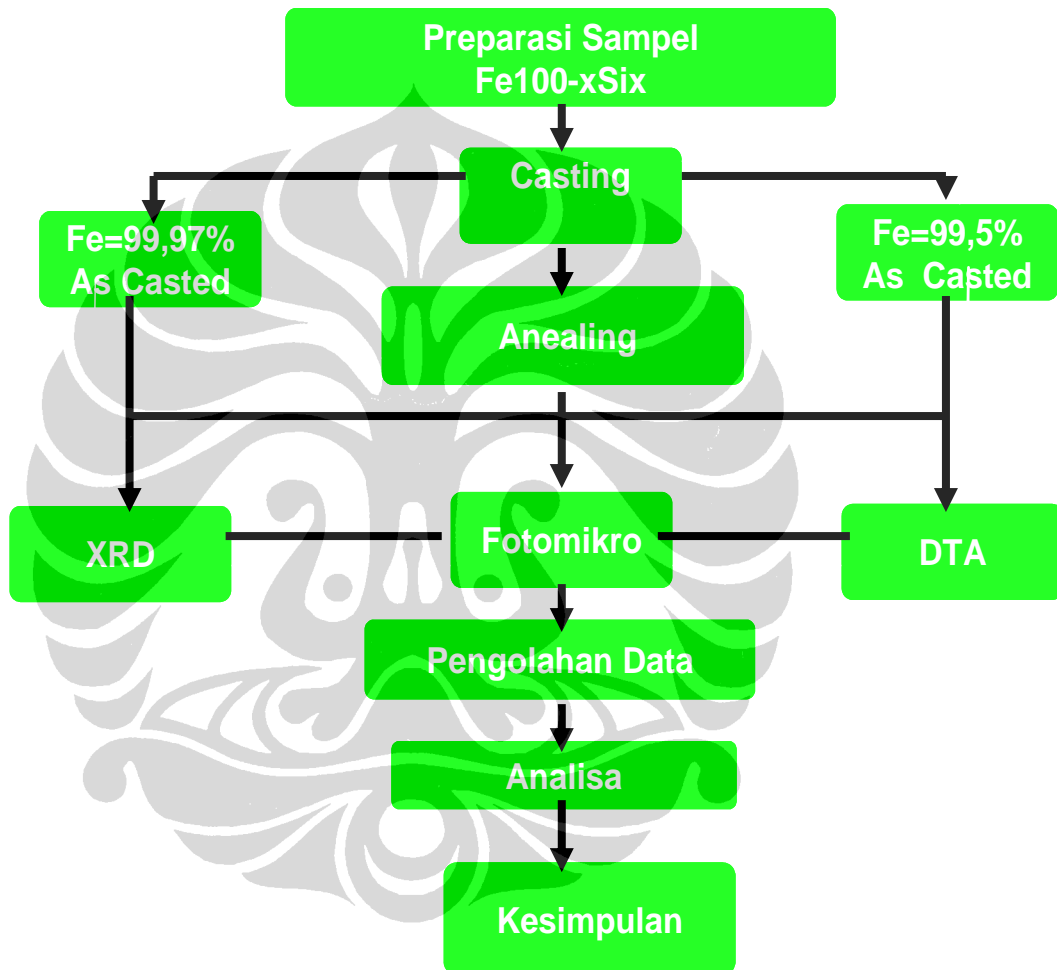


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alur Penelitian



3.2 PREPARASI $Fe_{100-x}Si_x$

Dalam preparasi sampel disini sampel dibedakan atas dua, yaitu sampel A dan sampel B. Sampel A adalah bahan dengan kemurnian Fe 99.98% dan sampel B yang mempunyai kemurnian Fe 99.5%. Untuk variasi sampel dibedakan atas

persentasi dari perubahan kenaikan persen Si, dimana dalam $Fe_{100-x} Si_x$ didapatkan untuk $x = 1, 2, 3$ dan 4 .

