

## **BAB 3**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Metode dan Desain Penelitian**

##### **3.1.1 Metode Penelitian**

Metode penelitian yang digunakan oleh peneliti ialah metode penelitian kuantitatif yang didasari oleh filsafat positivisme dengan menekankan pada fenomena-fenomena objektif yang dikaji secara kuantitatif. Adapun data dalam suatu penelitian kuantitatif adalah berupa angka-angka dan kemudian dilakukan analisis statistik untuk mendapatkan jawaban atas rumusan permasalahan yang telah ditentukan sebelumnya. Penelitian kuantitatif ini fokus pada penelitian laboratorium yang merupakan penelitian murni, dimana semua prinsip dan kaidahnya menitikberatkan pada pengontrolan terhadap hal-hal yang mempengaruhi jalannya penelitian ini. Metode penelitian kuantitatif secara laboratorium ini bersifat melakukan validasi dan pengujian.

##### **3.1.2 Desain Penelitian**

Dalam penelitian ini peneliti melakukan kegiatan percobaan untuk meneliti suatu peristiwa atau gejala yang muncul pada kondisi tertentu. Pengamatan dan pengontrolan dilakukan dengan cermat atas suatu gejala sehingga dapat diketahui sebab-akibat yang membuat kemunculan dari gejala tersebut. Desain penelitian ini adalah penelitian eksperimen dimana memiliki 3 (tiga) karakteristik penting yaitu adanya variabel bebas yang dimanipulasi, untuk variabel lain yang mungkin berpengaruh dilakukan pengontrolan agar tetap konstan, serta efek atau pengaruh manipulasi variabel bebas dan variabel terikat diamati langsung oleh peneliti.

### 3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

#### 3.2.1 Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Pusat Riset Fisika – Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Kawasan Pusat Penelitian Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (PUSPIPTEK), Serpong, Tangerang Selatan.

#### 3.2.2 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada semester 4 (empat) kalender akademik Universitas Pertahanan RI tahun ajaran 2020-2021. Penelitian berlangsung pada kurun waktu bulan September 2021 – Januari 2022, dengan detail kegiatan beserta alokasi waktunya tersaji pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Jadwal Pelaksanaan Penelitian

No	Kegiatan	2021						2022	
		Jul	Agt	Sep	Okt	Nov	Des	Jan	Feb
TAHAP PERSIAPAN									
1	a. Identifikasi dan Perumusan Masalah								
	b. Studi Literatur								
	c. Pelaksanaan Sidang Pra-Proposal dan Proposal								
TAHAP PELAKSANAAN									
2	a. Pengumpulan Data								
	b. Eksperimen, Analisis dan Pembahasan								
	c. Penyusunan Laporan								
TAHAP PENYELESAIAN									
3	a. Penyelesaian Thesis								
	b. Sidang Thesis								
	c. Revisi								
	d. Penyelesaian Administrasi								

Sumber : Diolah penulis.

### 3.3 Populasi dan Sampel Penelitian

Dalam penelitian eksperimen laboratorium dilakukan suatu kontrol yang ketat terhadap suatu atau beberapa unit yang menjadi subjek penelitian, sehingga unit ini kemudian ditempatkan pada situasi dimana terjadi pengkhususan keadaan dibandingkan dengan keadaan biasanya. Penelitian eksperimen laboratorium berciri bahwa peneliti membawa unit subyek penelitiannya ke laboratorium, sehingga kontrol fisik yang terjadi terhadap subjek penelitian menjadi lebih kuat. Unit subjek dalam penelitian

ini adalah material senyawa  $\text{MoSi}_2$  dan unsur Al yang akan dilakukan eksperimen paduan terhadap keduanya dengan teknik *Spark Plasma Sintering* guna mendapatkan kekuatan sifat mekanik, ketahanan korosi, ketahanan terhadap suhu tinggi, serta sifat material yang lebih ringan.

