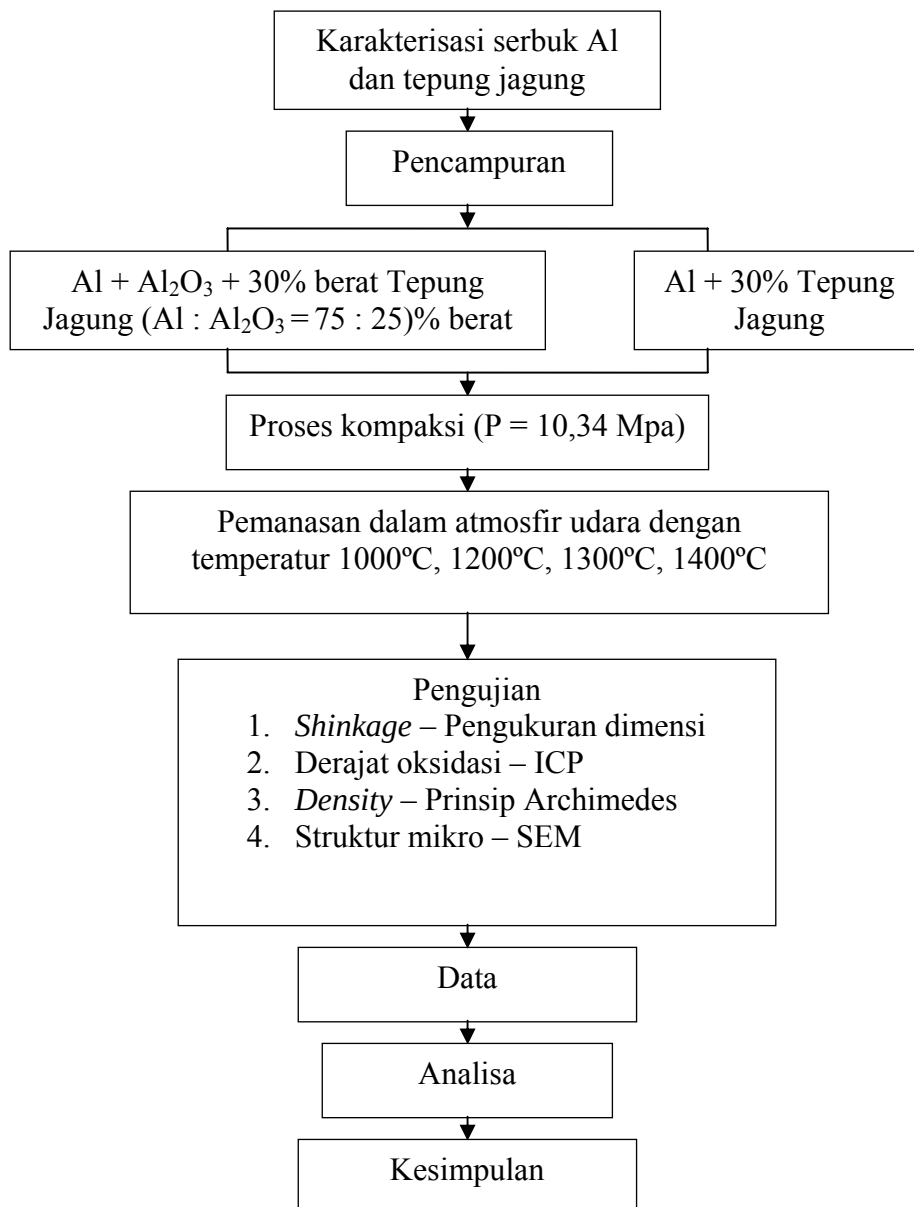


3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Penelitian dengan pemanfaatan penambahan tepung jagung dan Al_2O_3 pada serbuk Al ini mengikuti tahapan seperti ditunjukkan pada gambar 3.1.



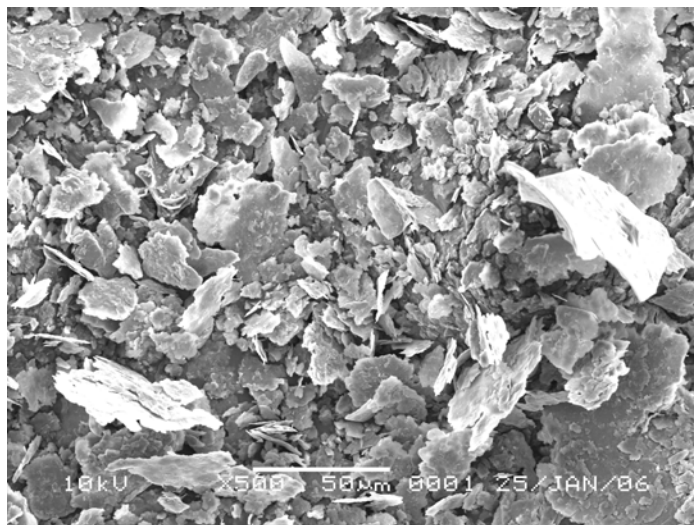
Gambar 3.1. Diagram alir penelitian Tugas Akhir ini.

