

BAB III

METODE PENELITIAN

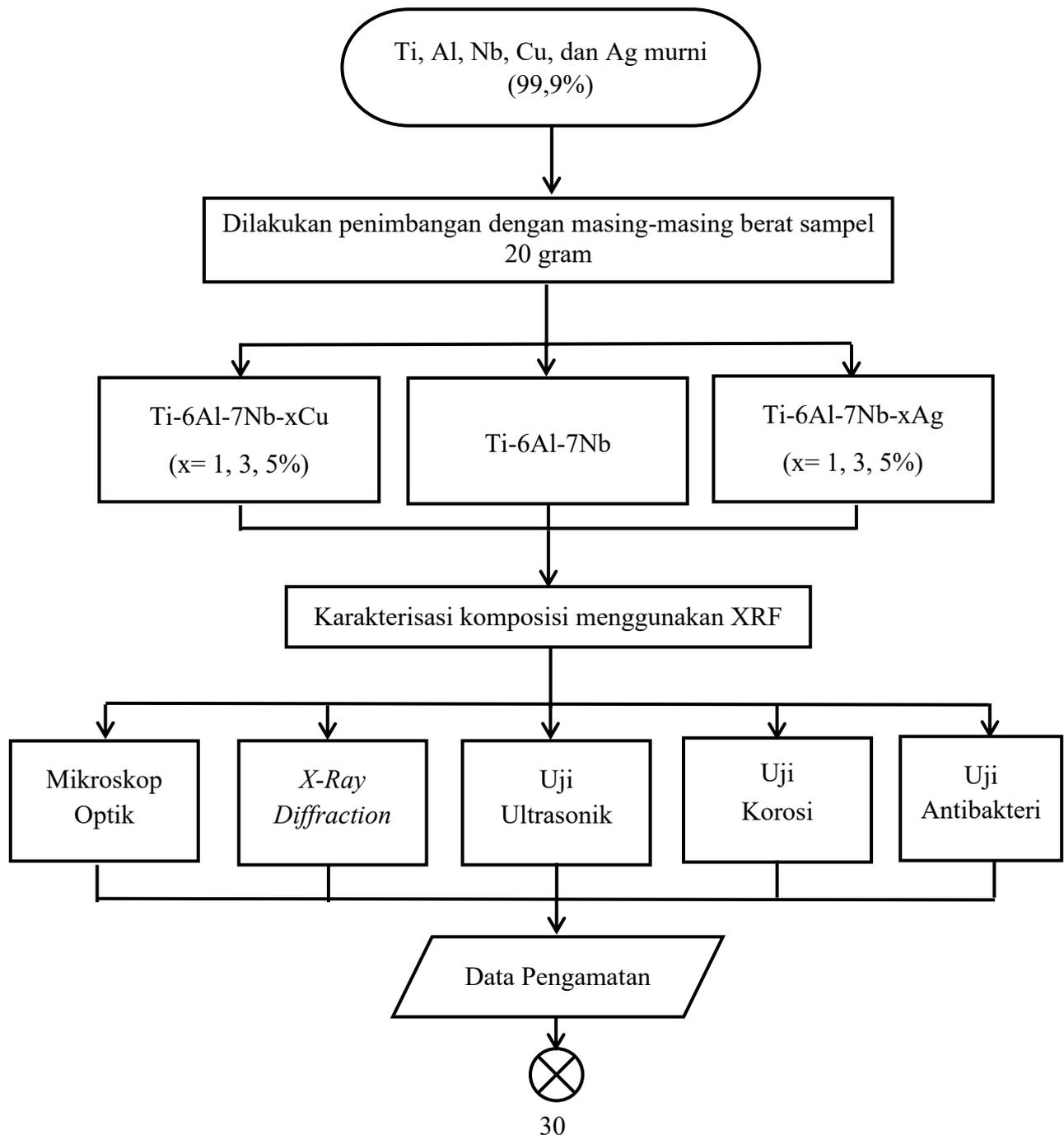
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