Pada penelitian kuantitatif pemilihan sampel penelitian dilakukan secara *probability sampling* yakni dengan *systematic sampling* atau pengambilan sampel sistematis. Dilakukan dengan cara berkala setelah ditentukan ukuran, susunan elemen dalam tahapan pengerjaan penelitian. Dalam penelitian ini pada bagian awal dirumuskan komposisi dari unit subyek yang akan diteliti yakni untuk senyawa  $\text{MoSi}_2$  adalah dengan proporsi 100 %, 99%, 97%, dan 95 %. Sedangkan untuk unsur Al sebagai paduannya telah ditentukan proporsinya adalah 0%, 1 %, 3 %, dan 5 %. Sehingga didapati empat komposisi yang selanjutnya akan dilakukan penelitian meliputi  $\text{MoSi}_2$  100 % + Al 0%,  $\text{MoSi}_2$  99 % + Al 1%,  $\text{MoSi}_2$  97 % + Al 3%, dan  $\text{MoSi}_2$  99 % + Al 5%.

### **3.4 Teknik Pengumpulan Data**

Berdasarkan metode yang digunakan yaitu kuantitatif laboratorium, maka pengumpulan data yang dilakukan adalah dalam setiap tahapan penelitian yang dilakukan dalam eksperimen laboratorium. Tahapan penelitian yang dilakukan antara lain : *mechanical alloying*, *spark plasma sintering*, karakterisasi dengan XRD dan SEM-EDS, pengujian yang meliputi densitas dengan *archimedes density*, kekerasan dengan *vicker hardness* dan oksidasi temperatur tinggi yang kemudian hasil dari oksidasi disusun dalam bentuk grafik kenaikan massa dan dilakukan karakterisasi dengan XRD dan FESEM-EDS (Tabel 3.2).

Tabel 3.2 Pengumpulan Data penelitian

(Sumber : Diolah penulis, 2021)

No.	Tahapan Eksperimen Laboratorium	Data yang diperoleh
1.	<i>Mechanical Alloying</i>	(1) Serbuk hasil paduan
2.	<i>Spark Plasma Sintering</i>	(2) Kurva <i>Sintering</i> (3) Temperatur Sintering
3.	Karakterisasi	
	a. Phase : XRD	(4) Grafik XRD awal
	b. OM : SEM-EDS	(5) <i>Mapping</i> Mikrostruktur awal
		(6) <i>Point</i> Mikrostruktur awal
4.	Pengujian	
	a. Densitas ( <i>Archimedes Density</i> )	(7) Massa jenis
	b. Kekerasan ( <i>Vicker Hardness</i> )	(8) Kekerasan
	c. Oksidasi Temperatur Tinggi	Data setelah Oksidasi
	c.1 Kinetik Oksidasi	(9) Grafik perubahan massa
	c.2 Phase : XRD	(10) Grafik XRD oksidasi
	c.3 OM : FESEM	(11) <i>Mapping</i> Mikrostruktur oksidasi
		(12) <i>Point</i> Mikrostruktur oksidasi

### 3.5 Instrumen Penelitian

Instrumen penelitian merupakan alat yang digunakan dalam mengumpulkan data penelitian. Dalam penelitian kuantitatif, umumnya alat pengumpul data/instrumen penelitian yang digunakan oleh peneliti dikembangkan dari jbaran variabel penelitian yang dikembangkan dari teori-teori yang akan diuji melalui kegiatan penelitian yang dikerjakan. Untuk itu sebelum instrumen penelitian digunakan untuk mengumpulkan data pada obyek atau responden yang sesungguhnya, hendaknya instrumen tersebut diuji validitas dan reliabilitasnya. Pemahaman peneliti atas validitas dan reliabilitas instrumen merupakan prasyarat mutlak bagi peneliti kuantitatif. Pada penelitian ini, peneliti menggunakan instrumen penelitian yang sudah baku, yakni instrumen yang telah dikembangkan dan digunakan oleh lembaga atau peneliti sebelumnya, dimana instrumen tersebut sudah teruji/ memenuhi persyaratan uji validitas dan reliabilitasnya meliputi :

Alat :