3.2. Karakterisasi Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah aluminium, alumina, dan tepung jagung. Karakterisasi telah dilakukan terhadap bahan baku dan meliputi studi SEM untuk mengamati morfologi dan ukuran partikelnya.

3.2.1. Karakterisasi Aluminium

Penelitian ini menggunakan serbuk Al merk GLORIA tipe 2377 yang berbentuk pipih (*flakes*) dengan kandungan Al rata-rata 90% (technical data supplier - terlampir). Gambar 3.2. menunjukkan foto *scanning electron microscope* (SEM) Al pipih yang menunjukkan bentuk dan variasi ukuran serbuk Al ($< 80 \mu\text{m}$), yang didapatkan dari proses pengayakan dengan menggunakan kain penyaring yang mempunyai ukuran lubang 100 *mesh* dan serbuk yang diambil yaitu yang lolos dari kain penyaring tersebut sehingga serbuk yang didapatkan mempunyai ukuran lubang penyaring – 100 *mesh*.



Gambar 3.2. Foto SEM Serbuk aluminium – 100 *mesh*, Bambang Wicaksono, Penggunaan Tepung Jagung Untuk Optimalisasi Proses Pembuatan Alumina Dari Serbuk Aluminium, Laporan Tugas Akhir, Jurusan Teknik Mesin, UK Petra, 2006.

3.2.2 Serbuk Alumina

Alumina adalah Al_2O_3 (*Aluminium Oksida*) dalam bentuk serbuk. Pada tugas akhir ini, serbuk *alumina* yang digunakan memiliki karakteristik yang ditunjukkan pada tabel 3.1.

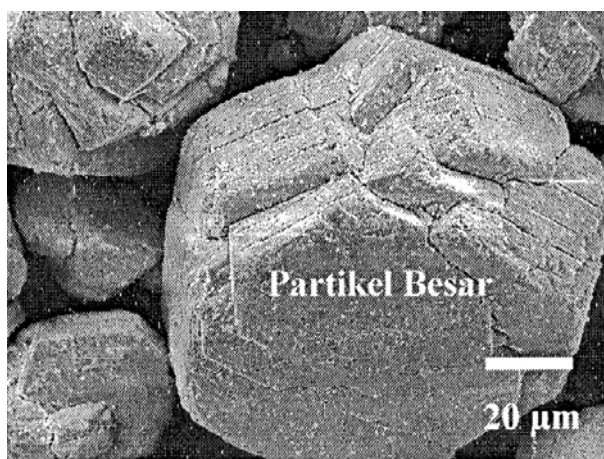
Tabel 3.1. Karakteristik serbuk *alumina*

Alumina (A-12)				
<i>Properties</i>		<i>Analysis</i>	<i>Lower Limit</i>	<i>Upper Limit</i>
* LOI (0~1100°C)	%	0,07		0,30
SiO ₂	%	0,01		0,03
Fe ₂ O ₃	%	0,01		
Na ₂ O	%	0,23		0,45
Al ₂ O ₃	%	99,7	99,0	
Sp.Gr		3,96	3,90	
+74 μ m	%	16		
74~44	%	62		
-44 μ m	%	23		

* : *Lost on Ignition* yaitu proses pengurangan berat pada sampel pada saat proses pemanasan yang dilakukan pada temperatur 0 ~ 1100°C.

Sumber : PT. Sinar Kimia Surabaya. *Karakteristik Serbuk Alumina* (14 Juli 2003).

Dalam pengamatan morfologi serbuk Al₂O₃ diketahui bahwa partikel Al₂O₃ dominan berbentuk seperti partikel *polygonal* yang ditunjukkan pada gambar 3.3.



