

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Deskripsi Data

Data dalam penelitian ini terdiri atas data numerik angka dan kenampakan visual dari hasil pengukuran dan pengujian menggunakan peralatan yang telah dilakukan kalibrasi berkala.

4.1.1 Data Preparasi Serbuk

Meliputi data penimbangan berat massa dari bahan yang digunakan dalam penelitian yakni serbuk MoSi_2 dan serbuk Al. Data dari proses penimbangan ini adalah data numerik yang digunakan sebagai acuan dasar dalam memulai tahapan penelitian selanjutnya yakni proses *milling* material.

4.1.2 Data Sintesa Sampel

Data sintesa sampel merupakan data numerik yang tersusun pada tiap satuan waktu selama proses sintesa yakni selama proses *Spark Plasma Sintering (SPS)* berlangsung. Data numerik ini tersusun atas keterangan variabel yang merupakan ukuran atas sampel serbuk yang dilakukan sintesa.

4.1.3 Data Karakterisasi Awal

Data karakterisasi awal merupakan data hasil sintesa sampel dengan SPS yang berupa sampel padatan (*compact*) berbentuk silinder pipih. Adapun sebelum memulai proses karakterisasi terlebih dahulu dilakukan pemolesan pada bagian permukaan sampel hingga tampak seperti tampilan cermin. Hal tersebut dimaksudkan untuk memberikan hasil karakterisasi yang baik dan lebih akurat. Proses pemolesan sampel ini dilakukan dengan menggunakan kertas SiC dengan ukuran grit yang bervariasi dari 320, 500, 800, 1000, 1500, 3000, hingga 5000. Proses karakterisasi sampel terdiri atas Analisis XRD dan Mikrostruktur.

4.1.3.1 Data XRD

Data XRD adalah data grafik yang menunjukkan puncak-puncak difraksi dari fase yang terbentuk pada sampel yang dilakukan uji XRD.

4.1.3.2 Data Mikrostruktur SEM-EDS

Data mikrostruktur merupakan data gambar atau kenampakan visual dari permukaan sampel dengan menggunakan SEM-EDS. Data yang tersaji juga menunjukkan prosentase berat massa dengan berat atomik dari fase yang terbentuk pada sampel uji.

4.1.4 Data Pengujian

Terdapat 3 (tiga) tahapan pengujian yang merupakan proses verifikasi dan validasi dari penelitian ini, meliputi uji densitas, uji kekerasan dan uji oksidasi.

4.1.4.1 Data Uji Densitas

Data uji densitas merupakan hasil pengukuran densitas dengan metode *Archimedes Density*. Data uji densitas merupakan data numerik yang menunjukkan angka massa masing-masing sampel yang dilakukan penimbangan secara kering dan penimbangan secara basah.

4.1.4.2 Data Uji Kekerasan

Merupakan data numerik yang menunjukkan angka hasil pengukuran kekerasan atas sampel yang diuji dengan metode *Vicker Hardness*.

4.1.4.3 Data Uji Oksidasi

Data uji oksidasi terdiri atas 3 (tiga) meliputi data kinetik oksidasi, data XRD oksidasi dan data mikrostruktur oksidasi

a. Data Kinetik Oksidasi

Data kinetik oksidasi merupakan data numerik dari hasil penimbangan sampel setiap selesai 1 siklus oksidasi. Dari data numerik tersebut kemudian dituangkan ke dalam bentuk data grafik yang menunjukkan trend perubahan massa selama proses oksidasi berlangsung.

b. Data Karakterisasi XRD Oksidasi

Data XRD oksidasi merupakan data grafik yang menunjukkan puncak-puncak difraksi dari fase yang terbentuk pada sampel setelah dilakukan proses oksidasi.

c. Data Karakterisasi Mikrostruktur Oksidasi FESEM-EDS

Data mikrostruktur oksidasi merupakan data gambar atau kenampakan visual dari permukaan sampel yang telah dilakukan proses oksidasi, kemudian dilakukan proses resin untuk kemudian dianalisa kenampakan melintangnya dengan menggunakan FESEM. Data yang tersaji juga menunjukkan prosentasi berat massa dengan berat atomik dari fase yang terbentuk pada sampel yang diuji.

4.2 Hasil Pengumpulan Data

4.2.1 Data Preparasi Serbuk

Tahap awal dalam memulai penelitian ini adalah menentukan komposisi dari paduan serbuk yang akan diteliti. Dalam penelitian ini menggunakan dua jenis material serbuk yakni serbuk material MoSi_2 dan serbuk material Al. Adapun pengumpulan data preparasi serbuk disajikan dalam Tabel 4. 1.

Tabel 4.1 Pengumpulan Data Preparasi Serbuk

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Komposisi	MoSi_2 (%)	Al (%)
1	100	0
2	99	1
3	97	3
4	95	5

4.2.2 Data Sintesa Sampel

Data sintesa sampel dalam penelitian ini didapatkan dari rekaman perangkat lunak dari alat *Spark Plasma Sintering (SPS)* dari setiap proses yang dilaksanakan pada masing-masing komposisi. Data rekaman tersebut terdiri atas informasi waktu pemrosesan, *voltage*, *current*, *temperature*, *pressure* dan *Z Axis* seperti yang tersaji dalam Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Pengumpulan Data Sintesa Sampel