Untuk pencarian persen atomik dari FeSi adalah dengan menggunakan persamaan

$$\% \text{ Atomik Si} = \frac{(\text{Massa Si/Ar Si})}{(\text{Massa Si/Ar Si} + \text{Massa Fe/Ar Fe})}$$

Dimana untuk mendapatkan 8 gram $Fe_{99}Si_1$ maka :

$$Fe = 99 \times 55.845 = 5528.655 \text{ gram}$$

$$Si = 1 \times 28.080 = 28.086 \text{ gram}$$

Untuk Fe didapatkan :

$$Fe = \frac{5528.655}{5528.655 + 28.086} \times 8 \text{ gram} = 7.95956 \text{ gram}$$

Dengan demikian untuk mendapatkan massa Si adalah :

$$Si = 8 - 7.95956 = 0.040435 \text{ gram}$$

Untuk sampel B yang merupakan campuran Fe dalam bentuk serbuk dan Si dalam bentuk batangan kecil. Serbuk besi ini mendapatkan perlakuan tekanan sangat tinggi bersama dengan Si untuk membentuk suatu alloy FeSi yang belum mendapatkan perlakuan panas. Sementara untuk sampel A (Fe=99,97%), dimana Fe mempunyai bentuk bukan serbuk melainkan padatan. Proses selanjutnya adalah sampel dilebur didalam arc melting furnace.

3.3 CASTING FeSi

Bahan FeSi dari sampel A (Fe=99,97%) dan B (Fe=99,5%) dicasting (dicetak) didalam *arc melting furnace*. Didalam alat ini, sebelum sampel dimasukkan kedalam *furnace* terlebih dahulu *furnace* dibersihkan dengan menggunakan asam

nitrat kemudian alcohol 96 persen. Sampel diletakkan diatas Disk(tempat dimana sampel mengalami perlakuan), kemudian *furnace* divakum sampai tekanan didalam *furnace* nol. Setelah tekanannya nol, didalam *furnace* diflash dengan memasukkan argon sampai tekanan sama dengan udara luar. Perlakuan dengan cara memvakum dan flashing diulang sampai dengan 5 kali dan interval waktu antara vakum dengan flashing berkisar 5 menit, yakni waktu ketika ditahan dalam keadaan vakum adalah 5 menit dan ditahan dalam kondisi argon selama 5 menit.

3.4 ANNEALING

Dalam peristiwa *annealing* disini masing-masing sampel dibagi menjadi dua bagian, yaitu 4 sampel dari sampel A(Fe=99,97%) dan 4 sampel dari sampel B(Fe=99,5%). Sampel –sampel tersebut sebelum dianneal dibersihkan dengan menggunakan alcohol 96 persen untuk menghilangkan korosinya dan unsur lainnya yang menempel padanya. Sebelum dimasukan kedalam tabung kwartz, terlebih dahulu tabung kwartz tersebut dibersihkan dengan menggunakan alcohol. Sampel dimasukan dan tabung divakum dari udara luar sampai tekanan didalam tabung nol, kemudian dimasukkan gas argon kedalam tabung, dan proses ini diulang sampai beberapa kali. Sampel yang ada didalam tabung dan dalam kondisi argon dimasukkan kedalam *furnace*. Proses *annealing* dalam *furnace* dilakukan pada suhu 800° C dan ditahan selama 1 jam, sementara kenaikan suhu *furnace* diset secara perlahan kenaikannya. Setelah ditahan selama satu jam sampel dikeluarkan dan ditaruh dilingkungan udara luar sampai sampel menjadi dingin.