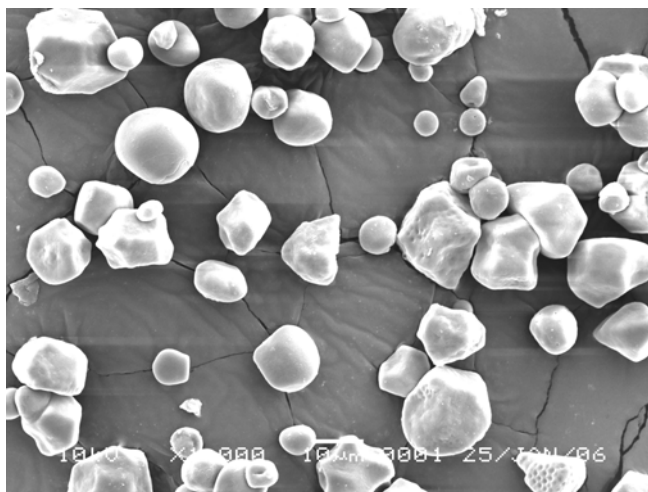
Gambar 3.3. Foto SEM alumina dengan bentuk partikel *polygonal*, Dian Perdana, Analisis Pengaruh Ukuran Serbuk Alumina dan Tepung Jagung Terhadap Hasil Sinter Pada Pembentukan Alumina Berpori, Laporan Tugas Akhir, Jurusan Teknik Mesin, UK Petra, 2006.

Bentuk partikel alumina banyak berupa *polygonal*. Pada gambar 3.3 menunjukkan bentuk dan ukuran partikel Al_2O_3 yang bervariasi. Partikel besar tampak pada gambar 3.3 dengan ukuran $98,18 \mu m$.

3.2.3. Tepung Jagung

Tepung jagung yang digunakan pada penelitian ini bermerek “*Honig*” yang dijual di pasaran dan biasanya digunakan sebagai bahan pembuat makanan.

Karakteristik tepung jagung yang dipakai dalam penelitian ini ditunjukkan pada gambar 3.4. Foto gambar 3.4 dilakukan dengan SEM.



Gambar 3.4. Foto SEM tepung jagung yang ditambahkan pada serbuk Al sebelum proses kompaksi, Bambang Wicaksono, Penggunaan Tepung Jagung Untuk Optimalisasi Proses Pembuatan Alumina Dari Serbuk Aluminium, Laporan Tugas Akhir, Jurusan Teknik Mesin, UK Petra, Surabaya, 2006.

3.3. Pencampuran Serbuk Al Dengan Tepung Jagung

Penelitian ini membutuhkan Mesin Pengaduk (*Ball mill*) yang berfungsi untuk mencampur serbuk Al dengan atau tanpa alumina dan tepung jagung agar didapatkan campuran homogen. Gambar 3.5 menunjukkan mesin ball mill yang digunakan yang bekerja menggunakan motor listrik AC. Cara kerja mesin ini adalah :

- a. Bahan-bahan yang akan diaduk dimasukkan ke dalam gelas plastik ber-Ø 75 mm (diameter atas), Ø 65 mm (diameter bawah) dan tinggi 110 mm, diberi tiga *hard ball* yang terbuat dari baja dengan Ø 17 mm yang berfungsi untuk

membantu proses pencampuran bahan-bahan yang dicampur kemudian tabung ditutup rapat. Volume bahan yang dicampur kira-kira 50 % volume tabung.

- b. Tabung tadi diletakkan di antara dua *roller drive* yang kemudian diikat dengan kawat agar tabung tidak jatuh pada saat proses pengadukan.
- c. Proses pencampuran dilakukan selama selang waktu 8 jam dengan putaran konstan (64 rpm).



Gambar 3.5. Mesin *ballmill* yang digunakan dalam pencampuran serbuk Al dengan tepung jagung.

3.4. Pembuatan Sampel

Masing-masing variasi serbuk Al yang telah dicampur akan dibuat sampel berbentuk silindris dengan ukuran $\varnothing$ 20 mm dengan tinggi maksimum 5 mm. Dengan berat jenis serbuk Al sesudah dipadatkan (*tap density*) sebesar $1,4 \text{ gr/cm}^3$ (Richerson, 2006) maka jumlah serbuk yang dibutuhkan untuk membuat satu sampel dapat dihitung, yaitu sekitar 2,2 gram.

Tabel 3.2 Pengkodean variasi serbuk aluminium

Kode sampel	Serbuk Aluminium -100 mesh	Serbuk Alumina	penambahan 30% tepung jagung
A ₁	√	-	√
A ₂	√	-	√
A ₃	√	-	√
A ₄	√	-	√
B ₁	√	√	√
B ₂	√	√	√
B ₃	√	√	√
B ₄	√	√	√

Kode *subscript* angka menunjukkan temperatur pemanasan : 1 = 1000°C, 2 = 1200°C, 3 = 1300°C, 4 = 1400°C.

