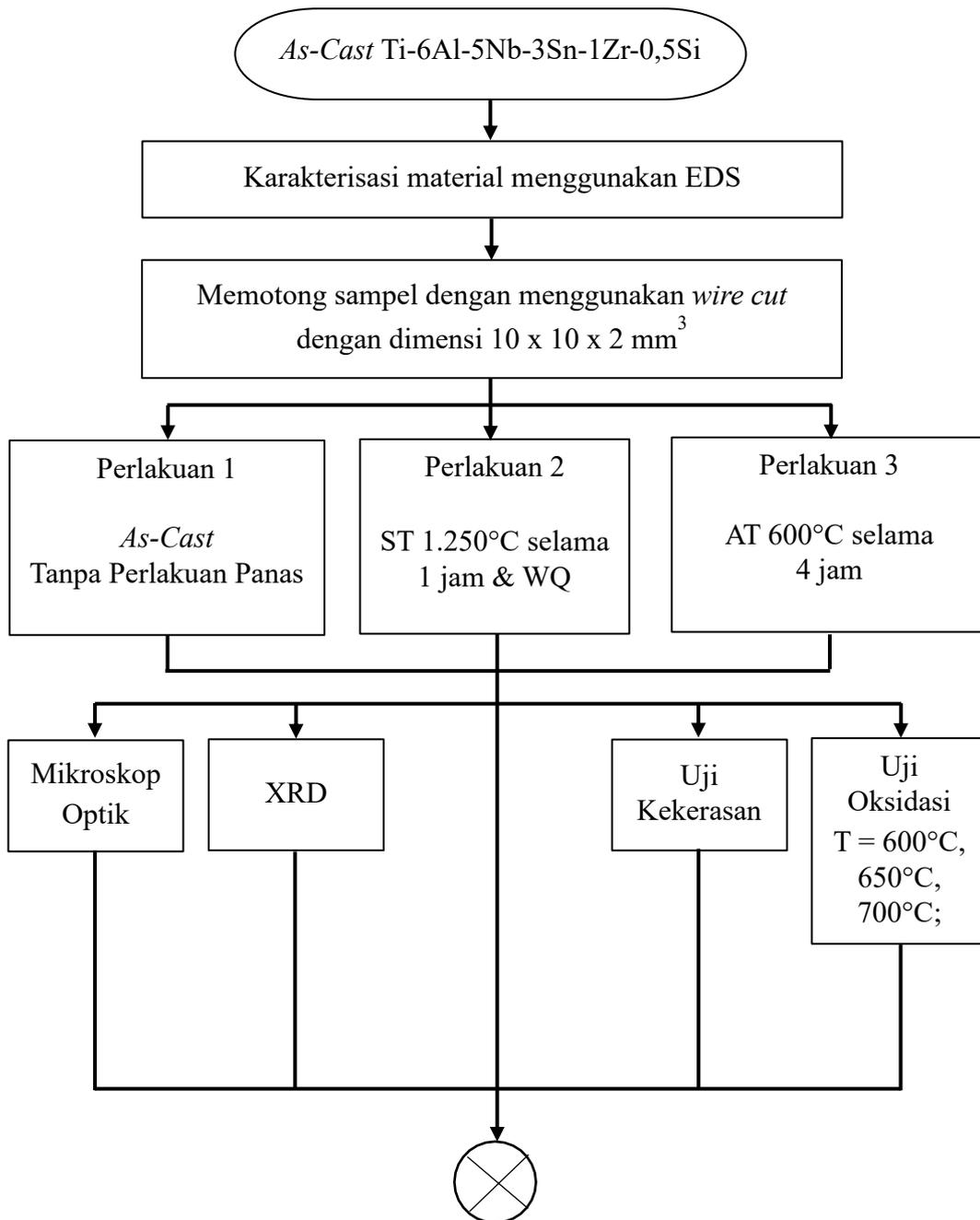
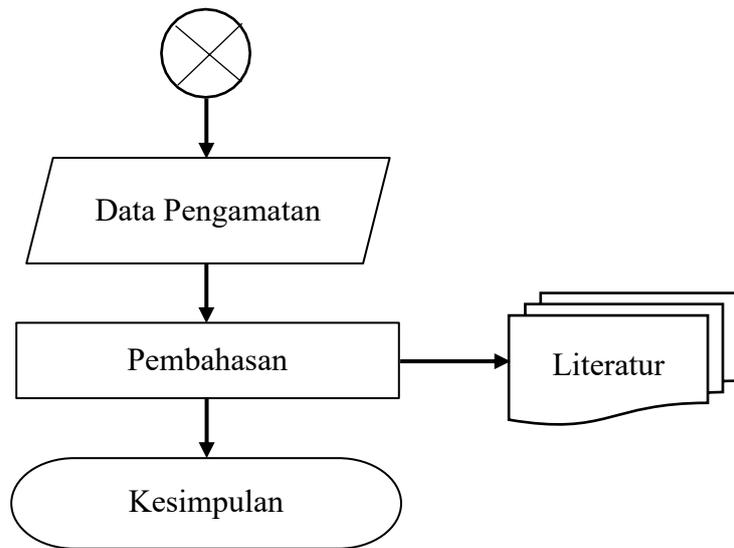


BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

Berikut adalah diagram alir penelitian kali ini yang dapat dilihat pada Gambar 3.1 dibawah ini.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Adapun alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini ialah sebagai berikut.

- a. Cawan *Crusible* Porselen
- b. Cawan Petri
- c. Cetakan *Mounting*
- d. *Dryer*
- e. *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS) JEOL JSM-6390A
- f. Gelas Kimia
- g. Jangka Sorong
- h. Mesin *Grinding* dan *Polishing*
- i. Mesin Bubut
- j. Mikroskop Optik OLYMPUS

- k. *Muffle Furnace*
- l. Neraca Digital
- m. *Scanning Electrode Microscope* (SEM) JEOL JSM-6390A
- n. Tang Penjepit
- o. *Tube Furnace*
- p. *Vacuum Arc Remelting* (VAR) *Furnace*
- q. *Wire cut*
- r. *Vicker's Microhardness* Mitutoyo HM-200
- s. *X-Ray Diffraction* (XRD).

3.2.2 Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah sebagai berikut.

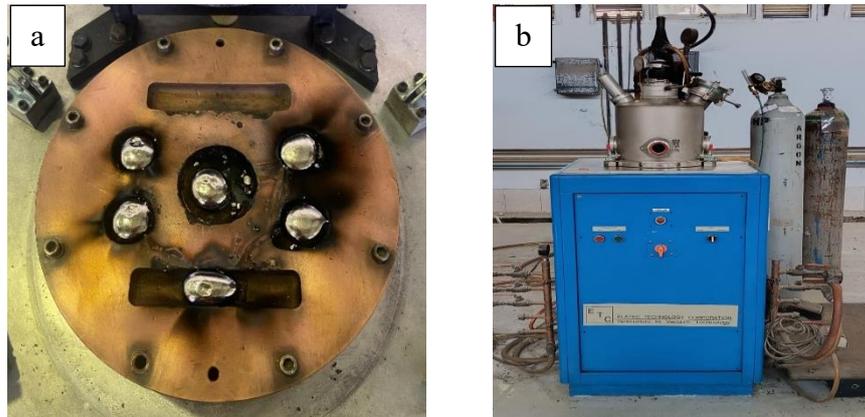
- a. Air Dingin
- b. *As-cast* Ti-6Al-5Nb-3Sn-1Zr-0,5Si
- c. *As-cast* Ti-6Al-4V
- d. *Colloidal Silica*
- e. Etanol
- f. Gas Argon
- g. *Hardener*
- h. Kertas Amplas
- i. Larutan *Kroll* (5% HF, 15% HNO₃ , 80% H₂O)
- j. Resin Bening
- k. *Wool Polish*.

3.3 Prosedur Penelitian

Berikut adalah prosedur penelitian yang akan dilakukan.