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

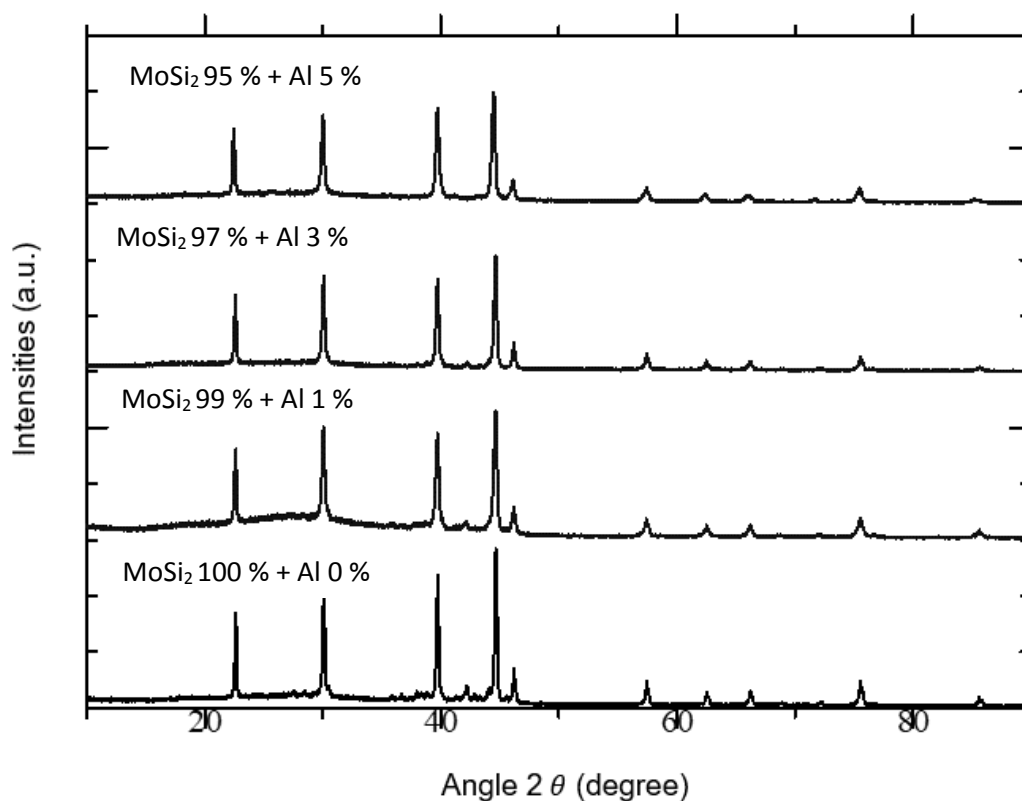
Channel Number	(1)TH-CH01	(1)TH-CH02	(1)TH-CH03	(1)TH-CH04	(1)TH-CH05	(1)TH-CH07	(1)TH-CH08	
Waveform Name	VOLTAGE	CURRENT	TEMP.	PRESSURE	Z-AXIS	VACUUM	HIGH VACUUM	
Input Range	±10V	±10V	±10V	±10V	±10V	±10V	±10V	
Unit	V	A	°C	kN	mm	Pa	Pa	
Odays 00:00:00	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:01	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:02	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:03	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:04	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:05	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:06	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:07	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:08	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:09	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:10	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:11	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:12	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:13	0	0	1	570.3	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:14	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:15	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:16	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:17	0	0	1	570	10	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:18	0	0	1	570	10.1	0	2.8	0.9999
Odays 00:00:19	0	0	1	570	10.1	0.01	2.8	0.9999
Odays 00:00:20	0	0	1	570.3	10.1	0.01	2.8	0.9999

4.2.3 Data Karakterisasi Awal

Pengumpulan data karakterisasi awal terdiri atas data XRD dan data mikrostruktur. Data XRD berbentuk grafik hasil pengujian dengan alat XRD yang menunjukkan fase apa saja yang terbentuk dan data mikrostruktur berupa data gambar beserta keterangan numerik. Kedua data ini merupakan hasil dari pemrosesan data sintesa sampel dengan teknik SPS yang sebelumnya dilakukan.

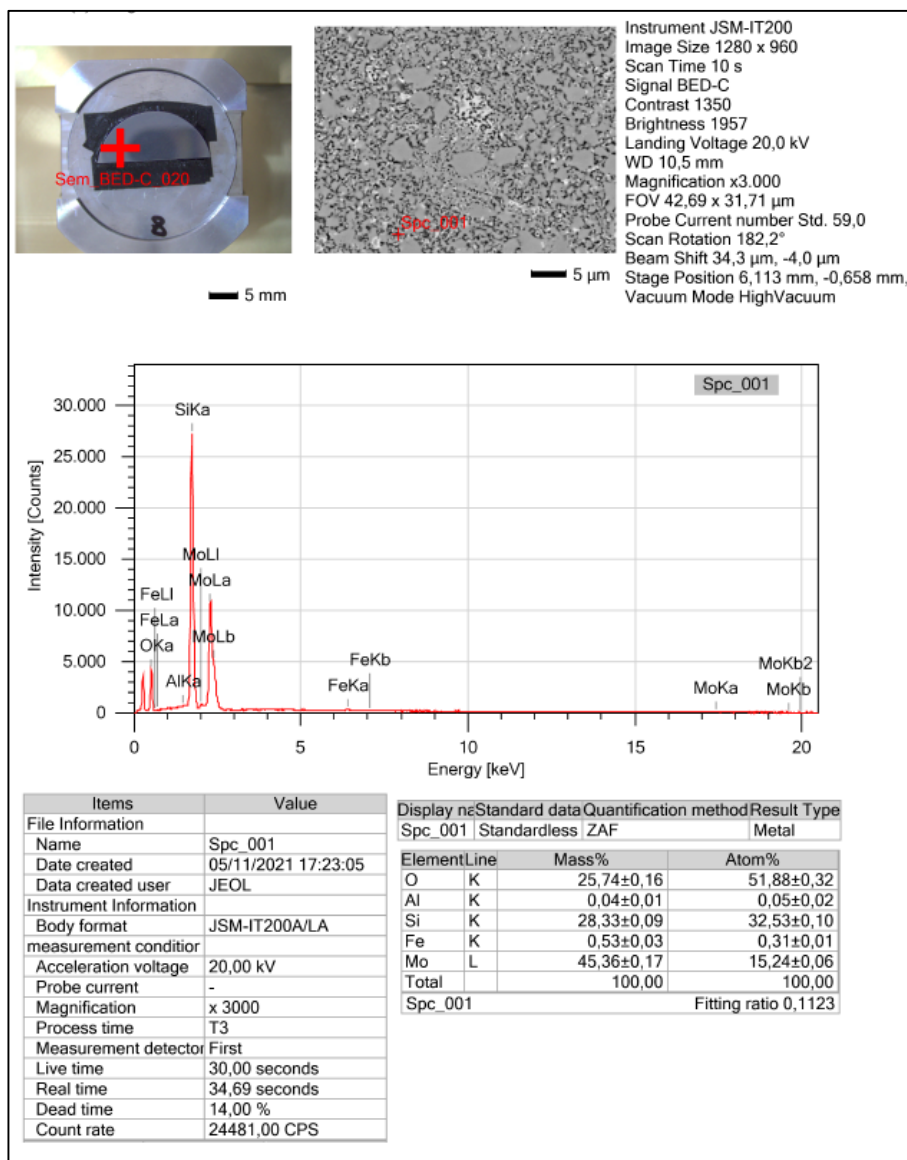
4.2.3.1 Data XRD

Data XRD yang tersaji pada Grafik 4.1 merupakan kumpulan puncak – puncak difraksi dari setiap fase yang terbentuk dari hasil proses sintesa sampel dengan teknik SPS. Semakin tinggi puncak difraksi yang tampak menunjukkan semakin kuat difraksi yang dihasilkan dari fase tersebut sesuai dengan komposisi paduan material yang dimaksud.



4.2.3.2 Data Mikrostruktur

Pengumpulan data mikrostruktur dilakukan dengan menguji hasil dari sintesa sampel dengan teknik SPS dengan menggunakan SEM-EDS. Data mikrostruktur ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Data Mikrostruktur dengan SEM-EDS

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

4.2.4 Data Pengujian

4.2.4.1 Data Uji Densitas

Data uji densitas berupa data numerik hasil pengukuran dengan metode *Archimedes Density*. Pada setiap sampel sebelumnya dilakukan pemotongan sampel guna melakukan beberapa uji selanjutnya secara paralel. Dilakukan penimbangan pada setiap sampel sesuai dengan komposisi yang ada meliputi penimbangan kering dan penimbangan basah.

