

MEKANIKA

JURNAL Teknik Mesin

Pengaruh Aditif Maleimide Biner pada Performansi Baterai Lithium Dengan Graphene Oxide sebagai Anoda

(hal. 1-6)

Ahmad Fauzan 'Adziimaa

Analisa Termal Kalsium Ferit Berbasis Bahan Alam $Fe_2O \cdot H_2O$ Ekstraksi Pasir Besi dan $CaCO_3$ dari Batu Kapur

(hal. 7-11)

Mastuki, Sugeng Priyandokohadi

Sintesis Grafena dengan Metode Dry Ice dan Aplikasinya sebagai Sensor Gas CO_2

(hal. 12-15)

Maula Nafi, Edi Santoso

Rancang Bangun Sistem Kontrol Suhu pada Reaktor Mesin Pirolisis Produksi Bahan Bakar Minyak dari Sampah Plastik

(hal. 16-21)

Ahmad Fauzan 'Adziimaa, Arief Abdurrakhman, Herry Sufyan Hadi, Dwi Oktavianto W. N, Wanda Nirmala

Analisa Besar Laju Korosi Beton Bertulang dengan Metode Polarisasi Potensiodinamik dan Kehilangan Berat

(hal. 22-26)

Imah Luluk Kusminah



PROGRAM STUDI TEKNIK MESIN - FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS 17 AGUSTUS 1945 SURABAYA
JL. SEMOLOWARU 45, SURABAYA
Telp. 031-5921516 ; Fax. 031-5921516

Volume
4

Nomor
2

ISSN
2460 - 3384

Halaman
1 - 26

Surabaya
Desember 2018

MEKANIKA

Jurnal Teknik Mesin

PENGELOLA JURNAL

PENANGGUNG JAWAB

Ir. Ichlas Wahid, M.T.

KETUA PENYUNTING

Ir. Zainun Achmad, M.T.

ANGGOTA PENYUNTING

Ir. Ismail, M.Sc.

Ir. Supardi, M.Sc.

Harjo Seputro, S.T., M.T.

Ir. Gatut Prijo Utomo, M.Sc.

Dr. Hubbi Izzudin, S.T., M.Sc.

PENYUNTING PELAKSANA

Ir. Ninik Martini, M.T.

Edi Santoso, S.T., M.T.

DISTRIBUSI

Ir. Moch. Mufti, M.T.

Agus Winarto

ALAMAT REDAKSI

Program Studi Teknik Mesin
Universitas 17 Agustus 1945 Surabaya
Jalan Semolowaru No. 45 Surabaya
Telp / Fax (031) 5921516
e-mail: teknikmesin@untag-sby.ac.id

PENERBIT

Program Studi Teknik Mesin
Universitas 17 Agustus 1945 Surabaya

EDITORIAL

Mekanika – Jurnal Teknik Mesin adalah jurnal yang dikelola oleh Program Studi Teknik Mesin Universitas 17 Agustus 1945 (UNTAG) Surabaya. Jurnal ini diterbitkan dua kali dalam satu tahun, yaitu pada bulan Juli dan Desember.

Pengelola jurnal secara terbuka menerima karya ilmiah dari berbagai kalangan yang substansinya sesuai dengan bidang keahlian dalam Teknik Mesin. Tim redaksi akan memilih dan memutuskan karya ilmiah yang akan diterbitkan setelah proses penyuntingan dan penilaian dari penyunting ahli.

Semua proses pendaftaran (*submission*), peninjauan (*reviewing*), dan penyuntingan (*editing*), hingga publikasi dilakukan secara online melalui *open journal system* dari web:

<http://jurnal.untag-sby.ac.id/index.php/MEKANIKA/>

Karya ilmiah yang dimuat adalah asli dan tidak pernah dipublikasikan sebelumnya atau akan dipublikasikan di tempat lain.

Desember 2018

Tim Redaksi

PERTAMA TERBIT : Juli 2015
FREKUENSI TERBIT : 2 kali 1 tahun

DAFTAR ISI

01	Pengaruh Aditif Maleimide Biner pada Performansi Baterai Lithium Dengan Graphene Oxide sebagai Anoda Ahmad Fauzan 'Adziimaa	01-06
02	Analisa Termal Kalsium Ferit Berbasis Bahan Alam $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Ekstraksi Pasir Besi dan CaCO_3 dari Batu Kapur Mastuki, Sugeng Priyandokohadi	07-11
03	Sintesis Grafena dengan Metode Dry Ice dan Aplikasinya sebagai Sensor Gas CO_2 Maula Nafi, Edi Santoso	12-15
04	Rancang Bangun Sistem Kontrol Suhu pada Reaktor Mesin Pirolisis Produksi Bahan Bakar Minyak dari Sampah Plastik Ahmad Fauzan 'Adziimaa, Arief Abdurrahman, Herry Sufyan Hadi, Dwi Oktavianto W. N, Wanda Nirmala	16-21
05	Analisa Besar Laju Korosi Beton Bertulang dengan Metode Polarisasi Potensiodinamik dan Kehilangan Berat Imah Luluk Kusminah	22-26



PENGARUH ADITIF MALEIMIDE BINER PADA PERFORMANSI BATERAI LITHIUM DENGAN GRAPHENE OXIDE SEBAGAI ANODA

Ahmad Fauzan 'Adziimaa

Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas 17 Agustus 1945 Surabaya
Jalan Semolowaru No. 45 Surabaya 60118, Tel. 031-5931800, Indonesia
email: fauzan.adziimaa@untag-sby.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini menjelaskan tentang modifikasi aditif maleimide dengan gugus fungsi fluorine yang digunakan pada elektrolit baterai lithium berbasis silikon-graphene. Elektrolit 1.0 M LiPF_6 dalam Etilen Karbonat (EC): Etilen Metil Karbonat (EMC) (1:2 perbandingan volume) terkandung 1.0 wt% 2F-MI digunakan untuk memicu pembentukan lapisan SEI (*solid electrolyte interface*) dan untuk meminimalisir terjadinya pengembangan volume pada partikel silikon. Lapisan SEI unik yang terbentuk membatasi terjadinya retak pada morfologi partikel silikon saat proses interkalasi berlangsung. Melalui pengujian elektrokimia menggunakan cyclic voltammetry, spesifik reduksi potensial dari 2F-MI terjadi pada rentang 2.27 – 2.31 V. Lebih lanjut, penambahan aditif 2F-MI dapat menurunkan nilai ketidakkbalikan dari 65.99% menjadi 55.52%. Selain itu penambahan aditif 2F-MI mampu meningkatkan performa dan kestabilan charge-discharge hingga siklus ke-22.

PENDAHULUAN

Selama dua dekade terakhir, teknologi baterai lithium ion telah dipertimbangkan sebagai salah satu teknologi yang menjanjikan dalam industri energi dan alat-alat elektronik (Liang, 2014). Baterai lithium difabrikasi pada ruangan dengan kelembaban rendah untuk mencegah udara atmosfer (moisture) bereaksi dengan ion lithium dalam larutan elektrolit (Etacheri, 2012). Proses reaksi kimia pada baterai lithium, elektroda yang memiliki kadar air tinggi dapat mempengaruhi terbentuknya produk gas yang tidak diinginkan (Haregowin, 2016).

Berdasarkan literatur (Wang, 2009), garam lithium dalam larutan elektrolit dapat terurai menjadi ion PF_5 (asam Lewis). Ion tunggal lithium dengan asam Lewis sangat mudah bereaksi dengan air (H_2O) untuk kemudian menghasilkan unsur HF dan produk-produk lain yang tidak diharapkan.

Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa air merupakan elemen merugikan pada proses reaksi kimia dalam baterai lithium.

Pada tahap reaksi lanjutan, unsur HF dapat merugikan proses karena HF mendegradasi struktur kristal dari material katoda dan anoda, serta mengganggu terbentuknya solid electrolyte interphase (SEI) pada permukaan anoda karbon. Lebih lanjut, ion insulator seperti POF_3 , POF_2OH , Li_2O , LiF , LiOH dan Li_2CO_3 , terdeposit pada kedua permukaan elektroda, menghambat difusi ion dan performa interkalasi dari ion lithium.

Berdasarkan permasalahan tersebut, diperlukan sebuah metode untuk dapat mengurangi terbentuknya gas-gas polutan pada reaksi larutan elektrolit baterai lithium. Penggunaan zat aditif merupakan salah satu metode yang biasa dipakai untuk mengatasi permasalahan kimiawi pada sebuah proses dalam larutan elektrolit. Penelitian sebelumnya (XU, 2015) telah berhasil

membuktikan bahwa penggunaan aditif biner berupa maleimide mampu untuk mereduksi terbentuknya gas-gas polutan dalam elektrolit. Hanya saja pada penelitian tersebut masih hanya diterapkan pada anoda karbon konvensional yang sudah sering digunakan sehingga kapasitas baterai yang dimiliki tergolong relatif kecil. Pada penelitian ini akan coba diterapkan pengaruh aditif biner baru berbasis fluoro maleimide (2F-MI) pada baterai litium yang berbasis anoda silikon dan graphene oxide untuk meningkatkan performa baterai berupa penambahan kapasitas dan keandalan siklus.

Baterai Lithium

Baterai lithium merupakan baterai isi ulang yang paling populer dalam industri elektronik karena memiliki banyak keunggulan diantaranya: kepadatan energi terbaik, tanpa efek memori, dan memiliki kehilangan isi yang lambat saat baterai tidak digunakan.

Pada baterai litium terdapat komponen-komponen utama yang sangat mempengaruhi kualitas performa baterai itu sendiri, yaitu anoda, katoda dan elektrolit. Anoda atau disebut sebagai kutub negatif adalah bagian dalam baterai lithium yang memiliki potensial rendah. Anoda yang baik adalah yang dapat memberikan reversibilitas tinggi pada ion litium untuk melakukan interkalasi dan de-interkalasi pada saat proses charging dan discharging. Material anoda yang sering digunakan pada baterai lithium adalah grafit, karbon, silikon, dan germanium.

Cara Kerja Baterai Lithium

Agar bisa berfungsi, setiap sel elektrokimia harus memiliki dua elemen penting yaitu elektroda dan elektrolit. Elektroda terdiri dari dua jenis yaitu anoda dan katoda yang menghantarkan energi listrik (ion). Anoda dihubungkan ke terminal negatif baterai sementara katoda dihubungkan ke terminal positif baterai. Elektroda terendam dalam elektrolit yang bertindak sebagai medium cair untuk pergerakan ion. Elektrolit juga bertindak sebagai buffer dan berfungsi membantu reaksi elektrokimia dalam baterai.

Pergerakan elektron dalam elektrolit dan di antara elektroda akan menghasilkan arus listrik.

Anoda dan katoda baterai lithium-ion terbuat dari karbon dan oksida lithium. Sedangkan elektrolit terbuat dari garam lithium yang dilarutkan dalam pelarut organik. Bahan pembuat anoda sebagian besar merupakan grafit sedangkan katoda terbuat dari salah satu bahan berikut: lithium kobalt oksida (LiCoO_2), lithium besi fosfat (LiFePO_4), atau lithium oksida mangan (LiMn_2O_4).

Elektrolit yang umum digunakan adalah garam lithium seperti lithium hexafluorophosphate (LiPF_6), lithium tetrafluoroborate (LiBF_4), dan lithium perklorat (LiClO_4) yang dilarutkan dalam pelarut organik seperti etilen karbonat, dimetil karbonat, dan dietil karbonat. Elektrolit yang digunakan bersifat tidak larut dalam air karena lithium (logam alkali yang sangat reaktif) bereaksi dengan air membentuk hidroksida lithium dan gas hidrogen yang tidak diinginkan (Xu, 2015).

Selama pengisian (charging), ion lithium dari katoda berpindah ke anoda dan menetap di lapisan anoda. Pada proses ini, ion lithium mengalir melalui elektrolit. Selama proses pemakaian, ion lithium bergerak kembali ke katoda dari anoda. Setelah baterai dipakai, elektron mengalir berlawanan dengan arah ion lithium di sirkuit luar. Karena terjadinya pergerakan elektron, maka arus listrik bisa dihasilkan.

Aditif Maleimide

Maleimide ($\text{C}_4\text{H}_3\text{NO}_2$) merupakan salah satu senyawa kimia organik yang mampu berperan sebagai aditif pada larutan elektrolit baterai lithium. Penelitian sebelumnya telah menjelaskan bahwa aditif maleimide mampu untuk meningkatkan performan baterai lithium dengan membantu pembentukan lapisan SEI pada permukaan elektroda baterai lithium. SEI yang terbentuk oleh maleimide mencegah kenaikan kemampuan tak balik ion lithium selama proses interkalasi dan de-interkalasi pada elektrolit.

Graphene Oxide

Sejak ditemukan tahun 2004, grafena (graphene) telah banyak diinvestasi oleh para peneliti karena sifat unggul dan unik yang dimilikinya. Diantaranya, grafit memiliki transparansi optik hingga 97.7%. Meskipun sangat tipis, kekuatan grafena melebihi baja. Ikatan kovalen antar karbon yang kuat menyebabkan grafena sulit untuk diregangkan, sehingga memiliki modulus Young hingga 1,1 Tpa. Struktur yang terdiri dari lapisan-lapisan membuat grafena sangat konduktif dengan mobilitas pembawa muatan hingga $200.000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ dan konduktivitas termal hingga $5.300 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Dengan keunggulan sifat yang dimilikinya, grafena berpotensi besar untuk dikembangkan sebagai salah satu bahan anoda baterai lithium.