1. Neraca digital, berfungsi untuk menimbang massa sampel dengan teliti yang akan digunakan dalam penelitian
2. Cawan Petri, berfungsi sebagai wadah sampel yang telah selesai diproses dengan shaker *mill*.
3. Spatula, berfungsi sebagai alat untuk mengambil sampel yang berbentuk serbuk
4. *Ball mill*, berfungsi sebagai bola-bola untuk menggiling sampel dalam proses *milling*.
5. *Jar mill*, berfungsi sebagai wadah yang tertutup untuk proses *milling*.
6. *Shaker mill tipe Ultime Gravity*, berfungsi untuk menghaluskan dan mencampur serbuk paduan yang digunakan dalam penelitian.
7. Desikator, berfungsi sebagai wadah tertutup bercelah untuk proses pengeringan serbuk setelah proses *milling*.
8. Toples material hasil, berfungsi sebagai tempat menyimpan material serbuk hasil dari *milling*.

9. *Aluminium foil*, berfungsi sebagai penutup Jar mill yang bersifat sementara pada saat proses pengeringan setelah proses *milling*.
10. Kertas tisu, berfungsi sebagai membersihkan alat setelah selesai dan pada saat akan digunakan
11. *Graphite paper*, berfungsi sebagai pelapis cetakan sampel sebelum material paduan serbuk dituang ke dalam cetakan.
12. Cetakan sampel, berfungsi sebagai wadah untuk membuat material paduan serbuk dalam bentuk pelet.
13. *Spark Plasma Sintering (SPS)* tipe Dr. 625, berfungsi untuk membentuk sampel dari yang semula berbentuk serbuk yang dimuat dalam suatu die konduktor listrik menjadi kompak melalui proses arus menerus yang dibantu tekanan dalam dan disinter di bawah tekanan unaksial.
14. Perangkat komputer, berfungsi untuk mengolah dan menyimpan data selama proses SPS berjalan.
15. Kompaksi manual, berfungsi untuk melepaskan sampel dari cetakan setelah proses SPS selesai.
16. *Ultrasonic Cleaner*, berfungsi untuk membersihkan sampel setelah selesai proses memoles dengan kertas SiC.
17. Kertas SiC ukuran 320, 500, 600, 800, 1000, 1500, 3000, dan 5000, berfungsi untuk memoles permukaan sampel hasil dari SPS sebelum dilakukan analisis menggunakan SEM.
18. Pinset kecil, berfungsi untuk mengambil sampel pada saat dilakukan penimbangan.
19. *X-Ray Diffraction (XRD)* merek Rigaku Smartlab, berfungsi sebagai alat untuk mengidentifikasi kandungan fasa yang terdapat pada sampel.
20. SEM-EDS (*Scanning Elektron Microscope – Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) JEOL JSM-IT200, berfungsi sebagai alat untuk mengamati mikrostruktur sampel.

21. *Micro-hardness tester* merek Leco LM100AT, berfungsi untuk melakukan test kekerasan (*vicker hardness*) pada sampel.
22. *Wirecut* merek Fumao type DK7730, berfungsi untuk memotong sampel hasil SPS menjadi satu bagian setengah lingkaran dan dua bagian persegi panjang
23. Jangka sorong, berfungsi untuk mengukur dimensi sampel setelah dilakukan pemotongan.
24. *Archimedes density kit*, berfungsi untuk pengukuran berat basah sampel.
25. *Alumina Boat*, berfungsi sebagai wadah sampel pada saat uji oksidasi temperatur tinggi
26. *Muffle Furnance* (PPF-1300), berfungsi sebagai alat untuk uji oksidasi temperatur tinggi.
27. *High Resistance Gloves*, berfungsi untuk melindungi telapak tangan hingga siku dari temperatur tinggi.
28. Capit panjang, berfungsi untuk menaruh dan mengambil sampel di dan dari dalam tungku saat uji oksidasi temperatur tinggi.
29. Cetakan resin, berfungsi sebagai wadah tempat sampel hasil oksidasi dilakukan resin untuk analisis penampang melintang.
30. FESEM-EDS (*Field Emission Scanning Electron Microscope*) JIB-4610F, berfungsi sebagai alat untuk melihat morfologi dan ukuran grain secara umum serta analisa elemen dari sampel.

