

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Pada penelitian mengenai identifikasi intermetalik ini, master alloy Al-7%Si yang digunakan adalah hasil pengecoran di PT. AAA. Untuk memastikan komposisi master alloy tersebut apakah sesuai dengan yang diinginkan maka dilakukan uji komposisi menggunakan spektrometer. Komposisi *master alloy* tersebut terdapat pada tabel 3.1.

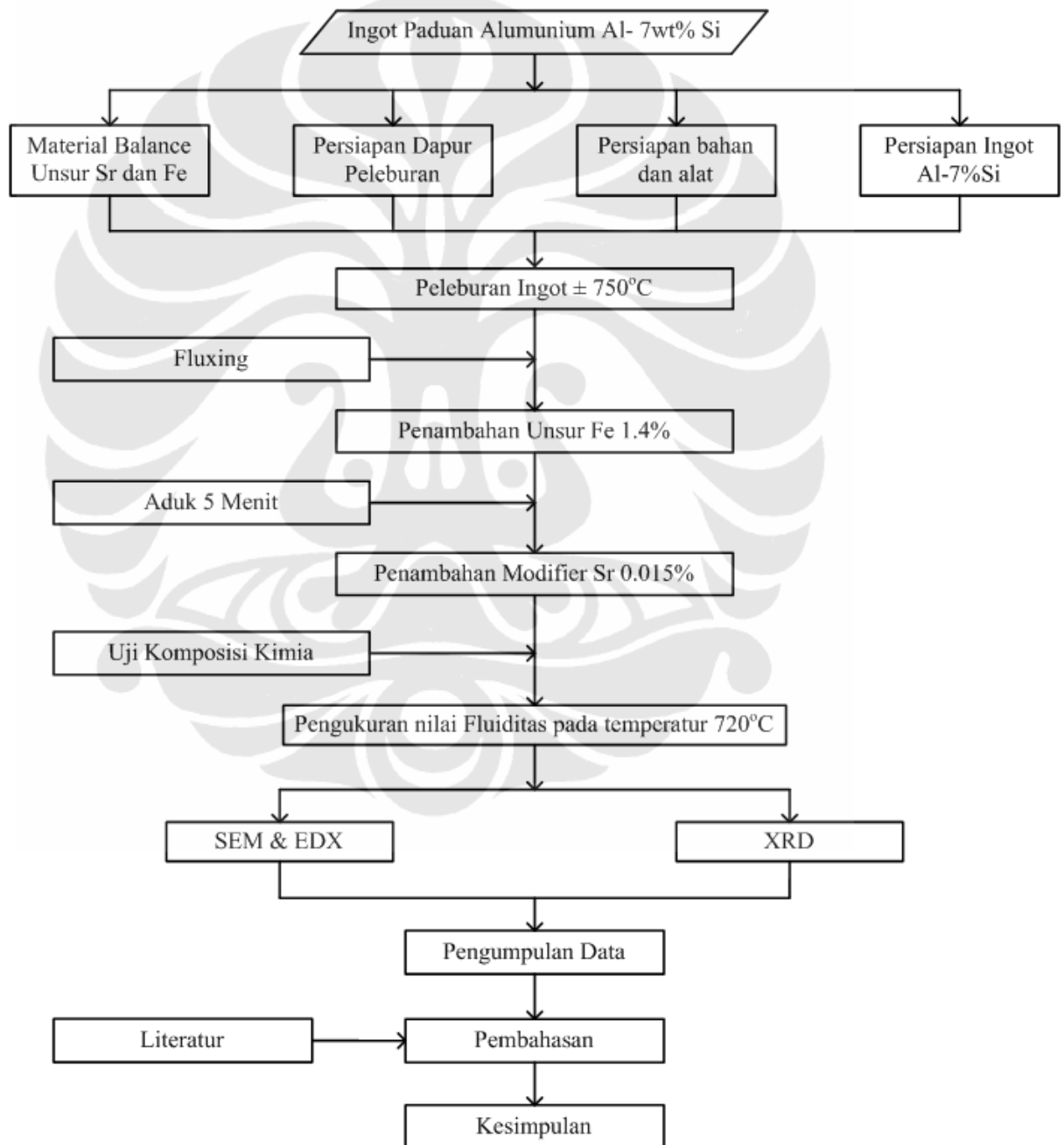
Proses selanjutnya adalah melakukan pengecoran dengan menambahkan Fe (besi) sebagai pengotor dan Sr (stronsium) sebagai *modifier*. Sebelum melakukan pengecoran tersebut terlebih dahulu melakukan persiapan – persiapan seperti melapisi setiap peralatan menggunakan *thermal coating* dan melakukan perhitungan *material balance*.

