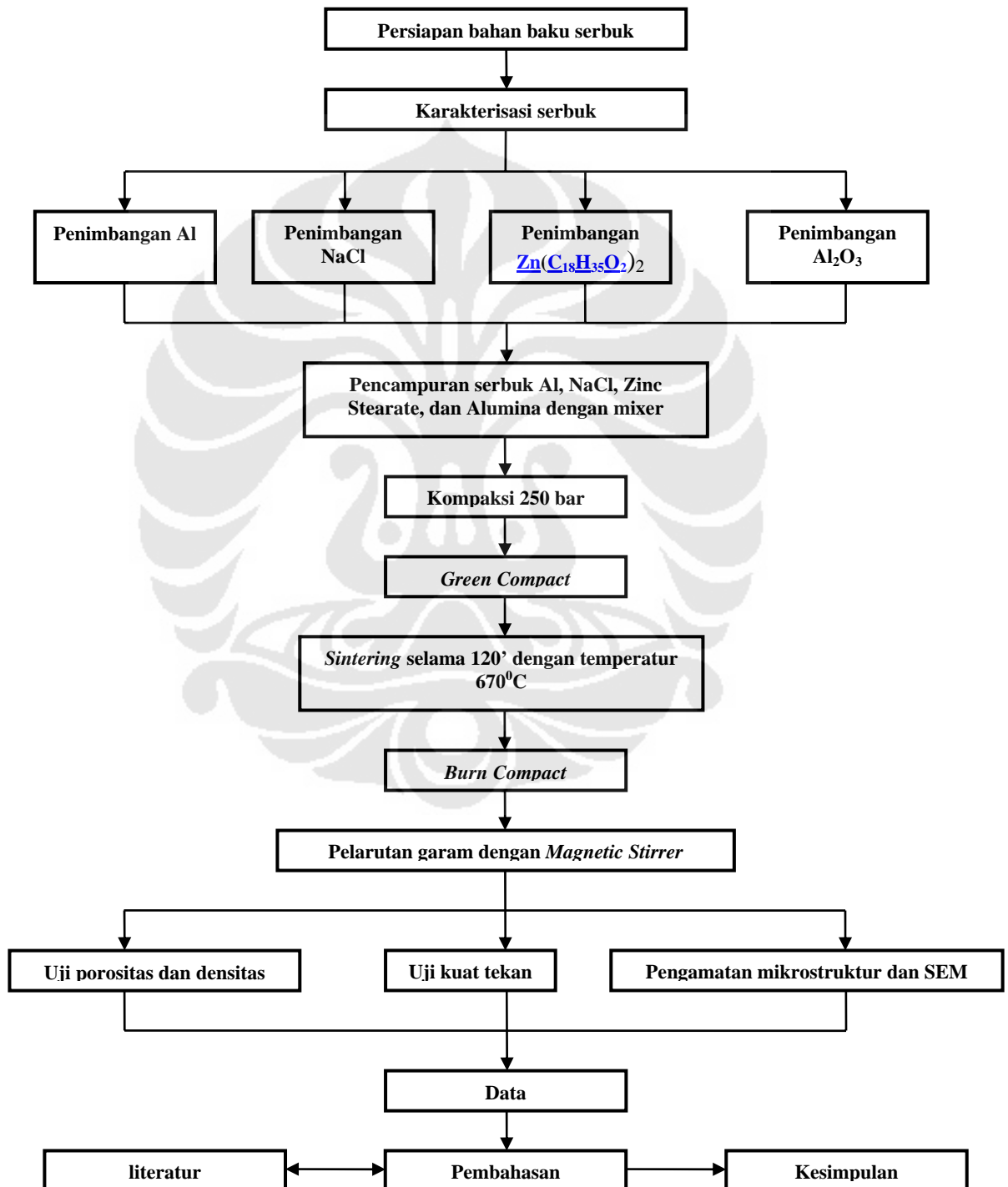


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

III.2 ALAT DAN BAHAN

Peralatan:

Dalam proses pembuatan logam busa, peralatan merupakan salah satu faktor penting untuk menghasilkan bakalan yang sempurna. Peralatan penting yang digunakan pada tahap persiapan serbuk adalah timbangan digital dengan ketelitian 0,01 gram. Setiap serbuk ditimbang berdasarkan fraksi berat masing-masing diatas cawan petri. Pengambilan serbuk dilakukan dengan menggunakan spatula sedikit demi sedikit agar didapat ukuran yang sesuai. Setelah itu serbuk-serbuk dimasukkan kedalam kantong plasting kecil berdasarkan fraksi variabel masing-masing. Setelah semua variabel ditimbang, proses selanjutnya adalah pengadukan dimana serbuk dimasukkan kedalam wadah silinder yang diputar dengan mesin bubut dengan kecepatan konstan. Hasil dari pencampuran dikompaksi dengan mesin Kompaksi *Krisbow* dengan penekanan satu arah. Cetakan (*dies*) yang digunakan berdiameter 2 cm dan tinggi maksimal 7 cm. Hasil dari kompaksi ditimbang lagi sehingga didapatkan berat *green compact*. Selanjutnya disinter di *Nabertherm Furnace* pada kondisi *inert* dengan menggunakan tabung gas nitrogen. Hasil dari proses sinter dilarutkan (*dissolution*) didalam air hangat pada *beaker glass* 1000mL yang diputar dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Produk hasil disolusi selanjutnya dilakukan beberapa pengujian seperti pengujian kuat tekan dengan mesin Schenck Trebel, pengujian porositas dan densitas, serta pengamatan makro dan mikrostruktur dengan menggunakan mikroskop optik dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

Bahan :

1. aluminium serbuk murni teknis
2. garam NaCl
3. zinc stearat
4. alumina (Al_2O_3)
5. WD 40 (*penetrant oil*)

III.3 PROSEDUR PENELITIAN

III.3.1 Persiapan Sampel

Langkah-langkah yang dilakukan dalam persiapan sampel adalah sebagai berikut:

1. Perhitungan serbuk. Dalam perhitungan yang dilakukan, sampel yang digunakan berjumlah 20 buah dengan 1 variabel terdiri dari 4 sampel. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan timbangan digital dengan ketelitian 0,01 gram.



Gambar 3.2. Timbangan Digital

Berikut ini adalah perhitungan masing-masing serbuk dalam setiap variabel:

a. 0% NaCl (massa sampel: 5 gram)

- Massa Al : $97\% \times 5 \text{ gram} = 4,85 \text{ gram}$
- Massa NaCl : 0 gram
- Massa Zinc Stearat : $2\% \times 5 \text{ gram} = 0,1 \text{ gram}$
- Massa Al_2O_3 : $1\% \times 5 \text{ gram} = 0,05 \text{ gram}$

b. 30% NaCl (massa sampel: 7,4 gram)

- Massa Al : $67\% \times 7,4 \text{ gram} = 4,958 \text{ gram}$
- Massa NaCl : $30\% \times 7,4 \text{ gram} = 2,22 \text{ gram}$
- Massa Zinc Stearat : $2\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,148 \text{ gram}$
- Massa Al_2O_3 : $1\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,074 \text{ gram}$

- c. 50% NaCl (massa sampel: 7,4 gram)
- Massa Al : $47\% \times 7,4 \text{ gram} = 3,478 \text{ gram}$
 - Massa NaCl : $50\% \times 7,4 \text{ gram} = 3,70 \text{ gram}$
 - Massa Zinc Stearat : $2\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,148 \text{ gram}$
 - Massa Al_2O_3 : $1\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,074 \text{ gram}$
- d. 70% NaCl (massa sampel: 7,4 gram)
- Massa Al : $27\% \times 7,4 \text{ gram} = 1,998 \text{ gram}$
 - Massa NaCl : $70\% \times 7,4 \text{ gram} = 5,18 \text{ gram}$
 - Massa Zinc Stearat : $2\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,148 \text{ gram}$
 - Massa Al_2O_3 : $1\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,074 \text{ gram}$
- e. 90% NaCl (massa sampel: 7,4 gram)
- Massa Al : $7\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,518 \text{ gram}$
 - Massa NaCl : $90\% \times 7,4 \text{ gram} = 6,66 \text{ gram}$
 - Massa Zinc Stearat : $2\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,148 \text{ gram}$
 - Massa Al_2O_3 : $1\% \times 7,4 \text{ gram} = 0,074 \text{ gram}$

2. Setelah didapat massanya, serbuk-serbuk tersebut dicampur kedalam suatu wadah tabung kecil kemudian *dimixing* dengan menggunakan mesin bubut dengan kecepatan rotasi konstan yaitu 120 rpm selama 5 menit. Berikut ini adalah ilustrasi proses *mixing*.



Gambar 3.3. (kiri) tabung mixer; (kanan) mesin bubut

III.3.2 Kompaksi Serbuk

Proses kompaksi dilakukan dengan menggunakan mesin kompaksi *Krisbow* dimana metode penekanan yang diberikan yaitu satu arah (*single end compaction*) dan *punch* berada pada bagian atas dan bergerak dari atas ke bawah.



Gambar 3.4. Alat Kompaksi *Krisbow*

Cetakan (*dies*) yang digunakan untuk membuat sampel yaitu berbentuk silinder dengan diameter sampel yang dihasilkan yaitu 2 cm dan tinggi maksimal 7 cm. Material cetakan ini adalah baja tool steel yang sangat keras.



Gambar 3.5. Cetakan (*dies*) kompaksi serbuk

Parameter *range* penekanan yang diberikan pada sampel aluminium serbuk berdasarkan literatur^[9] yaitu 200-250 bar. Pada saat pembuatan sampel percobaan (*trial and error*), besar kompaksi yang optimal yaitu 200 bar. Dasar pemilihan besar kompaksi ini dilihat dari bentuk sampel yang memiliki mampu tekan serbuk

yang baik sehingga distribusi ukuran serbuk menjadi lebih merata. Berikut ini adalah tahapan prosedur untuk kompaksi adalah sebagai berikut:

1. Mempersiapkan cetakan silinder dan mengecek mesin kompres Krisbow dalam kondisi baik atau tidak (keran tekanan, tuas tekanan, penekan, dan sebagainya).
2. Membersihkan dinding cetakan dengan pelumas WD 40 untuk mengurangi gesekan dengan dinding cetakan.
3. Memasukan serbuk hasil *mixing* sebesar 7,4 gram secara perlahan agar tidak ada yang tumpah.
4. Pasang bagian atas *dies* setelah serbuk dimasukkan kemudian meletakkannya tepat dibawah *punch* kompaksi Krisbow.
5. Setelah berada di posisi yang tepat, selanjutnya diberikan pembebanan secara perlahan sebesar 250 bar.
6. Memberi waktu tahan kompaksi pada tekanan yang ditentukan selama 10 detik.
7. Buka keran tekanan pada mesin untuk melepaskan tekanan pada cetakan, atur posisi cetakan agar bisa mengeluarkan hasil kompaksi serbuk tersebut (bakalan).
8. Mengeluarkan produk sampel hasil kompaksi (*green compact*) dari dalam cetakan.
9. Bersihkan cetakan dari sisa serbuk dengan kain dan pelumas (WD 40) secukupnya bila akan digunakan lagi, kemudian bersihkan dengan menggunakan pelumas pada seluruh bagian bila telah selesai.

III.3.3 Proses Sinter

Proses pemanasan ini dilakukan didalam *Tube Nabertherm Furnace*. parameter temperatur yang dipakai sebesar 650°C dengan waktu tahan 120 menit. Agar kondisi pada saat *sintering* menjadi *inert*, maka digunakan gas nitrogen (N₂) sebagai atmosfer sehingga sampel didalam *furnace* tidak mengalami oksidasi. Tahapan dari proses sinter yang dilakukan ialah sebagai berikut:

1. Siapkan peralatan yang akan digunakan untuk proses sinter dan periksa kondisi *furnace* terutama temperaturnya.

2. Siapkan wadah refraktori beserta sampelnya.
3. Sebelum sampel dimasukkan, lakukan *flushing* atmosfer dengan gas N₂ selama 5 menit dengan laju gas 5 liter/menit.
4. Setelah 5 menit, kecilkan gas hingga 3 liter/menit.
5. *Setting* dapur dengan parameter sebagai berikut:

T2 (temperatur <i>holding</i>)	= 650°C
T1 (temperatur <i>pre-heating</i>)	= 250°C
t1 (waktu tahan <i>pre-heat</i>)	= 1 jam
t2 (waktu tahan sintering)	= 2 jam
6. Setelah semua parameter dimasukkan, lalu tombol START ditekan dan prosesnya akan berjalan secara otomatis mengikuti alur parameter.
7. Mengeluarkan sampel dari dalam dapur setelah temperatur di dalam dapur mencapai temperatur kamar.
8. Sampel yang telah mengalami proses sinter (*burn compact*) siap untuk dilakukan pengujian.



Gambar 3.6. Tube Nabertherm Furnace dengan tabung gas N₂

III.3.4 Proses Disolusi

Proses disolusi atau pelarutan dilakukan untuk menghilangkan garam-garam yang tercampur dengan sampel. Hal ini dilakukan untuk menghasilkan pori-pori pada bagian sampel tersebut. Alat-alat yang diperlukan untuk proses disolusi ini adalah *magnetic stirrer*, *beaker glass*, dan *magnetic bar*.

Tahapan proses disolusi cukup sederhana yaitu sebagai berikut:

1. Sampel hasil dari *furnace* dimasukkan kedalam sebuah *beaker glass* yang posisinya telah disusun sedemikian rupa dengan menggunakan kawat.

2. *Beaker glass* yang berisi sampel tersebut diletakkan diatas magnetic stirrer dan didalam wadah tersebut diberi *magnetic bar* agar turbulensi terjadi.
3. Pada saat temperatur naik, airnya akan menjadi hangat dan proses disolusi terjadi.
4. Adanya mekanisme turbulensi pada kondisi air hangat akan mempercepat terjadinya pelarutan garam.
5. Setelah didapatkan pori yang diinginkan, sampel diangkat dan dikeringkan.

Berikut ini adalah ilustrasi dari proses disolusi dengan *magnetic stirrer*:



Gambar 3.7. Proses disolusi dengan magnetic stirrer

III.4 PENGUJIAN

Pengujian dilakukan setelah semua sampel mengalami disolusi dengan kondisi yang masih baik yaitu tidak mengalami penghancuran sampel setelah didisolusi. Pengujian yang dilakukan terhadap logam busa ini adalah uji porositas dan densitas, uji tekan, dan foto mikrostruktur.

III.4.1 Pengujian Densitas dan Porositas

Pengujian densitas dan porositas dilakukan untuk mengetahui besarnya densitas dan persentase porositas dari produk hasil sinter dan disolusi garam yang digunakan pada proses pembuatan logam busa. Pengujian densitas dan porositas dilakukan dengan menggunakan prinsip *Archimedes*. Densitas merupakan pengukuran massa suatu benda per unit volume dengan satuan gram/cm^3 . Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM 373-88. Adapun tahapan dari pengujian densitas dan porositas ialah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel hasil dari proses disolusi.

2. Menyiapkan alat-alat yaitu timbangan digital, *breaker glass*, kawat, tali, dan air.
3. Merendam sampel di dalam air selama satu hari agar air masuk keseluruhan bagian pori sampel.
4. Menimbang berat air yang sudah terisi di dalam *beaker glass* 500 ml untuk mencari nilai densitas air yang nantinya akan digunakan untuk uji densitas dan porositas.
5. Menimbang berat sampel di dalam air dengan cara memasukkan sampel ke dalam keranjang kawat yang digantung dengan tali sehingga keseluruhan permukaan sampel tercelup oleh air kemudian menghitung volume sampel tersebut dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V = \frac{W}{D} \dots\dots\dots (3.1)$$

Dimana :

- V = Volume sampel (cm^3)
- W = Berat sampel di dalam air (gram)
- D = Densitas air (gram/cm^3)

6. Menghitung densitas sampel dengan perhitungan menggunakan persamaan:

$$D_E = \frac{W_D}{V} \dots\dots\dots (3.2)$$

Dimana:

- D_E = Densitas sampel (gram/cm^3)
- W_D = Berat sampel kering (gram)
- V = Volume sampel (cm^3)

7. Menghitung persentase porositas sampel dengan perhitungan menggunakan persamaan berikut:

$$P = \frac{D_{teoritis} - D_{percobaan}}{D_{teoritis}} \times 100\% \dots\dots\dots (3.3)$$

Dimana:

- P = Porositas (%)

$D_{teoritis}$ = Densitas teoritis (gram/cm³)

$D_{percobaan}$ = Densitas percobaan (gram/cm³)

8. Menimbang berat kering masing-masing sampel dengan cara memanaskan sampel pada temperatur 150°C selama 45 menit untuk menghilangkan kadar air dalam sampel.

III.4.2 Pengujian Kuat Tekan

Pengujian kuat tekan dilakukan untuk mengetahui kekuatan tekan dari sampel logam busa (persen garam 30%, 50%, 70%, 90%) hasil disolusi dan juga pada sampel dengan 0% garam. Penekanan sampel dilakukan sampai 10-20% deformasi dan dihentikan apabila hancur atau pembebanan yang diberikan sudah mencapai maksimum yaitu 200.000 N. Pada saat pembebanan, dilakukan pencatatan beban yang diterima setiap deformasi 10-20% dari tinggi sampel.

Pengujian kuat tekan ini dilakukan dengan menggunakan mesin Schenck Trebel dengan standar pengujian berdasarkan ASTM E9-89a. Adapun tahapan-tahapan pengujian kuat tekan yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Mempersiapkan sampel yang akan dilakukan pengujian.
2. Menyalakan mesin uji tekan.
3. Mengukur diameter dan tinggi awal sampel dengan jangka sorong digital.
4. Memasang sampel pada mesin uji tekan.
5. Mengatur pembebanan dengan kecepatan konstan.
6. Mencatat beban yang diterima tiap 10-20% deformasi (peregangan).
7. Hentikan pengujian saat sampel telah hancur atau saat beban maksimum alat uji tercapai.
8. Diperoleh nilai beban pada petunjuk jarum skala mesin uji tekan.
9. Menghitung kekuatan tekan dengan menggunakan rumus :

$$\sigma = \frac{P}{A} \dots\dots\dots(3.4)$$

Dimana :

σ = Kuat tekan (N/mm²)

P = Beban saat sampel terdeformasi 10 % dari tingi awal (N)

A = Luas permukaan sampel (mm^2)

III.4.3 Pengamatan Struktur Makro

Pengamatan struktur makro yang dilakukan bertujuan untuk melihat ukuran dan jumlah pori yang terbentuk pada sampel hasil disolusi. Standar pengamatan struktur makro ini dilakukan berdasarkan standar ASTM E 3-95. Adapun tahapan-tahapan pengamatan struktur makro yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel hasil proses disolusi.
2. Pemotongan secara melintang atau *cross section* pada bagian sampel yang berpori.
3. Mengamplas permukaan sampel dengan menggunakan amplas dari nomor grit 100, 400, 600, 800, 1000, dan 1500.
4. Membersihkan permukaan sampel dengan kain lap lalu mengeringkannya.
5. Mengamati sisi sampel yang berpori dan memfotonya dengan menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 7 X.

III.4.4 Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengamatan SEM bertujuan untuk mengetahui bentuk pori yang terbentuk serta ukuran dari pori, tebal dinding pori, serta distribusi pori yang terbentuk. Sampel yang dipilih untuk SEM ini adalah salah satu dari sampel yang ada dari tiap variabel persen volume garam yang diambil secara acak. Adapun tahapan-tahapan pengamatan SEM yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel hasil proses disolusi.
2. Memotong secara melintang pada bagian sampel yang berpori.
3. Mengamplas permukaan sampel dengan menggunakan amplas yang halus (grid #1500).
4. Memoles permukaan sampel yang telah halus secara poles kering dengan menggunakan serbuk TiO_2 hingga permukaan sampel mengkilat seperti kaca dan bebas goresan.
5. Membersihkan permukaan sampel dengan kain lap lalu mengeringkannya.
6. Sebelum mengamati permukaan sampel dengan SEM, untuk sampel non-konduktif seperti Al, tidak perlu dilakukan *coating*.