.D. Puthiya, T.R. Sreekrishnaperumal and K. Subramaniam. "Use of combined coagulation-adsorption process as pretreatment of landfill leachate". *Iran J. Environ. Health Sci. Eng*, 1024-1028, 2013.
- [15]. M.A.A. Razali, Z. Ahmad and A. Arifin." Treatment of pulp and paper mill wastewater with various molecular weight of polydadmac induced flocculation with polyacrylamide in the hybrid system". *Adv. in Chem. Eng. and Sci*, 2, 490-503, 2012.



SINTESIS HIDROGEL KOPOLIMER PATI ILES-ILES DENGAN ASAM AKRILAT, AKRILAMIDA DAN METILENABISAKRILAMIDA SEBAGAI PEMBENAH TANAH

Achmad Sjaifullah¹, Sugeng Winarso² dan Agung Budi Santoso¹

¹ Jurusan Kimia FMIPA - Universitas Jember

Jl. Kalimantan, Sumbersari, Kabupaten Jember, Jawa Timur 68121

² Jurusan Tanah Faperta - Universitas Jember

Jalan Kalimantan No.37, Jawa Timur 68121

E-mail: sjaiful.fmipa@unej.ac.id

Diterima: 11 Agustus 2015

Diperbaiki: 1 September 2015

Disetujui: 23 September 2015

ABSTRAK

SINTESIS HIDROGEL KOPOLIMER PATI ILES-ILES DENGAN ASAM AKRILAT, AKRILAMIDA DAN METILENABISAKRILAMIDA SEBAGAI PEMBENAH TANAH. Hidrogel kopolimer cangkok pati iles-iles dengan asam akrilat, akrilamida dan metilena bis-akrilamida disintesis menggunakan teknik polimerisasi dalam larutan dengan pelarut air dan inisiator kalium persulfat. Pati iles-iles yang digunakan diperoleh dengan menghomogenkan umbi iles-iles, mencucinya dengan air dan menggumpalkannya dengan metanol beberapa kali. Kelarutan pati iles-iles yang diperoleh dengan cara tersebut mencapai 5 % b/b. Polimerisasi dalam larutan dilakukan tanpa hembusan gas nitrogen. Hidrogel yang dihasilkan ditentukan daya serap airnya dan struktur kimianya berdasarkan spektrum FTIR. Berdasarkan berat hidrogel yang dihasilkan dapat dikatakan bahwa sintesis menghasilkan 100 % polimerisasi pada suhu 55-60 °C. Hidrogel yang dihasilkan pada kondisi polimerisasi tertentu mempunyai daya serap air hingga 51 kali, yaitu yang disintesis dengan perbandingan konsentrasi pati iles-iles dengan asam akrilat, akrilamida dan bis-akrilamida = 1:3:3:0,01. Hidrogel kopolimer kemudian digunakan sebagai pembena tanah dengan mempelajari kemampuan tanah berpasir dalam menyimpan dan menguapkan airnya. Tanah berpasir yang dicampur dengan 0,5 % b/b hidrogel dapat menyerap air hingga dua setengah kali dari pada tanah tanpa hidrogel dan dapat menahan lebih dari separo air yang diserapnya saat terjadi kesetimbangan penguapan dan penyerapan air. Kesetimbangan penguapan dan penyerapan air dicapai setelah 5 hari pada suhu udara 23-29 °C dan kelembaban 40-83 %.

Kata kunci: Hidrogel, Pati iles-iles, Pembena tanah, Daya serap air

ABSTRACT

SINTHESIS OF HYDROGEL COPOLYMER OF KONJAC STARCH WITH ACRYLIC ACID, ACRYLAMIDE AND METHYLENEBISACRYLAMIDE FOR SOIL AMENDMENT. Graft copolymer hydrogel of konjac starch, acrylic acid, acrylamide and N,N-methylenebisacrylamide was synthesized by techniques of polymerisation in solution with water as solvent and initiator of potassium persulfate. Konjac starches were obtained by homogenizing Konjac tuber with water and washed it with methanol several times. Konjac starch obtained with this method can produce a clear solution with up to 5 % w/w solubility. Polymerization in solution was done without nitrogen gas bubbling. The resulting hydrogel determined its water absorption and its chemical structure based on the FT-IR spectra. Based on the weight of the resulting hydrogel, the synthesis proceeds in 100 % polymerization at a temperature of 55 °C. The resulting hydrogel at certain polymerization conditions has water absorption of up to 51 times of its weight. The polymerization condition was achieved at Konjac starch concentration ratio to acrylic acid, acrylamide and N,N-methylenebisacrylamide = 1: 3: 3: 0.01. Graft copolymer hydrogel was then used as an amendment for sandy soil to control the soil ability to store and evaporate the water. Sandy soil mixed with 0.5 % w/w hydrogel can absorb water up to two and a half times than in the absence of hydrogel and hold more than half of the water that is absorbed during the equilibrium evaporation and absorption of water. Equilibrium evaporation and water absorption was reached after 5 days at temperatures of 23-29 °C and humidity of 40-83 %.