Bahan :

1. Serbuk  $\text{MoSi}_2$  sebagai serbuk utama dalam penelitian ini.
2. Serbuk Aluminium sebagai bahan doping.
3. Cairan Hexana sebagai campuran yang mencegah terjadinya oksidasi dan penggumpalan serbuk pada saat proses MA.
4. Cairan Metanol sebagai cairan pembersih dalam *ultrasonic cleaner*.
5. Cairan Aquades sebagai media pada saat dilakukan timbang basah pada sampel.

6. Cairan Resin sebagai bahan melakukan resin sample
7. Cairan *Hardener* sebagai campuran dengan cairan resin pada saat melakukan resin sampel.

### **3.6 Teknik Pengolahan Data**

Dalam penelitian ini dilakukan teknik pengolahan data yakni analisis deskriptif dimana merupakan suatu metode pengolahan data yang digunakan untuk menganalisis data dengan cara mendeskripsikan gambaran data yang telah terkumpul sebagaimana adanya. Adapun data yang telah terkumpul sebagaimana adanya adalah data hasil eksperimen yang dilakukan di laboratorium sebagaimana dapat dilihat pada Tabel 3.2.

### **3.7 Teknik Analisis Data**

Penelitian dengan menggunakan teknik analisis data kuantitatif akan menghasilkan data berupa angka-angka. Pada penelitian ini akan menggunakan teknik analisis data statistik deskriptif. Melalui analisis deskriptif, peneliti dapat memberikan gambaran umum mengenai karakteristik dari masing-masing variabel yang akan diteliti dengan lebih mudah dan sesuai dengan keadaan data yang dihasilkan. Adapun analisis data yang dilakukan meliputi :

#### **3.7.1 Mechanical Alloying (MA)**

Komposisi serbuk paduan yang telah dipersiapkan untuk selanjutnya akan dipadukan secara mekanis terlebih dahulu dilakukan proses *milling*

selama 2 jam menggunakan *shaker mill* tipe *Ultime Gravity* dengan frekuensi osilasi 700/menit.



Gambar 3. 1 Shaker Mill tipe Ultime Gravity  
(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)

MA dilakukan dalam *jar mill* dengan volume 125 ml dan *ball mill* dengan rasio bubuk 4:1. Adapun tahapan yang dikerjakan dalam proses MA ini meliputi :

1. Melakukan pembersihan *jar mill* dan *ball mill* dengan melakukan milling menggunakan cairan metanol selama durasi 5 menit sebanyak 3 kali proses *milling*
2. Keringkan *jar mill* dan *ball mill* dengan tisu
3. Melakukan penimbangan *ball mill* menggunakan neraca digital
4. Melakukan penimbangan paduan serbuk yang akan dilakukan milling dan mixing mengacu pada komposisi Tabel 3.3 dengan menggunakan neraca digital.
5. Masukkan serbuk paduan yang sudah ditimbang kedalam *jar mill* yang sudah berisi *ball mill* yang telah ditimbang juga sebelumnya.

Dalam penelitian ini, untuk menghambat oksidasi serbuk dan aglomerasi selama MA maka ditambahkan 10 ml larutan hexana ditambahkan ke dalam *jar mill* sebagai agen kontrol. Setelah proses penggilingan berakhir, *jar mill* kemudian dibuka dan diberi penutup sementara berupa aluminium foil yang telah dilubangi, kemudian dimasukkan ke dalam desikator. Serbuk paduan ini dikeringkan pada suhu kamar selama 24 jam.