Fe ditambahkan ke dalam paduan ketika temperatur aluminium cair tersebut sudah mencapai 800 °C dalam bentuk bongkahan kecil yang dibungkus dengan aluminium foil dan kemudian diaduk. Setelah Fe tersebut larut dengan sempurna, maka modifier Sr ditambahkan dalam bentuk batangan ke dalam paduan tersebut dan diaduk lagi sampai terlarut sempurna. Setelah Fe dan Sr terlarut sempurna, maka dilakukan uji fluiditas dengan menggunakan alat uji fluiditas vakum setelah sebelumnya dipastikan terlebih dahulu temperaturnya, yaitu 720 °C.

Sampel uji fluiditas tersebut kemudian diambil dan digunakan untuk pengujian selanjutnya yaitu SEM, EDS, dan XRD. Pada pengujian SEM, dilakukan preparasi sampel terlebih dahulu seperti mounting, amplas, poles, dan etsa. Gambar mikrostruktur hasil SEM tersebut selain digunakan untuk melihat morfologi yang terbentuk, juga digunakan untuk mencari fraksi fasa intermetalik yang dihasilkan dengan menggunakan perangkat lunak PICSARA[®]. Dengan SEM

juga akan didapat data EDS yang dapat digunakan untuk perkiraan awal identifikasi senyawa intermetalik yang terbentuk.

Pengujian terakhir adalah pengujian XRD. Pengujian XRD ini dilakukan untuk mengetahui jenis senyawa fasa intermetalik dan konsentrasinya. Untuk mendapatkan data tersebut, maka data mentah hasil XRD diolah dengan menggunakan perangkat lunak X Powder[®] dan PowderX[®]. Metodologi penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian

3.2 PERALATAN DAN BAHAN PENELITIAN

3.2.1 Peralatan

Peralatan yang dipergunakan saat melakukan pengujian mampu alir (fluiditas) paduan aluminium silikon (Al-7%Si), yaitu sebagai berikut :

1. Dapur peleburan tipe krusibel dan *blower*
2. Kowi (kapasitas 1400 gr aluminium)
3. *Thermocouple* untuk pengukur temperatur (tipe *portable digital*)
4. Alat uji fluiditas vakum (*vacuum suction test*)
5. Kompresor
6. Cetakan ingot
7. Timbangan digital
8. Plunger, tang penjepit, dan sendok besi
9. Pemotong pipa, gerinda, dan gergaji besi
10. Penggaris 100 cm dan spidol permanen
11. Peralatan keselamatan (masker dan sarung tangan)

Peralatan yang dipergunakan saat melakukan pengujian komposisi kimia aluminium silikon (Al-7%Si), yaitu sebagai berikut :

1. Gergaji
2. Gerinda
3. Spektrometer

Peralatan yang dipergunakan saat melakukan pengujian mikrostruktur paduan aluminium silikon (Al-7%Si), yaitu sebagai berikut :

1. Gergaji
2. Obeng
3. Mesin amplas
4. Mesin poles
5. *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan EDAX

Peralatan yang dipergunakan saat melakukan pengujian kandungan senyawa pada paduan aluminium silikon (Al-7%Si), yaitu sebagai berikut :

