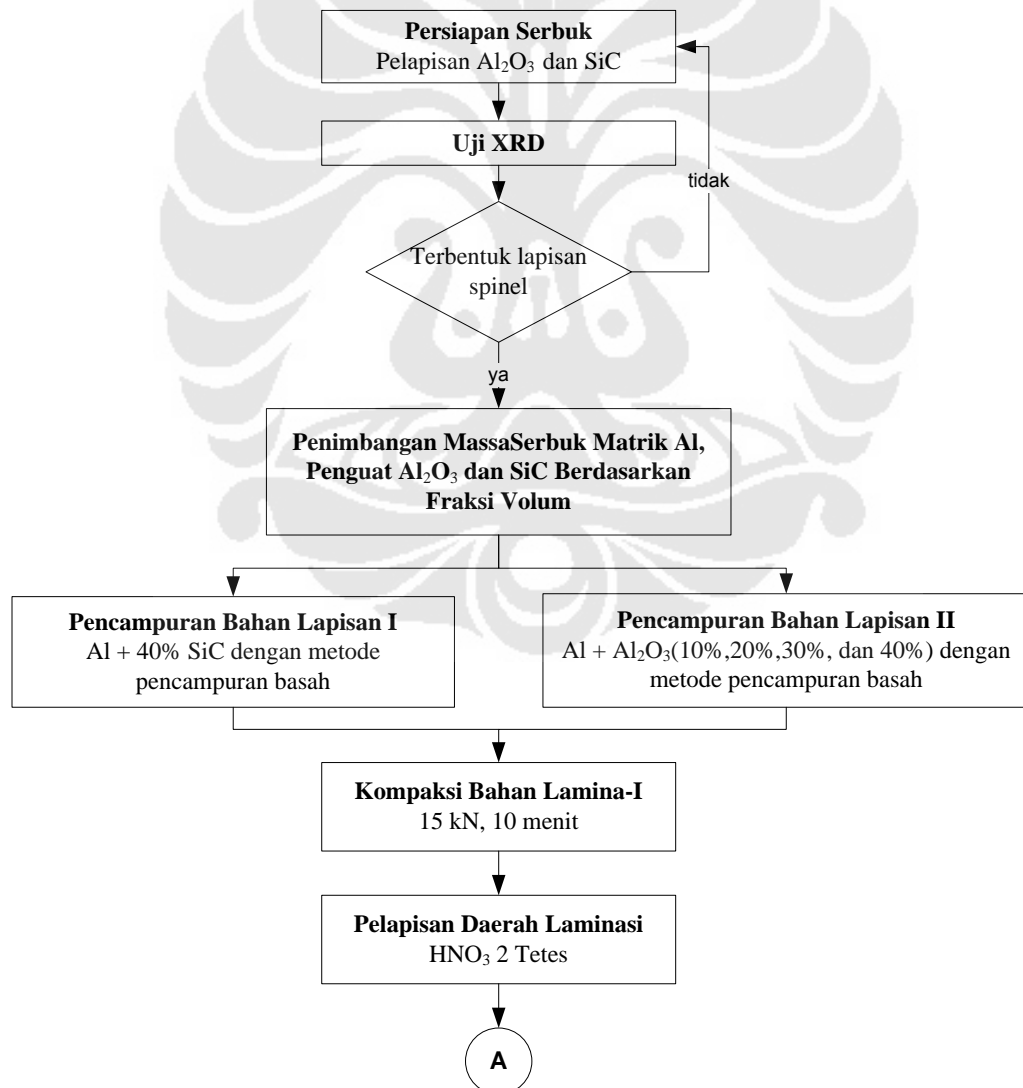


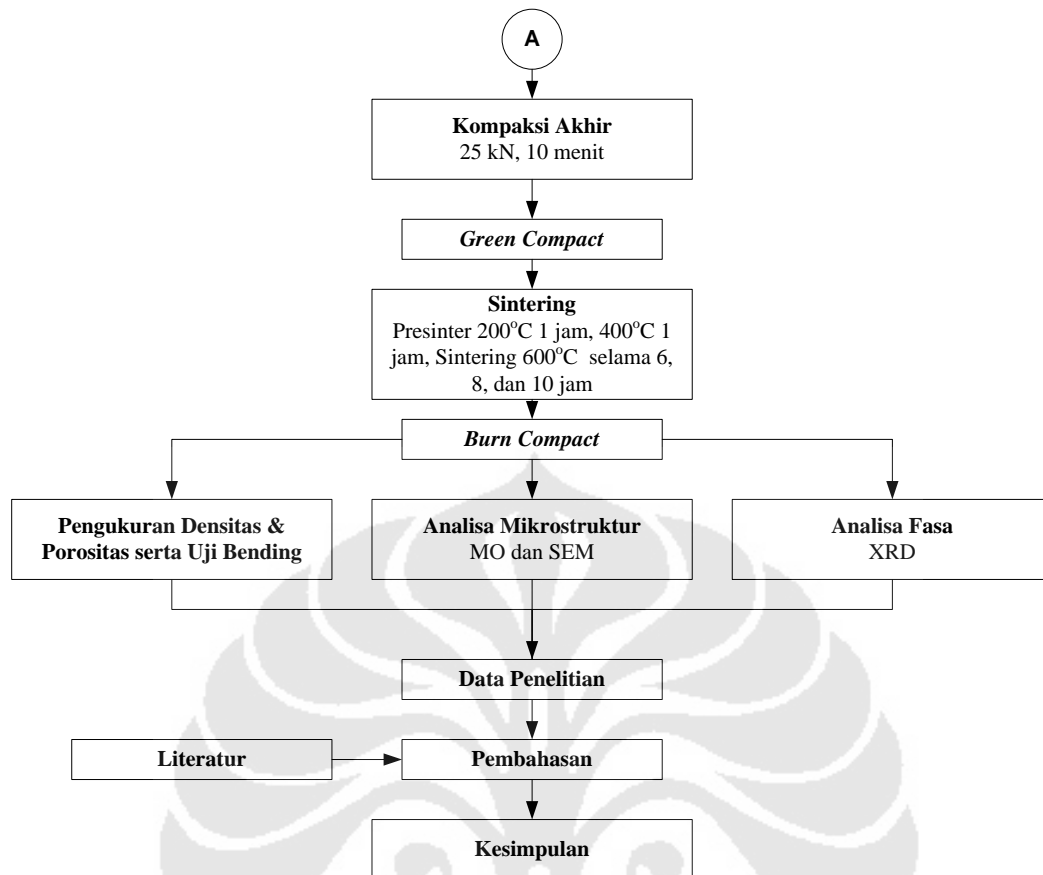
BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Pada penelitian ini akan dibuat komposit laminat hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃ dengan menggunakan menggunakan metode metalurgi serbuk, dimana sebelumnya dilakukan proses *electroless plating* pada partikel penguat untuk meningkatkan pembasahan. Variabel proses yang digunakan adalah waktu tahan sinter 6, 8, dan 10 jam, serta fraksi volume penguat Al₂O₃ sebesar 10, 20, 30 dan 40 %. Secara umum, diagram alir dari penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian (lanjutan)

3.2 Alat & Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Timbangan analitik untuk penimbangan massa bahan.
2. Spatula, kertas pembungkus, dan plastik untuk persiapan serbuk.
3. *Ultrasonic Cleaner* untuk membersihkan serbuk SiC.
4. Tabung Erlenmeyer, *crucible*, dan gelas ukur.
5. *Magnetik stirrer* untuk proses pencampuran basah.
6. Cetakan sampel (*dies*) dan Mesin Kompaksi *Krisbow*.
7. Oven untuk pengeringan.
8. *Tube Furnace* untuk proses sinter.
9. Jangka sorong dengan ketelitian 0,01 mm.
10. Beaker glass 1000 ml dan tali untuk uji densitas dan porositas.