Tabel 3.3 Tabel Komposisi MoSi<sub>2</sub> dan Al

(Sumber : Diolah penulis, 2021)

No.	Nama Sampel	Komposisi (gram)	
		MoSi <sub>2</sub>	Al
1.	MoSi <sub>2</sub> 100% + Al 0%	25.00	0.00
2.	MoSi <sub>2</sub> 99% + Al 1%	24.75	0.25
3.	MoSi <sub>2</sub> 97% + Al 3%	24.25	0.75
4.	MoSi <sub>2</sub> 95% + Al 5%	23.75	1.75

### 3.7.2 Spark Plasma Sintering (SPS)

Serbuk paduan dari hasil *milling* selanjutnya akan dilakukan pemadatan menggunakan teknik *spark plasma sintering*, dengan menggunakan alat merek Dr. Sinter model SPS-625, Fuji Electronic Industrial Co. Ltd. Dimulai dengan menempatkan serbuk dalam cetakan berdiameter 2 cm yang telah dilapisi grafit. Kemudian serbuk yang telah berada dicetakan dimasukkan ke dalam *chamber* peralatan SPS dengan beban 40 Mpa dan dievakuasi hingga kurang dari 5 Pa. Sampel dipanaskan dari suhu kamar sampai suhu 570°C yang merupakan konfigurasi awal suhu mulai meningkat dari 570°C menjadi 1000°C dan 1000°C menjadi 1220°C, dengan laju pemanasan yang ditetapkan pada 20°C/menit dan 5°C/menit. Untuk mencapai nilai kerapatan yang optimal, sampel yang ada

dipanaskan terus menerus pada suhu  $1220^{\circ}\text{C}$  selama 8 menit. Selama proses sintering, nilai beban yang diaplikasikan stabil. Setelah mencapai suhu kamar, sampel dievakuasi dari chamber peralatan dan kemudian dikeluarkan dari cetakan dengan menggunakan alat kompaksi manual.



Gambar 3. 2 Dr. Sinter model SPS-625, Fuji Electronic Industrial Co. Ltd.  
(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)



Gambar 3. 3 Alat Kompaksi Manual  
(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)

Dari proses SPS ini didapatkan data grafik berupa kurva sintering yang memberi informasi berupa pada waktu keberapa terjadinya proses sinter dan dalam temperatur berapa mengalami saturasi. Analisis terhadap pola grafik kurva sintering dan stroke ini yang akan menunjukkan suatu komposisi serbuk paduan telah menjadi padatan secara sempurna atau tidak.

### 3.7.3 Archimedes Density

Menurut Archimedes jika sebuah benda yang tenggelam seluruhnya atau sebagian dalam suatu fluida diangkat ke atas oleh sebuah gaya yang sama dengan berat fluida yang dipindahkan.



Gambar 3. 4 Proses Pengukuran Archimedes Density  
(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)

Pengambilan data densitas dengan menggunakan teknik *Archimedes Density* diawali dengan pemasangan *Archimedes Density kit* yang terdiri atas bingkai penyangga, tatakan gelas ukur, gelas ukur yang telah diisi oleh cairan aquades, komponen tempat sampel yang tergantung dan tenggelam

dalam air, serta termometer dengan peyangganya. Adapun tahapan pengukurannya adalah sebagai berikut :

1. Setelah seluruh peralatan terpasang dengan baik, tunggu 5 menit hingga temperatur yang ditunjukkan oleh termometer stabil, kemudian temperatur dicatat.
2. Letakan sampel dengan menggunakan pinset pada komponen tempat sampel, pastikan posisi sampel tenggelam
3. Tunggu selama 5 menit hingga temperatur stabil, kemudian hasil pengukuran dicatat.
4. Lakukan pengulangan pengukuran pada setiap sampel sebanyak 3 kali.
5. Lakukan pengukuran (langkah 2 sampai 4) untuk semua sampel yang ada sampai selesai.