Tabel 4.3 Data Uji Densitas

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Komposisi	Identitas Sampel		Berat Kering (g)	Berat Basah (g)
MoSi ₂ 100% + Al 0 %	IA	1	1.193	0.981
		2	1.194	0.981
		3	1.193	0.983
	IB	1	1.216	1.001
		2	1.216	1.000
		3	1.216	1.000
MoSi ₂ 99% + Al 1%	IIA	1	0.947	0.782
		2	0.947	0.782
		3	0.947	0.781
	IIB	1	0.920	0.760
		2	0.919	0.759
		3	0.920	0.759
MoSi ₂ 97% + Al 3%	IIIA	1	0.976	0.813
		2	0.976	0.811
		3	0.976	0.811
	IIIB	1	0.998	0.831
		2	0.999	0.831
		3	0.999	0.831
MoSi ₂ 95%+ Al 5%	IVA	1	0.793	0.661
		2	0.794	0.660
		3	0.794	0.660
	IVB	1	1.071	0.892
		2	1.071	0.892
		3	1.071	0.891

Penimbangan dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali dalam prosesnya, baik saat menimbang basah maupun saat menimbang kering. Hasil penimbangan dicatat sebagaimana tersaji pada Tabel 4.3.

4.2.4.2 Data Uji Kekerasan

Dalam pelaksanaan uji kekerasan dilakukan pengambilan titik uji sebanyak 2 (dua) dengan letak yang tidak berdekatan. Dari tiap titik uji ini dilakukan pengambilan data uji sebanyak 4 (empat) kali, sehingga total didapat sebanyak 8 (delapan) nilai uji kekerasan dari setiap komposisi sampel dari hasil perhitungan rumus (12) sebagaimana tampak pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Data Uji Kekerasan
(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Pengukuran ke-	Komposisi			
	MoSi ₂ 100% + Al 0%	MoSi ₂ 99% + Al 1%	MoSi ₂ 97% + Al 3%	MoSi ₂ 95% + Al 5%
1	1240.26	1130.8	1376.91	1356.04
2	1222.38	1196.37	1376.88	1366.4
3	1222.43	1225.17	1442.42	1376.93
4	1305.83	1196.37	1431.23	1345.74
5	1187.84	1267.67	1335.65	1277.16
6	1196.35	1267.67	1398.23	1356.04
7	1187.92	1267.67	1366.4	1315.72
8	1162.89	1277.12	1376.93	1335.61

4.2.4.3 Data Uji Oksidasi

a. Data Oksidasi Temperatur Tinggi

Pengumpulan data kinetik oksidasi dalam penelitian ini meliputi data perubahan massa dari setiap sampel yang terdiri atas 2(dua) sampel yang telah dilakukan penimbangan awal berupa sampel bersama dengan alumina *boat* sebagai wadah sampel selama menjalani proses uji oksidasi pada temperatur 1100⁰ C. Adapun uji oksidasi pada temperatur 1100⁰C ini berlangsung selama 8 siklus, dimana setiap siklusnya terdiri atas 20 jam di

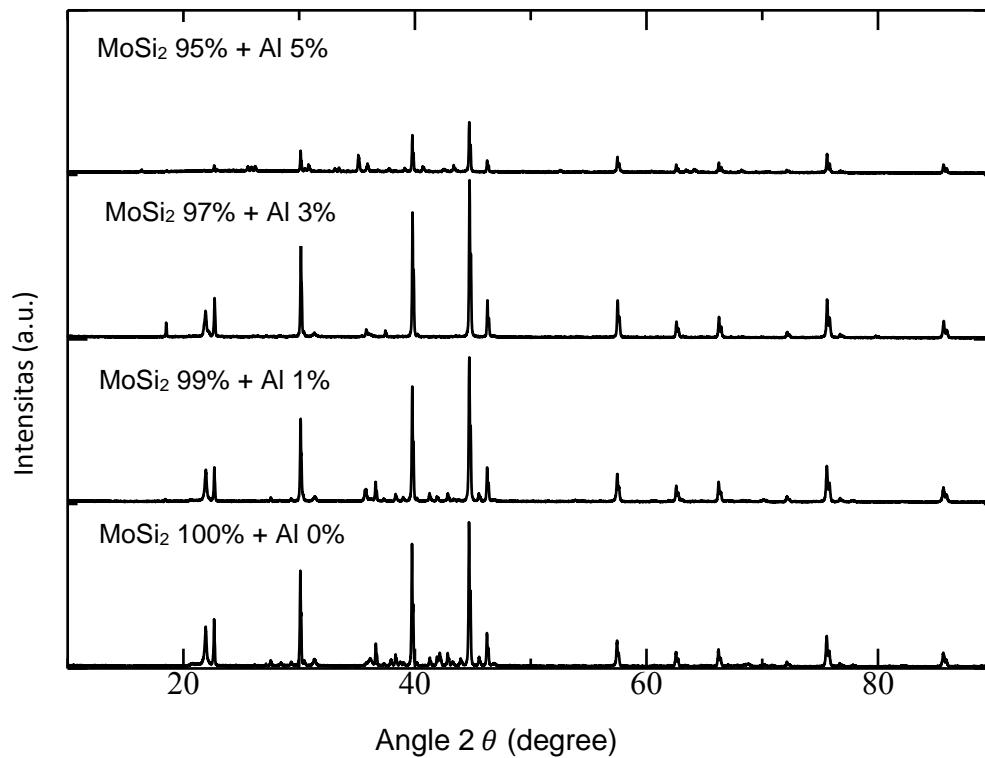
dalam tungku *muffle furnace* (PPF-1300) pada temperatur 1100°C, dan 4 jam berada di luar tungku untuk proses pendinginan dengan suhu ruangan dan proses penimbangan perubahan massa. Hasil data uji oksidasi temperatur tinggi yang dikumpulkan dapat dilihat pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 Data Uji Oksidasi Temperatur Tinggi
(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

b. Data XRD Oksidasi

Data XRD oksidasi menunjukkan kumpulan puncak – puncak difraksi dari setiap fase yang terbentuk dari hasil proses oksidasi temperatur tinggi sebagaimana ditunjukkan pada Grafik 4.2.