11. Mikroskop Optik untuk foto mikro sampel.
12. SEM, untuk pengujian struktur mikro sampel
13. XRD, untuk pengujian fasa lapisan SiC dan Alumina maupun pada daerah laminasi.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini antara lain:

1. Serbuk Aluminium Merck dengan densitas $2,7 \text{ gr/cm}^3$, bentuk partikel rata-rata dendritik dan modulus elastisitas 71 Gpa, dan titik leleh 660°C .
2. Serbuk Silikon Karbida (SiC) dengan densitas rata-rata $2,9 \text{ gr/cm}^3$, modulus elastisitas 380 Gpa.
3. Serbuk Al_2O_3 AICOA, 99% jenis α -alumina dengan densitas $3,8 \text{ gr/cm}^3$ dan modulus elastisitas 400 Gpa, serta titik leleh Al_2O_3 1750°C .
4. HNO_3 (69%), sebagai media untuk *coating* dan pelapisan daerah laminasi.
5. Magnesium sebagai bahan pelapisan.
6. Alkohol 70% sebagai pelarut polar saat pencampuran basah/*wet mixing*.
7. Serbuk *Zinc Stearat* (ZnO), sebagai pelumas memiliki densitas $1,09 \text{ gr/cm}^3$, temperatur leleh $=130^\circ\text{C}$.

3.3 Proses Pelapisan Al_2O_3 dan SiC

3.3.1 Pembersihan Partikel SiC

Pembersihan partikel SiC dilakukan dengan menggunakan alat *ultrasonic cleaner*. Sedangkan partikel Al_2O_3 tidak membutuhkan perlakuan pembersihan karena merupakan α - Al_2O_3 murni. Tahapan pembersihan SiC ini adalah sebagai berikut:

1. Mempersiapkan dan membersihkan *ultrasonic cleaner* yang akan digunakan.
2. Mengisi *ultrasonic cleaner* dengan air sampai batas yang ditentukan.
3. Memasukkan serbuk SiC yang akan dibersihkan ke dalam *beaker glass* dan menambahkan alkohol 70% ke dalamnya.
4. Meletakkan *beaker glass* yang berisi serbuk SiC dan Alkohol ke dalam *ultrasonic cleaner*.
5. Mengatur waktu pembersihan dan menyalakan *alat ultrasonic cleaner*.

6. Mengulangi proses ini sampai kondisi alkohol bening.
7. Mengeringkan SiC yang telah dibersihkan dengan menggunakan oven pada temperatur 100°C selama 1 jam.

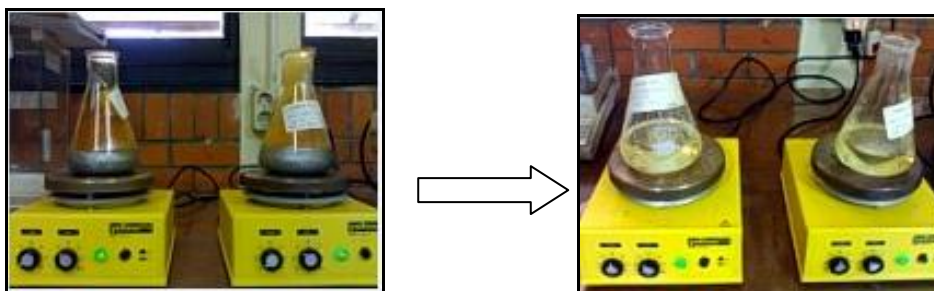


Gambar 3.2 *Ultrasonic Cleaner*

3.3.2 Pembuatan Larutan Pelapisan

Larutan pelapisan digunakan untuk melapisi penguat yaitu serbuk Al_2O_3 dan serbuk SiC sehingga akan terbentuk lapisan *spinel* yang memudahkan proses pembasahan antara penguat SiC dan Al_2O_3 dengan matrik Al. Berikut ini merupakan tahapan pembuatan larutan pelapis untuk melapisi sebanyak 16 gram serbuk penguat:

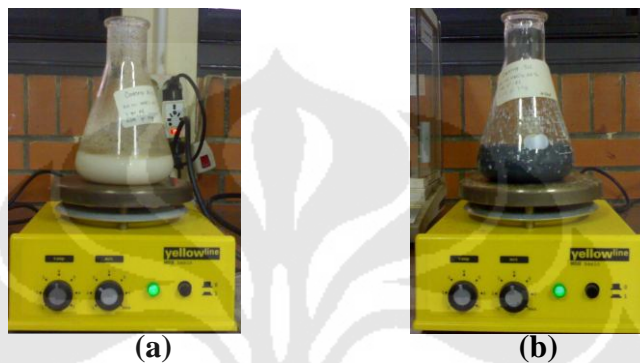
1. Mencampurkan serbuk Al sebanyak 0,5 gr dengan serbuk Mg sebanyak 0,02 gr ke dalam HNO_3 40 ml dengan menggunakan tabung erlenmeyer.
2. Meletakkan tabung erlenmeyer yang berisi campuran di atas pada *magnetic stirrer*.
3. Menyalakan dan mengatur kecepatan serta temperatur *magnetic stirrer*. Pencampuran dilakukan sampai larutan berwarna bening dan jernih



Gambar 3.3 Proses Pembuatan Larutan Pelapisan

3.3.3 Proses Pelapisan

SiC yang telah dibersihkan dan Alumina dilapisi dengan larutan pelapis yang dibuat sebelumnya. Setiap larutan sesuai standar sebelumnya digunakan untuk melapisi Alumina maupun SiC sebanyak 16 gram dengan pengadukan selama sekitar 30 menit. Campuran yang telah dikeringkan dipanaskan bertahap dengan menggunakan oven dari 200°C selama 1 jam lalu dilanjutkan 400°C selama 2 jam.



Gambar 3.4 Proses Pelapisan Al₂O₃ (a) dan SiC (b)

3.4 Pembuatan Komposit Laminat Hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃

3.4.1 Penentuan Fraksi Volume Penguat dan Matriks

Sampel komposit laminat hibrid ini dibuat dari dua lamina, terdiri dari satu komposit isotropik Al/SiC dan satu komposit isotropik Al/Al₂O₃ dengan ukuran masing-masing lamina adalah:

$$7\text{ cm} \times 1\text{ cm} \times 0,1\text{ cm} = 0,7\text{ cm}^3$$

Bahan yang digunakan adalah Aluminium ($\rho_m = 2.7\text{ gram/cm}^3$), SiC ($\rho_m = 2.9\text{ gram/cm}^3$), Al₂O₃ ($\rho_f = 3.8\text{ gram/cm}^3$) dengan perbandingan fraksi volume seperti yang terlihat pada tabel 3.1.

Tabel 3.1 Fraksi Volume Matriks dan Penguat pada Komposit Laminat Hibrid

Lamina I		Lamina 2	
Al/SiC [Konstan]		Al/Al ₂ O ₃ [Variabel]	
Vf SiC (%)	Vf Al (%)	Vf Al ₂ O ₃ (%)	Vf Al (%)
40	60	10	90
40	60	20	80
40	60	30	70
40	60	40	60

Massa dari masing-masing bahan yang digunakan dapat diketahui dengan menggunakan persamaan dibawah ini:

$$V_f = \frac{v_f}{v_c} ; V_m = \frac{v_m}{v_c} \quad (3.1)$$

$$\rho_f = \frac{m_f}{v_f} ; \rho_m = \frac{m_m}{v_m} \quad (3.2)$$

$$v_f = \frac{m_f}{\rho_f} ; v_m = \frac{m_m}{\rho_m} \quad (3.3)$$

$$V_f = \frac{m_f}{\rho_f v_c} ; V_m = \frac{m_m}{\rho_m v_c} \quad (3.4)$$

Sehingga:

$$m_f = V_f \cdot v_c \cdot \rho_f \text{ dan } m_m = V_m \cdot v_c \cdot \rho_m \quad (3.5)$$

