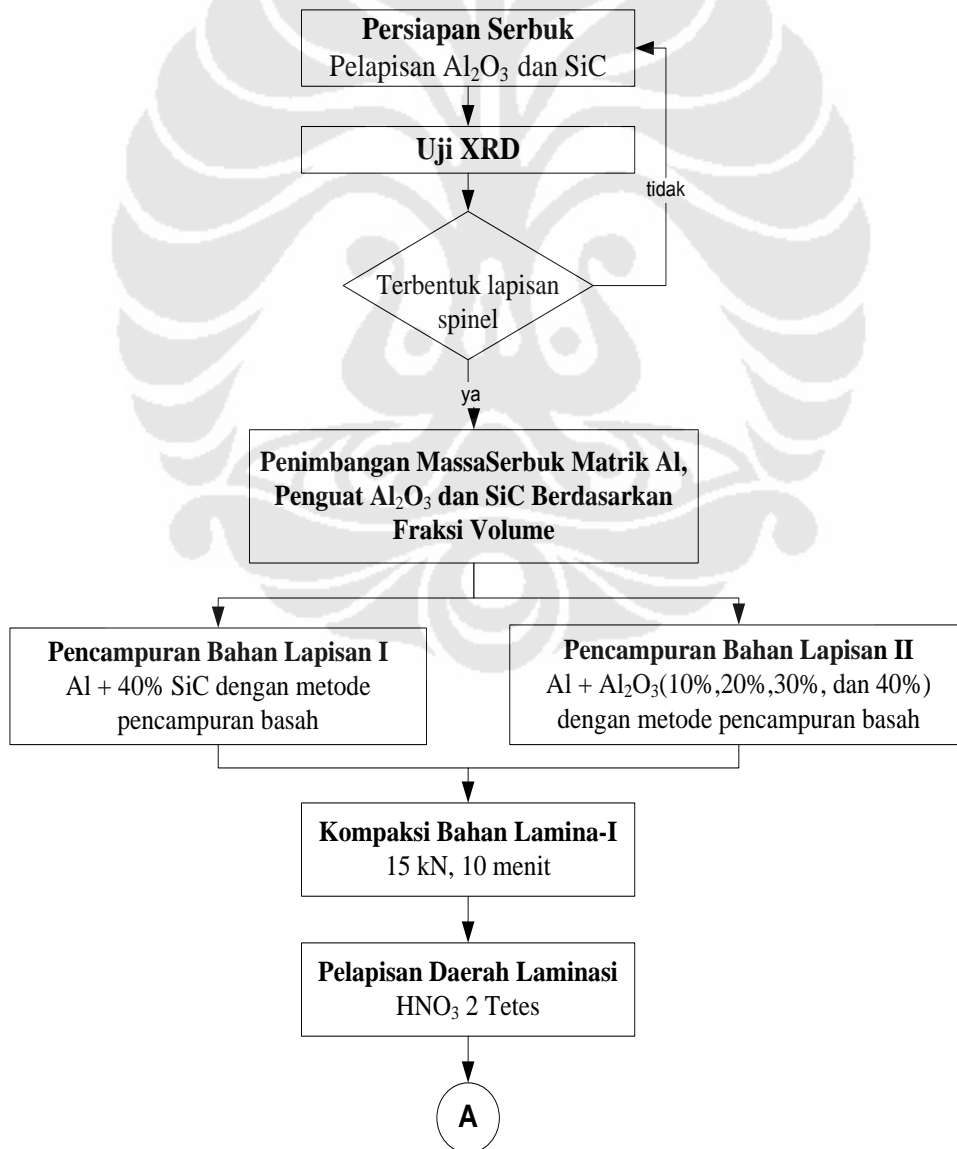