Tugas akhir ini meneliti 2 campuran serbuk, yaitu campuran A dan B seperti ditunjukkan oleh tabel 3.2. Campuran A mengandung Al saja yang ditambahkan tepung jagung sedangkan campuran B mengandung Al ditambah Al₂O₃ dan tepung jagung. Dari masing-masing campuran dibuat 8 sampel untuk 4 pengujian yang dipanasi pada variasi temperatur pemanasan (*pra-sintering dan sintering*) yaitu 1000°C, 1200°C, 1300°C, 1400°C, sehingga dihasilkan total 32 sampel. Untuk membedakan sampel pada setiap temperatur maka akan diberi kode 1 sampai dengan 4 (Tabel 3.2), selain itu apabila pengujian yang membutuhkan beberapa sampel pada setiap variasinya akan dikodekan dengan angka 1 dan seterusnya dibelakang kode temperatur. Langkah-langkah pembuatan sampel:

- Varian campuran A atau B dimasukkan ke dalam *die*, lalu dikompaksi dengan mesin pres dengan tekanan 10,34 MPa. Masing-masing campuran dibuat sampel sebanyak 16 buah.
- Mesin pres diaktifkan untuk melakukan proses kompaksi dengan tekanan 1500 psi (65 KN) pada *gauge* meter pompa hidrolis dan tekanan pada permukaan sampel sebesar 10,34 MPa.

- c. Setelah bentuk dan tekanan yang diinginkan tercapai, hasil kompaksi tersebut dilepaskan dari *die*.
- d. Tahap 1-4 dilakukan pengulangan untuk mendapatkan sejumlah sampel yang diinginkan sesuai dengan yang telah tertulis diatas dari varian serbuk Al tipe A dan B.

3.5. Proses Kompaksi

Proses kompaksi yang dilakukan menggunakan mesin pres merk “Wykeham Farrance” di Laboratorium Beton Teknik Sipil, UK Petra. Prinsip kerja mesin pres dan tambahan alat-alat yang digunakan serta urutan operasi akan dijelaskan pada bagian 3.5.1 – 3.5.2.

3.5.1. Pembuatan Cetakan (*Die*)

Pembuatan sampel berbentuk *pellet* dengan $\varnothing = 20$ mm, $t = \text{maks. } 4,5$ mm dari campuran A dan B membutuhkan cetakan atau *die* dengan bentuk seperti gambar 3.6. Die tersebut terdiri dari 3 bagian, yaitu:

1. *Upper punch*, berupa silinder pejal yang berfungsi untuk menekan serbuk Al.
2. *Die*, berupa silinder pejal yang terdapat lubang ditengahnya yang berdiameter 20 mm yang akan diisikan serbuk campuran.
3. *Lower punch*, berupa silinder pejal yang ditengahnya terdapat cekungan dengan kedalaman sekitar 3 mm yang berfungsi sebagai penahan agar tidak terjadi slip pada saat proses kompaksi. Seluruh komponen die terbuat dari bahan SKD - 11 (XW - 42).

Bagian nomor 2 dan nomor 3 dibuat terpisah untuk memudahkan pengeluaran sampel dari dalam cetakan. Gambar kerja dan dimensi cetakan sampel dapat dilihat lebih detil di lampiran 1.



Gambar 3.6. Cetakan kompaksi yang digunakan dalam tugas akhir ini.

3.5.2. Proses Kompaksi

Proses kompaksi dilakukan untuk mendapatkan spesimen silindris (pellet) yang akan digunakan dalam penelitian ini. Mesin pres yang dipakai merupakan mesin pres hidrolis milik Laboratorium Beton (Gambar 3.7) jurusan Teknik Sipil UK PETRA yang memiliki kapasitas maksimum 2500 KN dan dikalibrasi terakhir pada 16 Oktober 2006.

Besar tekanan yang digunakan dalam proses kompaksi sama dengan penelitian Wicaksono (2006). Nilai tekanan 1500 psi yang digunakan oleh Wicaksono sama dengan 10,34 MPa pada mesin pres hidrolisis di Laboratorium Beton. Tekanan yang ditampilkan oleh tekanan oli pada penelitian sebelumnya = 1500 psi. Perhitungan konversi dari tekanan oli menjadi tekanan saat kompaksi sampel adalah sebagai berikut :

Diameter penampang mesin pres = $D = 3,52 \text{ in} = 89,4 \text{ mm}$

Jari-jari penampang mesin pres = $r = 1,76 \text{ in} = 44,7 \text{ mm}$

$$P = \frac{F}{A} \dots\dots\dots(3.1)$$

$$F = P.A = 1500 \times 3,14 \times 1,76^2 = 14589,69 \text{ pound} = 10,34 \text{ MPa}$$

Jadi tekanan sebesar 1500 psi = 10,34 Mpa, yang ditunjukkan pada pressure gage mempunyai gaya tekan pada penampang sebesar 65 KN.