Dimana :

V_f	=	Fraksi volum penguat / <i>reinforced</i> (%)
V_m	=	Fraksi volum matriks (%)
v_c	=	volume penguat
v_f	=	volum penguat / <i>reinforced</i> (cm ³)
v_m	=	volum matriks (cm ³)
m_f	=	massa penguat / <i>reinforced</i> (gram)
m_m	=	massa matriks (gram)
ρ_f	=	densitas penguat / <i>reinforced</i> (g/cm ³)
ρ_m	=	densitas matriks (g/cm ³)
ρ_c	=	densitas komposit (g/cm ³)



Gambar 3.5 Timbangan Digital

Massa bahan yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Massa Matriks dan Penguat pada Komposit Laminat Hibrid

Lamina 1 (Al/SiC)				Lamina 2 (Al/Al ₂ O ₃)			
Vf Al (%)	Vf SiC (%)	Massa Al (gr)	Massa SiC (gr)	Vf Al (%)	Vf Al ₂ O ₃ (%)	Massa Al (gr)	Massa Al ₂ O ₃ (gr)
60	40	1,134	0,812	90	10	1,701	0,266
60	40	1,134	0,812	80	20	1,512	0,532
60	40	1,134	0,812	70	30	1,323	0,798
60	40	1,134	0,812	60	40	1,134	1,064

3.4.2 Proses Pencampuran

Pencampuran antara matriks dan penguat dalam pembuatan komposit laminat hibrid ini dilakukan dengan proses pencampuran basah, tahapannya adalah sebagai berikut:

1. Mempersiapkan matriks dan penguat yang akan dicampur sesuai dengan fraksi volume masing-masing.
2. Memasukkan matriks dan penguat ke dalam *crucible* kecil dan menambahkan 20 ml alkohol 70% ke dalamnya.
3. Mengaduk campuran dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 80°C selama 30 menit.
4. Mengeringkan campuran menggunakan oven dengan temperatur 100°C selama 30 menit agar alkohol benar-benar menguap.
5. Campuran yang telah kering digerus kembali agar tidak menggumpal.



Gambar 3.6 Proses Pencampuran Matriks dan Penguat

3.4.3 Proses Kompaksi

Proses kompaksi dilakukan dengan menggunakan mesin kompaksi Krisbow. Kompaksi yang digunakan adalah *single pressing* dalam keadaan *cold compacting* dilingkungan atmosfer. Tahapan kompaksi adalah sebagai berikut:

1. Mempersiapkan dan membersihkan cetakan kompaksi.
2. Mengolesi dinding cetakan dengan menggunakan serbuk Zinc Stearat (ZnO) sebagai pelumas.
3. Memasukkan lapisan pertama yaitu campuran Al-SiC ke dalam cetakan.
4. Meletakkan cetakan pada mesin kompaksi.
5. Memberikan pembebanan tekukan kompaksi sebesar 15 kN selama 10 menit.
6. Melepaskan cetakan dari mesin kompaksi.
7. Melapisi lapisan pertama dengan HNO_3 sebanyak 2 tetes (0,2 ml) dengan menggunakan pipet tanpa melepaskannya dari cetakan.
8. Memasukkan lapisan kedua yaitu campuran Al- Al_2O_3 ke dalam cetakan.
9. Meletakkan cetakan kembali ke mesin kompaksi.
10. Memberikan pembebanan akhir sebesar 25kN selama 10 menit.
11. Mengeluarkan bakalan komposit (*green compact*) dari dalam cetakan.



