

BAB III

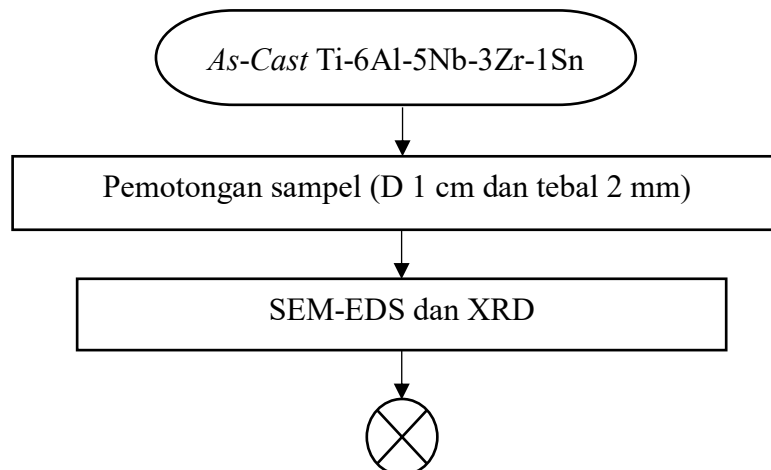
METODOLOGI PENELITIAN

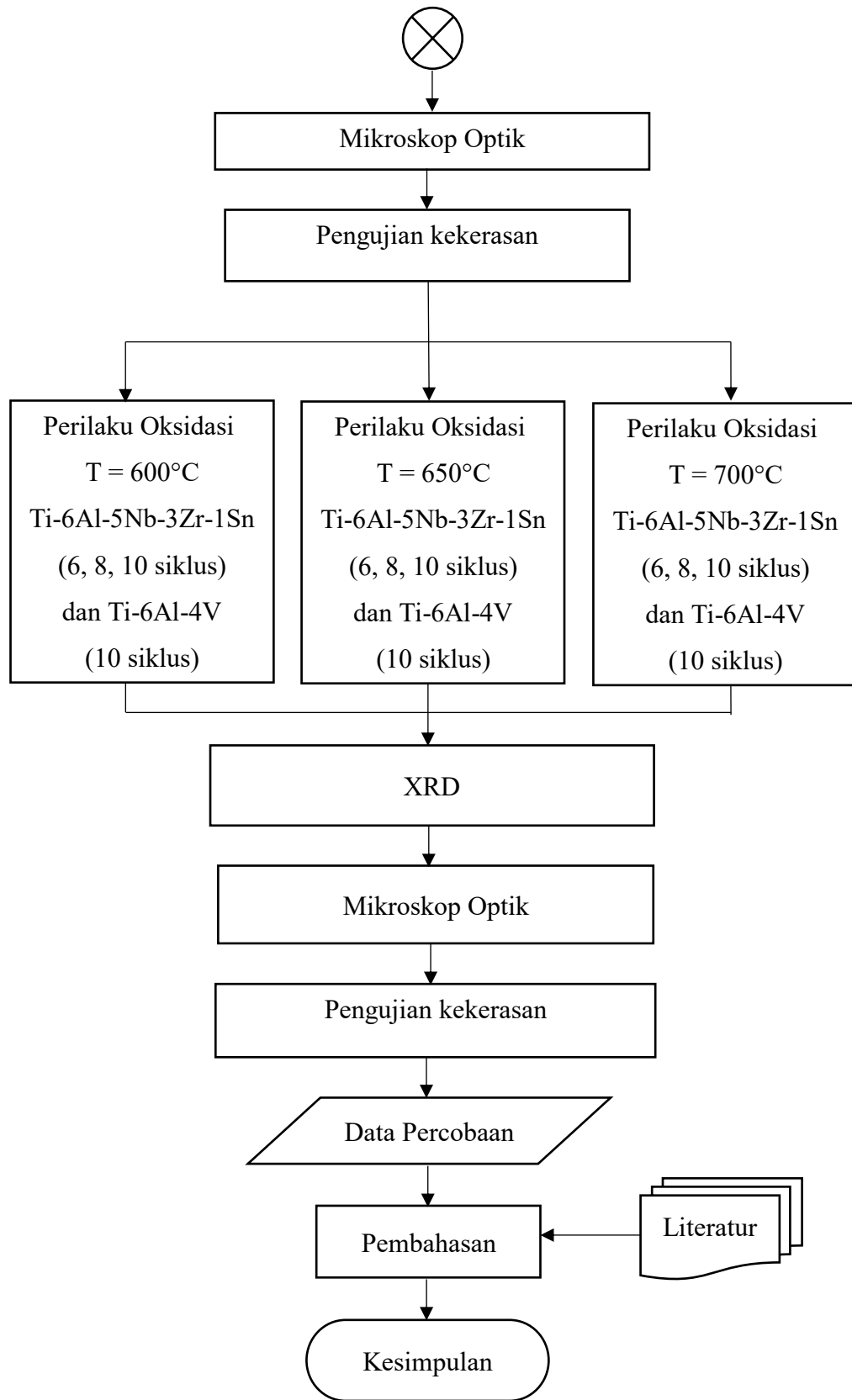
3.1 Tempat dan Waktu

Penelitian dilakukan di Pusat Riset Metalurgi, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Serpong, Tangerang Selatan. Penelitian ini dilaksanakan dari jangka waktu 8 Januari – 30 Juni 2024.

3.2 Diagram Alir Penelitian

Dalam penelitian ini, sampel dibuat menggunakan metode pengecoran khusus dilakukan sebanyak lima kali. Sampel dilakukan pengujian perilaku oksidasi dengan variasi temperatur (600 °C, 650 °C, dan 700 °C) dan jumlah siklus oksidasi siklik (6, 8, dan 10 siklus). Setelah itu, sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn dibandingkan dengan paduan Ti-6Al-4V yang umumnya juga digunakan untuk material bilah kompresor bertekanan tinggi pada mesin pesawat terbang. Tahapan-tahapan penelitian tersebut dijelaskan dalam diagram alir yang dapat dilihat pada Gambar 3.1 berikut.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian Paduan Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat yang Digunakan

Berikut ini merupakan alat-alat yang digunakan untuk melakukan penelitian ini yaitu:

- a. Cetakan *Mounting*
- b. Cawan Krusibel