Grafena dapat disintesis melalui pengolahan grafit menjadi lembaran-lembaran tunggal. Secara sederhana grafit dioksidasi menjadi oksida grafit, kemudian lembaran-lembaran oksida grafit tersebut dikelupas (*exfoliated*) dalam air hingga terbentuk oksida grafena (*Graphene Oxide*). Konsentrasi oksigen dalam oksida grafena dapat direduksi hingga habis meninggalkan lapisan grafena. Oksida grafena diyakini dapat menjadi prekursor yang menjanjikan untuk produksi grafena dalam skala besar.

PROSEDUR EKSPERIMEN

Persiapan Alat dan Bahan

Alat yang dibutuhkan:

1	Voltmeter	8	Cutter elektoda
2	Timbangan	9	Oven
3	Gelas beker	10	Pengaduk
4	Pipet tetes	11	Cutter separator
5	Mesin press	12	separator
6	Mixer	13	tembaga
7	Alat coating		

Bahan yang dibutuhkan

No	Nama	Jumlah	Satuan
1	Baterai koin	20	buah
2	EC:EMC	50	ml
3	Aditif 2F-MI	5	gram
4	Graphene	50	gram
5	PVDF	10	gram
6	HCl	1	liter

7	NaOH	500	gram
8	Asetone	120	ml
9	Aquades	5	liter

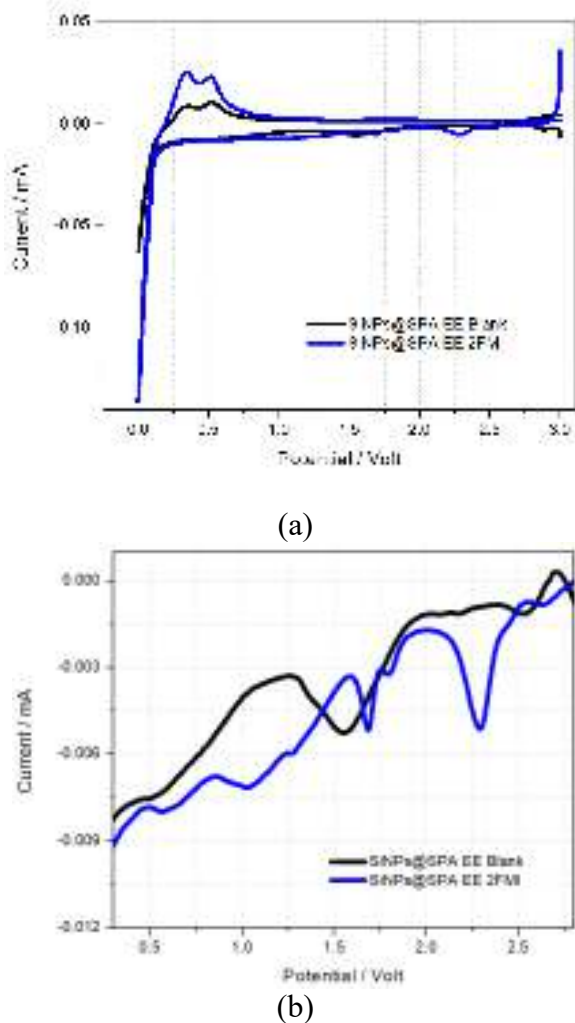
Fabrikasi dan Uji Elektrokimia Baterai

Formula larutan elektrolit dibuat dengan menggunakan senyawa 1.0 M LiPF_6 yang terlarut pada EC:EMC (1:2 perbandingan volume). Pada larutan elektrolit tersebut kemudian ditambahkan $1.0 \text{ wt}\%$ dari senyawa 2F-MI yang digunakan sebagai zat aditif. Dengan demikian telah didapatkan 2 jenis elektrolit, yakni yang pertama adalah elektrolit EC:EMC 1.0 LiPF_6 tanpa aditif dan yang kedua adalah larutan elektrolit EC:EMC dengan tambahan zat aditif 2F-MI.

Beberapa baterai tipe half-cells telah dibuat untuk digunakan pada uji charge dan discharge. Elektroda penghitung (*counter electrode*) yang digunakan adalah lithium metal sedangkan elektroda kerjanya adalah SiC. Tipe baterai koin yang digunakan adalah 2032. Fabrikasi baterai ini dilakukan pada sebuah alat vakum (*glove box*) untuk menghindari terjadinya kontak antara lithium metal dengan udara bebas.

Uji elektrokimia baterai dilakukan untuk mengetahui keberadaan dan letak dekomposisi dari aditif maleimide biner 2F-MI. Uji elektrokimia ini dilakukan dengan menggunakan metode *cyclic voltammetry* Biologic VMP3 dari tegangan $0 - 3 \text{ Volt}$ dengan resolusi 0.1 mV/s .

Gambar 1a merupakan hasil dari pengujian elektrokimia baterai di mana garis yang berwarna hitam menunjukkan karakteristik baterai tanpa zat aditif sedangkan garis warna biru menunjukkan karakteristik baterai dengan aditif 2F-MI. Gambar tersebut menunjukkan bahwa puncak reaksi redoks baterai yang diberi larutan elektrolit dengan aditif 2F-MI lebih tinggi dibandingkan baterai tanpa aditif. Berdasarkan hasil tersebut diindikasikan bahwa reaksi elektrokimia terjadi tepat pada antara elektroda dan antar muka elektrolit. Transportasi massa dari ion berperan besar pada proses difusi ion yang mengakibatkan tingginya puncak pada uji *cyclic voltammetry*.



Gambar 1. Uji elektrokimia baterai (a) siklus pertama (b) perbesaran reduksi potensial

Titik reduksi spesifik ditunjukkan pada gambar 1b yang menerangkan tentang adanya titik puncak yang unik pada setiap sistem elektrolit. Larutan elektrolit yang mengandung aditif 2F-MI menunjukkan karakteristik yang khusus dibanding elektrolit tanpa aditif 2F-MI. Untuk mengukur kegunaan dari aditif dan untuk mengetahui energi dari orbital molekul telah dilakukan simulasi menggunakan gaussian 03. Potensial oksidasi dari 2F-MI berkaitan dengan energi HOMO (*Highest Occupied Molecular Orbital*) dan LUMO (*Lowest Unoccupied Molecular Orbital*). HOMO adalah energi tertinggi orbital molekul yang mempunyai electron sedangkan LUMO adalah energi terendah untuk meletakkan atau mengeksitasi elektron.

Berdasarkan Tabel 1 dapat diketahui bahwa 2F-MI memiliki nilai energi LUMO

dari pada senyawa alkil karbonat (EC dan EMC). Oleh karena itu aditif 2F-MI memiliki daerah potensial reduksi yang lebih tinggi dibanding senyawa alkil karbonat. Pada penelitian sebelumnya dinyatakan bahwa zat aditif yang memiliki daerah potensial yang lebih tinggi akan dapat meningkatkan performa baterai lithium.

Tabel 1 HOMO dan LUMO Senyawa

Compounds	HOMO (eV)	LUMO (eV)	Reff.
2F-MI	-7.89	-6.26	This work
EC	-8.30	0.55	Yan dkk
EMC	-7.89	0.75	Yan dkk

Berdasarkan pengamatan gambar 1b, titik puncak baru ditemukan pada posisi 2.31 V (garis biru) yang sangat jelas dipengaruhi oleh reduksi dari senyawa aditif 2F-MI. Reduksi selanjutnya terjadi pada posisi 1.54 V dan 1.68 V baik untuk elektrolit tanpa aditif maupun elektrolit dengan aditif 2F-MI di mana reduksi tersebut merupakan reduksi karena senyawa EC dan EMC. Fenomena ini menunjukkan bahwa aditif 2F-MI dapat memicu reaksi pada permukaan elektroda dan mempercepat pembentukan SEI daripada elektrolit tanpa aditif. Tingginya daerah reduksi potensial mengindikasikan bahwa aditif dapat menekan terjadinya dekomposisi pada larutan.

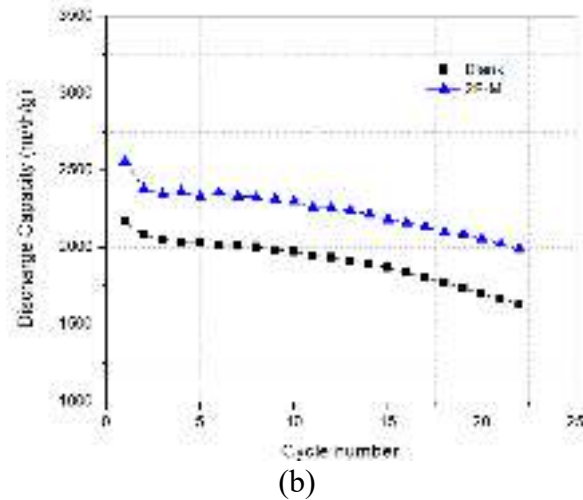
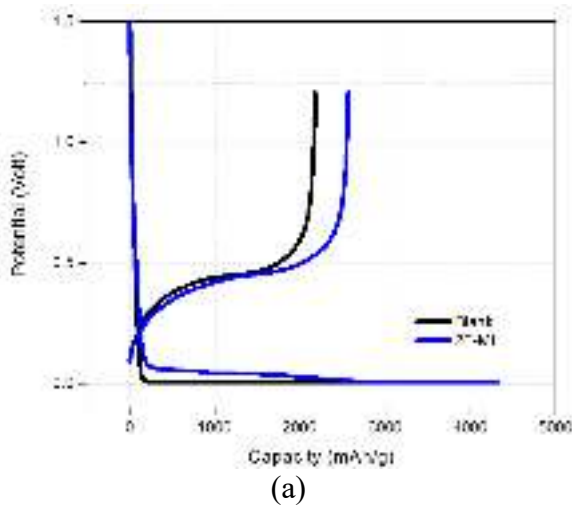
Lebih lanjut, berdasarkan tabel 2 rasio ketidakbalikan ion Li^+ dari elektrolit yang menggunakan aditif 2F-MI adalah sebesar 55.52% sedangkan elektrolit tanpa aditif adalah sebesar 65.9%. Hasil ini mengindikasikan bahwa penambahan 2F-MI dapat mereduksi karakter ketidakbalikan ion Li pada saat proses interkalasi dan de-interkalasi. Selain itu penambahan 2F-MI juga dapat membawa ion Li lebih banyak sehingga meningkatkan karakter mampu balik (*reversible*) pada saat proses elektrokimia berlangsung.

Tabel 2. Rasio ketidakbalikan baterai pada siklus pertama

Electrolyte	Cathodic area (mA.V)	Anodic area (mA.V)	Irreversibility (%)
Blank	0.01461	0.00497	65.99
2F-MI	0.03244	0.01443	55.52

HASIL DAN PEMBAHASAN

Baterai yang telah difabrikasi diuji menggunakan alat charge dan discharge untuk mengetahui kemampuan baterai dalam proses interkalasi dan de-interkalasi ion lithium. Gambar 2 menunjukkan performa baterai pada siklus pertama. Pada suhu ruangan, uji charge dan discharge menunjukkan bahwa baterai dengan yang telah ditambahkan aditif 2F-MI menunjukkan nilai kapasitas discharge yang lebih besar pada siklus pertama, yakni 2561 mAh/g, sedangkan baterai tanpa aditif hanya memiliki kapasitas sebesar 2019 mAh/g. Berdasar gambar 2 tersebut diketahui bahwa baterai dengan aditif 2F-MI menyerap banyak ion lithium dan mengalami reduksi potensial lebih awal daripada baterai tanpa 2F-MI. Hasil ini mengonfirmasi data pada percobaan sebelumnya yakni pada saat baterai diuji menggunakan *cyclic voltammetry* bahwa penambahan 2F-MI dapat memicu terbentuknya *Solid Electrolyte Interphase* (SEI), menghambat terbentuknya gas pengganggu seperti Li_2CO_3 , Li_2O dan menjaga kapasitas baterai hingga siklus ke 22 sebagaimana yang ditampilkan pada gambar 2b.



Gambar 2. Uji charge discharge baterai (a) siklus pertama (b) hingga siklus ke-22

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Telah dilakukan pembuatan dan sintesis aditif baru berbahan dasar maleimide dengan modifikasi penambahan senyawa fluoro untuk dicampurkan pada elektrolit. Berdasarkan hasil pengujian menggunakan *cyclic voltammetry* telah terbukti bahwa daerah reduksi potensial senyawa fluoro terjadi pada 2.31 Volt. Setelah dilakukan pengujian dapat disimpulkan bahwa:

1. Elektrolit yang ditambahkan dengan aditif 2F-MI memiliki karakteristik puncak yang unik dibandingkan dengan elektrolit tanpa aditif.
2. Penambahan aditif 2F-MI dapat mengurangi nilai ketidakbalikan ion pada proses interkalasi, yakni dari 65.99% menjadi 55.52%.
3. Penambahan aditif 2F-MI telah berhasil meningkatkan performa baterai pada siklus pertama hingga siklus ke-22 dan secara umum berpotensi memperbaiki waktu hidup baterai berbasis anoda SiC.