Keywords: Hydrogel, Konjac starch, Amendment, Water absorption

PENDAHULUAN

Iles-iles merupakan tanaman yang menghasilkan umbi sejenis Suweg (Bahasa Jawa), namun iles-iles mudah dibedakan dari Suweg karena di percabangan tangkai daunnya ada bintil-bintil yang berfungsi sebagai media perkembangbiakan vegetatif. Iles-iles dapat tumbuh di mana saja seperti di pinggir hutan, di bawah rumpun bambu, di pinggir sungai, di semak belukar dan di tempat-tempat dengan naungan lebih dari 50%. Pati utama yang terkandung dalam umbi iles-iles adalah glukomannan, yaitu suatu polisakarida dengan berat molekul tinggi yang terdiri dari d-mannosa dan d-glukosa dengan perbandingan sekitar 1,6. Glukomannan merupakan salah satu polisakarida yang larut dalam air menghasilkan larutan kental dan sudah digunakan sebagai pengental makanan di Tiongkok sejak lebih dari 2000 tahun yang lalu dan juga dikategorikan sebagai *Food additive* yang aman di industri makanan EU [1].

Glukomannan dianggap sebagai salah satu polisakarida yang sangat menjajikan dalam banyak aplikasi bidang farmasi dan industri makanan serta aplikasinya dalam bidang lain, sehingga riset yang berhubungan dengan sifat dan pemakaian glukomannan, interaksi dan perubahan sifatnya jika dicampur dengan zat lain serta polimer turunan glukomannan dengan berbagai monomer sudah banyak dilaporkan. Sifat gel tertentu dari glukomannan yang sesuai untuk aplikasi spesifik telah diperoleh dengan berbagai campuran glukomannan dengan polisakarida alam lainnya, misalnya dengan k-karaginan, kitosan, xantan, alginat, *guar gum* [2]. Sebagai salah satu polisakarida yang larut dalam air, glukomannan banyak diturunkan melalui polimerisasi dalam larutan dengan berbagai monomer yang larut dalam air maupun monomer yang kurang larut untuk menghasilkan polimer turunan glukomannan dengan berbagai sifat fisika kimia tertentu seperti daya serapnya terhadap air dan sifat hidrodinamik dalam berbagai kondisi pH larutan. Glukomannan yang dipolimerisasi dalam larutan dengan komonomer asam akrilat dan trimetilalil ammonium klorida dengan inisiator kalium persulfat untuk menghasilkan hidrogel yang secara optimum dinetralkan dengan KOH telah dilaporkan dapat menyerap air hingga 550 g/g [3]. Hidrogel kopolimer glukomannan dengan komonomer asam akrilat dan krosslinker bisakrilamida yang disintesis dalam larutan telah didisain agar peka terhadap perubahan pH telah digunakan sebagai pembawa "*colon targeted drug*" [4] dan glukomannan yang saling disambung silangkan dengan poli metilmetakrilat telah digunakan sebagai pengontrol pelepasan obat [5]. Kopolimer cangkok glukomannan dengan akrilamida yang disintesis dalam larutan juga sudah dilaporkan menjadi *flocculant* yang lebih baik dari pada poliakrilamida [6]. Dari banyak publikasi mengenai polimer turunan glukomannan yang dilaporkan hampir selalu menggunakan glukomannan murni yang diperoleh

dari *supplier* bahan kimia serta menggunakan bahan kimia lainnya dengan *grade guaranteed Reagent* (GR). Sintesis kopolimer turunan glukomannan dengan polimerisasi dalam larutan selalu dilakukan dengan hembusan gas nitrogen untuk mengusir oksigen agar diperoleh kopolimer dengan derajat polimerisasi tinggi. Kondisi polimerisasi demikian seringkali dilakukan untuk produksi skala laboratorium yang tidak memperhitungkan biaya produksi. Karena itu dalam tulisan ini dicoba sintesis kopolimer hidrogel turunan pati iles-iles yang diperoleh dari umbi iles-iles hasil budidaya sebagai dasar produksi hidrogel untuk pembenah tanah. Pati iles-iles yang dilaporkan dalam tulisan ini diperoleh melalui cara pencucian basah, sehingga diharapkan dapat dijadikan landasan produksi secara kontinyu.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam percobaan adalah umbi iles-iles yang diperoleh dari kebun Iles-iles "Pusat Penelitian Kopi dan Kakao" Jember, asam akrilat dan akrilamida dengan kemurnian lebih dari 98% dihasilkan oleh Dia-Nitrix Japan digunakan apa adanya, inisiator $K_2S_2O_8$ dan N,N-metilenabis-akrilamida dari Merck, tanah pasir gumuk dan air.

Cara Kerja

Pati iles-iles diperoleh dengan menghomogenkan umbi iles-iles segar dalam air dengan perbandingan berat 1/1 dengan *blender*. Homogenat yang diperoleh dicuci dan digumpalkan dengan metanol, kemudian ditambah dan dihomogenkan lagi dengan air dan digumpalkan dengan metanol beberapa kali sampai cairan pencucinya jernih. Gumpalan dalam metanol merupakan pati iles-iles yang bersih kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 55°C. Di samping itu, juga dilakukan preparasi pati iles-iles dari umbi melalui proses penepungan. Pati iles-iles yang diperoleh dengan dua cara preparasi diuji kelarutannya dalam air.