Gambar 3.7 Mesin Kompaksi

3.4.4 Proses Sinter

Proses sinter dilakukan dengan menggunakan *Tube Furnace* dengan atmosfer gas Nitrogen (N_2) untuk menghindari terjadinya oksidasi pada bakalan komposit. Proses sinter dilakukan dengan menggunakan 3 variabel waktu tahan sinter, yaitu 6, 8, dan 10 jam. Tahapan dari proses sinter yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel sebanyak 8 buah untuk setiap variabel temperatur sinter.
2. Meletakkan sampel pada *tray* (wadah yang terbuat dari keramik) dan memasukkannya ke dalam *tube furnace*.
3. Memasang penutup *tube furnace* sampai benar-benar rapat.
4. Mengalirkan gas Nitrogen untuk mengkondisikan atmosfer di dalam *tube furnace* sehingga tidak ada oksigen yang dapat menyebabkan terjadinya oksidasi pada bakalan komposit yang akan di sinter. Gas nitrogen ini terus dialirkan selama proses sinter.
5. Melakukan proses pre-sinter pada temperatur $200^{\circ}C$ selama 60 menit dan dilanjutkan dengan $400^{\circ}C$ selama 60 menit dengan laju kenaikan temperatur sebesar $5^{\circ}C$ /menit.
6. Melakukan proses sinter pada temperatur $600^{\circ}C$ dengan variasi waktu tahan selama 6, 8, dan 10 jam.
7. Mengeluarkan sampel yang telah di sinter (*burn compact*) dari dalam *tube furnace* setelah temperatur mencapai temperatur kamar.



Gambar 3.8 *Tube Furnace*

3.5 Pengujian pada Komposit Laminat Hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃

3.5.1 Pengujian Densitas dan Porositas Sintering

Pengujian densitas dan porositas dilakukan untuk mengetahui hubungan antara fraksi volume penguat Al₂O₃ dan waktu tahan sinter terhadap nilai densitas dan porositas material komposit laminat hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃. Pengujian densitas dan porositas dilakukan dengan metode Archimedes. Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM 378-88. Tahapan pengujian densitas dan porositas ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan diuji densitas dan porositasnya.
2. Menyiapkan timbangan digital, *beaker glass* 1000ml, gelas plastik, kawat, tali, dan air.
3. Menimbang berat kering masing-masing sampel setelah terlebih dahulu dilakukan pemanasan di dalam oven pada temperatur 150°C selama 45 menit untuk menghilangkan uap air yang terperangkap di dalam sampel.
4. Mencatat berat kering sampel.
5. Memasukkan sampel ke dalam wadah yang sudah berisi air hingga tidak ada lagi gelembung-gelembung udara pada sampel.
6. Menimbang berat air yang sudah terisi di dalam beaker glass 1000 ml untuk mencari nilai densitas air yang nantinya akan digunakan untuk uji densitas dan porositas.
7. Menimbang berat sampel di dalam air dengan cara memasukkan sampel yang digantung dengan tali sehingga keseluruhan permukaan sampel tercelup oleh air kemudian menghitung volume sampel tersebut dengan rumus sebagai berikut:

$$V = \frac{W}{D} \quad (3.6)$$

Dimana:

V = volume sampel (cm³)

W = berat sampel dalam air (gram)

D = densitas air (gram/cm³)

8. Menghitung densitas sampel hasil percobaan dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$D_B = \frac{W_D}{V} \quad (3.7)$$

Dimana:

D_B = densitas sampel (gram/cm³)

W_D = berat kering sampel (gram)

V = volume sampel (cm³)

9. Menghitung nilai porositas sampel hasil percobaan dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Porositas} = \frac{D_{\text{teoritis}} - D_{\text{percobaan}}}{D_{\text{teoritis}}} \times 100\% \quad (3.8)$$

Dimana:

D_{teoritis} = densitas teoritis (gram/cm³)

$D_{\text{percobaan}}$ = densitas percobaan (gram/cm³)