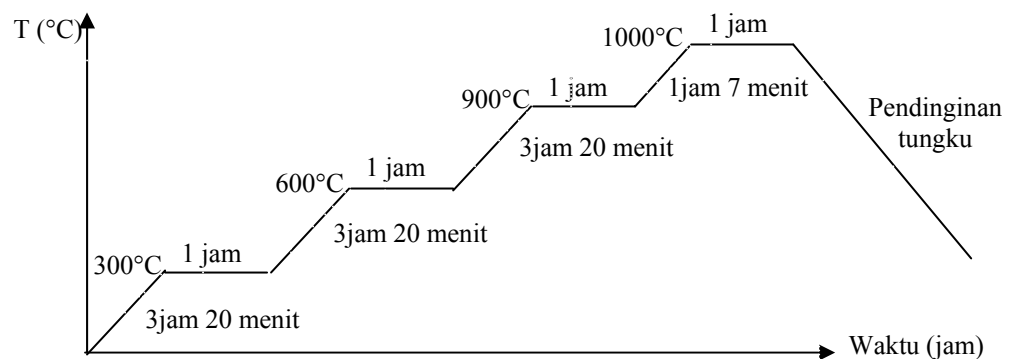
Gambar 3.7. Mesin pres di laboratorium Beton jurusan Teknik Sipil UK Petra.

3.6. Proses Sinter

Semua sampel *green compact* hasil proses kompaksi dilakukan pemanasan (sinter) yang menggunakan 2 jenis dapur yaitu *muffle furnace* yang digunakan untuk proses pra-sinter hingga suhu 1000°C dan *tube furnace* untuk proses sinter hingga suhu 1400°C . Keduanya dikerjakan dalam atmosfer udara.

3.6.1. Muffle Furnace

Furnace yang digunakan adalah merk Naber tipe N11-220 di laboratorium Metalurgi jurusan Teknik Mesin UK Petra (gambar 3.9) yang dipakai untuk proses pra-sintering sampai suhu 1000°C dengan kecepatan $1,5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dengan waktu tahan 1 jam seperti yang terlihat pada gambar 3.8.



Gambar 3.8. Diagram pemanasan sampel sampai temperatur 1000°C .



Gambar 3.9. *Muffle Furnace* di laboratorium Metalurgi jurusan Teknik Mesin UK Petra dengan kapasitas temperatur hingga 1200°C .

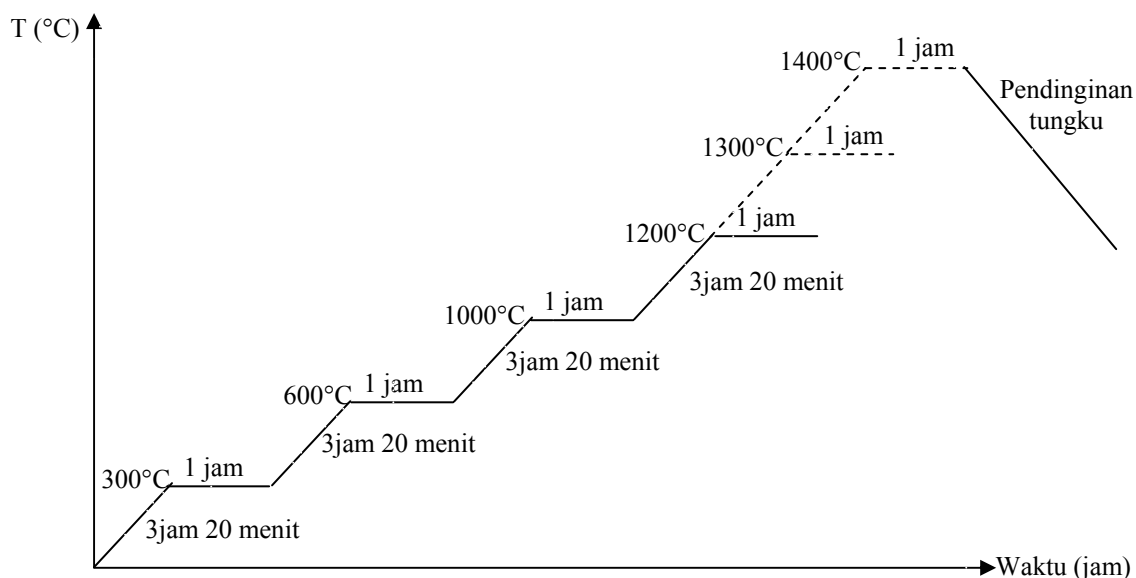
3.6.2. *Tube Furnace*

Tube furnace yang digunakan untuk *sintering* sampel pada temperatur 1200, 1300 dan 1400°C (Gambar 3.10) menggunakan bahan bakar elpiji yang dimiliki oleh Balai Besar Keramik Bandung.