Sintesis hidrogel pati iles-iles dengan komonomer asam akrilat dan akrilamida serta krosslinker N, N-metilenabisakrilamida dilakukan dalam larutan. Dalam wadah terpisah, dilarutkan komonomer asam akrilat/akrilamida/metilenabis-akrilamida = 1/1/0,03 b/b. Ke dalam larutan pati iles-iles 3% b/b ditambah inisiator $K_2S_2O_8$ 8% b/b dari berat pati iles-ilesnya dan larutan dimasukkan dalam oven pada suhu 55°C selama kurang dari 10 menit. Komonomer sebanyak enam kali berat iles-iles yang sudah disiapkan dalam larutan kemudian dimasukkan ke dalam larutan iles-iles yang sudah dioven, larutan diaduk hingga homogen kemudian dimasukkan dalam oven. Setiap interval sekitar 15 menit larutan polimerisasi yang ada di oven dibuka dan diaduk kemudian dimasukkan ke dalam oven lagi selama semalam pada suhu 55°C. Hidrogel

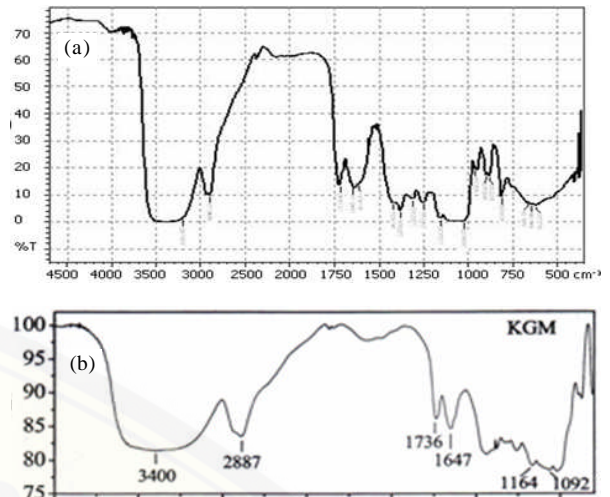
kopolimer pati iles-iles/asam akrlat/akril-amida kemudian dikeluarkan dari oven, dipotong kecil-kecil dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai kering. Hidrogel kering yang diperoleh kemudian digiling, ditentukan daya serap airnya dan spektrum IRnya serta digunakan dalam percobaan penyerapan air dalam tanah pasir.

Uji daya simpan air dalam tanah berpasir dilakukan dengan mencampur 0,5% b/b hidrogel dengan tanah berpasir kering di dalam suatu pot dan menjenuhinya dengan air. Pot ditaruh di ruangan terbuka dan berangin, di mana berkurangnya berat pot dan isinya diukur setiap hari.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses penyiapan pati iles-iles yang dilakukan seperti diuraikan dalam cara kerja, yaitu cara basah, di mana umbi iles-iles dihomogenkan dengan air dan digumpalkan dengan metanol beberapa kali sampai cairan pencucinya jernih menghasilkan pati iles-iles yang lebih mudah larut dalam air dibandingkan pati iles-iles yang diperoleh dengan cara kering. Dalam cara kering, umbi iles-iles yang telah diiris tipis dikeringkan (dengan matahari atau oven) sehingga menjadi seperti keripik, menggiling keripik menjadi tepung dan memisahkan pati iles-ilesnya dengan cara hembusan udara. Berdasarkan pengamatan selama percobaan dapat dilihat dengan jelas bahwa pati iles-iles yang diperoleh dengan cara basah lebih bersih dan benar-benar larut dalam air dengan kelarutan mencapai 5% b/b. Sedangkan pati iles-iles yang diperoleh dengan cara kering selalu mengandung bintik-bintik halus berwarna coklat/gelap yang tidak larut, dan kelarutan pati iles-iles dalam air tidak dapat mencapai 5%. Jika pengeringan dilakukan dengan penjemuran di panas matahari maka bintik-bintik gelap tersebut sangat nyata. Hal ini karena penjemuran di panas matahari, dilakukan di udara terbuka yang lebih lama dan suhu pemanasan yang sulit dikontrol, sehingga ada komponen yang ada dalam umbi iles-iles mengalami oksidasi/pencoklatan. Sebaliknya, dalam cara basah proses oksidasi umbi iles-iles dapat dihindari atau dikurangi.

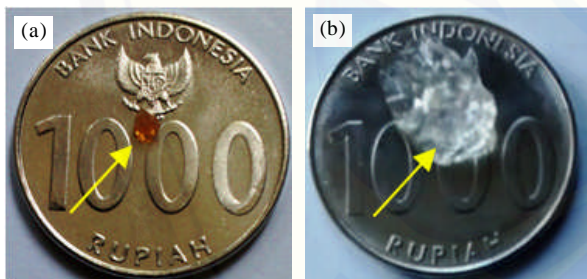
Spektrum IR pati iles-iles yang digunakan dalam produksi hidrogel (Gambar 1(a)) menunjukkan kesamaan dengan spektrum IR glukomannan (Gambar 1(b)). Kesamaan tersebut bisa dilihat pada serapan bilangan gelombang 3300-3400 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi O-H, C-H alifatik terdapat pada 2900-3000 cm^{-1} , 1730-1760 cm^{-1} menunjukkan C=O ester, dan 1080-1081 cm^{-1} menunjukkan C-O ester. Spektrum IR sampel terlihat kurang halus dibandingkan dengan stektrum IR glukomannan [7], bisa jadi karena spektrum IR berasal yang dari iles-iles yang dimurnikan dengan mencuci pati iles-iles dengan air dan menggumpalkannya dengan metanol hingga belum cukup bersih meskipun cairan pencucunya sudah jernih.