Saran

Untuk mengetahui signifikansi pengaruh aditif 2F-MI pada baterai lithium, perlu dilakukan pengujian sampai pada siklus ke-100. Dengan pengujian yang lebih banyak ini diharapkan peran dari 2F-MI lebih terlihat

dan benar-benar dapat menambah waktu hidup baterai lithium berbasis anoda silikon.

PENGHARGAAN

Penghargaan setinggi-tingginya kepada Dirjen DIKTI dan LPPM UNTAG Surabaya yang memberikan pendanaan pada penelitian ini.

REFERENSI

- B. Liang, Y. Liu, Y. Xu, Silikon-based materials as high capacity anodes for next generation Lithium ion batteries, *Journal of Power Sources* 267 (2014) 469-490
- D. Ma, Z. Cao, A. Hu, Si-Based Anode Materials for Li-Ion Batteries: A Mini Review, *Nano-Micro Lett.* 6(4) (2014) 347–358
- V. Etacheri, et. al, Effect of Fluoroethylene Carbonate (FEC) on the Performance and Surface Chemistry of Si-Nanowire Li-Ion Battery Anodes, *Langmuir* 28 (2012) 965–976
- A. M. Haregewoin, A. S. Wotango, B. J Hwang, Electrolyte additives for lithium ion battery electrodes: progress and perspectives, *Energy Environ. Sci.*, 9 (2016) 1955—1988
- N. S. Choi, K. H. Yew, K. Y. Lee, M. Sung, H. Kim, S. S. Kim, Effect of fluoroethylene carbonate additive on interfacial properties of silikon thin-film electrode, *Journal of Power Sources* 161 (2006) 1254–1259
- F. M. Wang, H. M. Cheng, H. C. Wu, S. Y. Chu, Novel SEI formation of maleimide-based additives and its improvement of capability and cyclicability in lithium ion batteries, *Electrochimica Acta* 54 (2009) 3344–3351
- C. Xu, et. al, Improved Performance of the Silikon Anode for Li-Ion Batteries: Understanding the Surface Modification Mechanism of Fluoroethylene Carbonate as an Effective Electrolyte Additive, *Chem. Mater.* 27 (2015) 2591–2599
- G. Yan, X. Li, Z. Wang, H. Guo, J. Wang, Compatibility of Graphite with 1,3-(1,1,2,2 Tetrafluoroethoxy)propane and Fluoroethylene Carbonate as Cosolvents for Nonaqueous Electrolyte in Lithium-Ion Batteries, *J. Phys. Chem. C* 118 (2014) 6586–6593
- C. Cheng, F. M. Wang, J. Rick, Aqueous Additive for Lithium Ion Batteries: Promotes Novel Solid Electrolyte Interface (SEI) Layer with Overall Cost Reduction, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 7 (2012) 8676 – 8687
- E. G. Shim, T. H. Nam, J. G. Kim, H. S. Kim, S. I. Moon, Electrochemical performance of lithium-ion batteries with triphenylphosphate as a flame-retardant additive, *Journal of Power Sources* 172 (2007) 919–924



**ANALISA TERMAL KALSIMUM FERIT BERBASIS
BAHAN ALAM $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ EKSTRAKSI PASIR BESI
DAN CaCO_3 DARI BATU KAPUR**

Mastuki¹ dan Sugeng Priyandokohadi¹

¹Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas 17 Agustus 1945 Surabaya

E-mail : mastuki@untag-sby.ac.id (korespondensi)

ABSTRAK

Pasir besi mengandung banyak Fe_3O_4 yang dapat disintesis menjadi Fe_2O_3 dan batu kapur sendiri merupakan CaCO_3 . Kedua bahan ini sangat berlimpah di Indonesia. Karena banyaknya kedua bahan ini, dilakukan penelitian untuk pengelolaan dan pengembangan produk dengan langkah awal yakni dengan menganalisis karakterisasi termal dari pencampuran kedua bahan tersebut, yaitu Kalsium Ferit. Pencampuran Fe_2O_3 yang diekstraksi dari pasir besi dan endapan kalsium karbonat menggunakan metode pencampuran larutan telah dilakukan. Ekstraksi batu kapur sebagai bahan baku endapan CaCO_3 (PCC) dan pasir besi $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ disiapkan. PCC dan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ masing-masing dilarutkan dalam 1 M HNO_3 dan dicampur menjadi homogen dengan rasio mol Ca / Fe adalah 1/8. Hasil pencampuran dilakukan pengujian DTA/TGA. Hasil pengujian menunjukkan bahwa ada penurunan massa yang drastis hingga temperatur 500°C dan menurun perlahan. Dalam hal ini dapat dikatakan bahwa ada proses dehidrasi dan kalsinasi sebelum temperatur 500°C dan proses difusi berikutnya terjadi di atas temperatur 500°C .

Kata kunci: pasir besi, batu kapur, Kalsium Ferit, DTA-TGA.

PENDAHULUAN

Penggunaan material magnetik di dunia industri dimulai sekitar abad ke-18. Para ilmuwan revolusi industri untuk mengembangkan penelitian untuk keperluan industri. Komponen listrik dan elektronik, misalnya motor DC kecil, penguat suara dan lainnya menggunakan bahan magnet permanen sebagai sumber energi magnetik. Industri militer juga menggunakan material magnetik. Bahan magnetik yang digunakan di hampir semua aspek industri dapat dibagi menjadi beberapa jenis, salah satunya adalah magnet ferit. [5].

Ferit adalah jenis magnet yang disintesis menggunakan oksida besi. Cukup mengembirakan bahwa bahan besi oksida

berlimpah di Indonesia, dan dalam bentuk pasir besi. Di pasir besi, ada beberapa oksida besi seperti Fe_3O_4 , Fe_2O_3 dan (Ni, Zn) Fe_2O_3 . Salah satu jenis ferit perilaku komersial adalah Barium Ferrite ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) dan Strontium Ferrite ($\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$). Jenis bubuk ferit dapat disintesis dengan mencampurkan Hematit (Fe_2O_3) dengan Barium Carbonate (BaCO_3) atau Strontium Carbonate (SrCO_3) [1,3].

Di sisi lain, selain pasir besi yang melimpah, Indonesia juga kaya akan bebatuan yang sebagian besar mengandung Kalsium Karbonat (CaCO_3) yang dikenal sebagai batu kapur. Kalsium adalah sekelompok unsur dengan Barium dan Strontium. Kesamaan ini memungkinkan

untuk disintesis oleh Kalsium Ferit yang akan menjadi kandidat untuk bahan magnet permanen berbiaya rendah atau menjadi kandidat potensial untuk bahan dengan sifat kimia dan fisik tertentu yang dapat digunakan di bidang-bidang tertentu sesuai dengan sifat-sifat yang akan diperoleh.[2,4]

Mempertimbangkan jumlah pasir besi dan batu kapur yang melimpah, dan belum dimanfaatkan secara optimal, sementara peluang untuk bahan yang akan diolah menjadi bahan industri terbuka lebar, maka perlu dilakukan penelitian yang berorientasi pada pengolahan sumber daya alam Indonesia, yaitu besi pasir dan batu kapur, dengan pertimbangan bahwa dari bahan-bahan ini akan dapat disintesis menjadi sejumlah produk Kalsium Ferit. Dalam studi ini, karakterisasi termal pencampuran diekstraksi $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dari pasir besi dan diendapkan CaCO_3 dari batu kapur dipelajari.

LATAR BELAKANG TEORITIS

Hematite (Fe_2O_3)

Fe_2O_3 diperoleh dengan memanaskan magnetit (Fe_3O_4). Dalam proses pemanasan, partikel-partikel dengan fasa Fe_3O_4 mendapatkan energi panas dari proses pemanasan dalam tungku. Semakin tinggi suhu pemanasan, semakin tinggi energi panas yang diberikan sehingga atom bergetar dan akan mengatur ulang diri. Transformasi fase dari magnetit ke hematit terjadi pada suhu $<300^\circ\text{C}$, pemanasan lebih lanjut akan membuat sampel berubah menjadi fase hematit pada suhu $>320^\circ\text{C}$. Transformasi fase ini menjadi hematit berjalan lambat ke suhu $<450^\circ\text{C}$. Pada suhu 500°C , inti hematit akan dibuat dan akan tumbuh menjadi fase hematit dengan cepat. Fase hematit mulai terbentuk pada suhu $>320^\circ\text{C}$ hingga suhu tinggi Pembentukan fase ini sangat cepat pada suhu $>520^\circ\text{C}$, adalah 70-90% sampel menjadi fase hema-tite dalam 60 menit. Ketika sampel dipanaskan pada suhu 600°C , 700°C dan 800°C , perubahan fasa dari magnetit menjadi hematit cepat bahkan dapat lebih cepat jika bentuk sampel adalah pelet, jarak antar partikel sangat dekat sehingga hasil yang diperoleh oleh fase hematit adalah 100%. Proses

perubahan fasa ini dimulai ketika Fe^{2+} dan Fe^{3+} dalam magnetit dipanaskan sampai titik kritis (585 K), Fe^{2+} yang lebih tidak stabil dari Fe^{3+} teroksidasi menjadi Fe^{3+} dan berdifusi sehingga Fe_2O_3 terbentuk. Pada suhu konstan misalnya 600°C , difusi terjadi antar partikel pada batas butir sehingga butir yang terbentuk menjadi lebih besar. Fasa magnetit akan berubah lebih cepat ke fase hematit pada suhu yang lebih tinggi sekitar 800°C dengan waktu tahan lebih lama. [1,3]

Kalsium Karbonat (CaCO_3)

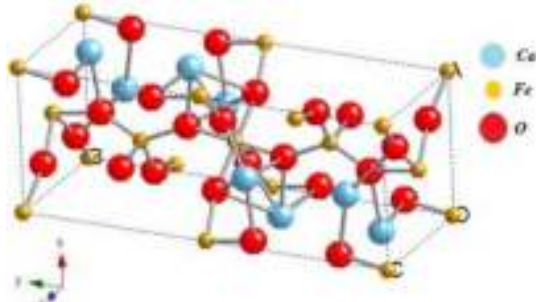
Kalsium Karbonat (CaCO_3) adalah fase yang terbentuk karena endapan sedimen dari organisme laut. Sebagian besar Kalsium Karbonat yang digunakan dalam industri adalah hasil ekstraksi langsung dari batuan yang dikenal sebagai GCC (*Ground Calcium Carbonate*). Kalsium karbonat juga dibuat dengan kalsinasi kasar CaCO_3 kemudian dilarutkan dalam air dan diendapkan dengan memberikan karbon dioksida. Endapan ini dikenal sebagai PCC (*Precipitate Calcium Carbonate*).

PCC memiliki tiga jenis fase kristal, yaitu: kalsiton rhombohedral dengan belah ketupat (kotak miring) dan morfologi skalenohedral, aragonit ortorombik dengan morfologi mirip jarum, dan vaterit heksagonal dengan morfologi bola keropos. Perbedaan mendasar dari ketiga struktur di atas terletak pada jumlah atom oksigen yang mengelilingi setiap atom kalsium. Kalsit dan *Vaterite* memiliki formasi CaO_6 dan CaO_8 , sementara *Aragonite* memiliki formasi CaO_9 . [2,4]

Kalsium Ferit

Bahan Kalsium Ferit adalah jenis bahan keramik yang terbuat dari campuran Ca oksida dan oksida Fe. Ada beberapa fasa bentuk *Calcium Ferite* seperti CaFeO_3 , CaFe_2O_4 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$, CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_4\text{Fe}_9\text{O}_{17}$, dan $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$. Kalsium Ferit diterapkan ke perangkat memori optik, struktur manetoplumbite, biomaterial dan industri baja. Ferit CaFe_4O_7 kalsium dikembangkan untuk mencapai bahan mineral besi. Namun, untuk mendapatkan CaFe_4O_7 dalam bentuk mineral besi ada hambatan. CaFe_4O_7

cenderung mudah membentuk material keramik. Penelitian tentang Kalsium Ferit telah lama dilakukan. Salah satunya adalah $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$. $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ disebut sebagai bahan tipe-p termoelektrik yang baru-baru ini dipelajari oleh Emily dari Amerika Serikat. $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ memiliki struktur tetrahedral dengan grup bilik pnma. $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ disintesis dengan mencampurkan CaCO_3 dan Fe_2O_3 yang disinter pada 1573K. [6]



Gambar. 1: Struktur kristal Tetrahedral $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ (Crystal Maker, Ltd)

METODE PENELITIAN

$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ disintesis dengan metode coprecipitation. Pasir besi telah diekstraksi untuk dilarutkan dalam HCl 37% dan diaduk pada suhu $\pm 65^\circ\text{C}$ selama 1 jam oleh pengaduk magnet ± 65 rpm. Kemudian solusi terbentuk, itu disaring dengan menyaring kertas. Dengan NH_4OH ditambahkan ke dalam larutan ini sambil diaduk pada suhu $\pm 65^\circ\text{C}$, partikel pengendapan Fe_3O_4 dibentuk. Endapan Fe_3O_4 dicuci dengan air suling berulang kali hingga menghasilkan nilai pH 7, kemudian disaring, dikeringkan dan dikalsinasi pada 800°C selama 2 jam. $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang terbentuk diuji dengan XRD untuk memastikan fasa yang terbentuk adalah fase $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

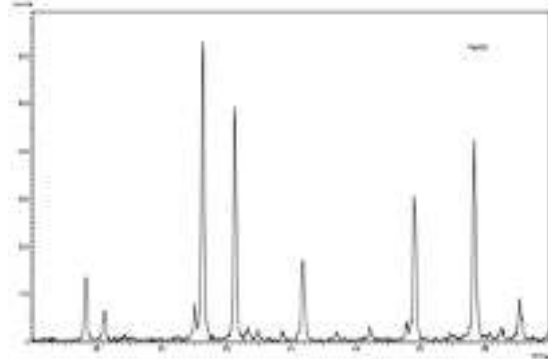
Endapan kalsium karbonat (PCC) atau CaCO_3 disintesis dengan metode karbonasi. Batu kapur dikalsinasi pada 900°C selama 6 jam kemudian dihasilkan CaO. CaO dilarutkan dalam air suling untuk membentuk $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan kemudian dikarbonasi oleh gas CO_2 . Dalam hal ini, PCC dibentuk, daripada akhirnya disaring dan dikeringkan. CaCO_3 diendapkan dibentuk diuji dengan XRD untuk memastikan fase yang terbentuk adalah fase CaCO_3 .