Gaya Archimedes dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$F_A = \rho V g$$

$F_A$  = gaya tekan ke atas Archimedes (N)

$\rho$  = massa jenis fluida ( $\text{kg/m}^3$ )

$V$  = Volume benda ( $\text{m}^3$ )

$g$  = percepatan gravitasi ( $\text{m/s}^2$ )

Gaya tekan ke atas :  $F_A = \rho_a V g$

Berat benda di udara  $w = mg = \rho_b V g$

Berat benda di air  $w' = m' g$

Gaya tekan ke atas :  $F_A = w - w'$

$$\rho_b V g = w - w'$$

$$\rho_a \frac{m}{\rho_b} = m - m'$$

$$\rho_b = \frac{m}{m-m'} \rho_a \text{ (massa jenis benda padat yang dicari) (10)}$$

dengan keterangan :

$m$  = massa benda di udara

$m'$  = massa benda di air

$\rho_a$  = massa jenis air

$\rho_b$  = massa jenis benda

#### **3.7.4 Vicker Hardness**

Pengujian kekerasan dengan metode Vicker Hardness ini menggunakan Indentor berupa Pyramid Intan yang membentuk sudut  $136^\circ$  (ASTM E 92). Masa indentor bervariasi antara 1 – 120 Kg. Uji keras Vicker diterima secara luas untuk keperluan riset karena mempunyai rentang yang luas. Sehingga dapat digunakan pada material yang keras dan lunak sekaligus. Pengujian diawali dengan memastikan sampel dalam keadaan bersih dari korosi, kering dari cairan, dan memiliki permukaan yang rata. Setelah ditentukan lokasi titik yang akan dilakukan uji, saat proses penekanan harus sangat diperhatikan ketegaklurusan indentor terhadap material, agar didapat hasil indentasi yang valid. Jarak antar indentasi juga perlu diperhatikan karena setelah uji keras maka material di sekitar daerah indentasi akan mengalami deformasi plastis dan strain hardening. Jarak yang terlalu dekat dapat memberi hasil yang kurang valid karena terkena fenomena tersebut. Jarak antar dua indentasi adalah minimal 3 – 5 dari diameter indentasi dengan tebal sampel yang minimal 10 kali dari kedalaman pengindentasian. Sehingga kekerasan permukaan material benar-benar didapatkan. Adanya jeda waktu pembebanan juga memberi

pengaruh hasil pengujian karena material saat diberi penekanan membutuhkan waktu untuk berdeformasi elastis secara sebagian. Adapun rumus Vicker Hardness adalah sebagai berikut :

$$L = 0.2 x + \left(0.2 \cdot \frac{y}{50}\right) \quad (11)$$

$$\text{dan VHN} = \frac{2P \sin(\theta/2)}{L^2} = \frac{1.854P}{L^2} \quad (12)$$

dimana P = beban yang diterapkan, kg

L = panjang diagonal rata-rata, mm

$\theta$  = sudut antara permukaan intan yang berlawanan =  $136^\circ$

Pada metode ini terdapat dua buah diagonal hasil penusukan indenter piramida intan pada permukaan sampel dengan nilai yang berbeda. Nilai diagonal yang dipakai saat perhitungan adalah rata-rata dari kedua nilai diagonal.

### 3.7.5 Karakterisasi

#### 3.7.5.1 XRD

Karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada paduan  $\text{MoSi}_2$  dengan tambahan Al. Alat XRD yang digunakan pada penelitian ini dengan merek RIGAKU model SmartLab 3kW, tipe 2080B212, buatan Jepang, ditunjukkan pada gambar 3.3. Diawali dengan meletakkan sampel pada holder XRD dengan menggunakan pinset, lalu dilakukan penembakan sinar-X pada kondisi 40 kV, 30 mA dengan rentang sudut  $2\theta$  dari  $10^\circ$  sampai  $90^\circ$  dengan kecepatan penembakan  $5^\circ$  per menit.



Gambar 3. 5 X-Ray Diffraction RIGAKU-SmartLab  
(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)

Untuk dapat mengetahui fasa hasil dari uji XRD ini dilakukan analisa fasa menggunakan software Match! 3 dengan versi trial. Analisa fasa dilakukan dengan mengidentifikasi fasa dominan yang terbentuk yang ditunjukkan dengan tampilan puncak difraksi yang tinggi yang menunjukkan peak yang kuat atas fasa yang membentuknya.