- c. *Dryer*
- d. Gelas Kimia
- e. Mesin Bubut
- f. Mesin *Grinding*
- g. Mesin *Polishing*
- h. *Microhardness Vickers* (Mitutoyo)
- i. Mikroskop Optik Olympus
- j. Mistar
- k. *Muffle Furnace*
- l. Neraca Digital
- m. Pinset
- n. *Scanning Electron Microscope Spectroscopy* (SEM-EDS JED (JEOL)-2300)
- o. Tang Buaya
- p. *Vacuum Arc Remelting* (VAR)
- q. *Wire Cut Machine*
- r. *X-Ray Diffraction* (XRD TD-3500)

3.2.2 Bahan-bahan yang Digunakan

Berikut ini merupakan bahan-bahan yang digunakan untuk melakukan penelitian ini yaitu:

- a. Aquades
- b. Etanol
- c. Gas Argon
- d. Kapas
- e. Kertas Ampelas (240#, 400#, 600#, 800#, 1200#, dan 2500#)
- f. Larutan *Colloidal Silica*
- g. Larutan Hidrogen Peroksida
- h. Larutan Kroll (5 mL HF, 15 mL HNO₃, dan 80 mL H₂O)
- i. Logam Ti, Al, Nb, Zr, dan Sn
- j. Resin Bening
- k. Sampel Ti-6Al-4V
- l. Sarung Tangan Latex

3.3 Prosedur Penelitian

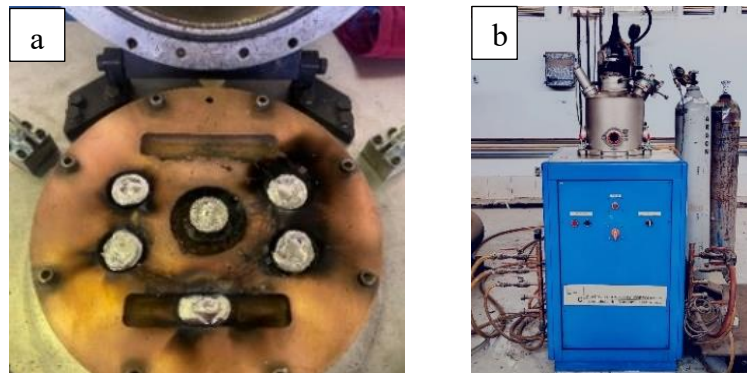
Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn akan dibuat menggunakan metode *casting* dengan alat VAR berjumlah 9 buah sampel. Setelah dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, sampel akan dipotong menggunakan *wire cut* dengan diameter 1 cm dan tebal 2 mm.