3.3.1 Pembuatan Sampel Dengan Pengecoran

Beberapa logam pada paduan kali ini diketahui memiliki titik lebur yang sangat tinggi seperti unsur Ti sebesar 1.660°C , unsur Nb sebesar 2.477°C , unsur Zr sebesar 1.855°C , dan unsur Si sebesar 1.410°C . Salah satu *furnace* yang dapat meleburkan unsur-unsur tersebut ialah VAR *furnace*. *Furnace* ini bekerja dengan cara menempelkan (bersentuhan langsung) elektroda dengan logam-logam yang ingin dipadukan. Prinsip kerja *furnace* ini mirip seperti pada prinsip pengelasan GTAW. *Furnace* ini bekerja dalam lingkungan vakum yang dimana terdapat hembusan gas argon, yang berarti tidak ada udara atau gas lainnya disekitarnya. Hal ini membantu menghindari kontaminasi dari oksigen dan nitrogen yang dapat terlarut dalam logam pada temperatur tinggi. Karena apabila oksigen dan nitrogen larut kedalam paduan, dapat mengakibatkan sebuah penggetasan ataupun *pores* (lubang). Bersamaan dengan itu, dialirkan air pendingin pada *copper mold* (wadah tempat logam dileburkan atau dilelehkan) untuk mempercepat proses solidifikasi sehingga terhindar dari terjadinya sampel teroksidasi dengan udara ketika *furnace* dibuka dan juga menghindari wadah tersebut dari pelelehan karena *copper* atau tembaga hanya memiliki titik lebur sebesar 1.085°C .



Gambar 3.2 a) *As-Cast*, b) *Vacuum Arc Remelting (VAR) Furnace*

3.3.2 Karakterisasi Komposisi Sampel Dengan EDS

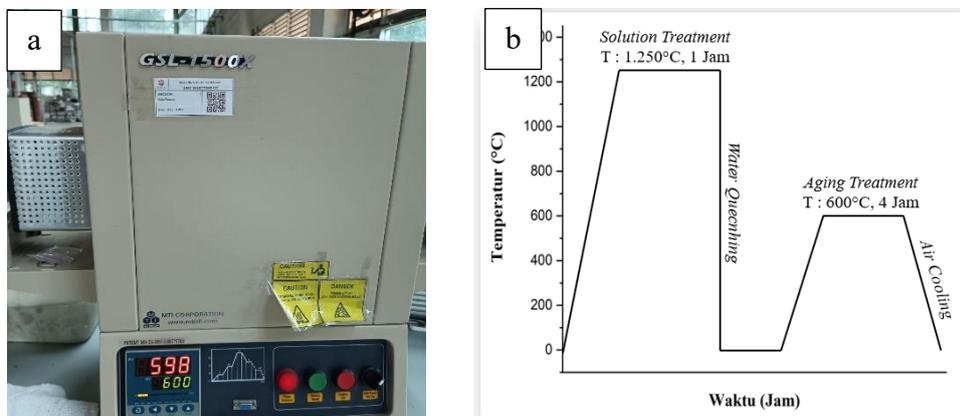
Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) adalah salah satu teknik analisis untuk menganalisis unsur atau karakteristik kimia dari spesimen. Setelah sampel berhasil dibuat, maka selanjutnya adalah karakterisasi sampel tersebut. Karakterisasi pertama yaitu untuk mengetahui komposisi yang homogen dan sesuai dengan variasi komposisi paduan yang diharapkan untuk dapat dilanjutkan pada proses berikutnya. Prinsip dasar EDS ialah dengan merangsang emisi sinar energi tinggi (elektron, proton, atau sinar-X) yang difokuskan pada sampel. Hal ini mengeksitasi dan mengeluarkan elektron dari kulit dalam atom dan menciptakan lubang. Elektron dari kulit luar mengisi lubang, dan energi sinar-X yang dihasilkan diukur untuk menentukan perbedaan energi antara dua kulit, memungkinkan pengukuran komposisi unsur spesimen [45]. EDS dipilih karena memiliki kemampuan untuk analisis multi-unsur dalam satu waktu, pengukuran yang tinggi, dan kemampuan untuk menentukan kadar dari suatu paduan.