Gambar 3.10. *Tube furnace* di Balai Besar Keramik Bandung.

Laju pemanasan yang digunakan pada pemanasan menggunakan *tube furnace* yaitu $1,5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dengan waktu penahanan 1 jam pada temperatur yang telah ditetapkan (gambar 3.11). Untuk temperatur 1300°C dan 1400°C dilakukan dengan waktu yang sama dengan temperatur 1200°C .



Gambar 3.11. Diagram pemanasan sampel dengan temperatur 1200°C, 1300°C, 1400°C.

3.7. Pengujian Sampel

Setelah proses sinter selesai, maka dilakukan pengujian sampel. Pengujian meliputi pengujian derajat oksidasi serbuk Al menggunakan ICP-S, Struktur mikro menggunakan SEM, *shrinkage* menggunakan mikrometer dan *density* menggunakan Prinsip Archimedes.

3.7.1. Pengujian Derajat Oksidasi dengan *Inductively Coupled Plasma – Spectrometry* (ICP-S)

Pengujian ini dilakukan di laboratorium Kuantitatif Fakultas Farmasi Universitas Surabaya menggunakan mesin ICP-S merek ARL Fisons 3410+ (Gambar 3.12). Pengujian ini mengukur Al sisa yang belum teroksidasi bertujuan untuk mengetahui persentase unsur Al yang sudah terkonversi menjadi alumina pada setiap sampel sesudah proses sinter. Hasil ICP memberikan indikasi derajat oksidasi Al menjadi Alumina akibat pengaruh penambahan Tepung Jagung dan temperatur sinter.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam pengujian ICP:

- Persiapan sampel. Sampel berbentuk *pellet* dihancurkan untuk mendapatkan sampel berupa serbuk. Serbuk dilakukan pemanasan menggunakan oven

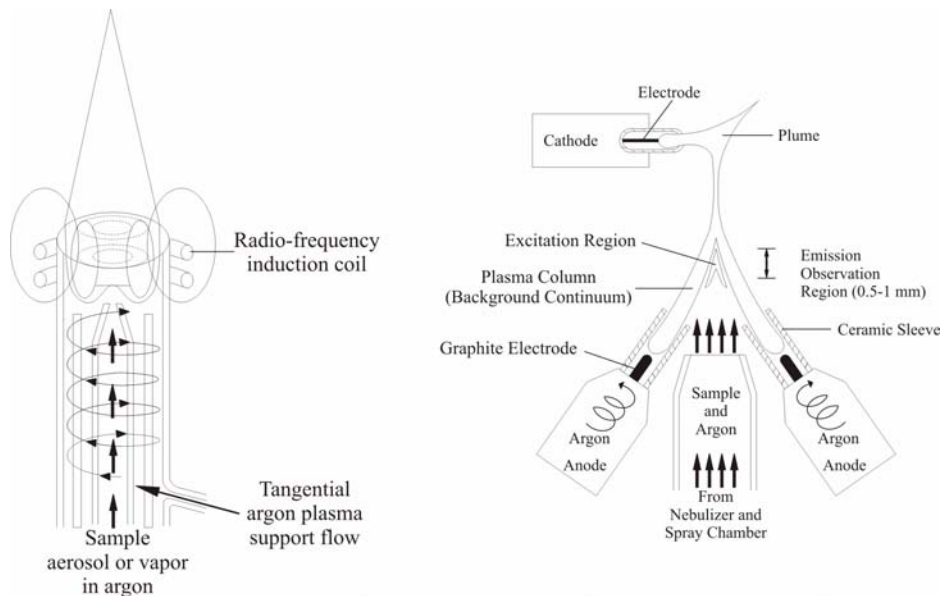
kemudian sampel tadi dibakar (destruksi) untuk menghilangkan zat-zat organik pengotor.

b. Prinsip kerja ICP selama proses berjalan:

- Serbuk sampel yang sudah bersih dari zat-zat organik pengotor dilarutkan di dalam larutan asam nitrat.
- Larutan tadi akan dihisap untuk memasuki ruang bakar dimana terjadi pembakaran dengan gas argon (Gambar 3.13).
- Pembakaran tadi akan mengakibatkan ion-ion sampel akan ter-eksitasi (terurai menjadi ion-ionnya).
- Ion-ion tadi akan ditangkap oleh detektor dan akan diteruskan berupa sinyal-sinyal yang akan diterjemahkan menjadi bentuk grafik oleh komputer.