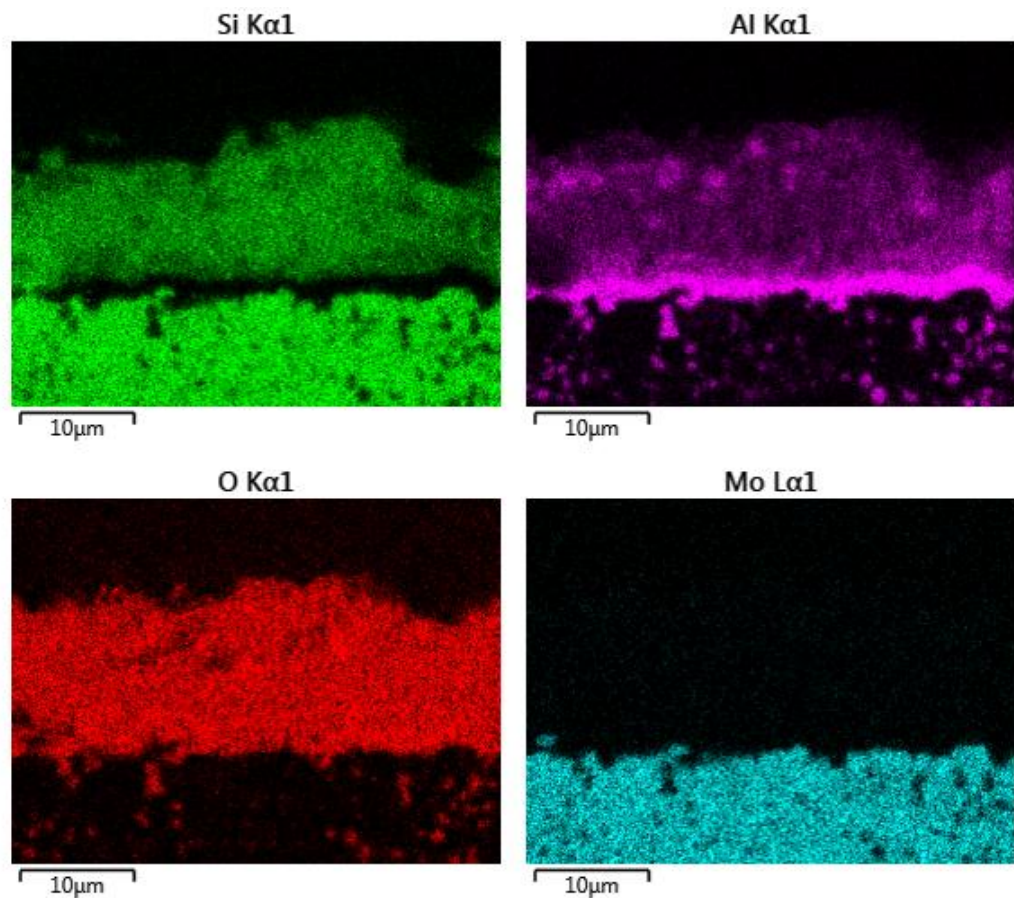


Grafik 4.2 XRD Setelah Uji Oksidasi Temperatur Tinggi

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

c. Data Mikrostruktur dan Analisis Elemen Oksidasi

Pengumpulan data mikrostruktur dan analisis elemen oksidasi dilakukan dengan menguji hasil dari uji oksidasi temperatur tinggi yang telah diresin sebelumnya untuk menganalisa permukaan sampel secara penampang melintang. Data mikrostruktur oksidasi ini didapatkan dengan menggunakan FESEM-EDS. Data mikrostruktur ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Data FESEM-EDS Mapping Setelah Uji Oksidasi
(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

4.3 Hasil Pengolahan Data

4.3.1 Data Preparasi Serbuk

Pengolahan data preparasi serbuk dilakukan dengan melakukan perhitungan proporsi dari tiap-tiap material serbuk sesuai dengan komposisi yang telah ditentukan dan mengacu pada massa total yang diperlukan dalam membentuk sampel yang akan dibuat. Adapun massa total yang ditentukan adalah sebanyak 25 gram dari masing-masing komposisi, yang diperuntukan untuk dapat menghasilkan dua sampel dalam setiap satu komposisi sebagaimana tersaji dalam Tabel 4.5.

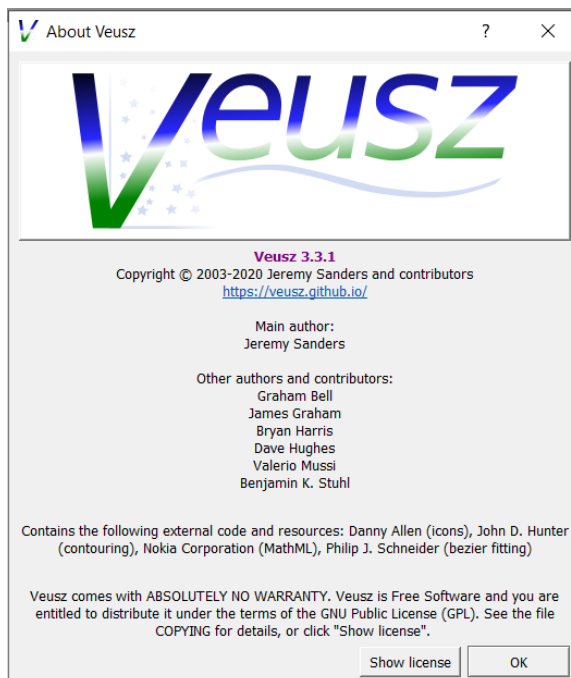
Tabel 4.5 Pengolahan Data Preparasi Serbuk

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Komposisi	MoSi ₂ (%)	Al (%)	Total (g)	Kebutuhan MoSi ₂ (g)	Kebutuhan Al (g)
1	100	0	25	25.00	0.00
2	99	1	25	24.75	0.25
3	97	3	25	24.25	0.75
4	95	5	25	23.75	1.25

4.3.2 Data Sintesa Sampel

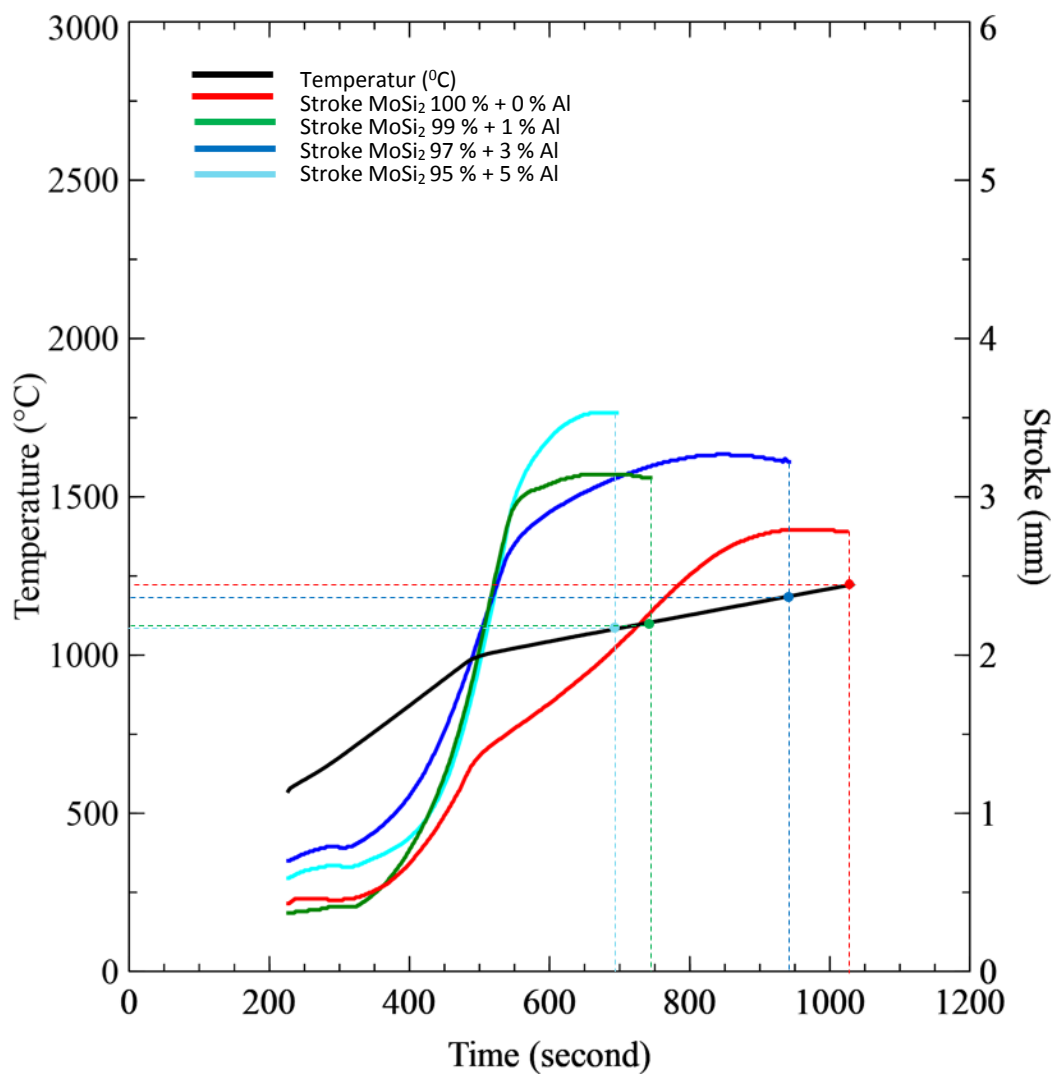
Pengolahan data sintesa sampel dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Veusz 3.3.1 yang merupakan perangkat lunak *open source*, seperti ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Perangkat Lunak Pengolah Data Veusz