3.3.1 Prosedur Pembuatan Sampel Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn

Umumnya titanium dapat dengan mudah teroksidasi. Titanium membutuhkan teknik khusus untuk proses pengecorannya. Oleh karena itu,

dalam penelitian ini digunakan VAR dengan tujuan agar menurunkan risiko terjadinya oksidasi dengan udara di saat titanium mencair. Logam-logam di timbang terlebih dahulu menggunakan neraca digital sebelum dilakukan pengecoran. Urutan logam yang dimasukkan ke dalam *copper mold* yaitu niobium dan zirkonium, serta dilanjutkan dengan titanium, aluminium, dan timah. Urutan ini disesuaikan menurut titik leleh masing-masing logam.

Prinsip kerja dari alat VAR menggunakan prinsip pengelasan GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*), dimana elektroda tungsten bersentuhan langsung dengan logam-logam tersebut. Sebelum proses pengecoran dilakukan, *vacuum* dan *backfill* dinyalakan pada *furnace* akan menghembuskan gas argon. Saat proses pengecoran khusus berjalan, pada *copper mold* dialiri dengan air. Hal ini dilakukan agar *copper mold* tidak ikut leleh. Proses pengecoran di ulang hingga lima kali. Logam-logam yang akan dibuat sampel dan alat VAR dapat dilihat pada Gambar 3.2.

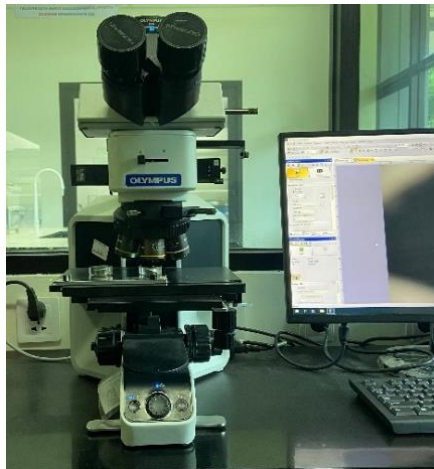


Gambar 3.2 a) Pengecoran Ti-6Al-5Nb-3Zr-1Sn; b) *Vacuum Arc Remelting*

3.3.2 Prosedur Metalografi

Pengamatan metalografi untuk mengetahui karakteristik struktur mikro. Sebelum proses pengamatan, sampel akan dilakukan *mounting* (pemingkaian) terlebih dahulu dengan menggunakan resin. Tahap

selanjutnya yaitu *grinding*. Tahap ini bertujuan untuk menghaluskan permukaan dari sampel dengan menggunakan kertas ampelas yang berukuran 240#, 400#, 600#, 800#, 1200#, dan 2500#. Tahap *polishing* (pemolesan) dengan menggunakan *Silica Colloidal*. Tahap *etching* (etsa) menggunakan larutan etsa berupa larutan Kroll dengan komposisi 5 mL HF, 15 mL HNO₃, dan 80 mL H₂O dengan cara sampel diusap selama 1 – 20 detik hingga menit (ASTM E407). Setelah itu, mengamati sampel menggunakan mikroskop optik. Pengamatan metalografi ini dilakukan dengan menggunakan Mikroskop Optik Olympus (Gambar 3.3).