Pencampuran $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ terekstraksi dari pasir besi dan PCC dari batu kapur dicampur

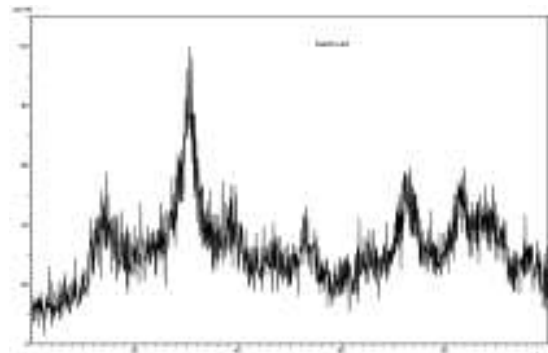
dengan metode pencampuran larutan. $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan PCC masing-masing dilarutkan dalam larutan HNO_3 bahwa rasio mol Ca/Fe adalah 1/8. Larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dicampur hingga homogen, kemudian dipanaskan pada $80-90^\circ\text{C}$ untuk dikeringkan dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 8 jam. Bubur dikeringkan dan dihancurkan untuk menjadi bubuk. Bubuk tersebut dianalisis karakterisasi termal oleh DTA-TGA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sintesis Fe_2O_3 dari pasir besi dikonfirmasi dengan pengujian XRD. Fe_2O_3 diendapkan lagi ke $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan dikonfirmasi dengan pengujian XRD juga. Pengendapan ulang dilakukan agar nantinya Fe_2O_3 mudah larut dalam HNO_3 selama sintesis kalsium ferit. Hasil uji XRD menunjukkan bahwa yang terbentuk adalah Fe_2O_3 dan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Pola XRD Fe_2O_3 dan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ditunjukkan pada Gambar 2 dan Gambar 3.



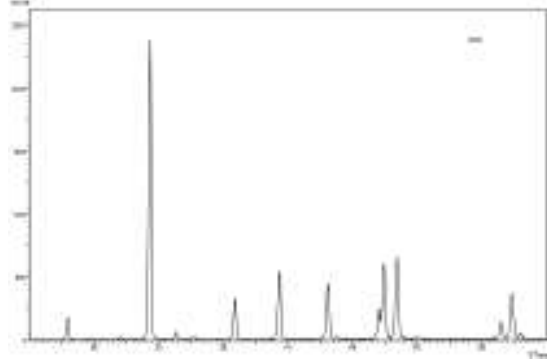
Gambar. 2: Pola XRD Fe_2O_3



Gambar. 3: Pola XRD $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

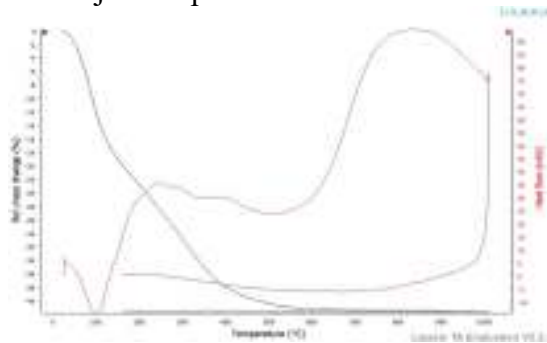
Hasil sintesis CaCO_3 dari batu kapur juga dikonfirmasi oleh pengujian XRD. Hasil tes XRD menunjukkan bahwa CaCO_3

terbentuk. Pola XRD dari endapan CaCO_3 ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar. 4: Pola XRD CaCO_3

Pengujian DTA-TGA dilakukan dengan kecepatan pemanasan 20°C per menit. Pemanasan dilakukan dari suhu kamar hingga 1000°C . Data dari pengujian DTA-TGA untuk sampel dengan rasio mol 1:8 ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar. 5: Kurva DTA-TGA untuk rasio mol 1:8

Pada kurva DTA, penurunan dan peningkatan kurva menunjukkan adanya proses pelepasan atom atau ikatan baru terbentuk antara atom atau lebih dikenal sebagai proses difusi. Penentuan proses pelepasan atom atau proses difusi dikonfirmasi oleh kurva TGA. Jika ada penurunan dan peningkatan kurva DTA yang disertai dengan penurunan massa yang ditunjukkan oleh penurunan kurva TGA, dapat disimpulkan bahwa ada proses dehidrasi atau kalsinasi. Jika ada penurunan dan peningkatan kurva DTA tanpa disertai penurunan massa, maka dapat disimpulkan bahwa ada proses difusi.

Pada Gambar 5, kurva garis TGA menunjukkan bahwa ada proses dehidrasi dan kalsinasi hingga sekitar 545°C dan mulai melambat ke suhu 1000°C yang ditandai

dengan penurunan massa yang signifikan diikuti oleh penurunan yang lambat. Pada kurva garis DTA, ada 2 titik puncak eksotermik pada suhu sekitar 100°C dan 545°C . Ini menjelaskan proses dehidrasi pada 95°C dan proses kalsinasi pada 545°C . Proses di atas 545°C menunjukkan eksotermik dan endotermik diikuti dengan mengurangi massa secara perlahan. Di wilayah ini dijelaskan bahwa ada proses difusi antara Ca dan Fe membentuk fase baru Ca dan Fe.

KESIMPULAN DAN SARAN

Campuran $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan PCC telah berhasil disintesis. Berdasarkan hasil DTA-TGA, ada proses dehidrasi dan kalsinasi sebelum suhu 545°C dan di atas 545°C proses difusi terjadi. Dan dapat dikatakan bahwa perlakuan panas sinterring dapat dilakukan di daerah temperatur ini (di atas 545°C).

PENGHARGAAN

Penelitian ini didukung oleh hibah penelitian “Hibah PDP” yang disediakan oleh Simlitabmas, Ristekdikti, 2018.

REFERENSI

- [1] C. S. Prakash, V. M. Nanoti, D. K. Kulkarni, 1995, “Magnetic Characterization of Substituted Calcium Hexaferrite”, *Materials Letters*, 24, PP: 171-173.
- [2] Darminto, M. N. Cholishoh, F. A. Perdana, M. A. Baqiya, Mashuri, Y. Cahyono, and Triwikantoro, 2011, “Preparing Fe_3O_4 Nanoparticles from Fe^{2+} Ions Source by Coprecipitation Process in Various pH”, *AIP Conf. Proc.* 1415, pp: 234–237.
- [3] Hsing-I Hsiang, Ren-Qian Yao, He, 2007, “Hexagonal ferrite powder synthesis using chemical coprecipitation”, *Materials Chemistry and Physics*, 104, pp: 1–4.

- [4] Mastuki, Malik Anjelh Baqiya, and Darminto, 2015, “Explorative Synthesis of Magnetic Ca-Fe-O Compounds by Mixing Precipitated CaCO_3 from Limestone and Iron Sand Extracted- $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ”, Materials Science Forum Vol 827, pp: 203-207.
<https://doi/10.4028/www.scientific.net/MSF.827.203>.
- [5] R. B. Jotania, R. B. Khomane, A. S. Desphande, C. C. Chauhan, and B. D. Kulkarni, 2009, “Physical and Magnetic Properties of Barium Calcium Hexaferrite Nano- particles Synthesized by Water- in-oil Reverse Micelle and Co-precipitation Techniques”, J. Sci. Res. 1 (1), pp: 1-13.
- [6] Emily Asenath-Smith, Indunil N. Lokuhewa, D. Edwards. 2010. “p-Type thermoelectric properties of the oxygen-deficient perovskite $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ in the brownmillerite structure”, Journal of Solid State Chemistry 183 pp: 1670–1677.



Sintesis Grafena dengan Metode Dry Ice dan Aplikasinya sebagai Sensor Gas CO₂

Maula Nafi¹, Edi Santoso¹

¹ Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas 17 Agustus 1945 Surabaya
Jalan Semolowaru No. 45 Surabaya 60118, Tel. 031-5931800, Indonesia
email: maula.nafi@untag-sby.ac.id

ABSTRAK

Sensor gas karbon dioksida dapat difabrikasi dengan mensintesis material grafena, yang digadang-gadang adalah alotrofi karbon dengan sifat semikonduktor yang baik, sifat elektrik yang baik, konduktivitas tinggi, dan mobilitas elektron pada temperatur kamar tinggi. Grafena disintesis dengan reduksi karbon dioksida, yaitu dengan cara membakar magnesium pada kondisi lingkungan karbon dioksida. Pembakaran dilakukan di dalam *dry ice*, maka akan terbentuklah karbon yang merupakan grafena. Grafena tersebut kemudian diuji karakteristiknya dengan pengujian SEM, lantas dipreparasi untuk menjadi sampel sensor gas. Pengujian sensitivitas sensor gas CO₂ dilakukan pada sebuah *chamber* yang dapat dialiri gas CO₂ yang dapat diatur konsentrasinya dan temperatur operasinya. Pengujian dilakukan dengan konsentrasi gas 300, 400, dan 500 ppm, pada temperatur operasi 30, 50, dan 70°C. Nilai sensitivitas tertinggi didapatkan pada konsentrasi 500 ppm pada 30°C, yaitu 7,03. Semakin tinggi temperatur operasinya, semakin rendah nilai sensitivitasnya, disinyalir karena terjadi degradasi pada material sensor.

Kata kunci: *dry ice*, grafena, karbon dioksida, SEM, sensor gas

PENDAHULUAN

Gas karbon dioksida menempati urutan pertama dalam perannya pada efek rumah kaca. CO₂ berkontribusi sebesar 50% dalam mengabsorpsi dan mengemisikan panas cahaya matahari, diikuti oleh CH₄ sebesar 13%, ozon 7%, dan N₂O sebesar 5% (Schnoor, 2009). Sudah banyak usaha yang dilakukan untuk meminimalisasi konsentrasi gas rumah kaca, terutama CO₂, karena 75% produksi industri di dunia menghasilkan CO₂. Cara mengurangi emisi CO₂ yaitu dari pemakaian bahan bakar fosil pada pembangkit listrik (*power plant*) dan mengurangi pemakaian bahan bakar pada kendaraan bermotor. Oleh karena itu, sangat penting untuk mengembangkan sensor gas CO₂ yang sensitif, harga terjangkau, dan resettable, untuk mengontrol dan memonitor

konsentrasi CO₂ yang dihasilkan pada gas buang di industri.

Grafena (*graphene*), baru-baru ini, yang merupakan atom alotrofi karbon lapisan tunggal (*monolayer*) dua dimensi, dikabarkan dapat menjadi material sensor yang menjanjikan karena mempunyai sifat elektrik yang sangat baik. Grafena mempunyai mobilitas elektron yang tinggi pada temperatur kamar, sehingga sensitivitasnya sangat tinggi. Selain itu, sifat konduktivitas tinggi dan densitas cacat kristal yang rendah dimiliki oleh material ini (Avouris, dkk, 2012).

Penelitian ini akan membahas metode sintesis grafena dengan reduksi karbon dioksida, yang lebih dikenal dengan metode *dry ice*, serta aplikasi dari grafena sebagai sensor gas CO₂. Selain itu juga akan dibahas karakterisasi

yang dilakukan pada specimen grafena, dan pengujian nilai sensitivitas sensor gas CO₂ dari grafena. Dengan adanya penelitian ini, maka kita akan mengetahui apakah material grafena dapat dimanfaatkan sebagai sensor gas CO₂. Kita juga akan mengetahui tingkat sensitivitas sensor gas CO₂ dari material grafena. Harapannya akan banyak penelitian-penelitian selanjutnya dilakukan untuk memanfaatkan material semikonduktor sebagai sensor gas, terutama gas-gas yang beracun dan berbahaya.

PROSEDUR EKSPERIMEN

Proses Sintesis Grafena

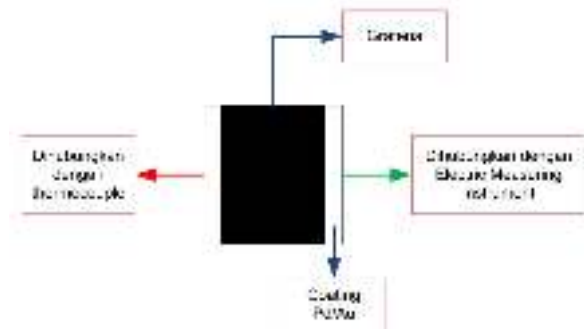
Sintesis grafena dimulai dengan membakar pita magnesium pada lempeng tembaga di dalam dry ice selama 10 menit. Pembakaran tersebut menghasilkan kerak hitam yang merupakan grafena, diselimuti dengan lapisan MgO. Lapisan MgO dihilangkan dengan cara mencampurnya dengan larutan HCl. Grafena yang sudah terpisah dikeringkan menggunakan furnace. Hasilnya berupa serbuk grafena kering.