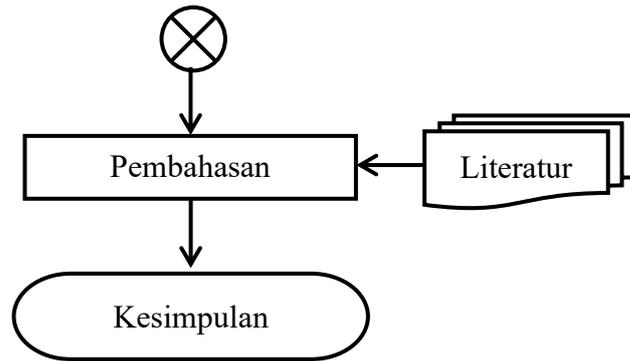
Kegiatan penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari 2024 hingga Juni 2024. Proses peleburan, pengamatan metalografi, dan uji korosi dilakukan di Laboratorium Fisika dan Metalurgi, PSTNT BATAN, Kota Bandung. Uji antibakteri dilakukan di Laboratorium Tanah dan Agroklimat, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa dan Laboratorium Bioteknologi BRIN Serpong. Uji ultrasonik dan Uji Komposisi kimia dilakukan di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) dan Balai Besar Logam dan Mesin, Sangkuriang, Kota Bandung. Pengujian XRD dilakukan di GreenLabs Indonesia, Kota Bandung.

3.2 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini dijelaskan secara skematis melalui diagram alir yang dapat dilihat pada gambar 3.1. Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah paduan Ti-6Al-7Nb yang ditambahkan dengan unsur Ag dan Cu dengan variasi 1%, 3%, dan 5%. Sebelum dilakukan proses peleburan dilakukan penimbangan bahan dengan total berat 20 gram per sampel. Proses peleburan dilakukan menggunakan alat *single arc melting furnace* dengan elektroda tungsten (W), menggunakan tegangan 230 V dan arus sekitar ± 110 A sehingga menghasilkan busur listrik yang melebur bahan-bahan dalam krusibel tembaga yang dialiri air sebagai pendingin. Proses dilakukan dalam atmosfer gas Argon UHP 99,99% yang bertujuan untuk mencegah terjadinya oksidasi. Proses peleburan dari setiap paduan dilakukan sebanyak 4 kali untuk mendapatkan hasil paduan yang homogen dan hasil dari

peleburan berbentuk *coin ingot*. Pengamatan dan pengujian dilakukan untuk mengetahui perubahan sifat antibakteri, struktur mikro, nilai modulus elastisitas, dan sifat ketahanan korosi pada Ti-6Al-7Nb setelah penambahan unsur Ag dan Cu. Pengamatan yang dilakukan meliputi metalografi dan XRD, sedangkan pengujian yang dilakukan yaitu, uji komposisi kimia, uji antibakteri, uji korosi, dan uji ultrasonik.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat yang Digunakan

Berikut ini adalah alat-alat yang akan digunakan untuk melakukan penelitian ini yaitu:

- a. Autoklaf
- b. *Bunsen*
- c. Cawan Petri
- d. *Dryer*
- e. *Erlenmeyer*
- f. *Hot Plate*
- g. Inkubator
- h. Jangka Sorong
- i. *Laminar Air Flow*
- j. Mesin *Grinding* dan *Polishing*
- k. Mikroskop Optik
- l. Neraca Digital
- m. Mikropipet

- n. Set alat *Potentiodynamic Polarization*
- o. *Single Arc Melting Furnace*
- p. *Transducer 1MHz*
- q. *Ultrasonic Flaw Detector*
- r. *X-Ray Diffraction*
- s. *X-Ray Fluorescence Bruker*

3.2.2 Bahan-bahan yang Digunakan

Berikut ini adalah bahan-bahan yang akan digunakan untuk melakukan penelitian ini yaitu:

- a. Amplas berukuran 80#, 100#, 200#, 400#, 800#, 1200#, 1500#, dan 2000#
- b. *Aquadest*
- c. Isolat Bakteri *Staphylococcus aureus*
- d. *Coupling Agent*
- e. Elektroda Tungsten
- f. Elektroda reference (Platina)
- g. Elektroda Counter (Ag/AgCl)
- h. Gas Argon *Ultra High Purity*
- i. Larutan *Etching: Kroll Reagent*
- j. Larutan *Simulated Body Fluid Ringer Lactate*
- k. Larutan *Phosphate Buffer Solution*
- l. Logam Ti, Al, Nb, Cu, dan Ag
- m. Media *Nutrient Agar*
- n. Media *Nutrient Broth*

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Prosedur Preparasi Sampel Paduan Ti-6Al-7Nb-xAg/Cu

Berikut ini adalah tahapan atau prosedur dari pembuatan bahan paduan Paduan Ti-6Al-7Nb-xAg/Cu berikut, yaitu:

1. Disiapkan alat dan bahan, yaitu titanium, aluminium, niobium, tembaga, dan perak murni.
2. Ditimbang berat masing-masing sampel sebesar 20 gram dengan komposisi 6%Al, 7%Nb, Ag (1%, 3%, 5%), dan Cu (1%, 3%, 5%), kemudian dibersihkan krusibel menggunakan sikat kawat dan alkohol.
3. Menyiapkan alat *single arc melting furnace* dengan menghidupkan *power supply*, pompa air, dan gas argon.
4. Dimasukkan bahan yang telah ditimbang kedalam alat dan disesuaikan dengan cetakan.
5. Proses peleburan dilakukan dengan menggunakan elektroda tungsten.
6. Proses peleburan paduan Ti-6Al-7Nb-xAg/Cu menggunakan gas argon UHP 99.99% dan dilakukan *remelting* sebanyak 4 kali.
7. Material didinginkan didalam tungku peleburan.
8. Setelah material dingin, kemudian diangkat dari cetakan.
9. Setelah didapatkan sampel logam dalam bentuk *coin ingot* dengan berat 20 gram per masing-masing sampel, preparasi dilakukan dengan menghaluskan permukaan menggunakan *grinding machine*.
10. Sampel yang telah dilakukan *grinding* dilakukan pengujian

komposisi kimia untuk mengetahui komposisi pasti masing-masing sampel *as cast* tersebut.

3.3.2 Prosedur Pengamatan Metalografi

Pengamatan metalografi ini bertujuan untuk mengetahui bentuk butiran dan membedakan fasa berdasarkan warna yang terlihat pada sampel uji. Proses pengamatan ini dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik Eclipse LV150 dengan perbesaran 200 kali. Berikut ini adalah prosedur pengamatan metalografi, sebagai berikut:

1. Pengamatan metalografi dilakukan pada permukaan logam bagian atas.
2. Permukaan logam dilakukan *grinding* menggunakan kertas amplas ukuran 80#,100#,200#,400#,800#, 1200#, 1500#, dan 2000#.
3. Melakukan proses *polishing* menggunakan larutan pasta *diamond*.
4. Melakukan etsa (*etching*) menggunakan larutan *Kroll* (6ml HF, 10ml HNO₃, 50ml H₂O) selama 8 detik.
5. Melakukan pengamatan sampel menggunakan Mikroskop Optik.

3.3.3 Prosedur Pengujian X-Ray Diffraction

Pengujian dilakukan untuk mengetahui konstituen fasa yang terbentuk pada sampel setelah penambahan unsur Ag dan Cu. Sebelum dilakukan XRD, sampel dilakukan pemotongan sampel menggunakan *Wire Cut* EDM dengan dimensi 1x1 cm kemudian dilakukan preparasi dengan cara menghaluskan kedua sisi permukaan sampel menggunakan *grinding machine*. Setelah mendapatkan data dari setiap sampel, sampel dianalisa pada laju pemindaian

(*scanning rate*) 4°/menit, dengan sudut 20° – 80° menggunakan perangkat lunak *HighScore Plus*.

3.3.4 Prosedur Pengujian Ultrasonik

Pengujian ultrasonik dilakukan menggunakan alat *Ultrasonik Flaw Detector Olympus EPOCH 600* yang dioperasikan dengan metode pulsa-gema. Metode pulsa-gema digunakan karena hanya membutuhkan satu sisi material dengan memanfaatkan gelombang pantul material. Penentuan nilai modulus elastisitas dilakukan berdasarkan pengukuran kecepatan gelombang longitudinal dengan ketebalan material yang diketahui. Kecepatan longitudinal dari tiap sampel dideteksi dengan *probe* lurus *panametrics olympus* berfrekuensi 5 MHz dengan diameter 0,25 inci. Berikut ini adalah prosedur pengujian ultrasonik:

1. Sampel uji dilakukan pengukuran ketebalan menggunakan jangka sorong.
2. *Probe* yang akan digunakan dikalibrasi menggunakan *block* kalibrasi.
3. Permukaan sampel uji dilapisi menggunakan *couplant agent*, kemudian *probe* di tempelkan pada permukaan sampel sehingga didapatkan nilai *Longitudinal Velocity* (V_L).
4. Nilai modulus elastisitas dihitung dari nilai *Longitudinal Velocity* (V_L) menggunakan persamaan (3.1) [33].

$$E = \frac{(V_L^2 \rho (1 + \sigma)(1 - 2\sigma))}{1 - \sigma} \quad (3.1)$$

Nilai *poisson ratio* dan densitas diambil dari literatur:

$$E = \text{Modulus Elastisitas (N/m}^2\text{)}$$

V_L = Kecepatan Gelombang Longitudinal (m/s)

σ = Poisson Ratio = 0,36

ρ = Densitas ($4,25 \text{ g/cm}^3 = 4250 \text{ Kg/m}^3$)