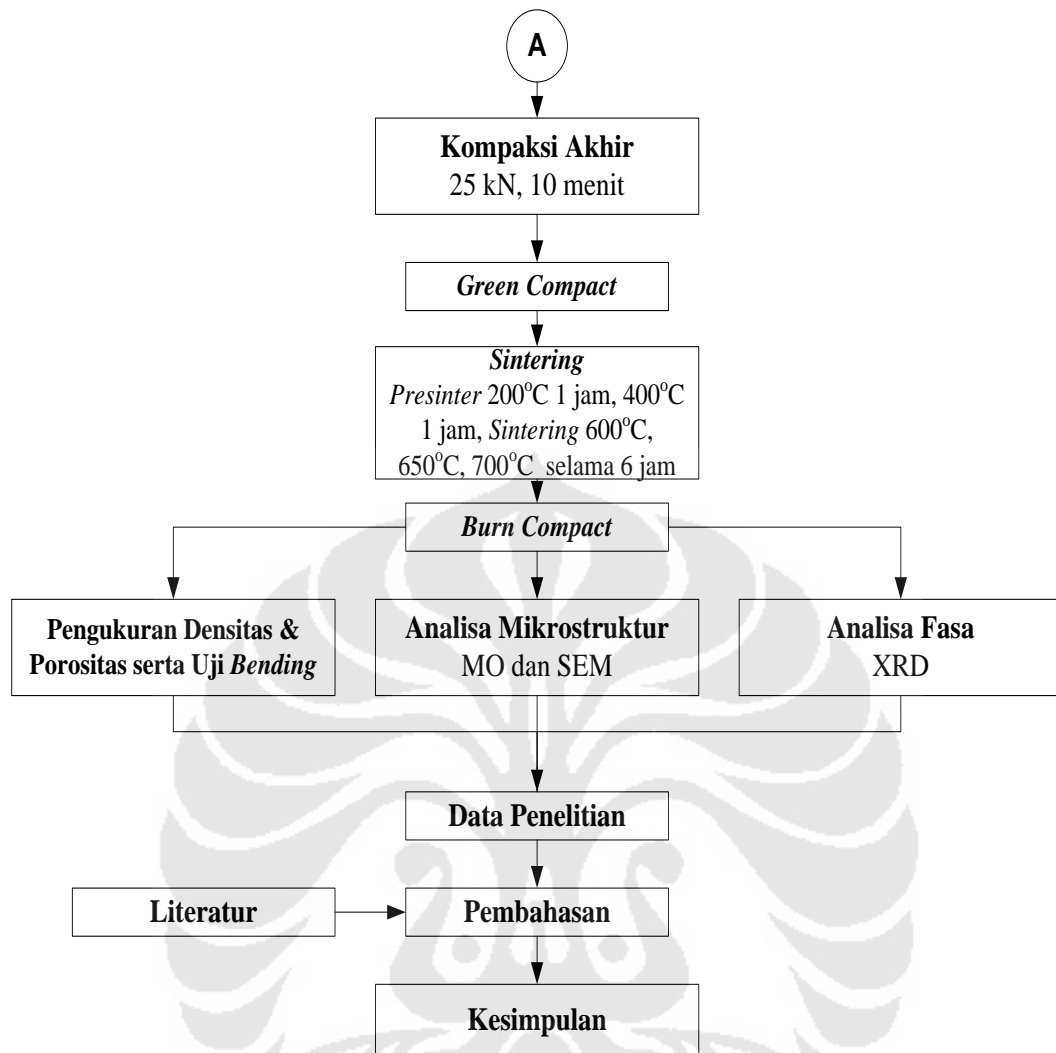


BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Untuk mempelajari proses pembuatan komposit laminat hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃, maka dibuat sampel yang selanjutnya akan dikarakterisasi untuk mengetahui sifat-sifatnya. Temperatur sinter menjadi variabel yang akan diamati pengaruhnya terhadap kualitas laminasi dan sifat-sifat yang akan dihasilkan. Adapun langkah pembuatan dan pengujiannya tertera dalam diagram alir penelitian pada Gambar 3.1.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Peralatan dan Bahan

3.2.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 gram untuk penimbangan massa bahan
- Spatula, kertas pembungkus dan plastik untuk persiapan serbuk
- Ultrasonic Cleaner* untuk membersihkan serbuk SiC
- Tabung *erlenmeyer*, *crucible*, dan gelas ukur
- Magnetik stirrer* untuk proses pencampuran basah
- Cetakan sampel (*dies*) dan mesin kompaksi *Krisbow*
- Oven untuk pengeringan

- h. *Tube Furnace* untuk proses sinter
- i. Jangka sorong dengan ketelitian 0,01 mm
- j. Mesin amplas dan poles
- k. Beaker glass 1000 ml dan tali untuk uji densitas dan porositas
- l. Mikroskop Optik untuk foto mikro sampel
- m. SEM-EDAX, untuk pengujian struktur mikro sampel
- n. XRD, untuk pengujian fasa lapisan SiC dan Alumina maupun pada daerah laminasi

3. 2. 2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian tugas akhir ini antara lain:

- a. Serbuk Aluminium Merck (Al) sebagai matriks dengan karakteristik:
 - Densitas : 2,7 gr/cm³
 - Bentuk partikel : rata-rata dendritik
 - Modulus elastisitas: 72 Gpa
 - Titik leleh : 660°C
- b. Serbuk Silikon Karbida (SiC) sebagai penguat dengan karakteristik:
 - Densitas : 2,9 gr/cm³
 - Bentuk partikel : polygonal.
 - Modulus elastisitas : 380 Gpa
 - Titik leleh : 2700°C
- c. Serbuk Al₂O₃ AlCOA, 99% jenis α -alumina sebagai penguat dengan karakteristik:
 - Densitas : 3,8 gr/cm³
 - Modulus elastisitas : 400 Gpa
 - Titik leleh : 1750°C
- d. HNO₃ 69%, sebagai media *coating* dan pelapisan daerah laminasi
- e. Magnesium sebagai bahan pelapis
- f. Alkohol 70% sebagai pelarut polar saat pencampuran basah dan fluida dalam pengukuran *sinter density* dengan metode *archimedes*.
- g. Serbuk *Zinc Stearat* (ZnO), sebagai pelumas memiliki densitas 1,09 gr/cm³, temperatur leleh =130°C.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pembersihan Partikel SiC

Partikel SiC dibersihkan dengan *ultrasonic cleaner*, sedangkan Al_2O_3 tidak perlu dilakukan pembersihan karena merupakan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ murni.

Tahapan pembersihan SiC ini, yaitu:

- Mempersiapkan dan membersihkan *ultrasonic cleaner* sebelum digunakan.
- Mengisi *ultrasonic cleaner* dengan air sampai batas yang ditentukan.
- Memasukkan serbuk SiC yang akan dibersihkan ke dalam *beaker glass* serta menambahkan alkohol 70% ke dalamnya hingga serbuk SiC terendam.
- Meletakkan *beaker glass* yang berisi serbuk SiC dan alkohol ke dalam *ultrasonic cleaner*.
- Menyalakan alat *ultrasonic cleaner* dan mengatur waktu pembersihan secukupnya.
- Ulangi proses ini hingga kondisi alkohol dalam *beaker glass* bening, yang menandakan bahwa partikel SiC sudah cukup bersih.
- Mengeringkan SiC yang telah dibersihkan dengan menggunakan oven pada temperatur 100°C selama 1 jam.

Pada Gambar 3.2 memperlihatkan alat *ultrasonic cleaner* yang digunakan.



Gambar 3.2. *Ultrasonic Cleaner*

3.3.2 Pembuatan Larutan Pelapisan

Larutan pelapisan digunakan untuk melapisi penguat dari komposit, yaitu serbuk Al_2O_3 dan SiC dengan pelapisnya campuran logam Al dan logam Mg. Logam Mg juga berfungsi sebagai *wetting agent* sehingga akan terbentuk lapisan

spinel pada permukaannya yang dapat meningkatkan kualitas ikatan antar matriks dan penguat pada komposit. Tahapan pembuatan larutan pelapis untuk melapisi sebanyak 16 gram serbuk penguat, yaitu:

- a. Mencampurkan aluminium serbuk 0,5 gr dengan serbuk Mg sebanyak 0,02 gr ke dalam HNO_3 40 ml dengan menggunakan tabung *erlenmeyer*.
- b. Meletakkan tabung *erlenmeyer* yang berisi campuran tersebut di atas pada *magnetic stirrer*.
- c. Menyalakan dan mengatur kecepatan pengadukan serta temperatur pada *magnetic stirrer*. Pencampuran dilakukan sampai larutan berwarna bening dan jernih.