Pengujian

Pengujian yang dilakukan yaitu uji SEM, XRD, dan BET. Uji SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi serbuk grafena dalam perbesaran yang tinggi. Uji XRD dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur apa saja yang terdapat pada grafena. Sedangkan uji BET mengukur luas permukaan aktif dari serbuk grafena, sehingga nantinya dapat dilakukan pengujian sensitivitas sensor gas dari bahan grafena.

Preparasi Spesimen untuk Sensor Gas CO₂

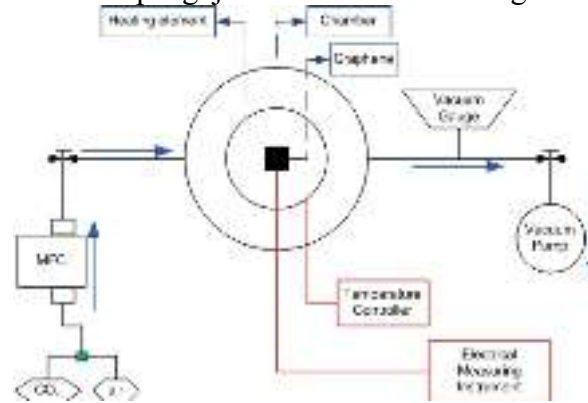
Grafena berupa serbuk harus dijadikan slurry agar bisa diaplikasikan sebagai sensor gas. Slurry grafena dilapiskan pada kaca elektrik FTO dengan metode tape casting. Spesimen dibiarkan kering, lalu bagian tepi kaca FTO dilapiskan Pd/Au untuk mempermudah inisiasi proses sensing pada sensor gas. Gambar 4.2 menunjukkan ilustrasi specimen grafena untuk sensor gas.



Gambar 2. Ilustrasi specimen sensor gas CO₂

Pengujian Sensitivitas

Uji sensitivitas dilakukan dalam chamber yang dibuat sedemikian rupa sehingga specimen akan terpapar gas pada konsentrasi dan temperatur yang bisa ditentukan, sehingga sensitivitas specimen terhadap gas dapat diukur. Pada penelitian kali ini, gas yang diuji adalah gas CO₂. Gambar 4.3 adalah skematik pengujian sensitivitas sensor gas.

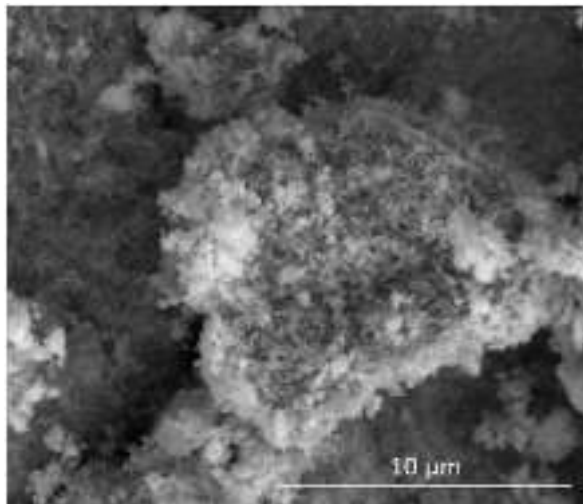


Gambar 3. Skema pengujian sensitivitas

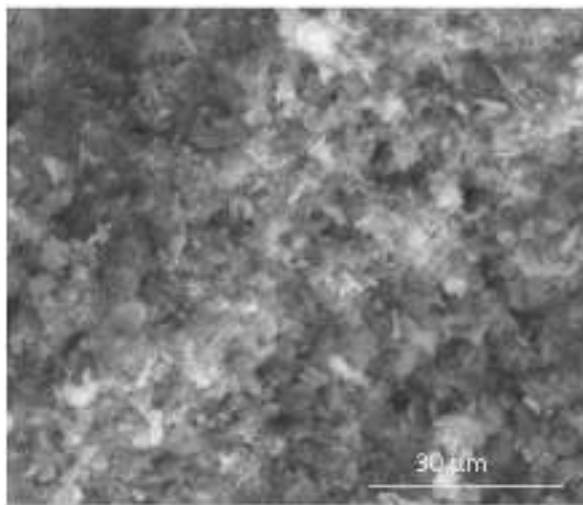
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Uji SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk serbuk grafena hasil sintesis pada skala mikro. Keuntungan uji SEM dibandingkan dengan mikroskop optik biasa adalah hasil gambar yang lebih bagus, kontras, dan pembesaran yang lebih besar. Dalam pengujian ini, akan dilihat kemunculan bentuk-bentuk atau morfologi grafena yang membuktikan proses sintesis berjalan sukses atau tidak.



A



B

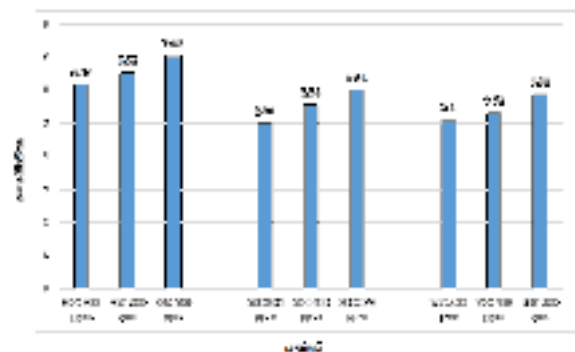
Gambar 4. Hasil Uji SEM serbuk grafena pembesaran 10.000x (A), dan 5000x (B)

Dari gambar 4 dapat dilihat morfologi dari hasil uji SEM, yaitu berbentuk lempengan kecil-kecil yang ber-aglomerasi. Pada pembesaran 10.000x dapat dilihat terbentuk model grafena, yaitu berupa ikatan-ikatan heksagonal yang menyatu. Dapat dilihat pula pada pembesaran 5000x serbuk grafena tidak diayak dengan ukuran yang sama, dibuktikan dengan tampaknya partikel-partikel yang tidak merata. Secara umum, dari hasil pengujian SEM ini menunjukkan bahwa secara morfologi atau bentuk dari spesimen dalam skala mikro, proses sintesis grafena berhasil.

Hasil Uji Sensitivitas

Setelah spesimen sensor gas grafena dirakit ke dalam gas chamber, maka dapat dilakukan

pengujian sensitivitas sensor gas CO₂ dari material grafena. Spesimen diuji sensitivitasnya dengan variasi temperatur dan konsentrasi gas yang dimasukkan. Temperatur yang diatur adalah 30, 50, dan 70°C. sedangkan konsentrasi gas CO₂ yang diatur adalah 300, 400, dan 500 ppm. Pengaturan temperatur menggunakan elemen pemanas (induksi) dan alat temperature controller. Konsentrasi gas CO₂ diatur menggunakan mass flow controller (MFC).



Gambar 5.3 Rekapitulasi hasil sensitivitas sensor gas CO₂ dengan variasi temperatur operasi dan konsentrasi gas.

Dapat dilihat dengan jelas bahwa konsentrasi gas sangat mempengaruhi sensitivitas sensor. Gas CO₂ dengan konsentrasi 500 ppm ketika dialirkan, selalu mempunyai angka sensitivitas paling tinggi pada variasi temperatur manapun. Sedangkan pada konsentrasi gas yang sama, nilai sensitivitas sensor paling tinggi didapatkan pada variasi temperatur 30°C. Nilai sensitivitas tertinggi diperoleh pada variasi temperatur 30°C dengan konsentrasi gas 500 ppm, yaitu dengan sensitivitas 7,03.

Hal ini dapat terjadi karena semakin tingginya temperatur, maka akan mempengaruhi bonding atau ikatan pada grafena dengan kaca FTO yang menghantarkan listrik. Hal tersebut mempengaruhi tingkat sensitivitas sensor gas, sehingga angkanya terus menurun seiring naiknya temperatur.

KESIMPULAN DAN SARAN

Material grafena yang merupakan salah satu alotrofi karbon yang baik dapat disintesis dengan metode yang sederhana yaitu memanfaatkan dry ice, dibuktikan dengan hasilnya pada pengujian SEM. Grafena yang merupakan material semikonduktor yang baik dapat diaplikasikan menjadi sensor gas CO₂ untuk mengetahui banyaknya kadar CO₂ pada suatu kondisi. Uji sensitivitas sensor gas CO₂ menggunakan material grafena sudah dilakukan, dan sensor memiliki nilai sensitivitas tertinggi, yaitu 7,03 ketika dialiri gas CO₂ dengan konsentrasi 500 ppm pada temperatur 30°C.

Saran kedepannya adalah fabrikasi alat sensor gas CO₂ dapat dibuat dan dirancang kembali agar lebih ergonomis. Perlu dilaksanakan penelitian lanjutan tentang sensor gas, selain gas CO₂, dengan menggunakan material-material yang lainnya.

PENGHARGAAN

Penghargaan setinggi-tingginya kepada Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia atas pendanaan penelitian ini dalam skema Penelitian Dosen Pemula

REFERENSI

- Avouris, P., Dimitrakopoulos, C. (2012), "Review: Graphene, Synthesis and Application", *Materials Today* ISSN 1369 7021, Vol. 15, No. 3, hal 86-97
- Callister, W. D. Jr., Rethwisch, D. G. (2007), *Material Science and Engineering, an Introduction*. John Wiley and Sons Inc., New York
- Chakrabarti, A., Lu, J., Skeabutenas, J. C., Xu, T., Xiao, Z., Maguire, J. A., Hosmane, N. S. (2011), "Conversion of Carbon Dioxide to Few-Layer Graphene", *Journal of Material Chemistry*, 21, hal. 9491-9493
- Choi, N. J., Lee, H. K., Moon, S. E., Yang, W. S., Kim, J. (2012), "Stacked-type Potentiometric Solid-state CO₂ Gas Sensor", *Journal of Sensors and Actuators B: Chemical*, 143, hal. 905-912
- Lee, H. K., Lee, J., Choi, N. J., Moon, S. E., Lee, H., Yang, W. S. (2011), "Efficient Reducing Method of Graphene Oxide for Gas Sensor Applications", *Procedia Engineering*, 25, hal. 892-895
- Liu, Z., Miyauchi, M., Yamazaki, T., Shen, Y. (2009), "Facile Synthesis and NO₂ Gas Sensing of Tungsten Oxide Nanorods Assembled Micropores", *Journal of Sensors and Actuators B: Chemical*, 140, hal. 514-519
- Ridwanullah, A., Pandariantama, H., Miftahudin, Swartzkop, N., Nurhasanah, S., Karlina, Y. (2012), *Semikonduktor: Graphene dan Aplikasinya sebagai Transistor*, Proyek Fisika Zat Padat, UIN Sunan Gunung Djati, Bandung
- Saragi, B. (2011), *Penentuan Kadar Gas Karbon Dioksida (CO₂) Menggunakan Sensor Gas Semikonduktor TGS 4160*, Tesis Master, Universitas Sumatra Utara, Medan
- Schnoor, J. L. (1996), "Environmental Modeling: Fate and Transport of Pollutants in Water, Air, and Soil", New York: Wiley Interscience, 682 pp
- Wang, S. H., Choua, T. C., Liu, C.C. (2003), "Nano-crystalline Tungsten Oxide NO₂ Sensor", *Journal of Sensors and Actuators B: Chemical*, 94, hal. 343-351
- Yoon, H. J., Jun, D. H., Yang, J.H., Zhou, Z., Yang, S. S., Cheng, M. M. (2010), "Carbon Dioxide Gas Sensor Using A Graphene Sheet", *Sensors and Actuators B: Chemical*, hal. 310-311



RANCANG BANGUN SISTEM KONTROL SUHU PADA REAKTOR MESIN PIROLISIS PRODUKSI BAHAN BAKAR MINYAK DARI SAMPAH PLASTIK

**Ahmad Fauzan ‘Adziimaa¹⁾, Arief Abdurrakhman¹⁾, Herry Sufyan Hadi¹⁾,
Dwi Oktavianto W. N¹⁾, Wanda Nirmala¹⁾**

¹⁾Departemen Teknik Instrumentasi, Fakultas Vokasi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya
email: ahmad@instrum-eng.its.ac.id

ABSTRAK

Sistem kontrol suhu pada reaktor mesin pirolisis berfungsi untuk mengatur suhu yang ada pada reaktor sehingga nilai panas pada ruang pemanas dapat terjaga sesuai dengan nilai yang dikehendaki. Pembuatan sistem pengendalian suhu pada miniplant pirolisis diawali dengan menggunakan sensor thermocouple tipe K yang dihubungkan dengan Atmega16 sebagai kontroler dan Motor Operated Valve (MOV) sebagai aktuator. Sensor bertugas untuk melakukan penginderaan suhu yang ada di dalam reaktor pemanas dan MOV bertugas untuk mengatur laju aliran gas untuk mengendalikan nyala api pada kompor. Sensor yang telah dibuat memiliki akurasi sebesar 99,2%. Sistem pengendalian yang diterapkan yaitu menggunakan mode feedback control dengan nilai Konstanta Proporsional (K_p) sebesar 10, 6 dan 1,2. Dari grafik hasil respon didapatkan respon terbaik terjadi pada nilai K_p 1,2 dengan nilai overshoot sebesar 16°C, nilai error steady state sebesar 3% dengan rise time sebesar 8 menit dan settling time sebesar 6 menit.