1. Gergaji
2. Obeng

3. Mesin amplas
4. X-Ray Diffraction

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan untuk melakukan pengujian mampu alir (fluiditas) paduan aluminium silikon (Al-7%Si), yaitu sebagai berikut :

1. Ingot paduan aluminium silikon (Al-7%Si)
2. Unsur Fe (Al-80%Fe), efektifitas 95%
3. *Modifier* stronsium (Al-10%Sr)
4. Pipa tembaga (ukuran 6.35 x 0.36x 800 mm)
5. *Flux coveral*
6. *Thermal coating*
7. Briket batubara
8. Resin dan Hardener
9. Kertas amplas, kain poles, dan Al₂O₃
10. Zat etsa HF (Hidrogen Fluorida) 0,5 %

3.3 PROSEDUR PENELITIAN

3.3.1 Pembuatan dan Pengujian Aluminium Silikon (Al-7%Si)

Pengecoran Master Alloy Al-7%Si dan Al-11%Si dilakukan di PT AAA. Silikon ditambahkan pada komposisi tertentu sehingga didapat kadar Al-Si yang diharapkan. Pengujian komposisi kimia dilakukan untuk mengetahui komposisi paduan aluminium silikon (Al-7%Si) dari ingot yang dibuat melalui proses pengecoran, sehingga akan diketahui komposisi kimianya sudah sesuai dengan yang diinginkan atau belum.

Tabel 3. 1 Komposisi kimia Master Alloy Al-7wt%Si

	Al	Si	Fe	Cu	Mg	Cr	Ti	Sn	Pb	Ca	Pb
1.	92.777	7.0059	0.1309	0.0501	0.0011	0.0015	0.0100	0.0087	0.0129	0.0012	0.0003
2.	92.828	6.9611	0.1297	0.0501	0.0011	0.0015	0.0094	0.0077	0.0103	0.0012	0
3.	92.656	7.1232	0.1336	0.0501	0.0011	0.0015	0.0099	0.0095	0.0136	0.0012	0.0002
Ave	92.754	7.0301	0.1314	0.0501	0.0011	0.0015	0.0098	0.0086	0.0123	0.0012	0.0002

3.3.2 Persiapan Penelitian

3.3.2.1 Perhitungan Material Balance

Perhitungan yang akan dilakukan menggunakan ingot murni paduan aluminium silikon (Al-7%Si) yaitu sebesar 1400 gram, disesuaikan dengan kapasitas kowi yang akan digunakan. Unsur Fe yang ditambahkan berupa master alloy (Al-80%Fe), *modifier* stronsium yang digunakan juga berupa *master alloys* (Al-10%Sr). Untuk itu dapat dilakukan perhitungan *material balance* agar didapatkan berat dari Sr yang harus ditambahkan dengan berat total dibuat konstan 1400 gram. Perhitungan penambahan stronsium (Sr) yang dilakukan ke dalam aluminium dapat dilihat pada tabel 3.2. Pada perhitungan kadar Fe, diketahui tingkat efektifitasnya adalah sebesar 95%. Sehingga perhitungan penambahan besi (Fe) yang dilakukan ke dalam aluminium dapat dilihat pada tabel 3.3.



Gambar 3. 2 Timbangan digital

Tabel 3. 2. Perhitungan stronsium (Sr) yang ditambahkan

Sr yang diharapkan	Perhitungan penambahan Sr (Al-10%Sr)
0.015%	$\frac{0.015}{100} (1400gr) \times 10 = 2.1gr$

Tabel 3. 3. Perhitungan besi (Fe) yang ditambahkan

Fe yang diharapkan	Perhitungan penambahan Fe (Al-80%Fe) efektifitas 95%
1.4%	$\frac{1.4}{100} (1400gr) \times \frac{100}{80} \times \frac{100}{95} = 25.79gr$