Gambar 1. (a). Spektrum IR pati iles-iles, (b). Spektrum IR glukomannan [7].

Proses polimerisasi pati iles-iles dengan komonomer asam akrilat/akrilamida/ metilenabisakrilamida dalam tulisan ini didasarkan hanya pada kondisi polimerisasi optimum yang menghasilkan kemampuan menyerap air dan sifat fisik lain yang dapat diproses menjadi hidrogel untuk pembenh tanah. Prosedur penentuan kondisi optimum polimerisasi tidak dilaporkan dalam tulisan ini. Secara keseluruhan hidrogel yang dibuat dari pati iles-iles yang dipolimerisasi dalam larutan dengan kopolimer asam akrilat /akril amida/ metilenabisakrilamida menggunakan konsentrasi 3% pati iles-iles. Pada konsentrasi itu larutan pati iles-iles masih mudah untuk dialirkan meskipun agak kental. Konsentrasi inisiator $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ yang digunakan adalah 8% dari berat pati iles-iles dalam larutan. Larutan pati iles-iles dan inisiator di oven pada suhu 55°C selama kurang dari 10 menit sebelum komonomer asam akrilat/ akrilamida/metile-nabisakrilamida dengan komposisi 1/1/0,03 b/b dicampurkan ke dalamnya. Pada umumnya setiap kali sintesis digunakan 2000 mL larutan, sehingga akan digunakan 60 g pati iles-iles, 360 g campuran komonomer dan 4,8 g initiator. Selama awal proses polimerisasi, yaitu pada sekitar 25 menit setelah pencampuran semua komponen kopolimer, larutan masih cair meskipun kental, sehingga masih bisa diaduk menggunakan pengaduk mekanik, setelah itu akan menjadi sangat kental dan akhirnya menjadi gel, yait usatu hidrogel. Hidrogel yang dihasilkan kemudian dipotong kecil-kecil dan tipis dan dicuci dengan air untuk membersihkan sisa monomer atau polimer linear jika ada, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C, proses pengeringan berlangsung paling cepat selama 48 jam (tergantung tebal tipisnya), namun dalam praktik selalu dikeringkan lebih dari 48 jam dan hidrogel kering dapat digiling menghasilkan butiran kecil seperti gula pasir halus. Pengukuran berat hidrogel kering yang dihasilkan menunjukkan berat yang sama dengan berat semua komponen yang terlibat dalam polimerisasi

menandakan terjadinya 100% polimerisasi. Daya serap air hidrogel turunan pati iles-iles yang disintesis berdasarkan kondisi polimerisasi seperti yang diuraikan dalam tulisan ini, yaitu 51 g/g, lebih kecil dibandingkan dengan beberapa tulisan [8]. Ini barangkali disebabkan oleh kondisi polimerisasi yang tidak sama. Seperti ditemukan dalam banyak laporan [8], mereka menggunakan glukomannan murni yang disediakan oleh perusahaan penjual bahan kimia, mereka juga menggunakan hembusan gas nitrogen untuk mengusir oksigen, konsentrasi agen sambungsilang N,N-metilenbisakrilamida dan konsentrasi inisiator yang lebih kecil. Dengan konsentrasi agen sambungsilang dan konsentrasi inisiator lebih besar, maka akan didapat hidrogel dengan derajat polimerisasi lebih kecil dan lebih kompak sehingga secara mekanik lebih kuat dan akibatnya memiliki daya serap air yang lebih kecil. Tidak digunakannya hembusan gas nitrogen selama polimerisasi dalam tulisan ini juga cenderung menghasilkan polimer hidrogel yang lebih kecil dan akibatnya juga daya serap airnya juga lebih kecil. Dipilihnya kondisi polimerisasi demikian disesuaikan dengan tujuan pemanfaatan hidrogel turunan pati iles-iles sebagai pembenah tanah, yaitu yang dirancang memiliki daya serap air sekitar 50 kali namun memiliki kekuatan mekanik yang baik sehingga pada saat digunakan sebagai pembenah tanah menjadi lebih tahan lama. Kondisi hidrogel sebelum dan kondisi penggelembungan hidrogel sesudah menyerap air dapat dilihat dalam Gambar 2.



Gambar 2. (a). Hidrogel kering dan (b). Menyerap air.