Kata Kunci: pirolisis, kontrol suhu, sampah plastik

PENDAHULUAN

Berkembangnya populasi dunia memberikan dampak yang signifikan terhadap pemakaian dan penggunaan plastik. Gaya hidup manusia yang lebih memilih hidup praktis dan ekonomis membuat konsumsi makanan dan minuman berwadah plastik terus meningkat. Tercatat menurut Kementerian Perindustrian Republik Indonesia bahwa pemakaian plastik penduduk Indonesia sejumlah 1,9 juta ton hingga semester pertama tahun 2017. Hal ini tentu saja berimplikasi pada banyaknya sampah plastik baik di lingkungan perkotaan maupun pedesaan yang mana jika tidak dilakukan penanganan akan dapat menimbulkan permasalahan serius di masa depan

Berbagai solusi untuk permasalahan sampah plastik telah banyak dilakukan diantaranya adalah dengan metode penimbunan (*landfill*), melalui pembuangan akhir (*open dumping*) dan pembakaran (*incineration*). Penanganan dengan menggunakan metode tersebut kurang efektif dan berisiko mengganggu kesehatan lingkungan, sebab dengan cara pembakaran otomatis akan meningkatkan kadar polutan dari emisi gas buang seperti CO, NO_x, CO₂, SO_x dan berbagai macam polutan pencemar lain. Sementara itu jika penanganan dilakukan dengan cara penimbunan maka akan membutuhkan waktu lebih dari 80 tahun agar sampah plastik dapat terdegradasi secara sempurna. Merujuk pada permasalahan tersebut, harus dilakukan penanganan lain

yang lebih efektif dan menjanjikan untuk mengolah sampah plastik.

Alternatif penanganan sampah plastik yang lebih menjanjikan dan berprospek ke depan telah banyak dilakukan yakni salah satunya adalah dengan mengubah sampah plastik menjadi bahan bakar cair. Penelitian tentang konversi sampah plastik menggunakan proses pirolisis menjadi bahan bakar cair masih terus dikembangkan. Sebelumnya Endang dkk (2016) dan Rahayu dkk (2012) telah melakukan penelitian produksi bahan bakar cair dari sampah plastik menggunakan metode pirolisis. Namun produksi minyak melalui proses pirolisis tersebut masih dilakukan secara manual, baik proses pencacahannya (*crashing*) maupun proses pembakarannya (*burning*). Proses pirolisis yang dilakukan secara manual memiliki beberapa kekurangan diantaranya memerlukan pengawasan pada saat pencacahan, tidak ada sistem monitor maupun kendali suhu pada saat pembakaran yang dapat mengakibatkan gas hasil pembakaran tidak terkontrol sehingga dapat menyebabkan pencemaran lingkungan dan membahayakan kesehatan.

Pada penelitian ini akan dilakukan produksi minyak melalui proses pirolisis yang dilakukan secara otomatis. Mesin pirolisis yang banyak digunakan saat ini akan dimodifikasi sedemikian rupa sehingga dapat berjalan secara otomatis di mana pada akhirnya dapat menghasilkan bahan bakar cair yang optimal. Mesin pirolisis otomatis yang dibuat dilengkapi dengan sistem kontrol untuk mengendalikan suhu agar terjaga pada nilai yang diinginkan dan dilengkapi dengan proses *packaging* yang baik sehingga memudahkan produsen dalam proses pengemasan.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui performa dari mesin pirolisis otomatis dalam kaitannya dengan kualitas dan kuantitas produksi bahan bakar cair yang dihasilkan serta untuk mengetahui keandalan sistem mesin dalam menjaga suhu agar sesuai dengan nilai yang diharapkan.

DASAR TEORI

Sebagaimana telah diketahui bahwa sampah plastik pada dasarnya terbuat dari senyawa yang sama dengan senyawa minyak bumi seperti karbon, hidrogen, nitrogen dan sebagainya sehingga proses mengubah sampah plastik menjadi bahan bakar minyak sejatinya hanyalah mengembalikan plastik ke bentuk asalnya. Teknologi mengubah sampah plastik menjadi bahan bakar minyak dapat dilakukan dengan metode pirolisis, yaitu memanaskan plastik pada suhu tertentu hingga didapat materi plastik yang telah berubah wujud menjadi fase cair.

Pirolisis

Pirolisis adalah proses dekomposisi suatu bahan pada suhu tinggi tanpa adanya udara atau dengan udara terbatas. Hasil dari proses pirolisis menghasilkan produk yang murni tanpa mengandung kandungan pengotor. Proses pirolisis dimulai pada temperatur sekitar 230 °C, ketika komponen yang tidak stabil secara termal dan *volatile matters* pada sampah plastik akan pecah dan menguap bersamaan dengan komponen lainnya. Produk cair yang menguap mengandung tar dan polyaromatic hydrocarbon. Produk pirolisis umumnya terdiri dari tiga jenis, yaitu gas (H_2 , CO, CO_2 , H_2O , dan CH_4), tar (*pyrolytic oil*), dan arang. (Miskolz, 2017)

Proses pirolisis dapat dibagi menjadi beberapa fase dimana menjadi pedoman kesuksesan prosesnya, yaitu 1) fase pengeringan. Pada suhu 200 °C pengeringan fisik disertai produksi uap air, jika yang dimasukkan bahan biomassa yang basah maka perlu disertakan atau dimasukkan *steam* (uap air panas) ke dalam reaktor. 2) Fase Pirolisis. Fase pirolisis terjadi pada suhu 200–500°C. struktur makromolekul pecah menjadi gas, komponen organik cair, karbon padat (Garib, 2014)

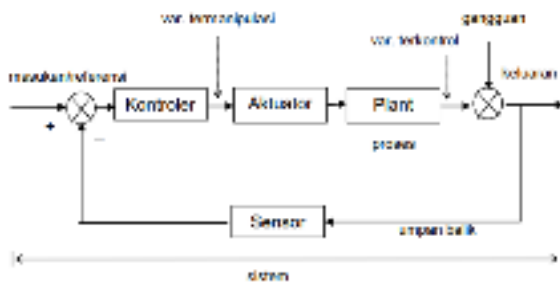
Produk utama dari proses pirolisis adalah arang, gas atau produk minyak yang dapat digunakan sebagai *feedstocks* petrokimia, dan bahan karbon untuk berbagai aplikasi. Minyak dapat dipergunakan sebagai bahan bakar untuk menghasilkan energi listrik melalui mesin pembakaran dalam atau

internal combustion engine seperti motor bensin maupun motor diesel. *Char* atau arang merupakan sisa pirolisis yang dapat dipergunakan sebagai bahan bakar padat. Juga dapat dipergunakan sebagai bahan bakar pada proses pembakaran langsung melalui ataupun tanpa melalui proses densifikasi. Sedangkan *syngas* dapat menghasilkan energi listrik melalui turbin gas. (Fivga, 2018)

Sistem Kontrol

Sistem kontrol adalah sebuah proses pengendalian atau pengaturan terhadap satu atau lebih besaran/parameter sehingga nilai besaran tersebut berada pada satu nilai tertentu yang dikehendaki. Dalam penerapannya, sistem kontrol memegang peranan penting dalam dunia teknologi. Sebagai contoh, sistem otomasi dan kontrol di industri untuk menekan biaya produksi, meningkatkan kualitas dan kuantitas produksi, dan menggantikan pekerjaan lain yang tidak dapat dilakukan oleh manusia.

Secara umum, sistem kontrol terdiri dari beberapa komponen yang melaksanakan tugasnya masing-masing. Berikut adalah gambar diagram blok urutan dari sebuah sistem kontrol.



Gambar 1. Diagram blok sistem kontrol/pengendalian

PROSEDUR EKSPERIMEN

Persiapan Alat dan Bahan

Alat yang dibutuhkan:

- | | | | |
|---|--------------|----|----------------|
| 1 | AVO meter | 8 | Holder solder |
| 2 | DC power | 9 | Bor PCB |
| 3 | Solder | 10 | Penyedot timah |
| 4 | Tang kit | | |
| 5 | Obeng kit | | |
| 6 | Lem tembak | | |
| 7 | Selotip pipa | | |

Bahan yang dibutuhkan

No Nama

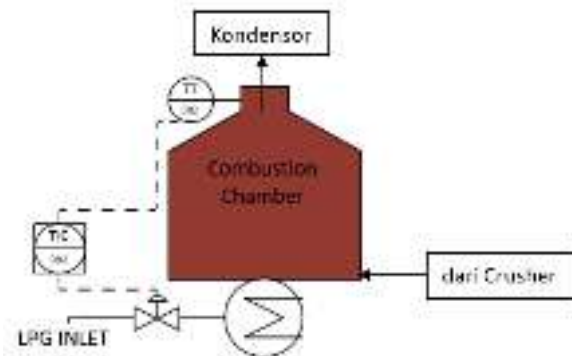
- | | |
|---|----------------------|
| 1 | AVR ATmega 32 minsis |
| 2 | Solenoid valve |
| 3 | Termokopel tipe K |
| 4 | Motor AC |
| 5 | Kompore gas |
| 6 | Stainless steel |
| 7 | Tabung reaktor |

Perancangan Alat

Alat yang dibuat memiliki beberapa kriteria sebagai berikut:

1. Alat yang dibuat mampu membaca nilai suhu pada tabung pembakaran.
2. Alat yang dibuat mampu mengendalikan suhu pada nilai yang ditentukan.
3. Alat yang dibuat mampu melakukan proses produksi secara otomatis mulai dari proses pengisian plastik ke dalam alat pencacah (*crash*) sampai dengan pengemasan (*packaging*.)
4. Alat yang dibuat memiliki sistem monitor dan keamanan yang baik.

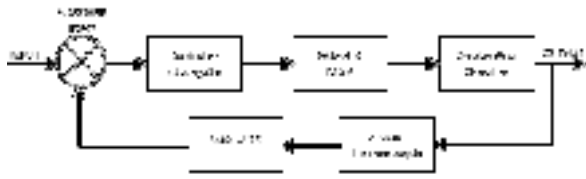
Pada perancangan alat pengubah sampah plastik menjadi bahan bakar cair, diletakkan komponen aktuator yaitu *Motor Operated Valve (MOV)* pada selang gas LPG sedangkan sensor termokopel Tipe K diletakkan pada combustion chamber sesuai pada gambar 1 berikut.



Gambar 1. P & ID pengendalian suhu pada tabung reaktor

Pada perancangan dan pembuatan hardware dan software dilakukan pembuatan rangkaian termokopel tipe K dengan modul MAX6675 yang kemudian diintegrasikan ke dalam chip ATmega16. Rangkaian MOV (*Motor Operated Valve*) juga dihubungkan dengan mikrokontroler sebagai aktuator. Dari integrasi sistem tersebut didapatkan diagram

blok sistem pengendalian tertutup sebagai berikut:



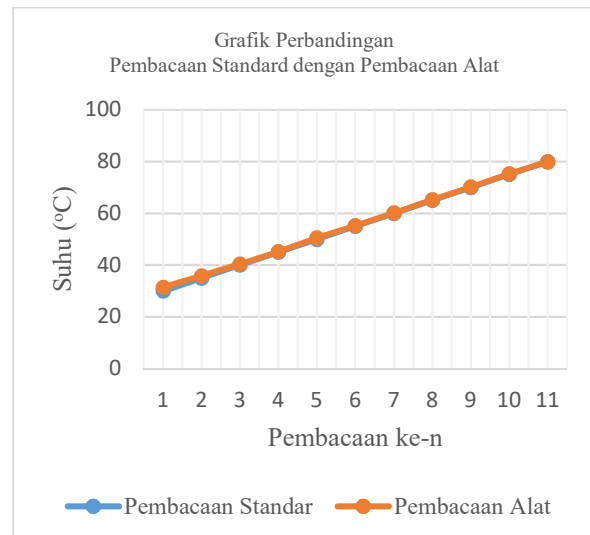
Gambar 2. Diagram blok sistem pengendalian temperature pada tabung reaktor

Diagram blok yang ditampilkan pada gambar 2, dimasukkan nilai *set point* yang berjenis data digital yang kemudian pada *summing point* dilakukan penjumlahan antara nilai *set point* dengan nilai dari max66755 yang bersumber dari sensor termokopel sehingga didapatkan nilai *error*. Nilai *error* yang didapatkan kemudian dikirim menuju kontroler ATmega16 untuk diolah dengan algoritma proporsional dan selanjutnya sinyal kontrol berupa sinyal digital dikirim menuju MOV dan valve melakukan aksi buka tutup sesuai dengan sinyal kontrol yang diterima. Dalam hal ini MOV mengatur laju aliran gas dari LPG menuju kompor untuk mengatur besar kecilnya api agar suhu yang terjadi pada tabung reaktor sesuai dengan *set point*. Suhu yang ada di dalam tabung reaktor diindera oleh termokopel di mana hasil pembacaan sensor adalah berupa besaran tegangan dalam satuan millivolt. Besaran tegangan ini kemudian dikirimkan menuju modul MAX6675 sebagai alat pengondisian sinyal yang mengubah besaran tegangan menjadi sinyal digital yang kemudian membawa informasi nilai suhu untuk selanjutnya dibandingkan dengan nilai *set point*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Validasi Sensor

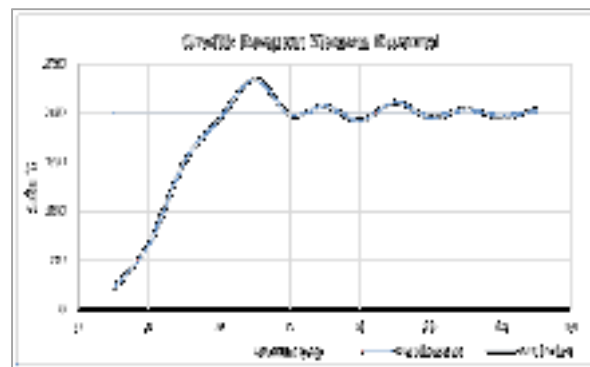
Validasi sensor dilakukan terhadap termokopel sebagai alat utama pembaca suhu. Validasi dilakukan pada rentang suhu kelipatan 5 °C antara 30-80 °C. Alat yang digunakan untuk melakukan validasi adalah *Rotronic TP22 Thermo Palm*. Berikut adalah data hasil validasi didapatkan.