Pada Gambar 3.3 berikut memperlihatkan proses pembuatan larutan pelapisan penguat SiC dan Al_2O_3 dan proses pengadukannya dengan menggunakan *magnetic stirrer*.



Gambar 3.3. Proses Pembuatan Larutan Pelapisan dan *Magnetic Stirrer*

3. 3. 3 Proses Pelapisan

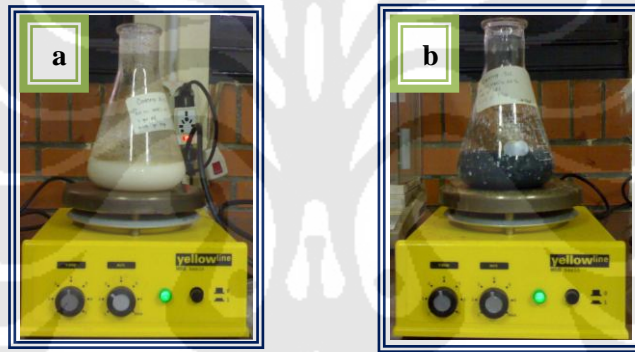
Penguat Al_2O_3 dan SiC yang telah dibersihkan dengan *ultrasonic cleaner* dan telah dikeringkan selanjutnya dilapisi dengan larutan pelapis yang telah dibuat sebelumnya.

Tahapannya adalah sebagai berikut:

- a. Mencampurkan Al_2O_3 dengan larutan pelapis yang telah dibuat sebelumnya dalam suatu wadah.

- b. Meletakkan wadah yang berisi campuran tersebut di atas *magnetic stirrer*. Setiap larutan sesuai standar tersebut digunakan untuk melapisi Al_2O_3 sebanyak 16 gram.
- c. Menyalakan dan mengatur kecepatan pengadukan serta temperatur pada *magnetic stirrer*. Pencampuran dilakukan selama sekitar 30 menit.
- d. Keringkan campuran tersebut secara bertahap menggunakan oven dengan pemanasan 200°C dan *holding time* selama 1 jam dilanjutkan 400°C dengan *holding time* selama 2 jam.
- e. Lakukan proses yang sama pada penguat SiC.

Proses pelapisan penguat Al_2O_3 dan SiC dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. Proses Pelapisan Al_2O_3 (a) dan SiC (b)

3.4 Pembuatan Komposit Laminat Hibrid Al/SiC-Al/ Al_2O_3

3.4.1 Penentuan Fraksi Volume Penguat dan Matriks

Proses pembuatan komposit laminat hibrid ini dilakukan dengan proses metalurgi serbuk. Komposit laminat hibrid ini dibuat dari dua buah lamina, yang masing-masing terdiri dari sebuah komposit Al/SiC dan Al/ Al_2O_3 yang telah dilapisi. Ukuran masing-masing lamina adalah $7\text{cm} \times 1\text{ cm} \times 0,1\text{ cm} = 0,7\text{ cm}^3$.

Adapun perbandingan fraksi volume untuk masing-masing material yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.1. Perbandingan Fraksi Volume Al/SiC dan Al/Al₂O₃

| Lapisan I | | Lapisan 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 volume penguat (%)

V_m = Fraksi volume matriks (%)

v_c = volume penguat

v_f = volume penguat (cm³)

v_m = volume matriks (cm³)

- m_f = massa penguat (gram)
 m_m = massa matriks (gram)
 ρ_f = densitas penguat (g/cm^3)
 ρ_m = densitas matriks (g/cm^3)
 ρ_c = densitas komposit (g/cm^3)

Timbangan digital yang digunakan untuk mengetahui berat kering benda dan berat benda dalam air dapat dilihat pada Gambar 3.5 di bawah ini.