10. Perhitungan nilai densitas teoritis dari sampel percobaan dengan menggunakan rumus adalah sebagai berikut:

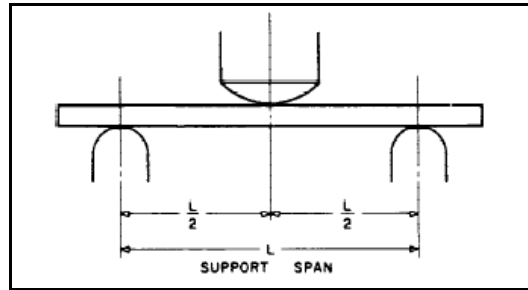
$$\rho_{\text{komposit}} = (V_{\text{Aluminium}} \cdot \rho_{\text{Aluminium}}) + (V_{\text{Silikonkarbida}} \cdot \rho_{\text{Silikonkarbida}}) + (V_{\text{Alumina}} \cdot \rho_{\text{Alumina}}) \quad (3.9)$$



Gambar 3.9 Pengujian Densitas dan Porositas

3.5.2 Pengujian *Bending*

Pengujian bending dilakukan untuk mengetahui hubungan antara waktu tahan sinter terhadap kekakuan material komposit laminat hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃. Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM D790.



Gambar 3.10 Skema Uji Bending.

Dari hasil pengujian *Bending* diperoleh grafik beban-defleksi. Selanjutnya modulus dapat dihitung dengan rumus:

$$E_b = \frac{mL^3}{4bd^3} \quad (3.10)$$

Dimana:

E_b = Modulus elastisitas experimental (Mpa).

m = F/h (N/mm^2)

F = Gaya tekan (N).

h = Defleksi (mm)

L = Panjang spesimen (mm)

b = Lebar spesimen (mm)

d = Tinggi spesimen (mm).



Gambar 3.11 Mesin Uji Bending, Pengatur Beban dan Pencatat Grafik Hasil Uji

3.5.3 Pengamatan Struktur Mikro

Pengujian struktur mikro dilakukan untuk mengetahui pengaruh fraksi volume penguat Al_2O_3 dan waktu tahan sinter terhadap struktur mikro komposit laminat hibrid Al/SiC-Al/ Al_2O_3 . Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM E 3-95. Berikut ini merupakan tahapan untuk pengamatan struktur mikro:

1. Mempersiapkan sampel yang akan diamati:
 - a. Membuat *mounting* pada sampel untuk memudahkan memegang sampel pada saat pengerjaan berikutnya.
 - b. Mengamplas permukaan sampel menggunakan kertas amplas dengan grit 800, 1000, 1200, dan 1500.
 - c. Memoles permukaan sampel yang telah rata dan halus dengan menggunakan zat poles alumina yang dituangkan di atas kain beludru hingga permukaan sampel mengkilat dan bebas dari goresan.
 - d. Membilas permukaan sampel dengan air dan alkohol kemudian mengeringkannya dengan alat pengering .
2. Mengamati permukaan sampel dan memfoto daerah struktur mikro dengan menggunakan mikroskop optik perbesaran 100 kali.
3. Mengamati struktur mikro dan komposisi komposit yang terbentuk dengan menggunakan SEM.

3.5.4. Pengamatan Fasa Pada Komposit Laminat Hibrid Al/SiC-Al/ Al_2O_3

Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terbentuk pada sampel. Pengujian dilakukan di Departemen Metalurgi & Material FTUI menggunakan PHILIPS X-Ray Diffractometer dengan radiasi monokromatik $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda=1,54056\text{\AA}$). *Scanning* dilakukan bertahap setiap $0,02^\circ$ dengan waktu setiap tahapan selama 1,00 sekon. Fasa kristal yang muncul diidentifikasi menggunakan perangkat lunak PCPDF-WIN dan APD. Selanjutnya didapatkan grafik dengan axis berupa 2θ dan ordinat berupa intensitas. Suatu senyawa memiliki 2θ dan intensitas spesifik sehingga untuk mengetahui senyawa apakah yang berada pada puncak suatu grafik XRD dapat dilakukan dengan mencocokkan data grafik tersebut dengan *database* yang dirangkum oleh *International Centre for Diffraction Data*.