Gambar 3.3 EDS (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*)

3.3.3 Proses Perlakuan Panas (*Heat Treatment*)

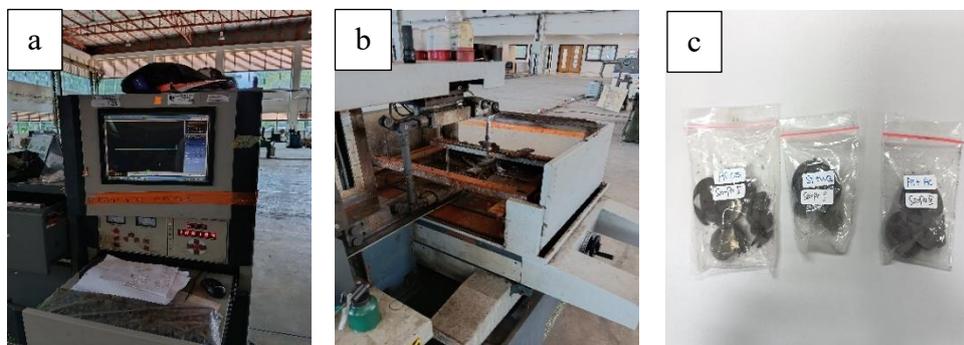
Perlakuan panas (*heat treatment*) dilakukan pada dua sampel saja. Proses *heat treatment* yang dilakukan yaitu *solution treatment* (ST) dan *aging treatment* (AT). ST dilakukan pada temperatur 1.250°C selama 1 jam, dikarenakan pada temperatur tersebut paduan ini sudah melewati T_{β} yang dapat dilihat pada gambar 2.19, lalu mendinginkannya dengan cepat (*quenching*) dan AT dilakukan pada 600°C selama 4 jam lalu mendinginkannya dengan cukup lambat (pendinginan udara). *Heat treatment* dilakukan dengan menggunakan *tube furnace*.



Gambar 3.4 a) *Tube Furnace*, b) Skema Perlakuan Panas

3.3.4 Pemotongan Sampel Dengan *Wirecut*

Selanjutnya ialah dilakukan pemotongan sampel dengan mesin *wirecut*. Mesin *wirecut* adalah metode pemotongan sampel menggunakan alat berbasis *wire* (kawat) yang dioperasikan secara otomatis. *Wirecut* digunakan untuk persiapan sampel dengan dimensi $10 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$ yang diperlukan untuk berbagai jenis pengujian selanjutnya seperti analisis mikrostruktur dan uji mekanik. Sebelum memulai operasi pemotongan, dilakukan pembuatan pola terlebih dahulu pada komputer. Mesin *wire cut* beroperasi dengan menghidupkan sumber tegangan listrik, yang menyebabkan kawat sebagai anoda (kutub negatif) dan sampel uji sebagai katoda (kutub positif). Pada saat percikan bunga api listrik timbul diantara kawat dan sampel uji, cairan dielektrik yang diberikan dan mengalami proses deionisasi. Selanjutnya, percikan ini melelehkan dan menguapkan sampel uji sesuai dengan pengaturan alat. Sampel yang meleleh akan membentuk kepingan dan dapat dibuang, sedangkan fluida dielektrik yang telah terionisasi dapat difiltrasi untuk digunakan kembali. Pemotongan sampel dengan presisi menggunakan mesin *wire cut*.



Gambar 3.5 a) Komputer *Wire-Cut*, b) Mesin *Wire-Cut*, c) Sampel

3.3.5 Pengamatan dan Analisa Metalografi

Pengamatan metalografi dilakukan bertujuan untuk mengetahui karakteristik morfologi fasa (struktur mikro) yang terbentuk pada sampel. Pengamatan ini dilakukan pada sampel *as-cast* dan sampel hasil perlakuan panas. Tujuannya ialah untuk melihat perbedaan diantara sampel tersebut. Pengamatan metalografi ini dilakukan menggunakan mikroskop optik OLYMPUS (Gambar 3.6).