3.3.5 Prosedur Pengujian Korosi

Prosedur pengujian korosi diawali dengan menyiapkan sampel *as cast* dengan luas permukaan 1 cm^2 . Sebelum dilakukan pengujian korosi, sampel harus di preparasi terlebih dahulu dengan melakukan proses *grinding* dan *polishing*. Pengujian korosi dilakukan dengan menggunakan metode polarisasi dengan referensi standar ASTM G59. Pengujian korosi dilakukan pada larutan *Ringer Lactate* sebagai larutan simulasi tubuh. Pada proses pengujian korosi yang dilakukan menggunakan tiga elektroda yaitu elektroda *counter* sebagai katoda inert menggunakan platina (Pt), lalu terdapat elektroda *reference* menggunakan kawat Ag/AgCl dan terakhir terdapat elektroda kerja yaitu sampel paduan Ti-6Al-7Nb dengan dan tanpa penambahan unsur Ag dan Cu. Ketiga elektroda dihubungkan ke potensiostat dan komputer dengan perangkat lunak *Gamry Framework*. Hasil dari uji ini adalah kurva polarisasi tafel dan kurva potensial korosi yang kemudian diamati untuk perubahan dalam kurva polarisasi. Kurva polarisasi diperoleh dalam rentang potensial dari -250mV (awal) hingga $+250\text{mV}$ (akhir). Nilai laju korosi didapatkan dengan menggunakan perangkat lunak *Gamry Echem Analyst Version 7.10*.

Tabel 3.1 Komposisi Kimia Larutan *Ringer Lactate*

<i>Reagent</i>	Komposisi (g/mL)
<i>Sodium Lactate</i>	1,55 g/500 mL
<i>Sodium Chloride</i>	3,0 g/500 mL

<i>Reagent</i>	Komposisi (g/mL)
<i>Potassium Chloride</i>	0,15 g/500 mL
<i>Calcium Chloride</i>	0,1 g/500 mL
<i>Water for injection</i>	500 mL
<i>Osmolarity</i>	274 mOsm/L
<i>Na⁺</i>	130,3 mEq/L
<i>K⁺</i>	4 mEq/L
<i>Lactate</i>	27,7 mEq/L
<i>Cl⁻</i>	109,4 mEq/L
<i>Ca⁺⁺</i>	2,7 mEq/L

3.3.6 Prosedur Pengujian Antibakteri

Sifat antibakteri dari sampel ditentukan menggunakan metode *plate counting* berdasarkan JIS Z 2801–2000, menggunakan bakteri A29213 (*Staphylococcus aureus*). Seluruh proses pengujian dilakukan secara steril. Berikut ini adalah prosedur pengujian antibakteri:

1. Sebelum pengujian, dilakukan proses sterilisasi alat dan sampel uji yang akan digunakan, dengan metode sterilisasi basah menggunakan alat autoklaf pada temperatur 121°C selama 15 menit.
2. Kemudian dilakukan pembuatan media *nutrient agar* (NA) dan *nutrient broth* (NB), dengan melarutkan 4 gram media NA dalam 200 mL *aquadest* dan 0,4 gram media NB dalam 50 mL *aquadest* menggunakan *hot plate stirrer* hingga homogen. Media disterilkan dengan menggunakan autoklaf pada temperatur 121°C selama 15 menit.
3. Selanjutnya dilakukan penuangan media NA pada cawan petri dan peremajaan bakteri dengan mengambil satu ose biakan bakteri

staphylococcus aureus yang dimasukkan ke dalam media NB. Selanjutnya suspensi bakteri diinkubasi pada temperatur 37 °C selama 24 jam.

4. Setelah inkubasi, seluruh sampel ditempatkan pada cawan petri, kemudian 0.4 mL suspensi diberikan pada permukaan setiap sampel, kemudian sampel ditutupi dengan preparat kaca untuk memastikan bahwa suspensi menyebar keseluruh permukaan. Cawan petri yang berisi sampel dan bakteri kemudian diinkubasi pada temperatur 37 °C selama 24 jam.
5. Setelah inkubasi, 2 mL larutan *phosphate buffer* ditambahkan untuk mencuci sampel dan preparat kaca secara menyeluruh. Kemudian 0,1 mL dari larutan pencucian diinokulasikan ke dalam *nutrient agar plate* dan diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam. Jumlah koloni dihitung dan laju antibakteri ditentukan menggunakan persamaan (3.3). Paduan Ti-6Al-7Nb digunakan sebagai sampel kontrol.

$$R = \frac{N_{control} - N_{sample}}{N_{control}} \times 100\% \quad (3.2)$$