Gambar 3.3 Mikroskop Optik

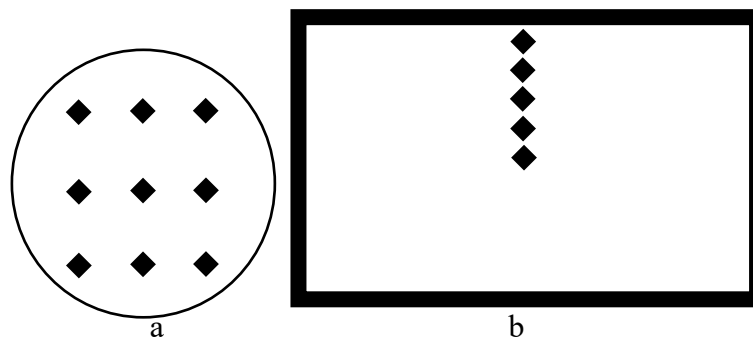
3.3.3 Prosedur Karakterisasi Komposisi Menggunakan SEM-EDS

Tahap karakterisasi dengan menggunakan SEM-EDS yang dapat mendeteksi unsur apa saja yang terkandung pada permukaan sampel yang disinari berkas elektron. Adapun mekanisme kerja dari SEM-EDS, yaitu sampel uji diberikan sinar-x pada permukaan. Permukaan sampel akan memantulkan berkas elektron yang sebelumnya diberikan ke segala arah. Banyaknya berkas elektron yang dipantulkan oleh sampel yang nantinya akan

dianalisis. Pengaturan luas daerah yang akan diamati dapat dibatasi dengan melakukan *zoom-in* dan *zoom-out*. Hasil yang akan dihasilkan dari SEM berupa dua sinyal penting. Sinyal penting pertama yaitu pada pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder. Sinyal ini terdapat hasil topografi dari sampel uji. Sinyal penting kedua pada pantulan inelastis didapatkan sinyal *backscattered*. Sinyal tersebut memberikan informasi berupa perbedaan berat molekul dari atom yang menyusun permukaan sampel. *Output* dari karakterisasi material menggunakan SEM-EDS ini adalah grafik *peak* tertentu yang dapat mewakili setiap unsur yang terkandung.

3.3.4 Prosedur Pengujian Kekerasan

Sebelum dilakukan pengujian kekerasan, sampel dipreparasi terlebih dahulu menggunakan *grinding* dan *polishing*. Setelah dilakukan preparasi, sampel sudah siap untuk masuk ke tahap uji kekerasan. Mesin uji *Microhardness Vickers* adalah yang terbaik dari banyak alat uji kekerasan saat ini karena memiliki kemampuan untuk mengukur kekerasan material dalam rentang kekerasan dari 5 hingga 1500 HV. Standar yang digunakan untuk uji *Microhardness Vickers* yaitu ASTM E384.



Gambar 3.4 Skematis posisi pengujian kekerasan; a) sampel *as-cast* dan b) sampel setelah oksidasi

Gambar 3.4a merupakan skematik posisi pengujian kekerasan pada sampel *as-cast*, sedangkan Gambar 3.4b merupakan skematik posisi pengujian kekerasan pada sampel setelah perilaku oksidasi siklik. Uji *Microhardness Vickers* menggunakan indentor intan (*knoop*) piramida 136°. Pada monitor terdapat dua diagonal yang berbeda panjangnya dengan perbandingan 7:1. Selain itu, alat ini memiliki kemampuan untuk melakukan pengujian pada material hingga 0,006 inch. Untuk mendapatkan nilai kekerasan dengan cara menangkap gambar dari garis horizontal dan garis vertikal. Hasil kekerasan yang didapatkan akan dicari rata-ratanya. Gambar 3.5 merupakan alat uji *Microhardness Vickers*. Adapun tahapan-tahapan untuk mengoperasikan alat uji *Microhardness Vickers* yaitu:

1. Sampel yang telah dimetalografi diletakkan diatas meja kerja. Alat uji *Microhardness Vickers* dinyalakan. Lensa mikroskop diatur pada permukaan sampel dan ketinggian meja kerja. Tingkat fokus disesuaikan permukaan uji yang dapat di lihat pada layar monitor. Gaya yang ingin diberikan yaitu 1 F dengan waktu pembebanan 8 detik.
2. Tombol “*Start*” ditekan, indentor bergerak perlahan menuju sampel. Angka pada *setting* alat diperhatikan, dimana gaya penekanan akan meningkat hingga batas gaya yang telah ditentukan sebelumnya.
3. Mikroskop diputar kembali sehingga lensa dapat melihat area yang baru saja ditekanan. Apabila area goresan mulai mendekati bentuk bujur sangkar, penekanan dianggap berhasil. Selanjutnya, dalam monitor dapat mengukur sudut lekukan pada masing-masing

diagonal. Mesin uji *Microhardness Vickers* ini akan dihitung dari hasil pengujian secara otomatis.