Hidrogel turunan pati iles-iles yang dihasilkan dengan kondisi sintesis seperti digambarkan dalam cara kerja di atas, kemudian digunakan untuk percobaan pembenah tanah. Dalam percobaan ini digunakan tanah berpasir dengan tiga kali ulangan. Dalam setiap ulangan digunakan 9500±0,5 gram kontrol dan sampel. Kontrol adalah tanah berpasir kering dan sampel merupakan tanah berpasir yang sama dan mengandung 0,5% b/b hidrogel. Pada hari pertama, pot disiram dengan air secara perlahan, sedikit demi sedikit hingga sedikit berlebih, yaitu ada air yang dirembeskan. Kemudian pot dibiarkan di ruangan dengan udara terbuka, teduh dan berangin sampai tidak ada air yang merembes. Pada saat itu ditimbang beratnya untuk menentukan berat air maksimum yang disimpan oleh tanah. Setiap hari diukur berat pot dan isinya untuk menentukan

banyaknya air yang diuapkan, suhu dan kelembaban udara juga dicatat.

Sebelum pot-pot kontrol yang hanya berisi tanah berpasir dan pot sampel yang diisi tanah yang dicampur 0,5% hidrogel disiram air, volume tanah di dalam pot terlihat sama antara kontrol dan sampel. Setelah dijenuhi dengan air, pot-pot sampel, yaitu yang dicampur 0,5% hidrogel terlihat memiliki volume lebih besar, permukaan tanah dalam pot lebih tinggi daripada yang tanpa hidrogel (Gambar 3).



Gambar 3. Tanah dicampur 0,5% hidrogel (kiri) dan tanpa hidrogel (kanan) yang dijenuhi air.

Pot-pot kontrol dan sampel yang sudah dijenuhi air, kemudian disimpan di ruang terbuka dan tidak terkena matahari langsung, berat setiap pot diukur selama 20 hari. Suhu dan kelembaban udara selama pengukuran berat air berkisar antara 23 °C pada pagi hari dan kelembapan 83% hingga 29 °C dan kelembapan 40% pada siang/sore hari. Harga rata-rata berat pot sampel dan kontrol selama pengamatan adalah seperti diberikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Berat rata-rata pot selama 20 hari.

Hari ke	Berat pot dan isinya, ±0,5 g		Berat air yang diikat oleh tanah dalam pot, g	
	Kontrol	Sampel	Kontrol	Sampel
1	11000,0	12728,5	1500,0	3228,5
2	10984,0	12710,0	1484,0	3210,0
3	10856,5	12575,5	1356,5	3075,5
4	10621,0	12340,5	1121,0	2840,5
5	10365,0	12340,5	865,0	2840,5
6	10245,0	12104,5	745,0	2604,5
7	10196,0	12057,0	696,0	2557,0
9	10110,0	11983,0	610,0	2483,0
12	9870,0	11690,0	370,0	2190,0
15	9640,0	11538,0	140,0	2038,0
20	9495,0	11322,0	-5,0	1822,0

Keterangan:

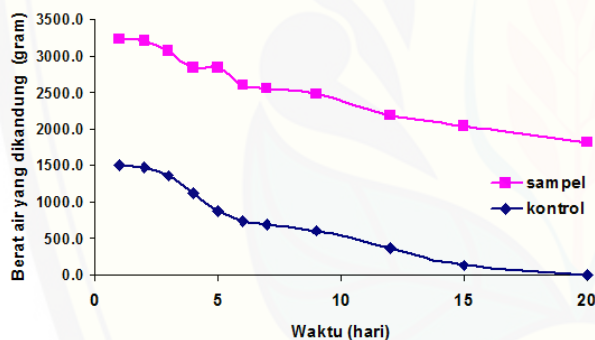
Berat kering rata-rata kontrol dan sampel tanah adalah 9500,0 g Berat hari pertama adalah berat setelah penjemuran air dan tidak ada air yang merembes.

Sampel mengandung 0,5% b/b hidrogel dan kontrol tidak mengandung hidrogel.

Hasil pengamatan dalam Tabel 1 menunjukkan bahwa sampel, yaitu tanah yang dicampur 0,5% hidrogel menyimpan air lebih banyak dari pada tanah yang tidak

mengandung hidrogel. Jika jumlah air maksimum yang dapat diikat oleh tanah, yaitu berat air pada hari pertama dianggap sebagai kapasitas tanah untuk mengikat air, maka dengan adanya hidrogel kapasitas mengikat air menjadi lebih besar. Jika perbedaan berat air yang diikat oleh sampel dan kontrol tanah tanpa hidrogel disebabkan oleh adanya hidrogel, maka perbedaan berat air yang diikat oleh sampel dan kontrol merupakan air yang diikat oleh hidrogel. Berdasarkan banyaknya hidrogel yang digunakan, yaitu sekitar 47,5 gram, dan berat air yang diikat hidrogel pada hari pertama 1728 gram, maka daya ikat air hidrogel dalam tanah adalah 37 g/g, daya ikat air hidrogel adalah kurang dari daya ikat airnya dalam keadaan bebas.

Adanya hidrogel juga memperlihatkan adanya perbedaan berkurangnya penguapan air. Misalnya dalam 5 hari pertama, air yang dilepaskan oleh sampel adalah 388 g, sedangkan yang diuapkan oleh kontrol adalah 635. Pada interval waktu 5 hari pertama, kecepatan berkurangnya kandungan air dalam kontrol lebih kecil dari pada kecepatan penguapan dalam sampel yang mengandung hidrogel. Secara keseluruhan, kecepatan penguapan air sampel yang mengandung hidrogel dan kontrol dapat digambarkan dalam grafik seperti dalam Gambar 4.