Setelah dilakukan perhitungan *material balance* untuk menentukan berat alumunium silikon (Al-7%Si), unsur Fe (Al-80% Fe) dan *modifier* stronsium (Al-10%Sr) yang digunakan berdasarkan kapasitas kowi yaitu 1400 gr, maka dilakukan pemotongan sampel dari ketiga variabel tersebut, sehingga diperoleh:

Tabel 3. 4. Material balance percobaan yang dilakukan

Sampel	Sr	Fe	Al
1	0.015 % (2.1 gr)	1.4 % (25.79 gr)	1372 gr

Bentuk Fe dan Sr yang ditambahkan pada proses pengecoran berupa bentuk padatan. Alat-alat yang akan dipergunakan untuk proses pengecoran seperti kowi, plunger, sendok besi, dan tang penjepit *dicoating* terlebih dahulu dan dilakukan *preheating*.

3.3.2.2 Persiapan Alat dan Bahan

Alat pengujian fluiditas vakum (Gambar 3.4) pertama-tama harus diatur terlebih dahulu besarnya tekanan yang digunakan, yaitu sebesar 8 in Hg. Tekanan ini dibuat konstan untuk semua sampel pengujian. Pipa tembaga merupakan bagian dari alat pengujian fluiditas vakum ini yang sifatnya *consumable*. Pipa tembaga ini memiliki spesifikasi standar ASTM B-88N.S ¼” 0.D x 0.89 mm WT x 5,8 m. Pipa yang panjang awalnya 5,8 meter, kita potong-potong menjadi 80 cm (Gambar 3.3).



Gambar 3. 3 Pipa tembaga yang telah dipotong



Gambar 3. 4 Foto alat uji fluiditas vakum

3.3.3 Proses Peleburan



Gambar 3. 5 Blower dan aluminium yang telah melebur

Proses peleburan dilakukan dengan menggunakan dapur krusibel berbahan bakar briket batubara yaitu untuk komposisi Fe 1.4 dan Sr 0.015%. Bejana (kowi) yang digunakan terbuat dari bahan refraktori dengan kapasitas ± 1400 gram aluminium cair. Untuk meningkatkan intensitas pembakaran, dilakukan penghembusan udara dengan menggunakan *blower* melalui celah pada bagian bawah dari dapur peleburan.

Sebelum digunakan untuk melebur aluminium, dapur krusibel dan peralatan yang akan digunakan diberikan *thermal coating* untuk menjaga umur peralatan tersebut. *Furnace* kemudian disiapkan dengan menyusun krusibel

diantara briket batubara yang digunakan sebagai media pembakaran dan menggunakan bantuan *blower* untuk mempercepat proses pemanasan. Setelah dapur cukup panas, material aluminium silikon (Al-7%Si) yang telah ditimbang sebelumnya, sedikit demi sedikit dimasukkan dalam bejana (kowi) hingga mencair.

3.3.4 Proses Fluxing

Setelah seluruh material aluminium Al-7%Si mencair seluruhnya, kemudian ditaburkan *cover flux* keatas permukaan aluminium cair yang berada di dalam bejana. Tujuannya adalah untuk mengikat kotoran-kotoran berupa oksida-oksida dan *impurities* lainnya yang terdapat di dalam aluminium cair. Sebelum ditambahkan, flux dipanaskan terlebih dahulu untuk mengurangi kandungan air sehingga tidak terjadi percikan logam aluminium ketika ditambahkan. Kotoran yang telah berikatan dengan *fluxing agent* dibuang dengan cara *drossing* di permukaan aluminium dengan menggunakan sendok plat besi yang telah di-*coating* dan selanjutnya dibuang.