(Sumber : <https://veusz.github.io/>)

Pengolahan data sintesa sampel kemudian dilakukan dengan membentuk kurva sintering dari masing-masing komposisi paduan material sebagaimana tersaji pada Grafik 4.3.



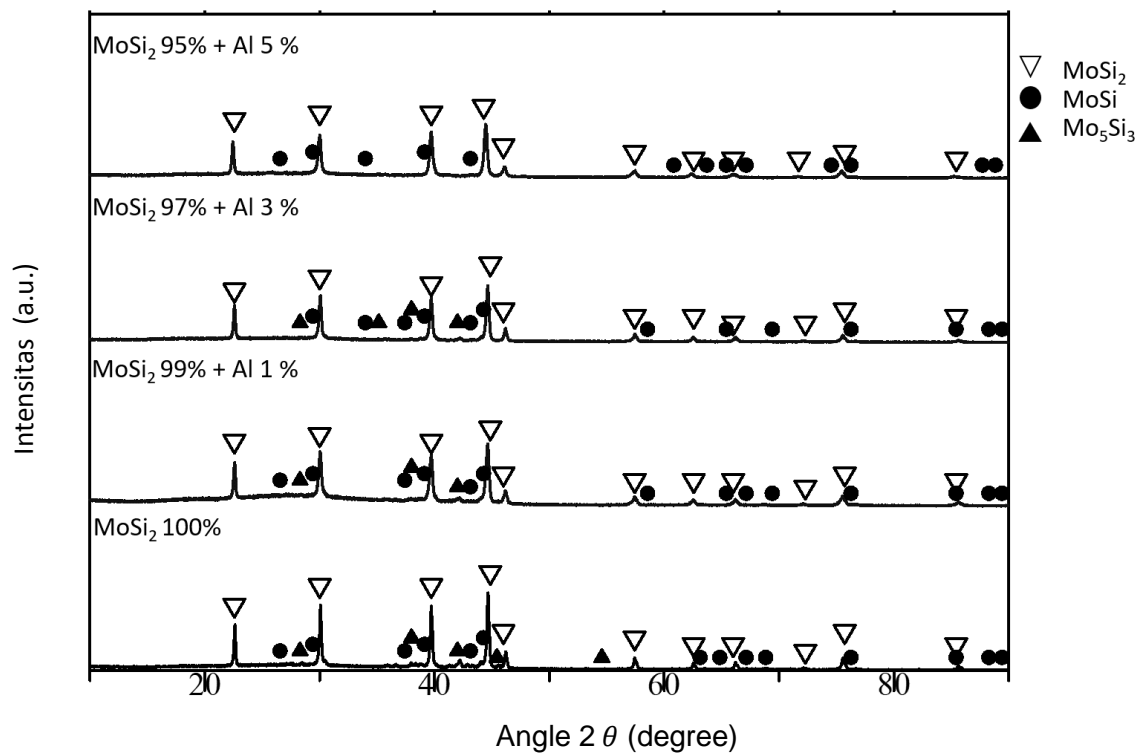
Grafik 4.3 Kurva Sintering Setiap Komposisi Paduan Material

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

4.3. 3 Data Karakterisasi Awal

4.3.3.1 Data XRD

Pengolahan data XRD menggunakan perangkat lunak *Match! 3* versi *trial* dan visualisasi menggunakan perangkat lunak *open source* : *sma4wine* dengan hasil pengolahan datanya tersaji pada Grafik 4. 4.

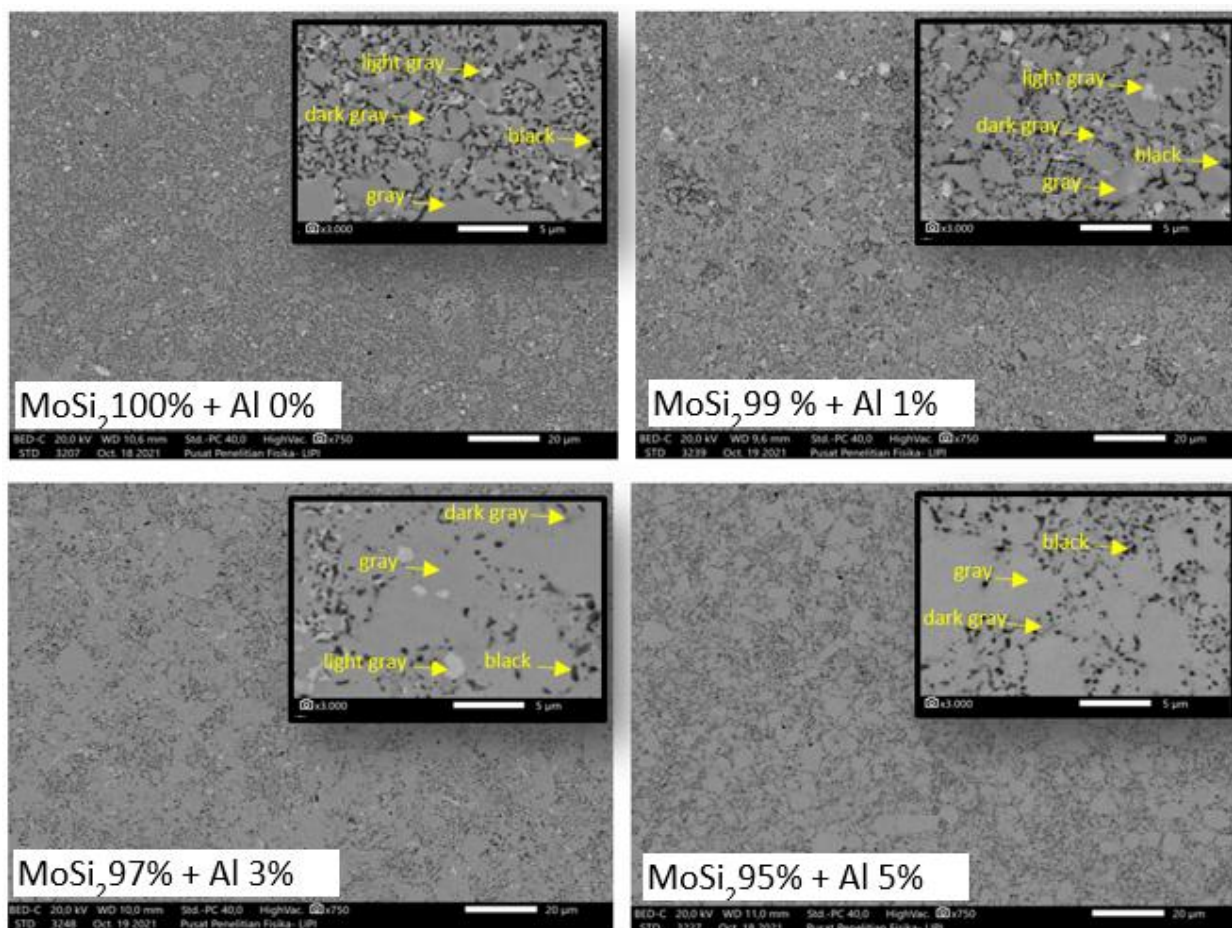


Grafik 4.4 Hasil Pengolahan Data XRD

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

4.3.3.2 Data Mikrostruktur dan Analisis Elemen Oksidasi

Hasil pengolahan data mikrostruktur dari SEM-EDS berupa tampilan visual *mapping* dan *point* yang menunjukkan kenampakan serta nilai dari perbedaan kontras warna atas kenampakan yang ada. Dari hasil mapping dan point tersebut kemudian dilakukan prediksi fase yang terbentuk mengacu pada nilai persentase berat atomic yang ditunjukkan dari hasil SEM – EDS sebagaimana tersaji pada Gambar 4.5 dan Tabel 4.5.



Gambar 4.5 Mikrostruktur Komposisi Paduan dan Lokasi Analisis Poin EDS

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Tabel 4.5 Prediksi Fase Tiap Komposisi Hasil SEM – EDS

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Komposisi	Area	Persentase Atomik (at%)					Prediksi Fase
		Mo	Si	Al	Fe	O	
MoSi ₂ 100% + Al 0%	gray	34.76	64.96	0.19	0.10	-	MoSi ₂
	Light gray	49.39	43.52	0.23	6.86	-	MoSi + MoSi ₂ + Mo ₅ Si ₃ + Fe
	black	15.24	32.53	0.05	0.31	51.88	Oksida/Pori
MoSi ₂ 99% + Al 1%	gray	34.41	65.38	0.13	0.08	-	MoSi ₂
	Light gray	58.87	40.16	0.23	0.74	-	MoSi + Mo ₅ Si ₃
	black	16.37	33.84	8.94	0.32	40.53	Oksida/Pori
MoSi ₂ 97% + Al 3%	dark gray	33.92	52.35	2.18	2.02	9.53	MoSi ₂ + MoSi + O
	gray	34.53	65.29	0.12	0.06	-	MoSi ₂
	Light gray	57.74	37.63	2.39	2.24	-	MoSi + Mo ₅ Si ₃ + Fe
	black	10.46	20.29	16.13	0.20	52.92	Oksida/Pori
MoSi ₂ 95% + Al 5%	dark gray	27.88	51.46	13.31	0.23	7.09	MoSi ₂ + MoSi + Al + O
	gray	34.59	63.31	1.98	0.11	-	MoSi ₂
	black	12.35	25.96	21.51	0.11	40.04	Oksida/Pori

4.3.4 Data Pengujian

4.3.4.1 Data Uji Densitas

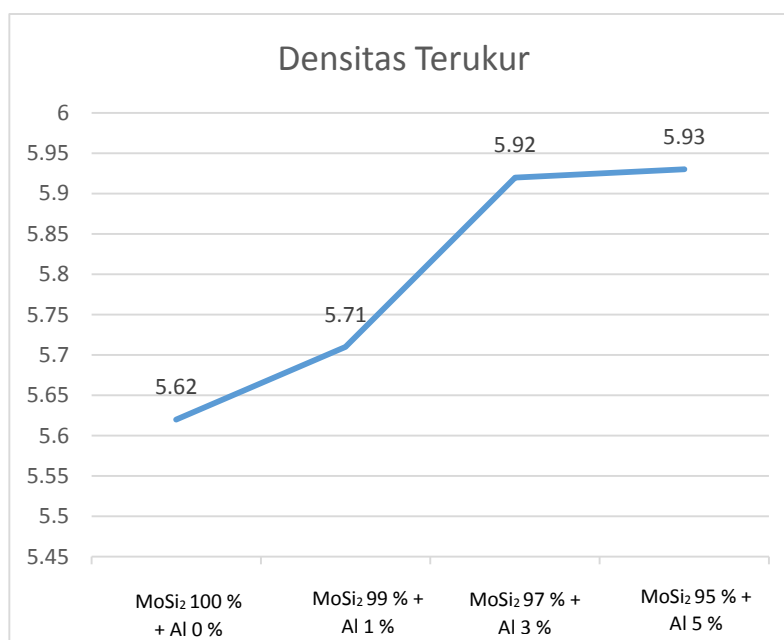
Pengolahan data uji densitas dilakukan penimbangan basah dan penimbangan kering masing-masing sebanyak 3 (tiga) kali, kemudian dirata-rata. Angka rata-rata tersebut kemudian dirata-rata kembali atas

sampel A dan sampel B dari setiap komposisi dan kemudian dihitung nilai densitas terukur dengan rumus (10). Adapun hasil perhitungan dapat dilihat pada Tabel 4.6 dan Grafik 4.5.