Gambar 3.6 Mikroskop Optik OLYMPUS

Adapun tahapan dari pengamatan metalografi pada semua sampel adalah sebagai berikut:

- a. Melakukan pengamplasan sampel dengan menggunakan *grinding machine* dengan amplas grit #240 , #400, #600, #800, #1000, #1200, #1500, #2000 dan #3000. *Grinding* dilakukan dengan menggunakan grit kasar terlebih dahulu, lalu menggunakan grit

halus untuk meminimalisir *scratch* (goresan) yang terlalu tampak oleh mata dan untuk memudahkan pada proses *polishing*.

- b. Melakukan pemolesan (*polishing*) menggunakan *polishing machine* dengan larutan *colloidal silica*. *polishing* untuk menghilangkan goresan atau noda yang menempel pada sampel dan juga untuk pengkilapan dan penghalusan sampel. *Colloidal Silica* terbuat dari 70% *Oxide Polishing Suspensions* (OP-S) *NonDry* dan 30% *Hydrogen Peroxide* (H_2O_2).
- c. Melakukan pengikisan permukaan sampel (*etching*) dengan menggunakan campuran larutan asam nitrat dan asam flourida; 5% HF, 15% HNO_3 dan 80% H_2O selama $\pm 10-20$ detik.
- d. Melakukan pengamatan sampel dengan mikroskop optik Olympus dengan perbesaran 10x, 20x, dan 50x.

3.3.6 Karakterisasi Fasa Sampel Dengan XRD

Pengujian *X-ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal yang terbentuk dan menentukan struktur kristal dari logam. Dalam kata lain, XRD digunakan untuk menganalisis komposisi, ukuran butir, dan orientasi kristal dari logam yang diujikan. Pada penelitian kali ini dilakukan dua kali pengujian XRD yaitu sebelum pengujian oksidasi yang dilakukan untuk melihat perbedaan besaran fasa α dan fasa β karena pastinya dipengaruhi oleh perbedaan *heat treatmet* (perlakuan panas) pada sampel, dan juga setelah pengujian oksidasi yang

dilakukan untuk melihat lapisan oksida apa saja yang terbentuk pada permukaan logam. Ini penting karena perbedaan lapisan oksida akan mempengaruhi sifat mekanik ataupun ketahanan dalam temperatur tinggi dari sebuah sampel. Prinsip kerja dari XRD yaitu sinar-X yang terdifraksi, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan munculnya berbagai sudut yang timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel [46].

Sebelum pengujian XRD ini dilakukan, pastinya sampel harus dilakukan preparasi terlebih dahulu yaitu *grinding*. *Grinding* dilakukan dengan menggunakan mesin *grinding* untuk meratakan permukaan sampel. *Grinding* dilakukan hanya sampai grit #1000. Kemudian sampel nantinya diletakkan di dalam alat XRD dilakukan pada tegangan 40 kV dan 30 mA. Material anoda yang digunakan yaitu logam tembaga atau *copper* (Cu). Setelah mendapatkan data dari setiap sampel yang ada, sampel dianalisa pada sudut 20° - 90° menggunakan *software HighScorePlus*. Kemudian grafik dibuat menggunakan *software origin*.