#### **3.7.5.2 SEM-EDS**

Untuk dapat mengamati dan melakukan analisa terhadap tampilan mikrostruktur permukaan dari paduan  $\text{MoSi}_2$  dan Al serta analisis elemen, maka dipergunakan alat SEM-EDS dengan tahapan penggunaan sebagai berikut :

1. Mempersiapkan alat dengan membuka penutup SEM

2. Letakan sampel pada cawan yang telah diukur terlebih dahulu ketinggian sampel ditambah pemegangnya.
3. Arahkan penutup SEM masuk perlahan sembari diperhatikan dengan seksama bahwa sampel tidak menyentuh logam pembatas, lalu SEM ditutup.
4. Sampel akan disinari dengan pancaran elektron sehingga sampel memancarkan elektron turunan (*secondary electron*) dan elektron terpantul (*back scattered electron*) yang dapat dideteksi dengan detector scintilator yang diperkuat sehingga timbul gambar pada layar CRT
5. Dilakukan pemotretan setelah proses pengesetan dan pengaturan objek perbesarannya, dan didapatkanlah foto yang sesuai dengan yang diinginkan.
6. Dilakukan analisa lebih lanjut dari gambar yang telah diperoleh.



Gambar 3. 6 SEM (Scanning Electron Microscope)

(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)

Analisa data yang dilakukan berupa interpretasi tampilan dikombinasikan dengan nilai kuantitatif dari hasil deteksi pancaran elektron turunan (*secondary electron*) dan elektron terpantul (*back scattered electron*)

### 3.7.6 Oksidasi Temperatur Tinggi menggunakan *Muffle Furnance*

Guna mengetahui ketahanan oksidasi sampel pada temperatur tinggi maka dilakukanlah pengujian oksidasi pada temperatur tinggi. Tahap pertama yang dilakukan adalah pengukuran dimensi sampel menggunakan jangka sorong, setelah itu dilakukan penimbangan massa sampel menggunakan neraca digital. Adapun proses penimbangan yang dilakukan meliputi penimbangan sampel yang sudah diletakkan dalam *alumina boat*, dan sebelumnya juga dilakukan penimbangan kosong untuk tiap-tiap *alumina boat* yang digunakan.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3.8 Oksidasi Temperatur Tinggi (a) sampel yang disiapkan untuk oksidasi, (b) proses penimbangan sampel dengan alumina boat, (c) proses pemasukan sampel kedalam tungku Muffle Furnance PPF-1300

(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)

Barulah tahapan selanjutnya adalah memasukan *alumina boat* yang telah berisi sampel ke dalam *muffle furnace* dengan menggunakan *high resistance gloves* serta memakai capit panjang.

Pengujian oksidasi temperatur tinggi dilakukan pada temperatur 1100°C selama 8 siklus. Setiap 1 siklus berjalan selama 20 jam didalam tungku *muffle furnace*, baru kemudian 1 jam pendinginan hingga mencapai temperatur kamar. Kemudian dilakukan penimbangan kembali setiap sampel beserta *alumina boat* untuk mengetahui pertambahan masa yang terjadi pada sampel.

### 3.7.7 FESEM-EDS

Agar dapat melihat kemudian melakukan analisis morfologi dan ukuran grain secara umum maka dilakukan pengujian FESEM-EDS.



Gambar 3. 7 FESEM-EDS (Field Emission Scanning Electron Microscope)

(Sumber : Dokumentasi penulis, 2021)

Adapun FESEM-EDS pada penelitian ini lebih dispesifikan tujuannya yakni hendak melihat morfologi dari penampang melintang sampel setelah dilakukan uji oksidasi temperatur tinggi, dimana sampel yang akan diuji terlebih dahulu sudah diresin dan diberikan coating emas. Hal tersebut

dimaksudkan agar sampel bersifat menjadi lebih konduktif dan selanjutnya dapat memantulkan kembali elektron yang dipancarkan ke alat uji ke detektor dengan lebih baik. Pengujian yang dilakukan dengan perbesaran 1000, 3000, 5000, dan 8000 kali