Gambar 3.5. Timbangan Digital

3. 4. 2 Proses Pencampuran

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

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

Proses pencampuran yang bertujuan untuk mendistribusikan antara matriks dan penguat agar homogen, digunakan *magnetic stirrer* sebagai pengaduk dan *crucible* sebagai wadah proses pencampuran. Proses pencampuran antara matriks dan penguat dapat dilihat pada Gambar 3.6.



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. Penekanan yang diberikan adalah satu arah dan *punch* berada pada bagian atas kemudian bergerak dari atas ke bawah. Tahapan kompaksi ialah sebagai berikut:

- a. Mempersiapkan dan membersihkan cetakan kompaksi dengan menggunakan WD 40
- b. Mengolesi dinding cetakan dengan serbuk *Zinc Stearat* (ZnO) yang berfungsi sebagai pelumas
- c. Memasukkan lapisan/lamina pertama yaitu campuran Al-SiC ke dalam cetakan
- d. Meletakkan cetakan pada tempat yang telah disediakan di mesin *Krisbow*
- e. Memberikan pembebanan tekanan kompaksi sebesar 15 kN kemudian ditahan selama 10 menit
- f. Melapisi lapisan pertama dengan HNO_3 sebanyak 2 tetes dengan menggunakan pipet tanpa melepaskannya dari cetakan
- g. Memasukkan lapisan kedua yaitu campuran Al- Al_2O_3 ke dalam cetakan

- h. Meletakkan cetakan kembali ke mesin kompaksi.
- i. Memberikan pembebanan akhir sebesar 25 kN kemudian ditahan selama 10 menit
- j. Mengeluarkan hasil kompaksi komposit laminat hibrid yang disebut bakalan atau *green compact* dari dalam cetakan

Pada penelitian ini digunakan mesin kompaksi *Krisbow* yang dapat dilihat pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7. Mesin Kompaksi

3. 4. 4 Proses Sinter

Proses sinter dilakukan menggunakan *tube furnace Neberterm* dengan mengalirkan gas nitrogen (gas *inert*) ke dalamnya sebanyak 0,5 liter/menit yang bertujuan untuk menghindari terjadinya oksidasi pada sampel. Pada penelitian ini, proses sinter yang dilakukan menggunakan variabel temperatur 600°C, 650°C dan 700°C dengan waktu tahan 6 jam pada perbedaan fraksi volume penguat Al_2O_3 , yaitu sebesar 10%, 20%, 30% dan 40%. Tahapan proses sinter yang dilakukan pada penelitian ini, yaitu:

- a. Menyiapkan sampel untuk setiap temperatur sinter yang digunakan. Setiap sampel dengan fraksi volume yang berbeda terdiri dari dua sampel, sehingga total sampel untuk setiap variabel temperatur berjumlah 8 buah

- b. Meletakkan sampel tersebut ke dalam wadah keramik (*tray*) yang telah dialasi campuran alumina teknis dan telah dipadatkan dengan aqua bides kemudian diamsukkan ke dalam *tube furnace*
- c. Menyiapkan tabung nitrogen dan mengatur aliran gas nitrogen yang akan masuk ke dalam *tube furnace* pada regulator yang terdapat di mulut tabung, lalu kondisikan *tube furnace* tersebut dengan menginjeksikan gas nitrogen ke dalamnya dan pastikan ujung-ujung *tube* tertutup rapat agar gas nitrogen tidak bocor/keluar dari *tube furnace*
- d. Mengatur *tube furnace* untuk masing-masing temperatur sinter dengan temperatur *pre-heating* 200°C dan 400 °C dengan *holding time pre-heating* 60 menit dan laju kenaikan temperatur 5 °C /menit, kemudian temperatur dinaikan hingga temperatur sinter yang diinginkan (600°C, 650°C dan 700°C) dan *holding time sinter* selama 6 jam
- e. Mengeluarkan sampel dari dalam *tube furnace* setelah temperatur dalam *tube furnace* mencapai temperatur ruang.
- f. Melakukan tahapan yang sama dengan variasi temperatur sinter 600°C, 650°C dan 700°C
- g. *Burn compact* atau sampel yang telah mengalami proses sinter siap dilakukan pengujian

Tube furnace yang digunakan untuk proses sinter dapt dilihat pada Gambar 3.8 di bawah ini.