3.3.5 Penambahan Elemen Pengotor (Fe)

Elemen pengotor (Fe) ditambahkan dalam bentuk bongkahan kecil Al-Fe pada temperatur di atas 800°C. Cara memasukkan Fe ke dalam aluminium cair adalah dengan dibungkus dengan aluminium foil terlebih dahulu sehingga diharapkan tidak ada Fe yang terbakar dan hilang sia – sia.

Setelah besi dimasukkan ke dalam aluminium cair, dilakukan pengadukkan hingga bongkahan Al-Fe larut dan bercampur secara merata dengan aluminium cair.

3.3.6 Proses Pemasukkan Sr pada Cairan Aluminium

Pada pengujian kali ini, digunakan stronsium dalam bentuk batangan yang telah dipotong dan ditimbang sesuai dengan perhitungan *material balance* pada tabel 3.2 di atas. Stronsium dimasukkan ke dalam logam aluminium yang telah mencair pada suhu sekitar 740°C, sehingga efek *fading* tidak terjadi. Karena dari suhu 740°C menjadi 720°C hanya berkisar antara 10-15 menit. Sementara menurut literatur^[29], efek *fading* pada stronsium akan terjadi setelah 3-4 jam dicairkan.

3.3.7 Pengujian Komposisi Kimia dengan *Spectrometer*

Aluminium cair yang telah ditambahkan unsur Fe dan Sr sebelum dilakukan pengambilan sampel maka dilakukan pengujian komposisi menggunakan alat *optical emission spectrometer* yang menghasilkan data berupa prosentase unsur yang terkandung di dalam paduan aluminium tersebut. Pengujian ini dilakukan dengan tujuan untuk memastikan komposisi paduan apakah sudah sesuai dengan yang diharapkan atau belum.

3.3.8 Proses Pengambilan Sampel untuk SEM dan XRD

Setelah aluminium mencair seluruhnya, cairan tersebut dicek terlebih dahulu temperaturnya sebelum dilakukan pengujian fluiditas. Temperatur tuang yang diinginkan untuk melakukan pengambilan sampel adalah pada temperatur 720°C. Temperatur dapat diketahui dengan menggunakan alat *thermocouple* (tipe *portable digital*).

Alat yang digunakan untuk mengambil sampel ini adalah alat uji fluiditas yang terdiri atas 2 (dua) sistem, yaitu sistem *vacuum* dan kontrol pergerakan (*moving control*). Sistem vakum berfungsi untuk memberikan tekanan *vacuum* tertentu ke dalam media cetakan yang dibangkitkan melalui generator *vacuum*. Tekanan yang dihasilkan oleh generator dijaga oleh *vacuum chamber* yang telah dikalibrasi melalui *pressure calibration method*. Sebelumnya telah dilakukan perhitungan agar tekanan yang dibangkitkan menghasilkan ketinggian tertentu yang memudahkan pengamatan. Tekanan tersebut kemudian dialirkan ke suatu batang yang memiliki dua katup otomatis, dimana pada ketinggian tertentu katup akan membuka *valve* sehingga terjadi tarikan aluminium cair. Sementara sistem kontrol pergerakan dibangkitkan oleh kompresor yang akan menggerakkan piston sehingga membantu naik turun pipa media cetakan agar stabil. Media cetakan yang digunakan adalah pipa tembaga dimana memiliki stabilitas yang relatif baik di temperatur tuang aluminium, dengan panjang 80 cm untuk mencegah terpengaruhnya sistem pengukuran ketika didapatkan ketinggian maksimum.