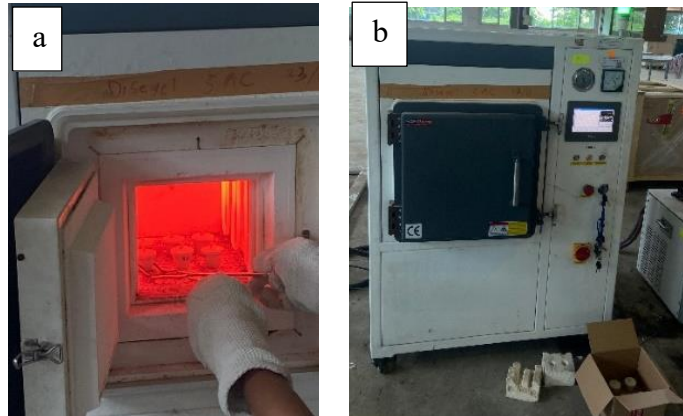


Gambar 3.5 Mesin uji kekerasan

3.3.5 Prosedur Pengujian Oksidasi Siklik

Sebelum dilakukannya uji oksidasi siklik, sampel ditimbang terlebih dahulu massa awalnya dengan menggunakan neraca digital. Sampel dimasukkan ke dalam cawan krusibel (Gambar 3.6a) Uji oksidasi dilakukan di dalam *furnace* pada temperatur 600 °C, 650 °C, dan 700 °C dengan masing-masing jumlah siklus oksidasi sebanyak 6, 8, dan 10. Setiap siklus terdiri dari pemanasan sampel sampai temperatur kerja dan menahannya selama 5 jam di dalam *furnace*. *Furnace* yang digunakan berupa *muffle furnace* (Gambar 3.6b). Selanjutnya, sampel dikeluarkan dari *furnace* dan di dinginkan dengan udara. Setiap siklus, perubahan massa yang terjadi pada sampel diukur menggunakan neraca digital. Massa yang diukur nantinya akan dicatat setelah setiap siklus untuk mendapatkan nilai kinetika oksidasi sampel. Setelah itu,

sampel dimasukkan kembali ke dalam *furnace* untuk siklus selanjutnya. Prosedur ini diulangi hingga siklus terakhir [28].



Gambar 3.6 a) Sampel dengan cawan; b) *Muffle Furnace*

3.3.6 Prosedur Karakterisasi Komposisi Kimia Lapisan Oksida Menggunakan XRD

Pada tahapan ini, karakterisasi yang dilakukan memiliki tujuan untuk mengetahui senyawa yang terdapat dalam sampel. Mekanisme kerja dari uji XRD, yaitu diawali dengan meletakkan sampel pada *sample holder*. Sampel yang akan dilakukan uji XRD harus dihaluskan terlebih dahulu, agar dapat diwakili oleh partikel-partikel yang halus tersebut. *Sample holder* diposisikan pada pegangan. Kemudian diberikan radiasi oleh sinar-x sehingga berbentuk difraktogram.

Pada karakterisasi awal, laju pemindaian sebesar 19,20 detik. *Diffraction source* menggunakan kobalt. Sudut 2 teta yang digunakan dari 10° - 120° . Untuk karakterisasi setelah perilaku oksidasi siklik, laju pemindaian sebesar 5,0985. *Diffraction source* menggunakan tembaga. Sudut 2 teta yang digunakan dari 20° - 100° . Informasi yang didapatkan dari data yang dihasilkan diambil dengan membandingkan nilai di sampel pada standar

mineral. Setelah selesai uji XRD, *sampel holder* diangkat dan dibersihkan. Data yang didapatkan dari hasil XRD di analisis menggunakan *software High Score Plus*.