Gambar 3.12. Foto alat uji ICP-S di laboratorium Kimia Kuantitatif, Fakultas Farmasi, Universitas Surabaya.



Gambar 3.13. Skema proses pembakaran sampel dengan gas argon.

3.7.2. Pengamatan struktur mikro menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Pengujian SEM dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Laut (P3GL), Bandung, menggunakan SEM merk JEOL tipe jsm-6360la buatan Jepang (Gambar 3.14). Mesin ini terakhir dikalibrasi pada pertengahan Nopember 2005.



Gambar 3.14. Foto Peralatan SEM di P3GL, Bandung.

Mikroskop elektron adalah mikroskop yang menggunakan cahaya elektron yang bervalensi tinggi untuk menganalisa spesimen dengan sangat detil. Mikroskop elektron ini dikembangkan dari keterbatasan mikroskop optik.

Scanning electron microscope (SEM) adalah mikroskop yang menggunakan berkas elektron sebagai sumber pencahayaannya, sehingga dapat difokuskan ke dalam titik (spot) yang sangat kecil. Dengan alat ini dapat dilakukan analisis struktur dan morfologi (rincian bentuk) dengan kemampuan perbesaran sampai 100.000 kali. (<http://accept.asu.edu/PiN/rdg/elmicr/elmicr.shtml>).

SEM banyak digunakan dalam bidang ilmu material, geologi, kedokteran dan biologi. Apabila dilengkapi dengan Energy Dispersive X-Ray/Spectroscopy (EDX/EDS) dapat sekaligus menganalisa komposisi unsur permukaan pada daerah yang sangat sempit dalam orde micrometer dan pemetaan (distribusi unsur) pada suatu gambar.

Alat ini pertama kali ditemukan pada tahun 1942, dan dikomersialkan pada tahun 1965. Penggunaan SEM akan memberikan hasil yang sangat detil dalam bentuk 3 dimensi dengan komposisi warna hitam putih.

Langkah –langkah kerja metode SEM :

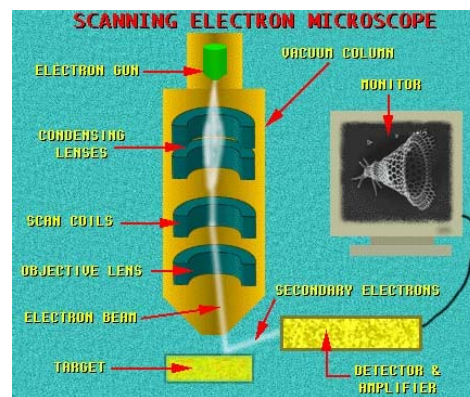
1. Persiapan sampel. Pada tahap ini sampel yang dianalisa harus bersifat konduktif, karena SEM menggunakan elektron untuk menghasilkan gambar. Untuk menghasilkan sifat konduktif pada sampel, biasanya diberi lapisan tipis emas pada permukaan sampel menggunakan *sputter coater* (gambar 3.15).



Gambar 3.15. Mesin *sputter coater*.

2. Prinsip kerja SEM disaat proses pengamatan berlangsung (gambar 3.16).

- Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacuum column*, dimana udara dievakuasi untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya menuju permukaan sampel selama proses pengamatan (gambar 3.16).
- Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada untuk menuju ke satu titik di sampel.
- Sinar elektron tadi akan dipantulkan ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat sinyal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.



Gambar 3.16. Skematik proses kerja SEM.

3.7.3. Pengukuran Penyusutan (*Shrinkage*) melalui Pengukuran Dimensi dengan Mikrometer

Pengujian *shrinkage* diukur dengan menggunakan alat ukur mikrometer dengan ketelitian hingga 0,01 mm. Pengukuran dilakukan sebelum sinter (*green compact*) dan sesudah sinter. Yang diukur adalah dimensi sampel (tinggi dan diameter) *pellet*.