Pengambilan sampel dilakukan secara semi otomatis dimana piston akan menurunkan pipa tembaga yang akan bertindak sebagai cetakan aliran logam cair ke kedalaman tertentu dari krusibel. Dengan menekan tuas pada alat uji fluiditas vakum, pipa tembaga yang telah dipasang akan bergerak turun dengan bantuan

hidrolik. Saat pipa mencapai bawah dan masuk ke dalam aluminium cair, sensor pada alat tersebut tertekan dan vakum akan menghisap logam cair dengan tekanan yang telah diatur sebesar 8 in Hg. Proses penghisapan ini dibuat konstan hanya dalam waktu 3 detik untuk setiap sampel agar menghindari pipa tembaga tidak ikut melebur. Dalam 3 detik, maka operator alat akan menaikkan piston melalui hand valve untuk melihat panjang fluiditas dari aluminium cair. Panjang fluiditas dapat terlihat secara visual dengan melihat jejak oksidasi berwarna hitam keabuan di sepanjang pipa tembaga. Skema dari alat pengujian fluiditas vakum dapat dilihat pada gambar 3.4.

3.3.9 Pengamatan Struktur Mikro menggunakan SEM

Sebelum dilakukan pengamatan struktur mikro menggunakan SEM (Secondary Electron Microscope), sampel yang akan diuji harus melalui tahapan – tahapan sebagai berikut:

1. *Mounting*

Proses *mounting* bertujuan menempatkan sampel pada suatu media, untuk memudahkan penanganan sampel yang berukuran kecil dan tidak beraturan tanpa merusak sampel. Media *mounting* yang digunakan berupa resin dan hardener yang diletakkan terlebih dahulu di cetakan sebelum diletakkan sampel. Untuk mempersingkat proses preparasi dalam satu *mounting* berisikan 4 buah sampel atau 3 buah sampel. *Mounting* dilakukan dengan menambahkan resin dan hardener di cetakan yang terlebih dahulu diletakkan sampel.



Gambar 3. 6 Sampel setelah dilakukan *mounting*

2. Pengamplasan (*Grinding*)

Pengamplasan dilakukan dengan menggunakan kertas amplas dengan amplas nomor grid #360, #400, #600, #800, #1000, dan #1500, yang dilakukan secara bertahap dimulai dari amplas dengan nomor grid paling kecil (kasar) ke nomor grid yang besar (halus). Proses pengamplasan dilakukan dengan dialiri air yang bertujuan untuk menghindari panas akibat gesekan permukaan sampel dengan amplas dan untuk membuang geram hasil pengamplasan agar tidak menggores permukaan sampel. Proses pengamplasan ini bertujuan untuk mendapatkan kehalusan permukaan dan menghilangkan goresan-goresan kasar pada permukaan sampel.

3. Pemolesan (*Polishing*)

Sampel yang permukannya telah halus dan rata kemudian akan dipoles dengan menggunakan mesin pemoles dan zat poles Al_2O_3 . Proses ini dilakukan setelah pengamplasan dengan tujuan untuk menghilangkan goresan-goresan akibat pengamplasan, sehingga didapatkan permukaan yang lebih halus dan mengkilap.

4. Etsa (*Etching*)

Untuk mengamati mikrostruktur perlu dilakukan etsa, yaitu proses korosi terkontrol yang bertujuan untuk mengikis batas butir. Untuk pengamatan struktur aluminium zat etsa yang diberikan adalah HF 0.5% pada bagian permukaan sampel (± 30 detik). Setelah dilakukan etsa kemudian sampel akan dibersihkan dengan air dan alkohol 70% dan dikeringkan.



Gambar 3. 7 *Secondary Electron Microscope (SEM)*

Setelah semua proses tersebut dilakukan maka sampel di amati mikrostrukturnya menggunakan SEM sehingga dapat diketahui jumlah, morfologi dan ukuran dari fasa-fasa utama yang terbentuk pada paduan AlFeSi seperti α -AlFeSi dan β -AlFeSi. Dengan menggunakan SEM diharapkan dapat mengidentifikasi fasa intermetalik dari morfologinya dimana fasa α -AlFeSi mempunyai bentuk chinese script dan fasa β -AlFeSi mempunyai morfologi seperti pelat dan jarum-jarum dengan perbesaran 500X, 1000X dan 2000X. Selain itu dari gambar mikrostruktur yang dihasilkan juga dapat dicari persen fraksi intermetalik yang terbentuk dengan menggunakan perangkat lunak Picasara[®].