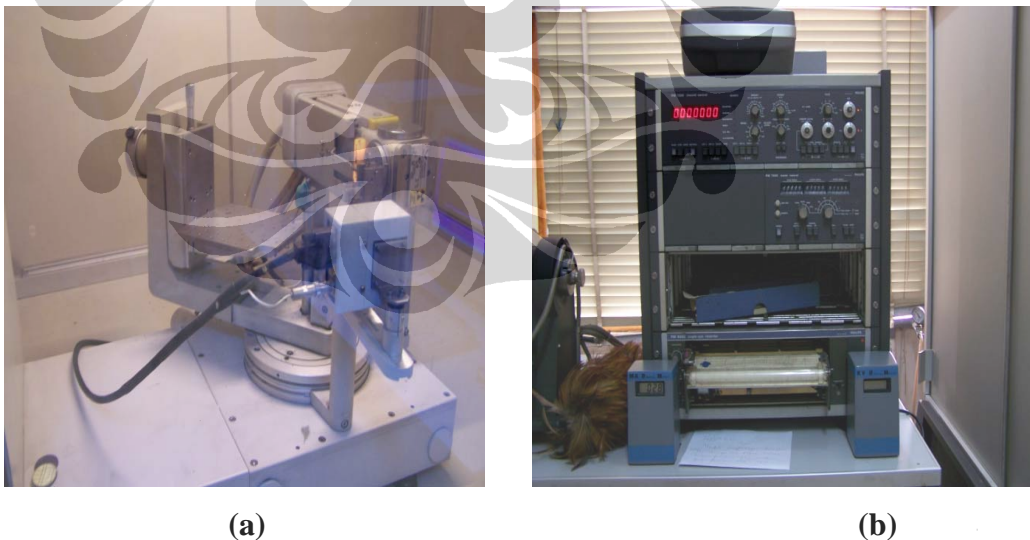
3.5 KARAKTERISASI FeSi

Pengkarakterisasian FeSi adalah dengan menggunakan peralatan XRD, DTA dan Fotomikro. Untuk melihat struktur digunakan XRD, sementara untuk melihat bentuk, ukuran dan distribusi partikel digunakan Fotomikro dan untuk melihat perubahan suhu curie(suhu dimana ferromagnetik berubah menjadi paramagnetik) digunakan DTA.

3.5.1 X-Ray Diffraction(XRD)

Diffraksi sinar x digunakan untuk menentukan struktur kristal FeSi, alat ini menghasilkan intensitas sinar yang didifraksikan oleh bidang-bidang kristal didalam sampel. Intensitas yang terukur ditampilkan sebuah grafik intensitas terhadap sudut hamburan(2θ). Pola-pola grafik intensitas yang dihasilkan XRD selanjutnya dicocokkan dengan data *ICDD(International for Diffraction Data)*, guna melihat adanya fasa lainnya yang muncul selain fasa FeSi. Berdasarkan hasil analisa grafik intensitas yang telah dicocokkan *ICDD* akan diperoleh struktur kristal dari sampel.

Analisa lebih lanjut, kita dapat juga memperkirakan grain dari sampel, dengan cara menerapkan formula scherrer didalam menentukan ukuran kristal. Namun formula ini hanya berlaku untuk grain yang mempunyai ukuran dibawah 100nm. Sedang untuk grain yang ukurannya diatas 100nm tidak berlaku. Akan tetapi berdasarkan hasil grafik XRD kita dapat menghitung nilai FWHM untuk masing-masing sampel. Adanya perubahan ukuran grain akan ditunjukkan perubahan nilai FWHM.



Gambar3.1 (a) dan (b) peralatan X-Ray Diffraction (XRD)

3.5.2. *Differential Thermal Analyzer(DTA)*

DTA digunakan untuk menganalisa perubahan suhu curie dari 16 sampel yang ada. Adapun alat DTA yang digunakan adalah DTA 50 Shimadzu. Dalam melakukan percobaan DTA massa masing-masing sampel ditimbang dengan menggunakan timbangan digital, kemudian sampel dibersihkan dan direndam dengan menggunakan *alcohol* untuk menghilangkan korosi dan zat-zat yang mempengaruhi distribusi panas pada sampel. Sampel dimasukkan kedalam *crucible* pertama dan reference yang berisi bubuk alumina ditaruh pada *crucible* yang kedua. Alat DTA diset sampai suhu maksimum 850 °C dan kenaikan suhu dalam alat DTA dibuat secara teratur kenaikannya dalam tiap detiknya.