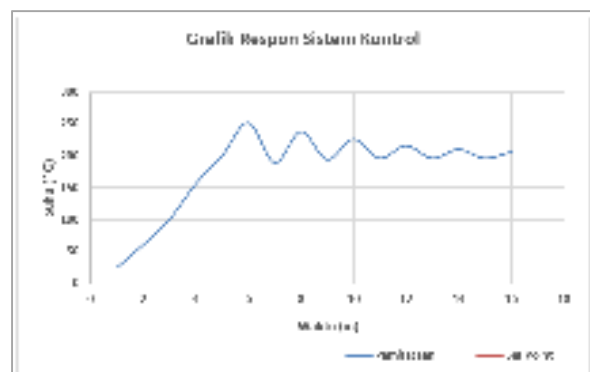
Gambar 3. Grafik perbandingan pembacaan standar dan pembacaan alat

Respon Sistem

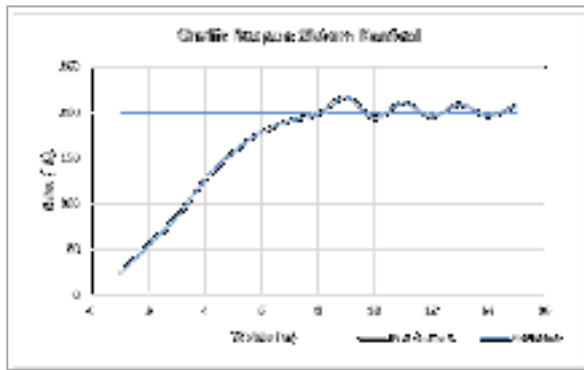
Hasil respon sistem pada sistem pengendalian suhu dengan berbagai nilai K_p ditampilkan pada gambar berikut.



(a)



(b)



(c)

Gambar 4. Grafik respon pengendalian suhu pada rabung reaktor pemanas dengan nilai (a) $K_p = 10$ (b) $K_p = 6$ (c) $K_p = 1.2$

Berdasarkan gambar 4a digunakan *setpoint* suhu yang digunakan adalah sebesar 200°C dengan K_p sebesar 10. Dari hasil respon yang didapatkan, terlihat bahwa *overshoot* terjadi pada suhu 234°C atau memiliki selisih sebesar 34°C dari nilai *setpoint*. *Rise time* sebesar 4 menit, *time peak* pada menit ke 5 dan *settling time* sebesar 4 menit, dan untuk respon sistem selanjutnya menuju ke *steady state* dengan *error steady state* sebesar 2%.

Gambar 4b merupakan hasil respon pengendalian dengan nilai K_p sebesar 10. Dari grafik tersebut terlihat bahwa *overshoot* yang terjadi sebesar 250°C atau memiliki selisih 50°C dari nilai *set point*. *Rise time* sebesar 5 menit, *time peak* pada menit ke 6 dan *settling time* sebesar 6 menit, dan untuk respon sistem selanjutnya menuju ke *steady state* dengan *error steady state* sebesar 5%.

Percobaan selanjutnya digunakan nilai K_p sebesar 1,2 sebagaimana yang terlihat pada gambar 4c. dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa *overshoot* yang terjadi sebesar 216°C atau memiliki selisih sebesar 16°C dari nilai *setpoint*. *Rise time* sebesar 8 menit, *time peak* pada menit ke 9 dan *settling time* sebesar 6 menit, dan untuk respon sistem selanjutnya menuju ke *steady state* dengan *error steady state* sebesar 3%

Pembahasan

Uji coba sistem dilakukan untuk mendapatkan respon pengendalian suhu terbaik. Dari ketiga nilai K_p yang diterapkan hasil yang mendekati nilai *set point* adalah

dengan menggunakan nilai K_p sebesar 1,2 di mana *overshoot* yang terjadi sebesar 216°C , *rise time* sebesar 8 menit, *time peak* pada menit ke 9 dan *settling time* sebesar 6 menit., dan untuk respon sistem selanjutnya menuju ke *steady state* dengan *error steady state* sebesar 3%. Hasil respon sistem tersebut dapat dikatakan sudah cukup baik karena pemanasan pirolisis menunjukkan kecenderungan yang tidak terpengaruh oleh *overshot* pengendalian.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Berdasarkan rancang bangun dan analisa data yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Telah dirancang dan dibangun miniplant pirolisis pengubah limbah plastik menjadi bahan bakar minyak yang dilengkapi sistem pengendalian suhu pada reaktor pemanas berbasis mikrokontroller.
2. Hasil pembacaan sensor temperatur memiliki nilai akurasi yang baik yaitu sebesar 99,2%, histerisis yang masih dibawah ambang batas yaitu sebesar 1,92%
3. Nilai K_p yang cocok untuk sistem pengendalian temperatur adalah 1,2 dan menghasilkan *overshoot* sebesar 16°C serta *error steady state* sebesar 3% dengan *rise time* sebesar 9 menit dan *settling time* sebesar 6 menit.

Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya agar hasil yang dicapai dapat memenuhi harapan, antara lain:

- a. Bahan Bakar Minyak (BBM) dengan kualitas baik dapat diperoleh, jika plant tidak terdapat kebocoran dalam proses produksi
- b. Agar pengendalian suhu berjalan dengan baik, sebaiknya valve harus dipastikan dalam posisi *fully closed* sebelum plant akan dinyalakan.
- c. Sambungan antara *screw* dengan reaktor harus dibuat rapat untuk memperoleh hasil produksi yang baik.

PENGHARGAAN

Penghargaan dan ucapan terima kasih yang setinggi-tingginya kepada Departemen Teknik Instrumentasi ITS dan LPPM ITS yang telah memberikan pendanaan pada penelitian ini.

REFERENSI

- Garib Alla Mohamed M. , Ahmed I. Ahmed & Babiker K. Abdalla, 2014 “CONVERSION OF PLASTIC WASTE TO LIQUID FUEL“, *International Journal of Technical Research and Applications*, vol 2, no 3, hh 29-31
- N. Miskolcz, J. Sója & E. Tulok, 2017, ‘Thermo-catalytic two-step pyrolysis of real waste plastics from end of life vehicle’, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 128, no. 1, hh. 1-12
- Endang, Mukhtar G, Abed N & F.X. Angga S, 2016, ‘Pengolahan Sampah Plastik dengan Metoda Pirolisis menjadi Bahan Bakar Minyak’, *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia “Kejuangan” Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*, Vol.1, no,1,hh. 1-7
- UNEP (United Nations Environment Programme), 2009, *Converting Waste Plastics Into a Resource*, Division of Technology, Industry and Economics International Environmental Technology Centre, Osaka/Shiga
- A. Fivga, I. Dimitriou, 2018, ”Pyrolysis of plastic waste for production of heavy fuel substitute: A techno-economic assessment”, *Journal Energy* 149 page 865-874



ANALISA BESAR LAJU KOROSI BETON BERTULANG DENGAN METODE POLARISASI POTENSIODINAMIK DAN KEHILANGAN BERAT

Imah Luluk Kusminah

Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas 17 Agustus 1945 Surabaya
Jalan Semolowaru No. 45 Surabaya 60118, Tel. 031-5931800, Indonesia
email: imahluluk@untag-sby.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui laju korosi pada beton bertulang terhadap perbedaan salinitas air laut dengan metode polarisasi potensiodinamik dan kehilangan berat. Beton bertulang merupakan material yang terbuat dari beton dan baja tulangan. Berdasarkan kegunaannya, beton bertulang terletak pada media yang sangat korosif yaitu di air laut. Salinitas air laut berkisar antara 32 - 37 ‰. Penelitian ini dibagi menjadi tiga macam kadar salinitas yaitu 32 ‰, 34 ‰, dan 36 ‰ NaCl. Dari hasil pengukuran diketahui bahwa beton bertulang di lingkungan 36 ‰ NaCl memiliki kebutuhan proteksi yang relatif lebih besar dibandingkan pada 32 ‰ NaCl dan 34 ‰ NaCl. Sehingga nilai laju korosi di lingkungan 36 ‰ NaCl juga lebih besar yaitu 17,9 mpy daripada di lingkungan 32 ‰ NaCl yaitu 5,2 mpy, dan 34 ‰ NaCl yaitu 6,8 mpy berdasarkan metode kehilangan berat. Besar laju korosi dengan metode polarisasi potensiodinamik yaitu 3,25 sampai 6,47 mpy. Berdasarkan penyeteraan tabel perbandingan mpy dengan tingkat korosi metrik, tingkat korosi pada tiga kondisi salinitas termasuk dalam kategori baik.

Kata kunci: Beton Bertulang, Laju Korosi, Potensiodinamik, Salinitas, Weight Loss.

PENDAHULUAN

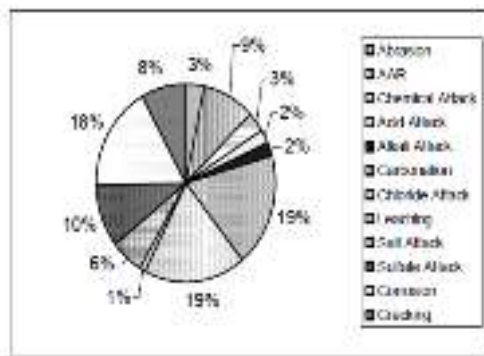
Salinitas adalah tingkat keasinan atau kadar garam dalam air laut. Dimana sebanyak 89 % terdiri dari garam klorida, sedangkan sisanya 11 % terdiri dari unsur-unsur lainnya. Salinitas adalah jumlah total material terlarut (yang dinyatakan dalam gram) yang terkandung dalam 1 kg air laut. Faktor – faktor yang mempengaruhi salinitas adalah penguapan, curah hujan, dan banyak sedikitnya sungai yang bermuara di laut tersebut, makin banyak sungai yang bermuara ke laut tersebut maka salinitas laut tersebut akan rendah, dan sebaliknya makin sedikit sungai yang bermuara ke laut tersebut

maka salinitasnya akan tinggi. Salinitas merupakan salah satu faktor terbesar penyebab korosi di air laut. Adanya ion klorida dalam air laut yang bersifat agresif akan membentuk senyawa asam dan bereaksi dengan selaput pasif pada beton yang bersifat basa, sehingga selaput pasif akan rusak dan baja tulangan akan terkorosi. Korosi akibat penetrasi ion klorida umumnya terjadi secara setempat (*pitting corrosion*).

Korosi merupakan penurunan mutu atau kerusakan suatu logam karena bereaksi dengan lingkungannya. Reaksi ini menghasilkan oksida logam, sulfida logam atau hasil reaksi lainnya. Proses terjadinya korosi pada beton bertulang di lingkungan

air laut bisa disebabkan oleh pH, temperatur, dan salinitas atau kadar garam di air laut. Korosi pada beton bertulang juga bisa disebabkan karena proses perancangan dan komposisi bahan paduan beton yang buruk sehingga membuat karakteristik atau sifat beton tidak sesuai dengan standar persyaratannya. Korosi dapat dikendalikan dengan cara proteksi katodik, *coating*, proteksi anodik, serta pemilihan dan design material.

Basheer (1996), dalam penelitiannya merepresentasikan bahwa dari hasil review lebih dari 400 dokumen tentang kerusakan pada beton, kerusakan ditunjukkan oleh mekanisme fisik dan kimia. Dan ini dapat dikategorikan seperti dalam diagram (lihat Gambar 1).



Gambar 1 : Persentase Diagram Kerusakan Beton

Cacat struktur beton bertulang karena proses kimia berdasarkan data review Basheer (1996) sekitar 77%. Ini adalah sebuah faktor yang menyebabkan kerusakan besar. Kerusakan kimia struktur beton bertulang dalam bentuk beton korosi tulangan sangat umum terjadi di gedung-gedung yang terletak di daerah air laut.