Tabel 4.6 Hasil Nilai Densitas Terukur

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Sampel	Densitas Terukur (g/cm ³)	Rata-Rata (g/cm ³)
MoSi ₂ 100%.a	5.62	5.62
MoSi ₂ 100%.b	5.62	
MoSi ₂ 99% + Al 1% .a	5.71	5.71
MoSi ₂ 99% + Al 1% .b	5.72	
MoSi ₂ 97% + Al 3% .a	5.92	5.93
MoSi ₂ 97% + Al 3% .b	5.94	
MoSi ₂ 95% + Al 5% .a	5.93	5.94
MoSi ₂ 95% + Al 5% .b	5.95	



Grafik 4.5 Grafik Densitas Terukur

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

4.3.4.2 Data Uji Kekerasan

Pengolahan data uji kekerasan dilakukan secara statistik yakni dengan mengambil nilai rata-rata dari kedelapan nilai hasil pengujian kekerasan yang dilakukan pada setiap komposisi sampel. Adapun hasil pengolahan data uji kekerasan ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Hasil Uji Kekerasan *Vicker Hardness*

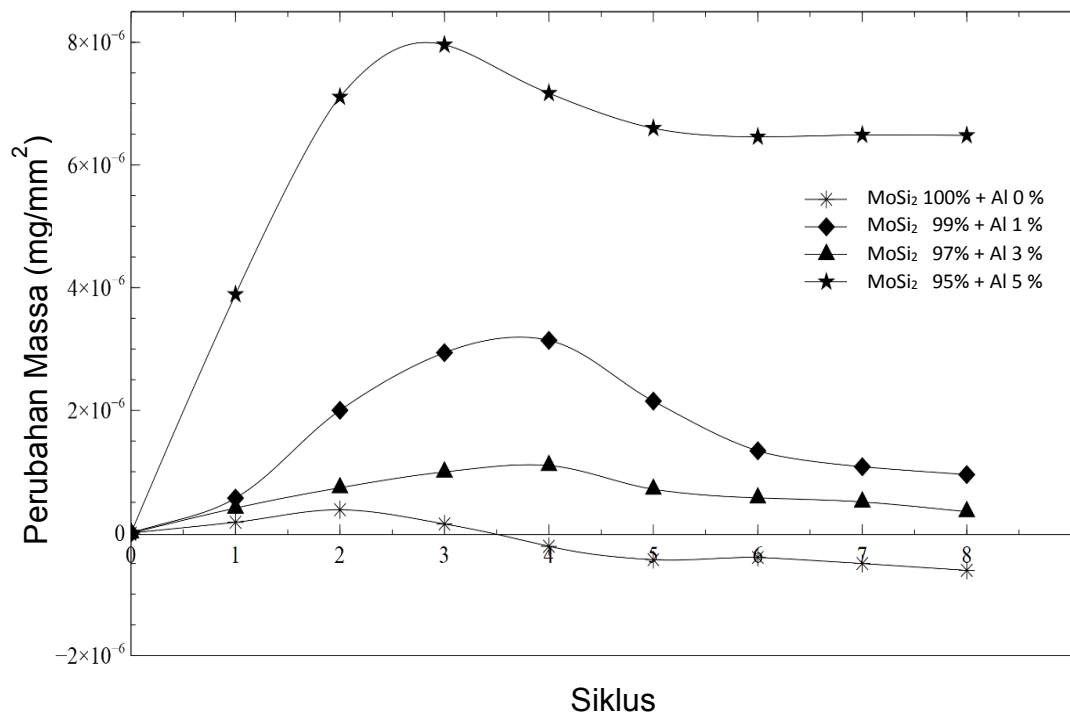
(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Pengukuran ke-	Komposisi			
	MoSi ₂ 100% + Al 0%	MoSi ₂ 99% + Al 1%	MoSi ₂ 97% + Al 3%	MoSi ₂ 95% + Al 5%
1	1240.26	1130.8	1376.91	1356.04
2	1222.38	1196.37	1376.88	1366.4
3	1222.43	1225.17	1442.42	1376.93
4	1305.83	1196.37	1431.23	1345.74
5	1187.84	1267.67	1335.65	1277.16
6	1196.35	1267.67	1398.23	1356.04
7	1187.92	1267.67	1366.40	1315.72
8	1162.89	1277.12	1376.93	1335.61
Rata-rata	1215.7375	1228.605	1388.08125	1341.205

4.3.4.3 Data Uji Oksidasi

4.3.4.3.a Data Oksidasi Temperatur Tinggi

Pengolahan data hasil pengujian oksidasi pada temperatur tinggi dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Veuz 3.3.1 yang merupakan perangkat lunak *open source*. Hasil dari pengolahan data pengujian oksidasi temperatur tinggi adalah berbentuk grafik kinetik oksidasi yang ditunjukkan pada Grafik 4.6.

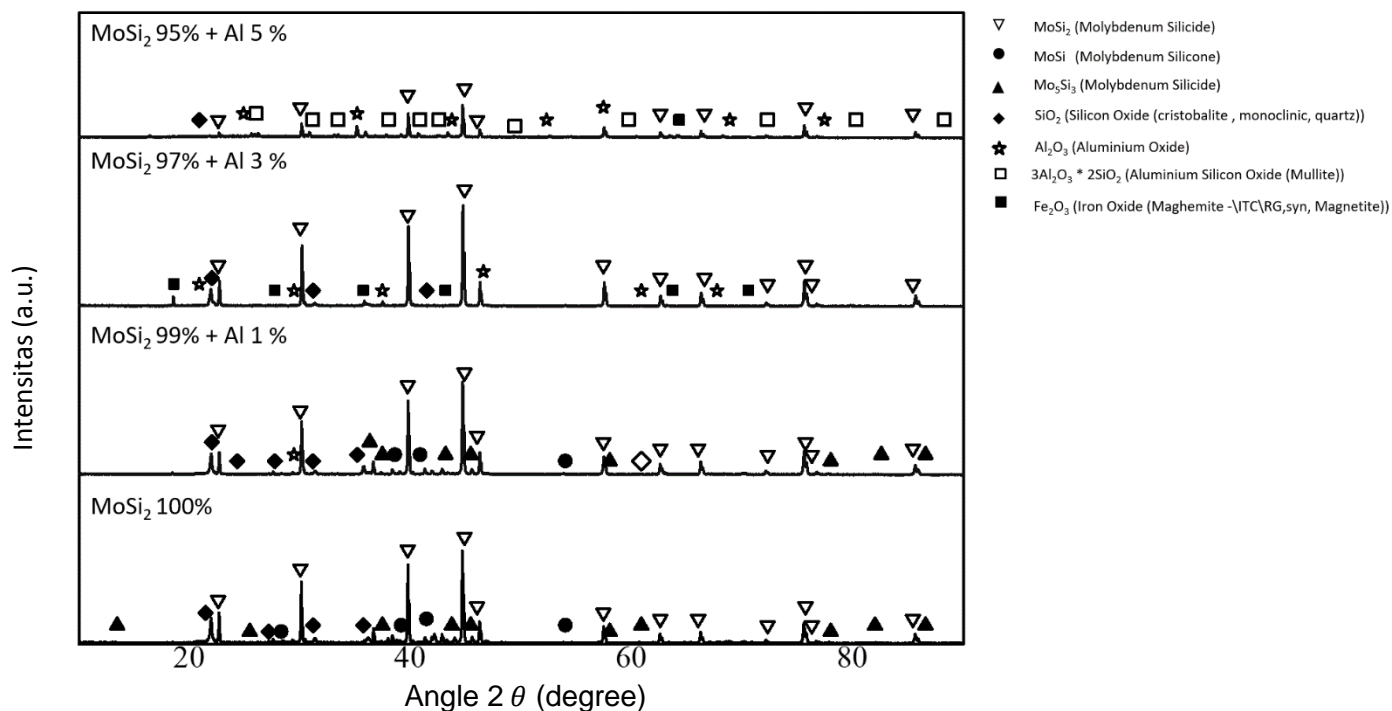


Grafik 4.6 Grafik Kinetik EDS Tiap Komposisi Setelah Uji Oksidasi Pada Temperatur 1100°C selama 8 Siklus

(sumber : Diolah Penulis, 2021)

4.3.4.3.b Data XRD Oksidasi

Pengolahan data XRD Oksidasi adalah menggunakan perangkat lunak *Match! 3* versi trial dengan visualisasi menggunakan perangkat lunak *open source* : *sma4wine*. Adapun hasil pengolahan dapat dilihat pada Grafik 4.7.