Gambar 4. Kecepatan berkurangnya kandungan air yang diikat tanah.

Gambar 4 menggambarkan meskipun pada lima hari pertama kecepatan penguapan air tanah yang mengandung hidrogel lebih besar dari pada yang tanpa hidrogel, namun pada hari keenam dan seterusnya kondisinya berbalik, yaitu kecepatan penguapan air tanah yang mengandung hidrogel lebih lambat dari pada tanah yang tidak mengandung hidrogel. Hidrogel menunjukkan bukan hanya meningkatkan daya ikat dan kandungan air oleh tanah, tetapi juga memperlambat kecepatan penguapan air yang diikat tanah pada saat kandungan air tanah berkurang. Perlambatan penguapan air dalam tanah yang mengandung hidrogel mengindikasikan adanya kemampuan hidrogel membasahi tanah. Hal ini barangkali suatu sifat penting dari pemakaian hidrogel sebagai pembenh tanah yang dapat meningkatkan produksi tanaman seperti yang telah dilaporkan [9]. Kemampuan hidrogel membasahi tanah bisa juga dilihat dari sampel tanah yang dicampur

hidrogel tetap gembur setelah dua bulan dibiarkan di ruangan terbuka yang diamati dalam tulisan ini, sedangkan tanah tanpa hidrogel sudah memadat dan keras. Kemampuan membasahi tanah dan kemampuan menurunkan kecepatan penguapan air dalam tanah oleh hidrogel sintetik akrilamida/metilenbiskrilamida juga telah dilaporkan [10]. Penambahan 0,3% hidrogel sintetik akrilamida/metilenbiskrilamida dalam tanah berpasir telah menunjukkan perkecambahan dan pertumbuhan gandum dan barley yang lebih baik dari pada tanpa hidrogel [10]. Karena itu penggunaan hidrogel dalam tulisan ini untuk pembenh tanah diharapkan juga memberikan perkecambahan dan pertumbuhan yang lebih baik seperti yang banyak dilaporkan mengenai manfaat hidrogel sintetik sebagai pembenh tanah [11]. Penggunaan polimer hidrogel dalam tanah terutama di tanah berpasir meningkatkan kapasitas lapang air tanah, meningkatkan produksi jagung dan efisiensi penggunaan air [12].

KESIMPULAN

Pati iles-iles yang diperoleh dengan cara menghomo-genkan umbi iles-iles dan mencucinya dengan air sampai bersih dan menggumpalkannya dengan metanol dapat menghasilkan pati iles-iles yang larut dalam air dengan baik sehingga dapat dipolimerisasi dalam larutan dengan kopolimer asam akrilat/akrilamida/metilenbisakrilamida untuk menghasilkan hidrogel yang dapat dicampur dengan tanah untuk mempertahankan kandungan air dan membasahi tanah, sehingga dapat menjaga tanah tetap lembab dan gembur.

UCAPAN TERIMAKASIH

Artikel dalam tulisan ini merupakan sebagian dari hasil penelitian yang dibiayai oleh dana BOPN Universitas Jember tahun 2013-2014.

DAFTARACUAN

- [1]. J. Parry. "Konjac Glucomannan." in *Food Stabilisers Thickeners and Gelling Agents*. Edited by Alan Imeson, Blackwell Publishing Ltd, 2010, pp 198 - 217.
- [2]. J. Wang, C. Liu, Y. Shuai, *et al.* "Controlled release of anticancer drug using graphene oxide as a drug-binding effector in konjac glucomannan/sodium alginate hydrogels." *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, vol. 113, pp 223-229, 1 Jan. 2014.
- [3]. D. Tian, S. Li, X. Liu, *et al.* "Synthesis and Properties of Konjac Glucomannan-graft-poly(acrylic acid-co-trimethylallyl ammonium chloride) as a Novel Polyampholytic Superabsorbent." *Advances in Polymer Technology*, vol. 32(S1), pp. E131-E140, 2013.
- [4]. Pareshe Mohan, *et al.* "A Review on Natural Polymers Approaches to Floating Drug Delivery