Pengendalian korosi terhadap beton bertulang biasanya dilakukan dengan proteksi katodik. Proteksi katodik adalah metode pencegahan terjadinya korosi dengan melibatkan arus yang mengalir dari kutub positif ke kutub negatif (teori listrik konvensional) dan menyediakan elektron untuk struktur logam yang akan dilindungi. Prinsip dari proteksi katodik adalah dengan

menghubungkan anoda dengan struktur yang akan diproteksi dan dengan melewatkan arus listrik dan membuat seluruh area struktur yang terproteksi akan menjadi katodik dan tidak terkorosi (*Impressed Current Cathodic Protection*).

Oleh karena itu perlindungan untuk mencegah korosi Beton bertulang dapat dilakukan menggunakan Impressed Current Metode Cathodic Protection (ICCP), karena pencegahan korosi ini dapat melindungi struktur dan permintaan arus yang relatif besar dapat diatur dengan menggunakan rectifier karena perubahan pada lingkungan dapat mempengaruhi kebutuhan arus proteksi pada beton.

PROSEDUR EKSPERIMEN

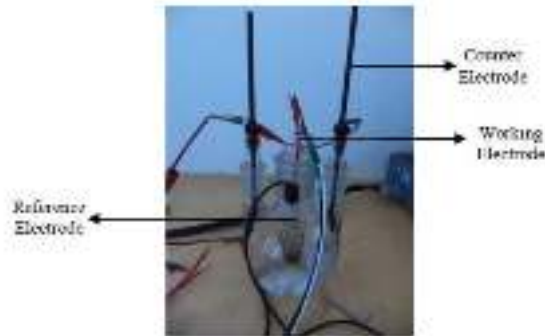
Pada penelitian ini menggunakan tiga jenis variabel yaitu beton bertulang diletakkan pada kondisi lingkungan dengan konsentrasi klorida 32 ‰, 34 ‰, dan 36 ‰. Dalam satu kondisi lingkungan klorida dilakukan penelitian dengan pemasangan sistem ICCP dan tanpa sistem ICCP. Hasil dari penelitian menunjukkan potensial proteksi beton bertulang dengan melakukan pengukuran menggunakan referensi elektroda Cu/CuSO₄. Metode pengukurannya mengikuti standar ASTM C 876 (*half-cell potentials of uncoated reinforcing steel in concrete*). Observasi visual terhadap spesimen dan pengukuran laju korosi dengan metode polarisasi potensiodinamik dan *weight loss* digunakan untuk mendukung data hasil pengukuran potensial proteksi beton bertulang.

Pengujian Potensiostat

Laju korosi yang terjadi pada beton bertulang dihitung menggunakan pengujian potensiostat. Tingkat korosi yang terjadi diekspresikan oleh kepadatan arus (rapat arus). Semakin tinggi kepadatan arus, semakin tinggi korosi dan sebaliknya. Karena Fenomena korosi dapat disimpulkan dengan penggunaan kurva fungsi tegangan yang kemudian disebut kurva polarisasi. Laju korosi pada kurva polarisasi adalah

diekspresikan oleh kehadiran E_{corr} dan I_{corr} . Komponen penting dari uji potensiostat adalah (lihat Gambar 2) :

1. Elektroda kerja (anoda untuk setiap kondisi salinitas).
2. Elektroda referensi menggunakan elektroda referensi dalam bentuk calomel (SCE).
3. Elektroda bantu (bentuk silinder karbon dengan diameter sekitar 5mm dan panjang 20 cm).



Gambar 2 : Uji Potensiostat

Tes elektrokimia sel tiga - elektroda (potensiostat) menggunakan versastat 4 dengan versi perangkat lunak versa Studio, dengan menggunakan alat ini dapat diketahui secara langsung laju korosi logam, tetapi perhitungan dalam penelitian ini digunakan interpolasi diagram tafel secara manual di excel. Diagram tafel yang didapat adalah E_{corr} di Y absis dan I_{corr} di X. absis. Pengukuran tingkat korosi beton bertulang dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut ini sesuai dengan standar ASTM G102.

$$CR = KI \frac{I_{corr}}{\rho} EW \quad (1)$$

Dimana :

- CR : Laju Korosi (mpy)
- EW : Berat Equivalen
- I_{corr} : Arus Korosi (A)
- ρ : Density (g/cm^3)
- K1 : Konstanta (mpy)

Pengujian *Weight Loss*

Pengujian *weight loss* adalah suatu pengujian korosi dengan memperhitungkan berat yang hilang dari spesimen uji setelah ditaruh dalam suatu media dalam jangka waktu tertentu sehingga bisa diketahui laju korosinya. Perhitungan pengujian *weight loss* dengan menggunakan rumus :

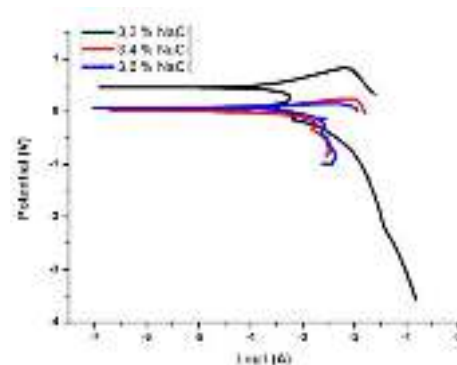
$$CR = \frac{K.W}{D.A.T} \quad (2)$$

Dimana :

- W : Berat yang hilang (gram)
- T : Waktu pengujian (jam)
- A : Luas sampel (cm^2)
- K : Konstanta (mpy) $3,45 \times 10^6$
- D : Berat jenis (g/cm^3)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Menghitung laju korosi dengan menggunakan perhitungan *potensiostat testing*. Pada pengujian elektrokimia ini menggunakan alat versastat untuk mengetahui nilai i_{corr} dan laju korosi pada beton bertulang. Berdasarkan pengujian yang dilakukan menunjukkan hasil sebagai berikut:



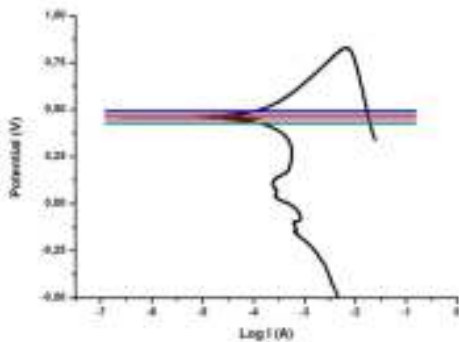
Gambar 3 : Grafik Tafel

Pada gambar 3 adalah grafik yang dihasilkan oleh mesin versastat 4 dan menggunakan software versa studio. Grafik tersebut di interpolasi unntuk mengetahui i_{corr} . Interpolasi dilakukan dengan cara menarik garis lurus terhadap sumbu Y pada titik E_{corr} (garis biru) kemudian menarik garis horizontal $\pm 0,03$ V terhadap E_{corr} (warna hijau dan merah) seperti pada gambar

4 berikut. Kemudian menarik garis yang bersinggungan dengan titik tersebut dan memotong garis E_{corr} , hasil perpotongan tersebut ditarik ke arah sumbu X dan menghasilkan $\log i_{corr}$ yang selanjutnya di masukkan ke persamaan faraday, sehingga akan menghasilkan corrosion rate, cara yang sama dilakukan untuk masing-masing konsentrasi 3,2% NaCl, 3,4% NaCl dan 3,6% NaCl sehingga didapatkan corrosion rate seperti pada tabel 5.2 berikut ini.

Tabel 1. Laju Korosi dengan Metode Elektrokimia

Salinity (% NaCl)	i_{corr} (mA/cm ²)	CR (mpy)
3,2 %	7,90	3,25
3,4 %	12,5	5,14
3,6 %	15,75	6,47



Gambar 4 : Grafik Interpolasi pada Konsentrasi 3,2 % NaCl

Penelitian polarisasi potensiodinamik ini menggunakan program versastudio yang menampilkan grafik nilai arus untuk setiap perubahan potensial, kemudian dinyatakan dalam bentuk kurva E vs log I. Beberapa parameter yang diinputkan pada software tersebut ditunjukkan pada tabel 2 berikut ini.

Tabel 2. Parameter Pengujian Potensiostat

Elektroda Kerja	Stainless Steel Mesh 304
Equivalent Weight (g)	25,12
Densitas (g/ml)	7,94
Luasan Terekspos (cm ²)	1,5
Counter Electrode	Grafit
Reference Electrode	SCE
Scan Rate (mV/s)	10

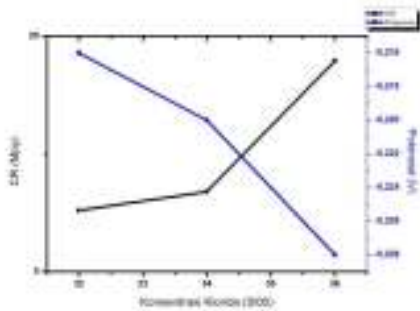
Berdasarkan deskripsi data dan grafik, dapat dinyatakan bahwa pengukuran nilai potensial pelindung dengan setengah sel potensial menggunakan elektroda referensi Cu/CuSO₄ efektif digunakan dalam sistem proteksi ICCP karena laju korosi yang diperoleh dari pengujian potensiostat masih relatif rendah, Berdasarkan uji potensiostat menunjukkan bahwa pada salinitas 3,2% laju korosi adalah 3,25 mpy, pada 3,4% salinitas laju korosi adalah 5,14 mpy, dan pada salinitas 3,6% laju korosi adalah 6,47 mpy.

Pengujian weight loss yaitu suatu pengujian korosi dengan memperhitungkan berat yang hilang dari spesimen uji setelah ditaruh dalam suatu media dalam jangka waktu tertentu. Waktu pengujian yang dilakukan selama 30 hari dan menunjukkan hasil sebagai berikut:

Tabel 3. Laju Korosi Berdasarkan Uji Weight Loss

Jenis Anoda	Kehilangan Berat (gr)	CR (mpy)
B 1.1	11,868	5,2
B 2.1	15,594	6,8
B 3.1	40,848	17,9

Berdasarkan pengujian weight loss menunjukkan bahwa pada salinitas 32 ‰ laju korosi anoda 5,2 mpy, pada salinitas 34 ‰ laju korosi anoda 6,8 mpy, dan pada salinitas 36 ‰ laju korosi anoda 17,9 mpy.



Gambar 5 : Grafik nilai laju korosi vs potensial proteksi

Laju korosi berdasarkan tabel perbandingan mpy dengan *equivalent metric – rate corrosion (NACE International, 2002)* termasuk level baik yaitu dengan range antara 5-20 mpy dan potensial proteksi anoda terhadap beton bertulang masih dalam kemungkinan tidak terjadi korosi aktif yaitu berada pada range -0,35 sampai dengan 0,2 V.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa awal 10mA saat ini paling cocok untuk diterapkan dalam 3,2% NaCl lingkungan karena merupakan yang tercepat di daerah perlindungan yang mana berada pada tingkat perlindungan -320 mV hingga -226 mV dengan pengukuran menggunakan elektroda referensi Cu / CuSO₄ dan laju korosi pada beton bertulang diklasifikasikan sebagai tingkat yang baik dengan kisaran antara 5-20 mpy berdasarkan rasio mpy ke setara metrik tingkat korosi (NACE International, 2002).

PENGHARGAAN

Penghargaan setinggi-tingginya kepada Dirjen DIKTI dan LPPM UNTAG Surabaya yang memberikan pendanaan pada penelitian ini.

REFERENSI

[1] ASTM G 102. 1999. “Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements”.

- [2] Basheer, P. A. M., dkk., 1996, “Predictive Models for Deterioration of Concrete Structures, Construction and Building Materials”, Vol. 10, No. 1, hal. 27-37.
- [3] F.Steven.Understanding Corrosion and Cathodic Protection of Reinforced Concrete Structures Page 1-2. Corpro Companies Inc.
- [4] Fontana. Corrosion Engineering 2nd Edition. 1978. New York : Mc Graw-Hill Book Company.
- [5] <http://industri.bisnis.com/read/20160527/45/52103>.
- [6] James B. Impressed Current Cathodic Protection System Design. Bushman & Associates Inc.
- [7] John Broomfield P. Corrosion of Steel in Concrete Understanding, Investigation and Repair 2nd Edition.
- [8] NACE Standard – RP 0169-2002.
- [9] Pierre, R. Handbook of Corrosion Engineering. 2000. USA : Mc.Graw-Hill Companies Inc.
- [10] Pramudiyanto, 13 Sept 2010. Corrosion of Reinforce Concrete.
- [11] RSNI T – 12 – 2004. Standard Concrete Planning For Bridges.
- [12] SNI-03-2834-1993.
- [13] SNI-03-2834-2000.
- [14] Standard Test Method for Half-Cell Potentials of Uncoated Reinforcing Steel in Concrete Annual Book of ASTM Standards. Designation: C876-90.
- [15] Sudjono. Corrosion of Reinforce Concrete Vol 2 No 3. 2005.
- [16] Suparjo. The Effect of Concrete Strength Located on Chloride Zone on Potential Cathodic Protection Demand. 2011.
- [17] Sverdrup, K.A., Duxbury, C.B., Duxbury, Alison. A.B. Salinity of Sea Water. 2003.
- [18] Thretheway and Chamberlain. 1991. “Corrosion guidelines for students and employees”. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama