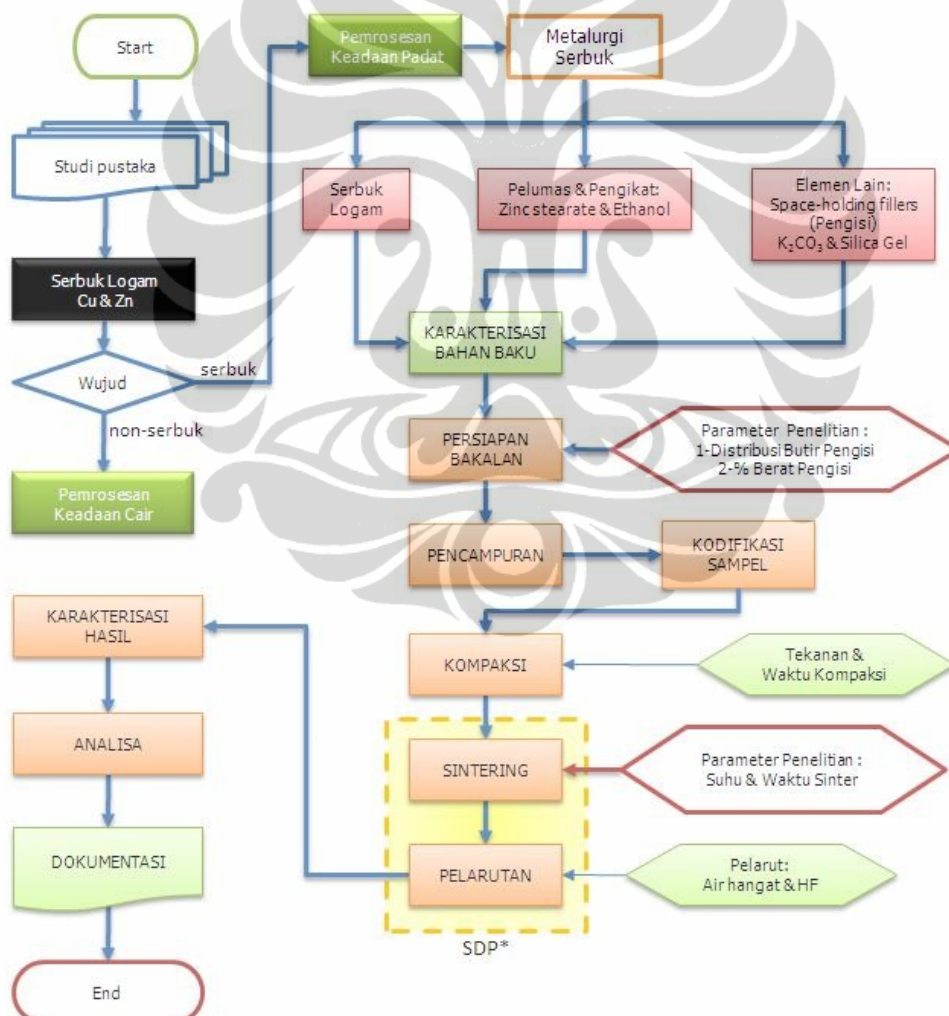


BAB 3

DISAIN PENELITIAN

1. Diagram Alir Penelitian

Untuk menerangkan metodologi atau prosedur penelitian, dapat digambarkan dengan 2 cara, yaitu dengan diagram alir atau dengan *pseudocode*. Berikut disampaikan berupa diagram alir.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

*SDP : sintering dissolution process.

2. Bahan Penelitian

Bahan penelitian terdiri dari ;

2.1 Bahan Baku

(a) Serbuk Logam

Serbuk logam utama adalah serbuk Cu (Merck) dan serbuk Zn (Merck), dengan kemurnian mendekati 100%.



Gambar 3.2 Kemasan serbuk logam Cu (warna putih) dan Zn (warna abu-abu).

(b) Pembentuk Pori

Pembentuk pori berupa zat yang tidak akan bereaksi dengan serbuk logam induk maupun dengan pelumas dan pengikat yang digunakan. Ada 2 jenis yaitu *potassium carbonat* atau K_2CO_3 dan Silica Gel atau SiO_2 .



Gambar 3.3 Pengisi K_2CO_3 dengan 3 distribusi butir : 20 mesh, 30 mesh, dan 40 mesh.



Gambar 3.4 Pengisi SiO_2 atau Silica Gel (hanya 1 distribusi butir).

(c) Bahan Pelengkap

Proses ini memerlukan bahan pengikat dan pelumas untuk dicampur dengan serbuk logam, untuk memudahkan ikatan antar serbuk saat dicampur dan dikompaksi. Dalam hal ini yang digunakan adalah *zinc stearate* (ZnO) sejumlah 2% berat dan ethanol C_2H_5-OH sejumlah 1% berat.

2.2 Peralatan

(a) Alat Pencampur



(a) tertutup



(b) terbuka

Gambar 3.5 Silinder pencampur dari bahan baja biasa.

Alat ini akan digunakan untuk mencampur semua bahan serbuk dan bahan pelengkapanya. Semua bahan yang akan dikompaksi dicampur dan diputar dengan sumbu putar horizontal di mesin bubut.

(b) Dies

Digunakan untuk mencetak “green compaction”.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3.6 Dies kompaksi yang tersedia di lab metalurgi UI.

(a) terangkai. (b) terurai sisi 1. (c) terurai sisi 2. Punch pendek bisa dilepas karena tidak menempel di dies. Sedangkan punch panjang terikat di dies.

(c) Mesin Pres Vertikal Hidrolik

Digunakan untuk kompaksi bakalan di dalam dies. Mesin pres yang ideal untuk operasi dies adalah memiliki landasan atau meja mesin horizontal, serta kepala mesin yang terjamin ketegak-lurusan gerak vertikalnya. Kepala mesin pres ini akan berfungsi menekan *punch*. Ketegak-lurusan dies saat turun dan naik akan menjamin usia pakai dies menjadi lebih awet.

Mesin pres yang dilengkapi dengan pemanas meja landasan dan kepala mesin, akan berguna bilamana memerlukan variasi parameter temperatur kompaksi.



Gambar 3.7 Mesin pres yang digunakan di penelitian ini.

(d) Dapur Gas Listrik

Dapur ini akan digunakan saat sinter. Karena memerlukan atmosfer gas khusus selama proses sinter, maka harus dilengkapi dengan fitur suplai gas ke dalam ruang pemanas (chamber).



Gambar 3.8 Panel kontrol dapur listrik, jenis dapur gas, merk Nabertherm buatan tahun 1988, dengan kemampuan dapat diprogram.

2.3 Peralatan Karakterisasi

(a) Mesin SEM dan EDS

Alat ini praktis karena relatif tidak memerlukan preparasi sampel khusus. Kekurangan hasil SEM adalah *images* berupa *grey-scale* atau seperti foto hitam-putih. Namun dengan kemampuan pengaturan *depth-of-field* yang cukup “dalam”, rentang daerah yang fokus (tajam-jelas) juga lebih dalam. Hasilnya adalah citra 3 dimensi yang jelas. Mesin ini digunakan di awal untuk mengetahui properti awal (bahan baku berupa serbuk) dan di akhir untuk mengetahui properti akhir produk. Sedangkan pada *EDX* (*Energy*

Dispersive X-Ray Analysis), menggunakan sumber sinar x. Sinar x dihasilkan akibat perpindahan elektron yang lebih luar untuk mengisi kekosongan pada lintasan elektron yang lebih dalam. Sehingga pada hasil EDX tampak spektrum unsur yang sama karena adanya transisi yang berbeda.

(b) Mikroskop Optik Makro dan Mikro

Kelebihan mikroskop optik adalah kemampuannya menghasilkan *images* berwarna. Mikroskop dilengkapi dengan kamera serta skala ukur yang dapat direkam menjadi gambar. Perbesaran maksimum yang dapat dicapai oleh mikroskop di lab DTMM adalah 500x, dan sudah sangat memadai untuk mengamati fasa dan batas butir.



Gambar 3.9 Makromikroskop untuk memoto struktur makro. Perbesaran 6,3x hingga maksimum 32x.



Gambar 3.10 *Measuring-microscope* untuk mengukur struktur pori. Kemampuan perbesaran antara 50x hingga 1000x.

(c) Mili- Ω -meter

Properti kelistrikan yang akan diukur adalah konduktivitas listrik, namun nilainya tidak dapat diperoleh secara langsung. Mili-ohm-meter dapat mengukur nilai tahanan listrik suatu bahan sampai dengan skala mili-ohm, yaitu khusus digunakan untuk bahan yang mempunyai konduktifitas sangat

baik. Selanjutnya dengan mengukur jarak titik pengukuran serta luas penampang lintang bahan, resistivitas bahan dapat dihitung. Nilai konduktivitas kelistrikan adalah kebalikan dari resistivitas.



Gambar 3.11 Contoh mili Ω -meter.

3. Prosedur Penelitian

3.1 Karakterisasi Bahan Baku

Semua zat yang akan digunakan dikarakterisasi dengan SEM, untuk mengetahui ukuran dan bentuk awal partikel.

3.2 Menghitung Kebutuhan Zat

Kebutuhan jumlah zat diperhitungkan sesuai variabel sampel, serta kebutuhan ukuran spesimen untuk setiap pengujian. Serbuk logam akan dicampur dengan 4 jenis bahan pengisi, yaitu 3 tingkat kehalusan K_2CO_3 serta 1 tingkat kehalusan SiO_2 . Dari 4 jenis bahan pengisi itu, % berat bahan pengisi K_2CO_3 adalah 60%, sedangkan untuk SiO_2 hanya 1 macam sebesar 30% berat. Sedangkan masing-masing campuran perlu dibuat untuk 3 sampel. Jadi jumlah variasi bakalan adalah 4. Jumlah sampel menjadi 4 dikali 3 sama dengan 12 sampel.

Tabel 3.1 Rekapitulasi kebutuhan bahan

Massa Cu	179,52 g
Massa Zn	31,68 g
Massa 20 mesh K_2CO_3	43,20 g
Massa 30 mesh K_2CO_3	43,20 g
Massa 40 mesh K_2CO_3	43,20 g
Massa SiO_2	7,20 g
Massa ZnO	9,12 g
Massa C_2H_5-OH	4,56 g

Namun karena ada 2 skema sinter, yaitu suhu $900^{\circ}C$ dengan waktu tahan 45 menit dan suhu $850^{\circ}C$ dengan waktu tahan 60 menit, maka jumlah sampel total menjadi 24 sampel.

3.3 Penimbangan

Penimbangan memerlukan timbangan digital dengan ketelitian minimal 0,01 g.

- (a) Serbuk Cu dan Zn dengan perbandingan 85 : 15 %, dipersiapkan seperti perhitungan di tabel 3.1.



Gambar 3.12 Penimbangan 85% berat serbuk Cu dan 15% berat serbuk Zn.

- (b) K_2CO_3 hasil pengayakan adalah 3 macam ukuran butiran, hasil pengayakan penyaring 20, 30, dan 40 mesh. Fraksi massa adalah konstan 60% terhadap berat total bakalan.
- (c) Ukuran butir silica gel yang digunakan adalah hasil pengayakan antara penyaring 7 dan 10 mesh dengan fraksi massa 30%.



Gambar 3.13 Penimbangan serbuk K_2CO_3

3.4 Pengkodean Sampel

Sistem pengkodean sampel yang penulis pakai adalah sebagai berikut ;

- (a) Pengisi potasium menggunakan kode **SmXYn** atau **mXYn**. Artinya S adalah kode skema sinter, m nomor skema sinter; 1 untuk skema 1 dan 2 untuk skema 2. XY adalah kehalusan butir (mesh), yaitu 2 macam ; 20 atau 30 atau 40. Sedangkan n adalah nomor sampel ke sekian untuk jenis itu, nilainya antara 1 s/d 3. Contoh :

□ S1403 atau 1403

Artinya ;

- S1 : sinter skema 1 (900°C 45 menit)
- 40 : mesh 40 di sinter skema 1.
- 3 : sampel ke 3 di sinter skema 1 mesh 40.

(b) Pengisi silica gel hanya terdiri dari 1 distribusi ukuran butir, jadi kodenya adalah **SmSGn** atau **mSGn**; m adalah skema sinter, dan n adalah nomor sampel. Contoh :

□ S1SG1 atau 1SG1

Artinya ;

- S1 : sinter skema 1 (900°C 45 menit)
- SG : silica gel.
- 1 : sampel ke 1 di sinter skema 1 pengisi silica gel.

3.5 Kompaksi

Proses kompaksi akan distandarkan dengan ketentuan; berat campuran setiap sampel sebelum dikompaksi adalah 8,24 gram. Akan dikompaksi dalam die dengan tekanan minimal 20 MPa (200 bar). Atmosfir udara normal. Tahapannya ;

(a) Dies diletakkan menghadap ke atas (metode *double action*) di atas meja mesin pres. Serbuk bakalan per sampel dituang ke dalam rongga cetak (kaviti) dan ditutup dengan *punch* pendek (gambar 3.14).



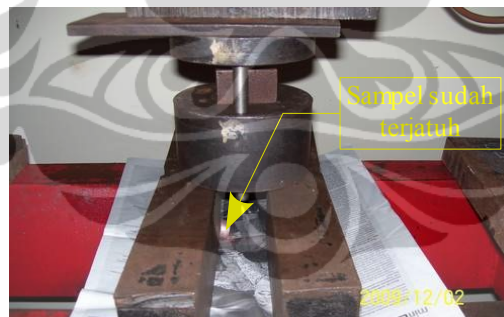
Gambar 3.14 Serbuk bakalan dituang ke kaviti.

- (b) Kedua tiang pengarah dies (*guide post*) tidak boleh terhalang oleh sesuatu apapun agar serbuk benar-benar mengalami pemadatan.
- (c) Hidrolik mesin pres dipompa agar *punch* itu menekan serbuk bakalan. Mula-mula dengan pemompa gerak cepat, lalu bila sudah terasa berat, gunakan pemompa gerak lambat mencapai tekanan 20 MPa selama ~ 2,5 menit.



Gambar 3.15 Hasil kompaksi masih di dalam kaviti.

- (d) Tekanan hidrolik dibuang dengan cara mengendurkan baut penahan tekanan hidrolik. Dies dibalik sehingga punch pendek bisa diambil. Tampak sampel hasil kompaksi masih ada di dalam kaviti (gambar 3.15).
- (e) Dalam keadaan kaviti terbuka dan dies terbalik, dies diletakkan kembali di mesin pres. Bakalan dikeluarkan dari dalam kaviti dengan cara dipres pada arah berlawanan dengan arah saat kompaksi (gambar 3.16).
- (f) Setiap bakalan hasil kompaksi difoto dengan alas kertas milimeter blok atau kertas biasa tapi difoto bersamaan dengan penggaris.



Gambar 3.16 Mengeluarkan hasil kompaksi. Bakalan dicegah terjatuh ke lantai untuk menghindari pecah.

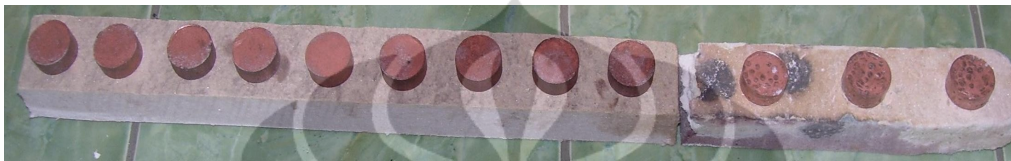
- (g) Sampel hasil kompaksi dimasukkan ke dalam plastik klip untuk mencegah oksidasi potassium oleh udara. Salah satu tanda terjadi oksidasi, adalah bila keluar semacam lendir dari permukaan sampel.
- (h) Kemasan sampel diberi kode sesuai varian pencampuran.

3.6 Proses Sinter

Penentuan suhu sinter telah dijelaskan di bab 1, yaitu dari diagram biner Cu-Zn serta beberapa jurnal. Demikian juga dengan waktu tahan dan atmosfer sinter. Tahapan pekerjaan sinter :

(a) Tahap Persiapan.

Ruang dapur gas Nabertherm menyerupai tabung dengan diameter ~ 55 mm dan panjang ~ 800 mm. Ukuran refraktori ditambah dengan jumlah sampel diperhitungkan sesuai ukuran ruang dapur. *Lay-out* peletakan sampel di atas refraktori harus direncanakan dengan baik agar semua sampel mendapatkan suhu dan atmosfer seperti yang dikehendaki.



Gambar 3.17 Contoh rencana *lay-out* peletakkan sampel.

Serbuk SiC ditaburkan di permukaan dapur yang akan bersentuhan dengan bagian bawah refraktori. Sampel diletakkan teratur di atas bahan refraktori yang sudah ditaburi dengan serbuk SiC. Kegunaan serbuk ini adalah agar sampel tidak menempel, baik terhadap permukaan dapur maupun terhadap refraktori, sehingga mudah dikeluarkan dari dapur paska sinter.

Jumlah gas nitrogen untuk atmosfer sinter diperhitungkan agar memadai untuk total waktu sinter termasuk waktu *preheating* dan pendinginan kembali ke temperatur kamar. Selain jumlah harus mencukupi, yakinkan juga bahwa gas tersebut mampu mengalir dengan baik ke dalam ruang dapur. Salah satu cara adalah dengan memasukkan ujung selang ke dalam segelas air, bila keluar gelembung teratur berarti gas dapat mengalir dengan baik.

(b) Tahap eksekusi.

Refraktori dan sampel dimasukkan, dan dapur ditutup. Katup tabung nitrogen dibuka, jumlah gas tidak perlu terlalu banyak, tapi harus ada. Biarkan selama ~ 5 menit, sebelum program dimulai. Setelah itu dapur Nabertherm siap diprogram sesuai skema sinter. Parameter operasi dapur Nabertherm diprogram dengan rumus pendekatan :

$$\begin{aligned}
 &\square T_2 : \text{suhu sinter} && [^{\circ}\text{C}] \\
 &\square t_2 : \text{waktu tahan sinter} && [\text{min}] \\
 &\square T_1 = \sim 60\% T_2 && [^{\circ}\text{C}]
 \end{aligned}
 \tag{3.1}$$

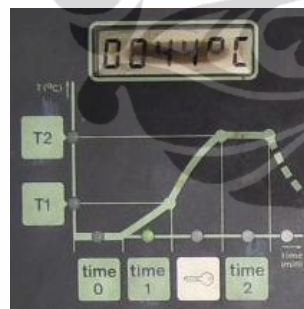
□ T_{dapur} : suhu dapur [°C]

$$t_1 = \frac{T_2 - T_{dapur}}{12} \quad [\text{min}] \quad (3.2)$$



Gambar 3.18 Sampel sudah dimasukkan ke dalam dapur.

Tombol start ditekan bila entri parameter sudah selesai. Setiap kita melihat atau memantau 'perjalanan' proses sinter, dengan menekan T_2 atau T_1 atau t_2 atau t_1 , tombol start HARUS selalu ditekan ulang agar program berjalan lagi. Salah satu tanda bila program tertunda adalah ada salah satu lampu LED yang berkedip, serta penampakan indikator arus selalu di titik 0.



(a)



(b)

Gambar 3.19 Parameter dapur yang perlu diprogram. Tampak pula suhu dapur saat itu.



Gambar 3.20 Tanda dapur sedang beroperasi.

Semua sampel hasil sinter harus difoto beralaskan kertas milimeter blok atau difoto bersama mistar ukur. Untuk mengulangi sinter dengan skema berbeda, maka ulangi semua langkah di atas.

3.7 Pelarutan (dissolution)

- (a) Pelarutan K_2CO_3 menggunakan air hangat pada suhu $\sim 65^\circ\text{C}$, diaduk selama 2 jam dengan *magnetic stierer*.



Gambar 3.21 Langkah pelarutan potasium karbona. a) persiapan sekat. b) penandaan kelompok sampel. c) pelarutan dengan *magnetic stierer*.

- (b) Pelarutan SiO_2 menggunakan larutan HF 25% dengan cara direndam.



Gambar 3.22 Proses pelarutan silica gel.

4. Karakterisasi Hasil Percobaan

Karakterisasi dilakukan setelah semua sampel selesai mengalami proses pelarutan (disolusi) dan pengeringan.

4.1 Pengamatan Visual

Produk sampel dari setiap tahapan difoto bersama mistar penggaris atau dialasi dengan kertas milimeter blok. Geometri sampel di setiap tahapan harus tetap diukur (dengan jangka sorong) dan ditimbang, sebagai nilai pembanding.

4.2 Uji Densitas

Uji densitas menggunakan prinsip hukum Archimedes tentang pengapungan, untuk sampel bentuk umum. Densitas, ρ sampel dihitung dengan memasukan nilai m dan V pada persamaan 3.3

$$\rho_{\text{sampel}} = \frac{m_{\text{sampel}}}{V_{\text{sampel}}} \quad (3.3)$$

dengan :

□ ρ_{sampel} : densitas sampel [g/cm³]

- V_{sampel} : volume sampel [ml = cm³]
- m_{sampel} : massa sampel [g] atau [gram]

4.3 Uji Porositas

Standar pengujian porositas yang digunakan adalah revisi ASTM 373-88. Nilai densitas hasil percobaan dan teoritis dimasukan ke persamaan 3.4 :

$$Porositas [\%] = \frac{\rho_{teoritis} - \rho_{percobaan}}{\rho_{teoritis}} = 1 - \frac{\rho_{percobaan}}{\rho_{teoritis}} \quad (3.4)$$

dengan :

- $\rho_{percobaan}$: densitas percobaan [g/cm³]
- $\rho_{teoritis}$: densitas teoritis [g/cm³]

Densitas teoritis suatu paduan dicari dengan rumus (3.5). Bila jumlah unsur lebih dari dua, maka rumus tersebut

$$\rho_{paduan} = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{X_1/\rho_1 + X_2/\rho_2 + \dots + X_n/\rho_n} \quad (3.5)$$

dengan; χ_n : fraksi berat unsur ke - n [%]

Konversi ke fraksi volume, dapat dihitung dengan rumus “rule of mixture” ;

$$\rho_{campuran} = \rho_1 \cdot V_1 + \rho_2 \cdot V_2 + \dots + \rho_n \cdot V_n \quad (3.6)$$

$$\text{dengan : } V_n : \text{fraksi volume } [\%] = V_n = \frac{Volume_n}{Volume_{campuran}} \quad (3.7)$$

4.4 Uji Morfologi Pori

Pengujian berikut ini bertujuan mengetahui jenis dan struktur sel, ukuran dan jenis pori baik secara makro maupun mikro. Pengamatan dilakukan pada sampel yang dianggap mewakili, yaitu 8 sampel perwakilan sesuai dengan jumlah variasi parameter penelitian ini.

(a) Struktur Makro

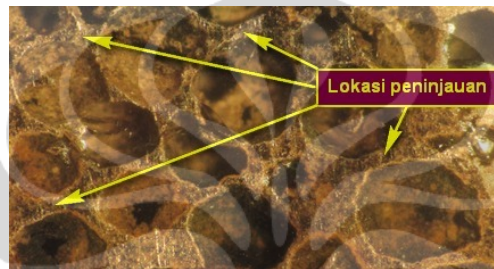
Tujuan pengamatan ini adalah untuk mengetahui perbandingan pori pada sampel dengan setiap ukuran bahan pengisi dan skema sinter yang berbeda.

Foto makro dilakukan dengan perbesaran 7x untuk pengisi silica gel dan 32x untuk pengisi potassium. Sedangkan untuk pengukuran, tersedia kemampuan

perbesaran 50x hingga 1000x. Pengukuran secara manual dengan ketelitian hingga 1 μm (0,001 mm) untuk sumbu x dan y.

(b) Struktur Mikro.

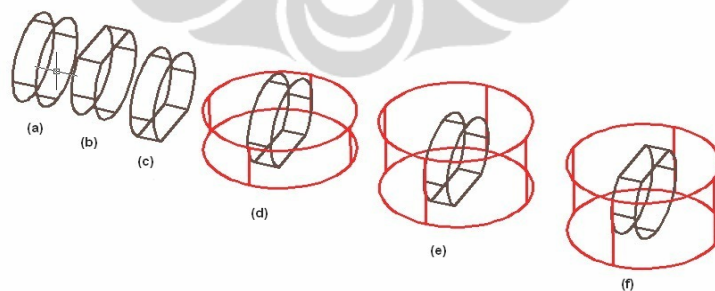
Pengamatan mikro khusus untuk mengetahui batas butir, ukuran butir, serta fasa paduan yang terbentuk. Pengamatan menggunakan mesin uji SEM dan mikroskop optik. Pengamatan akan dilakukan pada daerah di pinggir pori sebanyak 2 titik dan daerah di luar pori 1 titik.



Gambar 3.23 Titik pengamatan.

□ Pengamatan Struktur Mikro dengan Mikroskop Optik

Standar pengamatan struktur mikro berdasarkan ASTM E 3 – 95. Pengamatan struktur mikro memerlukan sampel dengan preparasi khusus demi mendapatkan hasil yang memuaskan. Sampel yang dipilih tidak harus utuh, karena uji struktur mikro hanya mengamati sebagian kecil sampel, asalkan sudah cukup mewakili.

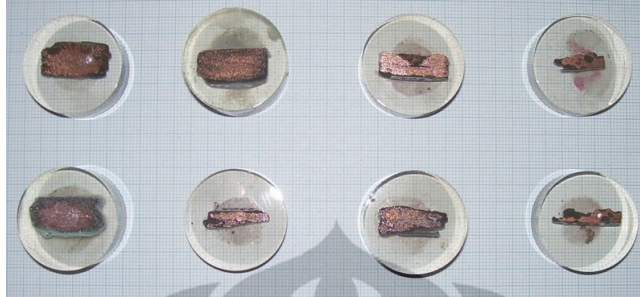


Gambar 3.24 Ilustrasi tahapan pembuatan mounting. (a) Sampel awal. (b) Sampel digerinda sebagian agar bisa diletakkan tegak. (c) Sampel di posisi tegak dengan alas bagian yang digerinda tadi. (d) Sampel dicor dengan resin+pengeras. Siap diampas di bagian yang rata. (e) Mounting dapat ditinggikan hingga seluruh sampel mengambang. (f) Sampel dibalik, siap diuji.

Tahapan preparasi sampel :

- Sampel dimounting dengan resin khusus yang dicampur dengan *hardener*. Proses mounting tidak harus sekali jadi, dapat bertahap sesuai kondisi sampel.

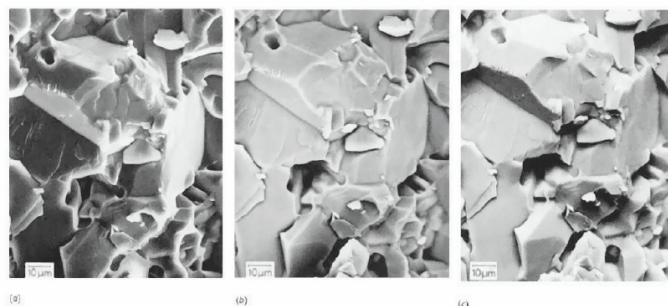
- Permukaan sampel dihaluskan menggunakan amplas. Teknik atau cara mengamplas akan meminimalisir kerusakan permukaan sampel.