- System.” *Asian Journal of Pharmaceutical Research and Development*, vol. 1, no. 5, pp. 145-159, 2013.
- [5]. Q. Xu, W. Huang, L. Jiang, *et al.* “KGM and PMAA based pH-sensitive interpenetrating polymer network hydrogel for controlled drug release.” *Carbohydrate Polymers*, vol. 97, pp. 565-570, Sep. 2013.
- [6]. D. Tian and H. Xie. “Synthesis and Flocculation Characteristics of Konjac Glucomannan-g-Polyacrylamide.” *Polymer Bulletin*, vol. 61, pp. 277-285, Sep. 2008.
- [7]. Z. Xu, Y. Yang, Y. Jiang, *et al.* “Synthesis and Characterization of Konjac Glucomannan-Graft-Polyacrylamide via γ -Irradiation.” *Molecules*, vol. 13(3), pp. 490-500, March 2008.
- [8]. Jing Li, Jie Ji, Jun Xia and Bin Li. “Preparation of konjac glucomannan-based superabsorbent polymers by frontal polymerization.” *Carbohydrate Polymers*, vol. 87, pp. 757-763, Jan. 2012.
- [9]. Fidelia Nnadi and Chris Brave. “Environmentally friendly superabsorbent polymers for water conservation in agricultural lands.” *Journal of Soil Science and Environmental Management*, vol. 2(7), pp. 206-211, Jul. 2011.
- [10]. J. Akhter, K. Mahmood, K.A. Malik, *et al.* “Effects of hydrogel amendment on water storage of sandy loam and loam soils and seedling growth of barley, wheat and chickpea.” *Plant, Soil and Environment*, vol. 50, pp. 463-469, Jul. 2004.
- [11]. E. Chirino, A. Vilagrosa and V. R. Vallejo. “Using hydrogel and clay to improve the water status of seedlings for dryland restoration.” *Plant and Soil*, vol. 344, pp. 99-110, Sep. 2011.
- [12]. S. S. Dorraji, A. Golchin and S. Ahmadi. “The Effects of Hydrophilic Polymer and Soil Salinity on Corn Growth in Sandy and Loamy Soils.” *CLEAN - Soil, Air, Water*, vol. 38, pp. 584-591, Jul. 2010.

JURNAL SAINS MATERI INDONESIA

Indonesian Journal of Materials Science

Vol. 17, No. 1, Oktober 2015

INDEKS KATA KUNCI

A

Annealing, 15
API 5L Gr B, 29

B

Baja 15%Cr-25%Ni, 22

C

Coating, 15

D

Daya serap air, 41
Difraksi sinar-X, 22

H

Hidrogel, 41
Hidrotermal, 1

I

Inhibitor alami, 29

K

Kapasitansi, 10
Koagulasi, 34
Konduktansi, 10

L

Laju korosi, 29
Lapisan tipis, 10
Leachate, 34
Lithium titanat, 1

M

Mechanical alloying, 15

N

Neutron, 22

P

PAC, 34
Pati iles-iles, 41
Pembenah tanah, 41
POLYDADMAC, 34

R

Rol panas, 22

S

Sifat mekanik, 22
Sintering, 1
Sol-gel, 1
Spektrum Raman, 10
Spin Coating, 10
Struktur, 15

T

Tawas, 34

X

Xerogel TiO₂, 1
XRD, 10,15

JURNAL SAINS MATERI INDONESIA

Indonesian Journal of Materials Science

Vol. 17, No. 1, Oktober 2015

INDEKS PENULIS

A

A.H. Ismoyo, 22
Achmad Sjaifullah, 41
Agung Budi Santoso, 41
Agung Purniawan, 29
Akhmad Herman Yuwono, 1
Anne Zulfia Syahrial, 1

B

Bambang Iswanto, 34
Bambang Priyono, 1
Budi Agung K., 29

D

Didik Aryanto, 15

E

Evy Kartini, 1

J

Juliadi, 1

M

M. Dani, 22
Mahardika Prasetya Aji, 15
Muhammad Lindu, 34

N

Nancy Senduk, 34
Nita Rosita, 15

P

P. Purwanto, 10
Parikin, 22

S

Salim Mustofa, 10
Sari Kusuma W., 29
Sugeng Winarso, 41
Sulistijono, 29

T

T.H. Priyanto, 22
Toto Sudiro, 15
Tubagus Noor R., 29

Y

Yunasfi, 10

PEDOMAN BAGI PENULIS

Ruang lingkup naskah yang dimuat dalam *Jurnal Sains Materi Indonesia* merupakan hasil litbang dalam bidang sains materi, inovasi teknologi dan aplikasi di industri dari bahan-bahan: polimer, keramik, komposit, logam atau paduan logam, yang berkaitan dengan sifat mekanik, magnetik, fisik, dielektrik atau elektronik (superkonduktivitas, semikonduktivitas, konduktivitas superior) dengan bahasan meliputi : Sintesis dan modifikasi serta pengembangan metodenya, Pengujian dan karakterisasi, Simulasi dan pemodelan, Teknik nuklir dan aplikasinya dalam sains materi.

Naskah yang hendak dimuat merupakan naskah yang belum pernah diterbitkan dan ditujukan kepada : Redaksi *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Kawasan Puspipstek-Serpong 15314, Tangerang atau melalui e-mail : jusami@batan.go.id.

NASKAH

Naskah ditulis dalam bahasa Indonesia atau Inggris yang diketik dengan Microsoft Word for Windows sesuai dengan template Jusami. Naskah diketik pada kertas ukuran A4 dengan margin kanan, kiri, atas dan bawah berturut-turut adalah 20, 30, 30, dan 25 mm dengan font Time New Roman, jarak antar baris 1 spasi, terdiri dari 2 kolom. Bagian pendahuluan berisi penjelasan ringkas tentang latar belakang dan pentingnya masalah penelitian, status ilmiah saat ini yang disertai telaah referensi terbaru dengan minimal 80% berasal dari sumber acuan primer, hipotesis dan tujuan penelitian disertai pernyataan originalitas dan kebaruan dari penelitian ini. Nomor acuan pustaka ditulis secara urut dalam kurung siku, misalnya [1], atau [2-5], atau [1,3].