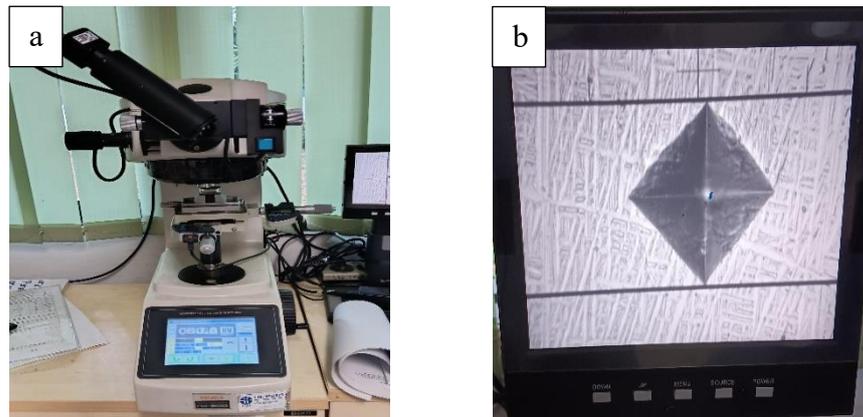
3.3.7 Pengujian Kekerasan

Pengujian kekerasan adalah proses yang digunakan untuk menentukan seberapa tahan sebuah sampel terhadap pembebanan yang diterapkan pada sampel. Tujuannya adalah untuk melihat ketahanan material terhadap kerusakan atau perubahan bentuk yang disebabkan oleh tekanan atau goresan. Alat yang digunakan dalam pengujian kekerasan ini

menggunakan mesin uji kekerasan *vicker's* dengan indenter berupa intan (*diamond*). Pengujian ini dilakukan sesuai dengan standar ASTM-E384.

Pengujian kekerasan metode *vicker's* ini dipilih karena alat ini mampu mendeteksi kekerasan material dengan rentang kekerasan material yang sangat tinggi yaitu sekitar 5 – 1500 HV. Pengujian *vicker's* menggunakan indenter piramida intan yang dasarnya membentuk bujur sangkar. Pengukuran kekerasan *vicker's* ini dilakukan dengan penekanan dengan sudut 136° dan gaya F tertentu selama waktu tertentu. Goresan yang dihasilkan nantinya akan berbentuk piramid, yang kemudian dapat diketahui dua diagonal yang berbeda panjang.

Pengujian ini dilakukan pada semua sampel. Tujuannya ialah untuk melihat perbedaan antar sampel, baik itu sampel *as-cast* ataupun dengan sampel yang mengalami perlakuan panas dan juga sampel pembanding yaitu sampel Ti-6Al-4V. Pengujian ini juga dilakukan sebanyak dua kali nantinya, yaitu sebelum pengujian oksidasi dan setelah pengujian oksidasi. Tujuan lainnya juga ialah untuk mengevaluasi ataupun melihat perbedaan nilai kekerasannya sebelum dan sesudah pengujian oksidasi dilakukan pada setiap sampel.



Gambar 3.7 a) Mesin Kekerasan *Vickers*, b) Area Pembebanan

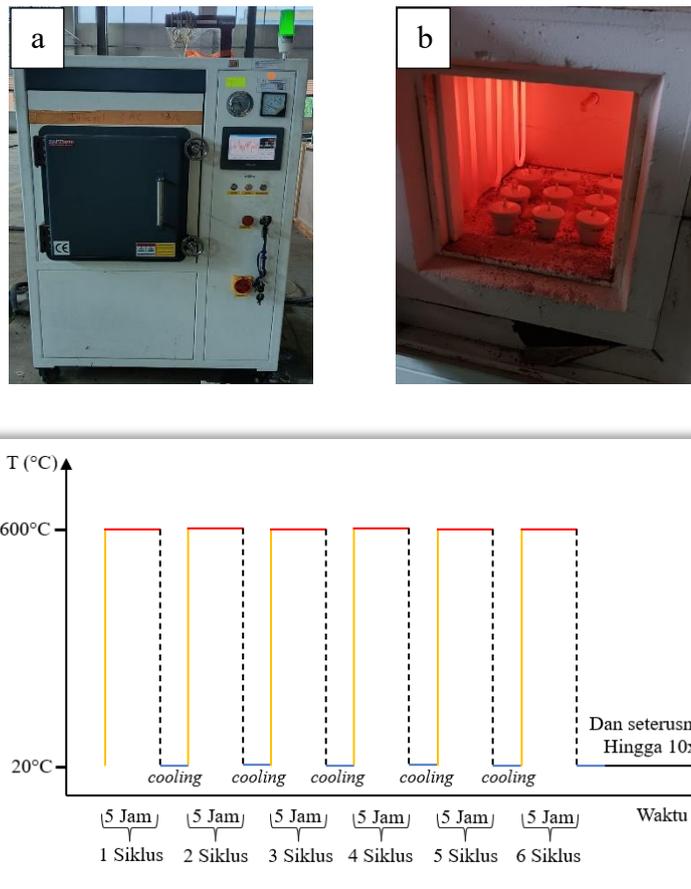
Adapun langkah-langkah dalam melakukan pengujian kekerasan dengan menggunakan mesin uji kekerasan *vicker's* adalah sebagai berikut :