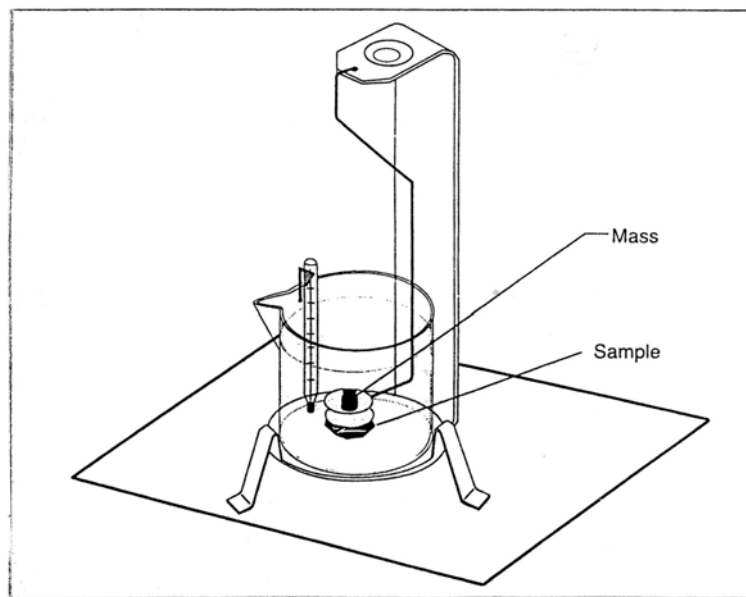
3.7.4. Pengukuran Density Sampel menggunakan Prinsip Archimedes

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui perubahan *density* pada setiap sampel sebelum dan sesudah sinter. Pengujian dilakukan berdasarkan *standart* (ASTM) *Designation* : C 373 – 88 (*Reapproved* 1999)

- Sampel yang telah disiapkan dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 150°C (302°F). Kemudian dibiarkan sampel dingin.
- Setelah sampel dingin (sesuai temperatur ruang), sampel ditimbang menggunakan timbangan yang memiliki ketelitian 0,01 gram dan didapatkan berat sampel pada keadaan kering (D).
- Kemudian disiapkan air di dalam gelas dan sebuah pemanas listrik kemudian sampel digantung didalam air menggunakan kawat yang dididihkan selama 5 jam (gambar 3.17), setelah itu pemanas listrik dimatikan dan sampel dibiarkan selama 24 jam didalam air.
- Setelah waktu itu terpenuhi, sampel ditimbang satu per satu pada saat melayang di dalam air (S) menggunakan timbangan yang dilengkapi dengan peralatan tambahan (gambar 3.18).
- Kemudian sampel dikeluarkan dari dalam air kemudian disiapkan kain untuk menggerakkan air yang ada dipermukaan sampel kemudian timbang sampel dan didapatkan berat sampel pada keadaan basah (M).
- Setelah prosedur diatas telah selesai maka akan didapatkan data-data yang dapat digunakan untuk menghitung *Bulk Density*- nya dengan menggunakan rumus (persamaan 3.8).



Gambar 3.17. Pemanasan sampel selama 5 jam menggunakan pemanas listrik.



Gambar 3.18. Mekanisme timbangan yang digunakan untuk menimbang massa tercelup.

Setelah semua data didapatkan, digunakan untuk menghitung density dan mengetahui volume yang ada didalam sampel. Rumus yang digunakan seperti pada persamaan 3.2 sampai dengan 3.8.

Persamaan 3.2 untuk menghitung volume eksterior, dinyatakan dalam cm^3 .

$$V = M - S \dots \dots \dots (3.2)$$

Persamaan 3.3 dan 3.4 untuk menghitung *open pores* (V_{op}) dan *impervious porosity* (V_{ip}), dinyatakan dalam cm^3 .

$$V_{OP} = M - D \dots \dots \dots (3.3)$$

$$V_{IP} = D - S \dots \dots \dots (3.4)$$

Persamaan 3.5 untuk menghitung persentase *open pores*, dinyatakan dalam persen (%).

$$P = [(M - D) / V] \times 100 \dots \dots \dots (3.5)$$

Persamaan 3.6 untuk menghitung persentase penyerapan air dalam sampel, dinyatakan dalam persen (%).

$$A = [(M - D) / D] \times 100 \dots \dots \dots (3.6)$$

Persamaan 3.7 untuk menghitung *specific gravity*.

$$T = D / (D - S) \dots \dots \dots (3.7)$$

Persamaan 3.8 untuk menghitung *Bulk Density*, dinyatakan dalam *grams per cubic centimetre* (gram/ cm³).

$$B = D / V \dots\dots\dots(3.8)$$

Keterangan persamaan 3.2 sampai 3.8 yaitu :

V = Volume (cm³).

V_{OP} = Volume *open porosity* (cm³).

V_{IP} = Volume *impervious porosity* (cm³).

P = Persentase *open pores* (%).

A = Persentase penyerapan air dalam sampel (%).

T = *Specific gravity*.

B = *Bulk density* (gram/ cm³).

M = Massa sampel dalam keadaan basah (gram).

D = Massa sampel dalam keadaan kering (gram).

S = Massa sampel saat melayang dalam air (gram).