DAFTAR ACUAN

Seluruh daftar pustaka harus diacu di dalam teks dengan penomoran dalam acuan disesuaikan dengan kronologis pembahasan. Penulisan daftar pustaka mengikuti sistem **IEEE style**, seperti contoh berikut : [1]. Buku: W.K. Chen. *Linear Networks and Systems*. Belmont, CA: Wadsworth, 1993, pp. 123-35. [2]. Bab Buku: J.E. Bourne. "Synthetic structure of industrial plastics," in *Plastics*, 2nd ed., vol. 3. J. Peters, Ed. New York: McGraw-Hill, 1964, pp.15-67. [3]. Jurnal: G. Pevere. "Infrared Nation." *The International Journal of Infrared Design*, vol. 33, pp. 56-99, Jan. 1979. [4]. Prosiding: D.B. Payne and H.G. Gunhold. "Digital sundials and broadband technology," in *Proc. IOOC-ECOC*, 1986, pp. 557-998. [5]. Paten: E.E. Rebecca. "Alternating current fed power supply." U.S. Patent 7 897 777, Nov. 3, 1987.

GAMBAR DAN TABEL

Keterangan gambar ditulis di bagian bawah gambar atau grafik dengan penomoran sesuai dengan alur pembahasan. Judul ditulis dengan huruf tebal miring, sejajar dengan teks tanpa indent. Setiap gambar diberi keterangan sejelas dan seinformatif mungkin. Apabila diminta, gambar asli akan dikembalikan kepada penulis dalam waktu selambat-lambatnya satu bulan. Apabila dalam jangka waktu yang telah ditentukan penulis tidak menghendaki gambar tersebut, redaksi berhak memusnahkan gambar tersebut. Keterangan tabel ditulis di bagian atas tabel dengan penomoran sesuai dengan alur pembahasan. Judul tabel ditulis dengan huruf tebal miring, sejajar dengan teks tanpa indent. Setiap tabel diberi keterangan sejelas dan seinformatif mungkin.

PERSAMAAN

Penulisan persamaan kimia dan atau persamaan matematik dilakukan tanpa *indent* dan diberi nomor dengan angka arab, sesuai dengan alur pembahasan.

Naskah yang dikirimkan ke Redaksi *Jurnal Sains Materi Indonesia* melalui e-mail jusami@batan.go.id berisi : file dari naskah dan file terpisah dari gambar/grafik/tabel disertai keterangan yang diperlukan. Dewan redaksi berhak menolak suatu naskah yang dianggap tidak memenuhi syarat, setelah mendengar pendapat beberapa ahli. Dewan redaksi berhak mengubah dan menyesuaikan bahasa dan istilah tanpa perubahan isi, dengan tidak memberitahukan kepada penulis terlebih dahulu. Jika perubahan isi dianggap perlu, maka akan dikonsultasikan dengan penulis. Naskah yang dimuat dalam *Jurnal Sains Materi Indonesia* menjadi hak BATAN dan penerbitan kembali harus seizin Dewan Redaksi.

JURNAL SAINS MATERI INDONESIA

Indonesian Journal of Materials Science

Vol. 17, No. 1, Oktober 2015

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	i
Kumpulan Abstrak	ii
1. Bambang Priyono, Juliadi, Anne Zulfia Syahril, Akhmad Herman Yuwono dan Evvy Kartini, <i>Sintesis Lithium Titanat dengan Metode Hidrotermal dan Efek Suhu Sintering pada Karakteristik Nanostrukturnya</i>	1-9
2. P. Purwanto, Yunasfi dan Salim Mustofa, <i>Studi Pendahuluan Pembuatan Lapisan Tipis MWCNT-Fe pada Permukaan Gelas dengan Spin Coating</i>	10-14
3. Nita Rosita, Toto Sudiro, Didik Aryanto dan Mahardika Prasetya Aji, <i>Studi X-Ray Diffractometry pada Struktur Coating Aluminium yang Dipreparasi dengan Metode Mechanical Alloying</i>	15-21
4. Parikin, T.H. Priyanto, A.H. Ismoyo dan M. Dani, <i>Efek Rol Panas pada Sifat Mekanik Plat Baja 15%Cr-25%Ni Bahan Struktur Reaktor</i>	22-28
5. Tubagus Noor R., Sari Kusuma W., Agung Purniawan, Budi Agung K. dan Sulistijono, <i>Pengaruh Penambahan Ekstrak Kulit Buah Jeruk dan Kulit Buah Mangga Sebagai Inhibitor Korosi pada Baja Karbon dalam Media NaCl 3,5%</i>	29-33
6. Muhammad Lindu, Bambang Iswanto dan Nancy Senduk, <i>Penentuan Koagulan untuk Mengolah Air Lindi Bantar Gebang Menggunakan Koagulan Poly Aluminium Chloride, Tawas dan Polydiallyl Dimethyl Ammonium Chloride</i>	34-40
7. Achmad Sjaifullah, Sugeng Winarso dan Agung Budi Santoso, <i>Sintesis Hidrogel Kopolimer Pati Iles-Iles dengan Asam Akrilat, Akrilamida dan Metilenabisakrilamida Sebagai Pembunuh Tanah</i>	41-46
Indeks Kata Kunci	47
Indeks Penulis	48