3.5.3 *Fotomikro*

Pengujian *fotomikro* yang dilakukan di *center for materials processing and failure analysis* teknik metalurgi, Universitas Indonesia, dan didapatkan pada gambar 4.9 dan 4.10, sebelum diuji material mendapatkan perlakuan *polishing* dengan ampelas yang memiliki tingkat kehalusan 200, 500 dan 1000, kemudian dilakukan etsa(*etching*) dengan menggunakan larutan yang terdiri dari 1 gram picric acid dimasukkan kedalam 5 mililiter larutan HCl dan ethanol . Sampel ini menggunakan mesin uji Stereo Microscope dengan standar ASTM E 3 – 95, sampel dibuat perbesaran 100 dan 500 kali.



(a)



(b)

Gambar 3.2 (a) alat *mounting*

(b) alat *fotomikro*

3.6 Penentuan Ukuran butir dan Strain Mikro dengan Metode Difraksi Sinar-x

3.6.1 Metode Perhitungan Ukuran Butir

Prinsip dasar penentuan ukuran butir dengan metode difraksi sinar-x adalah adanya pelebaran puncak difraksi. Berkas yang terdifraksi menjadi baur (diffuse) jika ukuran butir berkurang sinar-x berkas difraksinya menjadi lebih baur dan akhirnya akan tenggelam dalam latar belakang(background). Divergence sinar-x ini yang dipakai sebagai dasar pengukuran ukuran butir oleh Scherer diperoleh ukuran butir sebagai berikut:

$$\sigma = \frac{k\lambda}{B_{ub}\cos\theta} \dots\dots\dots \text{pers 3.1}$$

Dengan

σ = ukuran butir rata-rata tegak lurus terhadap bidang difraksi, karena bentuk kristal umumnya tidak diketahui.

k = konstanta yang bergantung pada bentuk kristal. Indeks (hkl) dan definisi untuk

σ dan B_{ub} , nilainya menurut Bertram(1967) sekitar 0,70 dan 1,70.

B_{ub} = lebar puncak akibat ukuran butir pada lebar setengah puncak

Difraksi maksimum(FWHM)

λ = panjang gelombang sumber difraksi sinar-x

θ = sudut difraksi yang menghasilkan puncak.

Persamaan 3.1 diatas diperoleh karena Scherrer mengasumsikan kristal tersebut bebas dari strain dan cacat, sehingga pelebaran puncak terjadi hanya akibat ukuran butir yang kecil.

3.6.2 Pelebaran garis puncak Difraksi sinar-x

Fenomena pelebaran garis puncak difraksi(line-broadening) untuk logam yang terdeformasi plastis telah dikembangkan lebih dari 50 tahun yang lalu. Hal ini digunakan untuk mengidentifikasi ukuran butir dan strain mikro pada struktur kristal logam tersebut. Pengembangan dari studi ini dimulai ketika Scherrer(1918) menyatakan bahwa ukuran butir yang kecil akan menyebabkan pelebaran garis puncak difraksi. Kemudian Stokes dan Wilson(1944) menemukan bukti bahwa strain kisi juga merupakan penyebab lain dari pelebaran garis itu. Strain kisi ini dapat berbentuk karena beberapa hal seperti dislokasi, kekosongan(vacancy), atom intertisi dari atom substitusi.

Pelebaran puncak difraksi yang dinyatakan dengan B yaitu lebar setegah puncak difraksi maksimum dan dinyatakan dalam satuan radian. Biasanya notasi yang digunakan adalah FWHM(Full Width at Half Maximum), gambar pelebaran garis

difraksi dapat dilihat pada gambar dibawah ini dan perbandingan pola difraksi ideal dapat dilihat pada gambar yang lain. adalah $\frac{1}{2}$ dari selisih antara dua sudut ekstrim yang intensitasnya nol, yang nilainya berada dalam garis difraksi yang berbentuk triangular.

Yaitu, $B = \frac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2 \dots \dots \dots 3.2$

