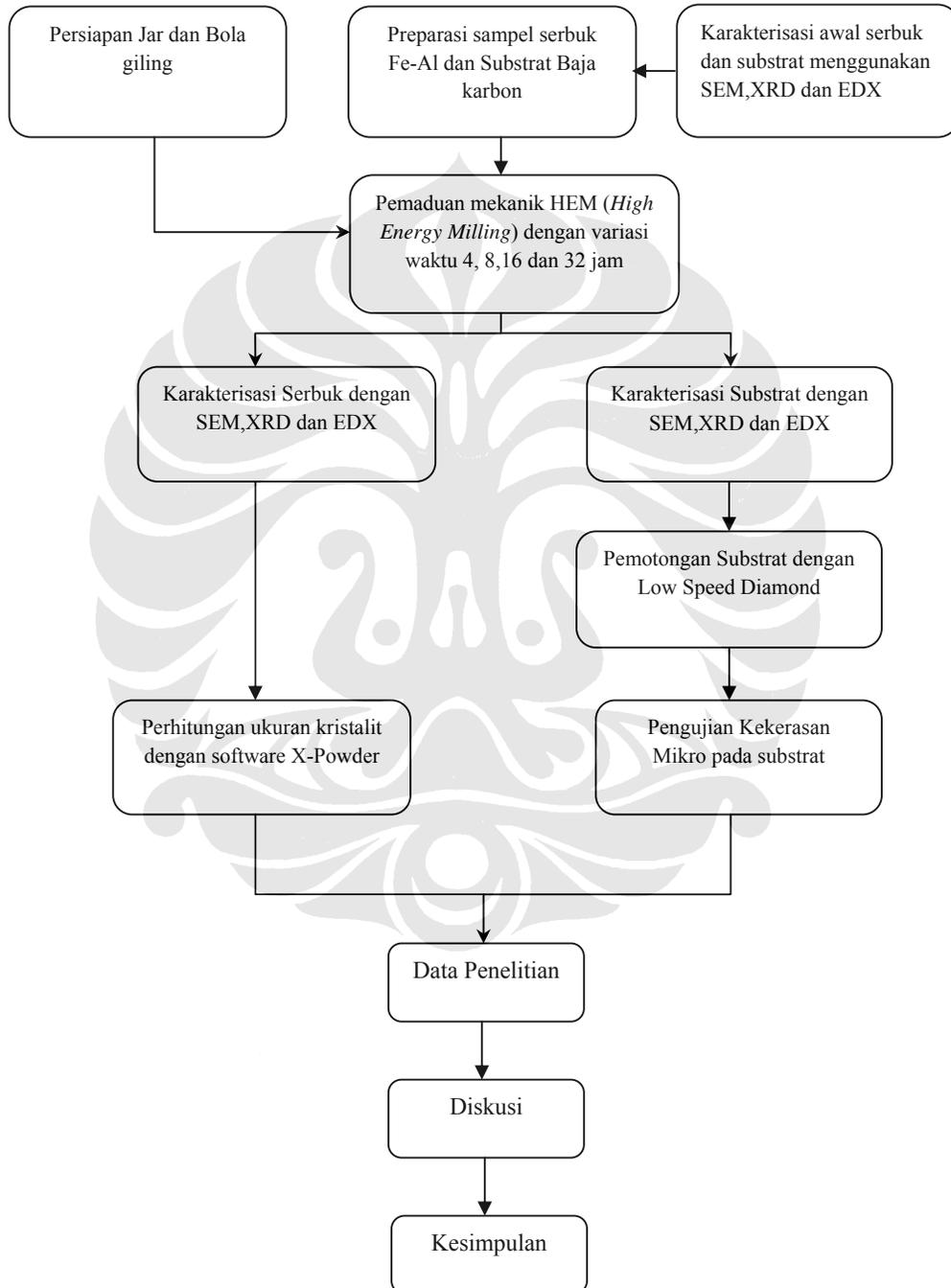


## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

### 3.2 VARIABEL PENELITIAN

*Variabel* penelitian yang akan diteliti adalah komposisi unsur Cr dalam campuran serbuk Fe-50at.%Al dan waktu penggilingan campuran serbuk tersebut. Komposisi campuran serbuk yang akan diteliti adalah: Fe-30at.%Al, Fe-40at.%Al, dan Fe-50at.%Al dan Fe-60at.%Al . Sedangkan waktu penggilingan serbuk yang akan diteliti adalah: 0 jam, 4 jam, 8 jam, 16 jam dan 32 jam.

### 3.3 TAHAPAN PENELITIAN

Tahapan penelitian yang akan dilakukan antara lain: kalibrasi alat ukur, persiapan bahan baku, proses penggilingan dan karakterisasi sampel.

#### 3.3.1 Kalibrasi Alat Ukur

Untuk menghasilkan data pengujian yang dapat diterima kebenarannya (*valid*) pada saat proses karakterisasi sampel, maka semua alat yang digunakan yang berkaitan dengan proses pengukuran mulai dari proses persiapan bahan baku sampai dengan proses karakterisasi sampel harus dikalibrasi terlebih dahulu. Pada penelitian ini, alat ukur yang akan digunakan pada proses persiapan bahan baku adalah timbangan digital, sedangkan alat ukur yang akan digunakan pada proses karakterisasi sampel adalah alat uji kekerasan *vickers*.

Proses kalibrasi timbangan digital dilakukan dengan cara membersihkan wadah timbangan dari kotoran dan mengatur angka yang terdapat pada layar timbangan sedemikian rupa sehingga angka tersebut bernilai nol untuk setiap digitnya. Sedangkan proses kalibrasi alat uji kekerasan *vickers* dilakukan dengan menggunakan standard ASTM E384.



Gambar 3.2 alat uji kekerasan *vickers*

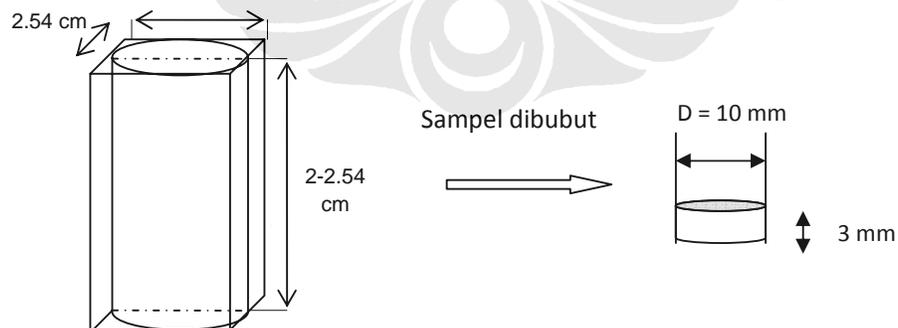
### 3.3.2. Persiapan Bahan Baku

Bahan baku yang akan digunakan untuk membuat sampel ada dua jenis, yaitu campuran serbuk dan *substrate*. Campuran serbuk yang digunakan adalah serbuk besi (kadar Fe > 99%), serbuk aluminium (kadar Al > 90%) dan serbuk kromium (kadar Cr > 99%). Serbuk besi dan aluminium diperoleh dari Merck Co. Ltd., sedangkan serbuk kromium diperoleh dari Soekawa Chemicals. Masing-masing serbuk tersebut ditimbang dengan menggunakan timbangan digital sesuai dengan komposisi yang akan diteliti dalam *variabel* komposisi penelitian dan kemudian dicampur.

*Substrate* merupakan media yang akan dilapisi oleh campuran serbuk. Material yang akan digunakan sebagai *substrate* terbuat baja karbon sedang AISI 1045. Dimensi *substrate* yang akan dilapisi berdiameter 10 mm dengan tebal 3 mm.

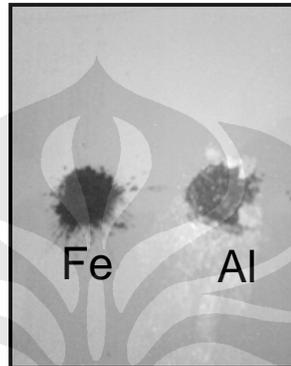


Gambar 3.3. *Substrate* baja karbon AISI 1045



Gambar 3.4 Pembentukan sampel substrat baja karbon

Bahan baku lainnya yang akan digunakan untuk membuat sampel ada dua jenis, yaitu campuran serbuk dan *substrate*. Campuran serbuk yang digunakan adalah serbuk besi (kadar Fe > 99%) dan serbuk aluminium (kadar Al > 90%) Serbuk besi dan aluminium diperoleh dari Merck Co. Ltd. Masing-masing serbuk tersebut ditimbang dengan menggunakan timbangan digital sesuai dengan komposisi yang akan diteliti dalam *variabel* komposisi penelitian dan kemudian dicampur.



Gambar 3.5 Serbuk besi dan aluminium

### 3.3.3 Preparasi Proses Pemaduan Mekanik

#### 3.3.3.1 Pesiapan Jar dan bola giling

1. Pembersihan jar atau bejana HEM E3D dengan volume 100 mL terbuat dari AISI D2. Pembersihan dilakukan dengan kikir untuk menghilangkan logam sisa yang menempel pada bejana bagian dalam. Kemudian bejana dibilas dengan menggunakan alkohol dan dikeringkan dengan tissue.



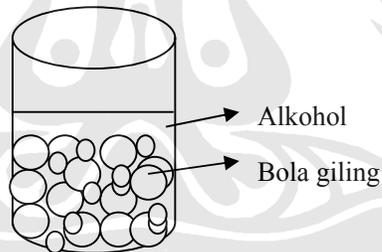
Gambar 3.6 Wadah penggilingan

2. Alat yang digunakan sebagai bola giling adalah material baja krom. Bola giling yang digunakan dalam penggerusan ada 2 jenis yaitu :

- Bola besar (ukuran diameter 10 mm) sebanyak 20 buah
- Bola kecil (ukuran diameter 5 mm) sebanyak 100 buah

Dengan demikian total ukuran berat bola ialah  $(20 \times 3.5 \text{ gr}) + (100 \times 0.5 \text{ gr}) = 120 \text{ gr}$ .

3. Bola giling dibersihkan terlebih dahulu dengan alkohol yang ditempatkan pada beaker glass kemudian dibersihkan dengan alat pembersih getaran ultra sonic selama 10 menit untuk menghilangkan serbuk Fe-Al yang masih menempel pada bola giling. Lalu bola giling dikeringkan dengan tissue. Proses ini dilakukan selama 2 kali.



**Gambar 3.7** Pembersihan bola giling dengan alkohol (a) dan dengan mesin (b) pembersih ultrasonik

4. Rasio perbandingan bola giling terhadap berat serbuk adalah 1:8. Berat total bola giling ialah sebanyak 120 gram Jadi berat total berat serbuk yang dimasukkan dalam wadah ialah :

$$1/8 \times 120 \text{ gram} = 15 \text{ gram}$$

Total berat serbuk besi dan aluminium ialah 15 gram.

### 3.3.3.2 Tahapan Penggerusan

1. Setelah semua peralatan penggerusan seperti bola giling dan jar telah selesai dibersihkan kemudian serbuk aluminium dan besi yang telah ditimbang sesuai dengan komposisi yang diinginkan kemudian tahap selanjutnya ialah melakukan proses *conditioning*. Proses *conditioning* adalah proses penggerusan awal selama 30 menit dengan tujuan melapisi bola giling dan jar dengan serbuk besi dan aluminium untuk menghindari kontaminasi dari bola giling.

2. Setelah proses *conditioning* selesai dilakukan kemudian dilakukan pembersihan terhadap bola giling dengan menggunakan tissue

3. Setelah semua preparasi selesai dilakukan kemudian serbuk besi dan aluminium dimasukkan kedalam jar beserta bola giling yang telah selesai dibersihkan.

4. Setelah serbuk besi, serbuk aluminium dan bola giling dimasukkan ke dalam jar kemudian dilakukan proses pemvakuman. Proses pemvakuman dilakukan selama 2 kali

5. Setelah proses pemvakuman dilakukan kemudian jar yang berisi serbuk besi, serbuk aluminium, substrat dan bola giling diisi oleh gas Argon untuk menghindari oksidasi selama proses pemaduan mekanik.

6. Jar yang telah diberi argon ditutup rapat agar menghindari oksigen masuk ke dalam jar dan kemudian jar dimasukkan ke dalam HEM E32. Baut yang terdapat pada mesin HEM E32 dikencangkan.

7. Setelah itu memasukan pengaturan waktu untuk penggerusan yang akan dilakukan selama 4, 8, 16 dan 32 jam dengan waktu istirahat selama 12 menit.

8. kemudian nyalakan mesin HEM E32 dengan menekan tombol hijau.



**Gambar 3.8** Profil HEM (*High Energi Milling*) Buatan LIPI

### **3.4 PENGUJIAN**

#### **3.4.1 Karakteristik Serbuk dan Substrat sebelum penggerusan**

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan mesin scanning electron microscope (SEM) untuk mengetahui komposisi dari serbuk yang digunakan serta morfologi serbuk sebelum proses pemaduan mekanik. Ukuran serbuk juga diperlihatkan dari pengujian ini dan komposisi awal dari substrat baja karbon yang digunakan. Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi serbuk dan substrat sedangkan pengujian EDX untuk mengetahui komposisi serbuk dan substrat. Selain itu dilakukan juga pengujian X- Ray Diffraction (XRD) yang dilakukan di BATAN.



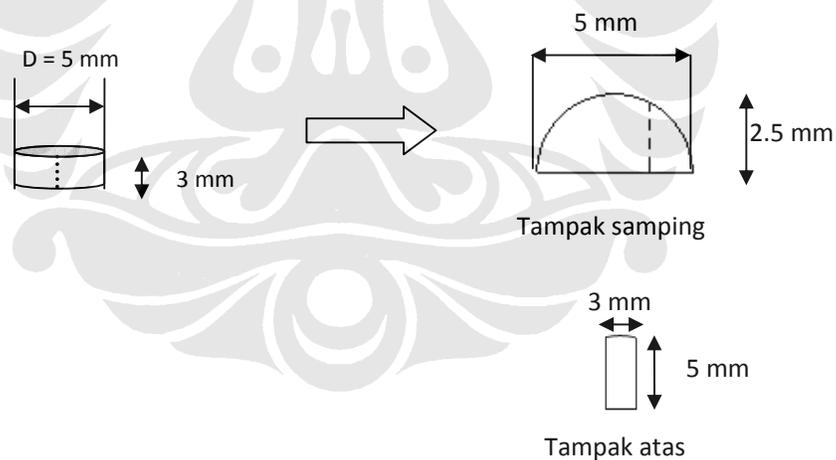
**Gambar 3.9** SEM

### 3.4.2. Proses Preparasi Sampel untuk Pengujian SEM

Sampel yang digunakan dalam pengamatan SEM ialah merupakan sampel hasil pemaduan mekanik yang dilakukan sebelumnya. Pengamatan yang dilakukan berfokus pada daerah antar muka lapisan *coating* substrat baja karbon. Adapun proses preparasi yang dilakukan ialah sebagai berikut

- Proses pemotongan sampel.

Pemotongan sampel dilakukan dengan menggunakan alat potong *diamond saw* milik departemen Fisika MIPA UI. Tujuan dilakukan pemotongan dengan *diamond saw* ialah agar deformasi pemotongan yang dihasilkan tidak terlampau besar sehingga permukaan antar muka antara lapisan *coating* dan baja dapat terlindungi dan dapat teramati dengan baik. Dimensi pemotongan sampel terlihat pada gambar 3.10



**Gambar 3.10** Dimensi pemotongan sampel pengamatan SEM

Sampel untuk pengamatan SEM memiliki ketebalan 8 – 10 mm. Hal tersebut disesuaikan dengan ketentuan tinggi maksimum sampel pengamatan SEM yaitu sebesar 12 mm. Sedangkan bagian sisa setebal 3 mm – 4 mm digunakan sebagai sampel untuk pengamatan struktur mikro.

- Proses pengamplasan permukaan sampel.

Proses pengamplasan baik untuk sampel SEM dan sampel pengamatan mikro dimulai dari kertas amplas ber-grid 500, 800, 1000, dan 1500 mesh. Pengamplasan dimulai dari grid 500 mesh dilakukan sebab permukaan hasil potongan sampel menggunakan *dimond saw* terbilang telah cukup halus, sehingga pengamplasan dari grid yang lebih kasar dirasa tak perlu untuk dilakukan.

Sedangkan untuk proses *mounting* dilakukan pada sampel pengamatan SEM. Hal ini dilakukan untuk melindungi permukaan lapisan *coating* saat proses pengamplasan dan pemolesan dilakukan, sebab material lapisan *coating* memiliki sifat yang rentan terdeformasi dan mudah untuk mengalami kerusakan saat tererosi dengan air maupun zat poles alumina.

- Proses preparasi permukaan sampel pengamatan SEM dilakukan sampai proses poles. Proses poles dilakukan dengan menggunakan mesin poles *non-ferrous* di Lab Metalografi departemen Metalurgi & Material FTUI. Selain mesin poles, alat lainnya yang digunakan ialah kain bludru serta zat poles alumina.

### 3.5. PENGUJIAN KEKERASAN MIKRO

Pengujian kekerasan mikro menggunakan standar pengujian ASTM E 384, menggunakan alat uji kekerasan mikro Vickers “*Buehler*” (**Gambar 3.2**). Pengujian ini dimaksudkan untuk melihat pengaruh kenaikan temperatur *coating* terhadap nilai kekerasan pada daerah antar muka lapisan *coating* dan baja karbon. Pengujian kekerasan mikro dilakukan di Lab. Metalurgi Fisik departemen Metalurgi & Material FTUI. Pada pengujian ini, sesuai standar ASTM E 384, pembebanan dilakukan dengan beban 200 gram selama 15 detik. Kemudian jejak intan hasil pengukuran diukur pada arah sumbu X (horisontal) dan sumbu Y (vertikal). Selanjutnya jejak yang telah diukur diameternya di hitung kekerasannya menggunakan **Persamaan 3.1** sehingga didapatkan nilai kekerasan VHN.

$$VHN = C_v \cdot \left( \frac{P}{d_a^2} \right) \dots\dots\dots 3.1$$

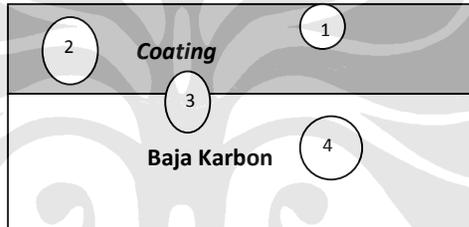
Keterangan :

$C_v$  : Konstanta Kekerasan Mikro ( $1.854 \times 10^3 \text{ kg / mm}^2$ )

$P$  : Pembebanan ( 100 gram)

$d_a$  : Diameter jejak rata-rata ( $\mu\text{m}$ )

Penjejakan dilakukan pada daerah antar muka lapisan *coating* dan baja H13. Skema penjejakan pada daerah antar muka *coating* dan baja H13 terlihat dalam gambar 3.11.



**Gambar 3.11** Ilustrasi daerah penjejakan indenter pengujian kekerasan mikro