- a. Tentukan area mana yang ingin diujikan pada sampel ;
- b. Letakkan sampel pada meja kerja kemudian nyalakan alat. Putar lensa mikroskop pada permukaan sampel yang ingin diuji ;
- c. Atur ketinggian meja kerja dengan sampel, kemudian sesuaikan tingkat fokus permukaan uji yang dapat dilihat pada layar monitor *display* sambil menyesuaikan tinggi meja kerja. Atur gaya yang diberikan sebesar 1F dan waktu pembebanan selama 12 detik ;
- d. Tekan tombol *Start*, lalu indenter akan bergerak dan memberikan pembebanan pada sampel ;
- e. Putar kembali mikroskop sehingga lensa dapat membaca wilayah yang diberikan pembebanan. Pastikan area yang mengalami pembebanan sudah berbentuk piramid (bujur sangkar), apabila belum maka dikatakan gagal dan harus dilakukan ulang ;

- f. Alat pengujian *vicker's* ini terdapat bagian *encoder*. *Encoder* digunakan untuk mengukur diagonal hasil penekanan. Terdapat dua diagonal yaitu diagonal vertikal dan horizontal, masing-masing diukur dengan melalui satu klik tombol ;
- g. Hasil pengukuran kekerasan *Vicker's* ini akan dihitung dan terbaca secara otomatis pada monitor, terdapat dua nilai kekerasan yaitu dalam HV dan HRC ;

3.3.8 Pengujian Oksidasi

Pengujian oksidasi adalah proses untuk memahami material logam terhadap lingkungan yang mengandung oksigen pada temperatur tinggi. Tujuan utamanya adalah untuk memahami seberapa baik atau seberapa buruk logam tersebut (kali ini menggunakan paduan logam titanium) bertahan terhadap oksidasi yang dapat menyebabkan degradasi. Degradasi ini dapat berupa retak, korosi, penggetasan, dan lainnya. Pengujian oksidasi kali ini dilakukan selama 50 jam dan pemanasan dilakukan per 5 jam (per-siklus). Setelah dilakukan pemanasan selama 5 jam, maka sampel ditimbang terlebih dahulu untuk melihat seberapa besar pertambahan beratnya (oksidanya), kemudian ulangi pemanasan lagi hingga 50 jam. Setelah 50 jam sampel akan diambil untuk dianalisis lebih lanjut nantinya.



Gambar 3.8 a) *Muffle Furnace*, b) Pengujian Oksidasi, c) Skema Pengujian

Adapun langkah-langkah dalam melakukan pengujian oksidasi adalah sebagai berikut :

- a. Melakukan penimbangan sampel terlebih dahulu untuk mengetahui perbedaan antara sebelum pengujian oksidasi dan sesudah pengujian oksidasi ;
- b. Mengatur *furnace* pada monitor agar sesuai dengan temperatur yang diinginkan ;
- c. Memasukan sampel pada *muffle furnace* dengan menggunakan tang penjepit dan pemanasan dilakukan selama 5 jam ;

- d. Setelah 5 jam, maka keluarkan sampel dengan menggunakan tang penjepit dan dilakukan pendinginan dengan udara ;
- e. Melakukan analisis dengan melihat perbedaan warna pada sampel sebelumnya dan melakukan penimbangan ulang untuk melihat perbedaan massanya (perubahan berat oksidanya).
- f. Pengujian dilakukan ulang hingga 10x (50 jam) lamanya.