Gambar 3.8. *Tube Furnace*

3. 5 Pengujian

3. 5. 1 Pengujian Densitas dan Porositas Pasca Sinter

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, benang dan aquades
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. 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
6. Menimbang berat sampel di dalam air, dengan cara memasukkan sampel yang telah digantung dengan benang ke dalam *beaker glass* yang terisi air hingga keseluruhan permukaan sampel tercelup oleh air
7. Mencatat berat sampel dalam air kemudian menghitung volume sampel tersebut dengan rumus sebagai berikut:

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

Dengan:

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:

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

Dengan:

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:

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

Dengan:

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

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

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

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

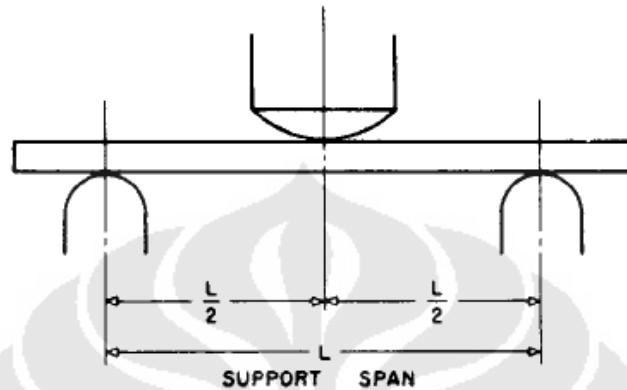
Ilustrasi pengujian densitas dan porositas dapat dilihat pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9. Pengujian Densitas dan Porositas

3. 5. 2 Pengujian Tekuk (*Bending Test*)

Pengujian bending dilakukan untuk mengetahui hubungan antara temperatur sinter terhadap kekakuan material komposit laminat hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃. Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM D790 dan skema pengujian *bending* tersebut terlihat pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10. Skema Uji *Bending*

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

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

Dimana:

E_b = Modulus elastisitas experimental (Gpa).

m = F/h

F = Gaya tekan (kN).

h = Defleksi (mm)

L = Panjang spesimen (mm)

b = Lebar spesimen (mm)

d = Tinggi spesimen (mm).

Mesin pengujian *bending* yang digunakan pada penelitian ini seperti terlihat pada Gambar 3.11.



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 temperatur sinter terhadap jumlah dan ukuran pori yang terdapat pada struktur mikro material komposit laminat hibrid $\text{Al}/\text{SiC}-\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3$. Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM E 3-95. Berikut ini merupakan tahapan untuk pengamatan struktur mikro:

1. Mempersiapkan sampel yang akan diamati:
 - a. Sampel *dimounting* untuk memudahkan dalam pemegangan sampel untuk pengerjaan selanjutnya
 - b. Mengamplas permukaan sampel menggunakan kertas amplas dengan grit 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 *hair dryer*

2. Mengamati permukaan sampel dan mengambil gambar daerah struktur mikro dengan menggunakan mikroskop optik perbesaran 100 kali dan 500 kali
3. Mengamati struktur mikro dan komposisi komposit yang terbentuk dengan menggunakan SEM dan EDAX

3. 5. 4. Pengamatan fasa pada komposit laminat hibrid Al/SiC-Al/Al₂O₃

Pengujian XRD digunakan untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan identifikasi fasa yang terbentuk pada komposit secara kualitatif dari sampel menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dengan cakupan sudut difraksi 2θ antara $0-100^\circ$. Interpretasi puncak-puncak dari bidang kristal yang terjadi dicari dan disesuaikan dengan *data base crystallography*. Mesin XRD yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12. Mesin XRD