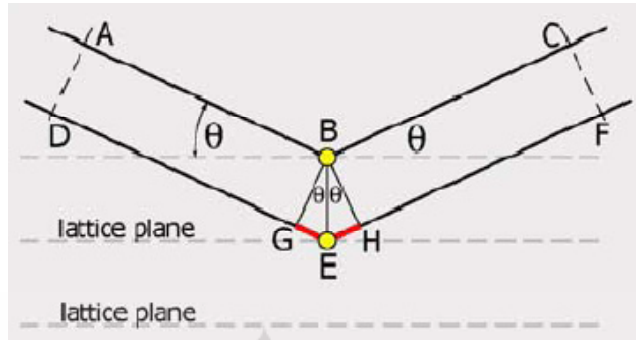
Selama pengujian SEM dilakukan pengujian komposisi tiap partikel dengan menembaknya menggunakan EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*) untuk mengidentifikasi fasa-fasa intermetalik yang mungkin terbentuk dari komposisi unsur yang terdapat dalam sampel. Dengan membandingkan masing-masing presentase dari atom-atom unsur yang menyusunnya maka diharapkan dapat diketahui jenis dari intermetaliknnya. Sampel uji untuk pengamatan mikrostruktur ini diambil dari bagian ujung paling atas tabung hasil uji fluiditas.

3.3.10 Identifikasi jenis dan kuantitas intermetalik dengan XRD

Hasil pengujian XRD adalah berupa grafik dimana sumbu x adalah 2θ dan sumbu y adalah intensitas. Dari titik – titik pada sumbu x yang membentuk puncak tersebut dicocokkan dengan *database* senyawa menggunakan perangkat lunak X Powder[®] sehingga akan dapat diketahui jenis – jenis senyawa apa saja yang terdapat dalam sampel, dimana dalam pengujian ini lebih memfokuskan mencari senyawa intermetali α -AlFeSi dan β -AlFeSi.

Prinsip kerja XRD adalah bahwa elektron yang berada pada bidang elektromagnetik akan bertolak dengan frekuensi yang sama (gambar 3.8). Ketika berkas x-ray menumbuk atom, elektron disekitar atom akan mulai terpantul kesegala arah dengan frekuensi yang sama sebagai berkas sinar datang.

Hasil dari XRD dapat digunakan untuk mendeteksi secara kualitatif senyawa yang terkandung dalam suatu material. Setiap senyawa pasti memiliki posisi 2θ yang berbeda.



Gambar 3. 8 Geometri pemantulan X-Ray.

Hasil dari XRD dapat digunakan untuk mendeteksi secara kualitatif senyawa yang terkandung dalam suatu material. Setiap senyawa pasti memiliki posisi 2θ yang berbeda.

Tahap selanjutnya adalah mencari presentase senyawa intermetalik α -AlFeSi dan β -AlFeSi yang terbentuk dari tiap sampel yang dilakukan pengujian. Hal tersebut dapat dilakukan dengan cara mencari luas area dibawah puncak – puncak senyawa yang jenisnya sudah kita identifikasi dan kemudian membaginya dengan total luas area dari semua puncak – puncak yang terbentuk. Perangkat lunak yang digunakan untuk emncari luas area dibawah puncak – puncak tersebut adalah PowderX[®].

Sebelum melakukan pengujian XRD harus melakukan persiapan sampel seperti memotongnya sampel dengan panjang ± 2 cm kemudian membelahnya sehingga didapatkan permukaan yang datar. Akan tetapi karena sampelnya yang kecil dan berbentuk silnder maka sangat susah untuk membelahnya menjadi 2 sama besar dengan permukaan yang datar. Untuk mengantisipasi hal tersebut maka permukaan sampel tersebut diampelas sehingga didapat permukaan sampel sesuai dengan yang diinginkan.