Gambar 3.25 Sampel yang disiapkan untuk pengamatan struktur mikro. Jumlah sesuai dengan 8 variasi parameter.

- Permukaan sampel yang telah halus dipoles dengan serbuk Alumina yang dicampur dengan air. Pemolesan diakhiri bila permukaan sampel sudah menyerupai cermin atau mengkilap.
- Sampel dietsa dengan cairan FeCl_3 15% dan alkohol 96%, khusus untuk paduan tembaga.
- Permukaan sampel diamati dengan tujuan mencari batas butir, ukuran butir, struktur sel, serta fasa yang terjadi. Dalam hal ini perbesaran 100x cukup untuk melihat batas butir dan ukuran butir. Sedangkan untuk melihat fasa yang terjadi memerlukan perbesaran 500x.
- Preparat khusus untuk skala ukur mikro juga difoto dengan perbesaran yang sama.

□ Pengamatan struktur mikro dengan SEM



Gambar 3.26 Contoh perbandingan citra pada permukaan patahan alumina. (a) SE. (b) BSE dengan semua 4 detektor aktif. (c) BSE dengan hanya 1 detektor aktif^[48].

Pengamatan yang dapat dilakukan di mesin SEM ada 2 macam mode penyinaran, yakni : *secondary electron (SE)* dan *back-scattered electron*

(BSE). Ilustrasi pada gambar 3.26 menjelaskan perbandingan citra gambar hasil masing-masing metode penyinaran.

4.5 Uji Komposisi Kimia

Uji komposisi kimia bertujuan mengetahui unsur kimia apa saja yang ada, serta % kandungannya ^[49]. Mesin EDX biasa dikopel dengan mesin SEM, komposisi kimia didapat dengan mengolah salah satu pantulan *incident beam* jenis X-ray.

4.6 Uji Properti Listrik

Bertujuan mencari nilai konduktifitas listrik. Konduktifitas listrik didapat setelah resistivitas (tahanan listrik) bahan dapat diukur. Alat ukur tahanan listrik untuk sampel kuningan busa ini harus mampu mengukur nilai tahanan yang sangat kecil. Dengan menggunakan rumus dasar sebagai berikut ;

(a) Mengukur resistivitas

$$R = \rho_{elc} \frac{L}{A} \quad \text{----} \quad \rho_{elc} = \frac{R \cdot A}{L} \quad (3.8)$$

dengan ;

- R : tahanan listrik $[\Omega]$
- ρ_{elc} : resistivitas $[\Omega \cdot \text{mm}]$
- L : panjang $[\text{mm}]$
- A : luas penampang $[\text{mm}^2]$

Penentuan titik ukur akan sangat menentukan hasil yang didapat, karena akan berpengaruh pada nilai L dan A .

(b) Menghitung konduktivitas listrik

Kebalikan dari resistivitas adalah konduktivitas listrik

$$\sigma_{elc} = \frac{1}{\rho_{elc}} \quad (3.9)$$

dengan ;

- σ : konduktivitas listrik $[\Omega \cdot \text{mm}]^{-1}$

(c) Mengkonfirmasi hasil

Prediksi nilai konduktivitas listrik menurut Ashby ^[38] adalah ;

$$\frac{\sigma}{\sigma_s} = \frac{1}{3} \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad (3.10)$$

dengan :

- σ_s : konduktivitas listrik wujud solid $[\Omega.\text{mm}]^{-1}$
- ρ/ρ_s : densitas relatif

Dari tabel 2.1, data resistivitas listrik untuk C23000 adalah $4,65 \mu\Omega\text{-cm}$ @ 20°C , atau $4,65 \times 10^{-5} \Omega.\text{mm}$. Maka dengan menggunakan rumus 3.9 di atas, konduktivitas listriknya adalah $21.505,38 [\Omega.\text{mm}]^{-1}$.