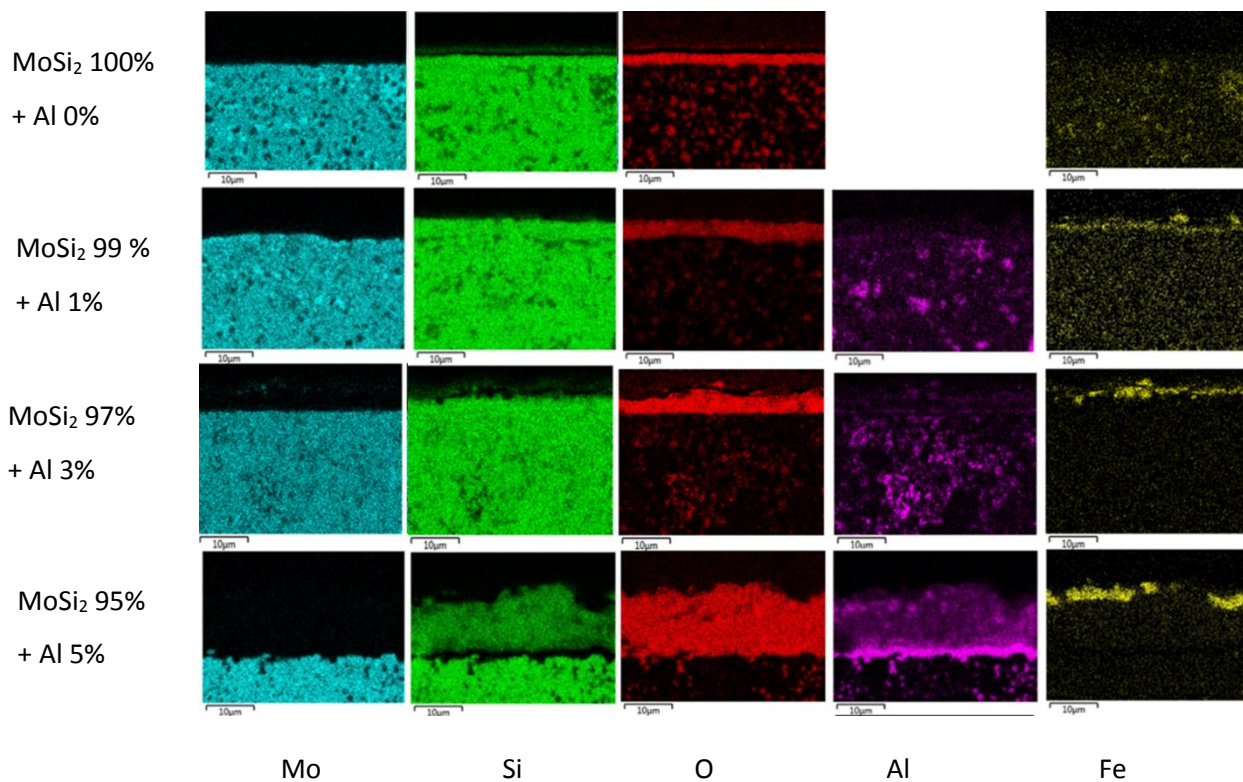


Grafik 4.7 Hasil Pengolahan XRD Tiap Komposisi Setelah Uji Oksidasi Pada Temperatur 1100°C selama 8 Siklus

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

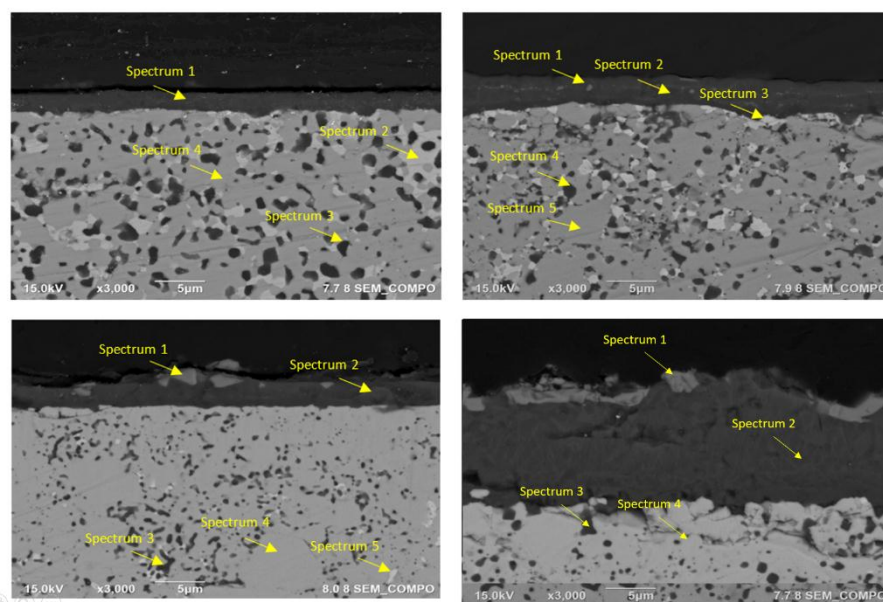
4.3.4.3.c Data Mikrostruktur dan Analisa Elemen Oksidasi

Hasil pengolahan data mikrostruktur oksidasi dengan menggunakan FESEM berupa tampilan visual mapping dan point yang menunjukkan kenampakan serta nilai dari perbedaan kontras warna atas kenampakan yang ada. Dari hasil mapping dan point tersebut kemudian dilakukan prediksi fase yang terbentuk mengacu pada nilai persentase berat atomic yang ditunjukkan dari hasil analisis point EDS sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7.



Gambar 4.6 Visual Mikrostruktur Hasil EDS Tiap Komposisi Setelah Uji Oksidasi Pada Temperatur 1100°C selama 8 Siklus

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)



Gambar 4.7 Analisa Point EDS Tiap Komposisi Setelah Uji Oksidasi Pada Temperatur 1100° C selama 8 Siklus

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

4.4 Pembahasan

4.4.1 Sebelum Oksidasi

Diawali dengan proses preparasi serbuk dimana telah ditentukan komposisi yang akan dilakukan pengujian terdiri atas paduan MoSi_2 dengan penambahan Al yakni MoSi_2 100% + Al 0%, MoSi_2 99% + Al 1%, MoSi_2 97% + Al 3%, dan MoSi_2 95% + Al 5%. Pada tahap ini dilakukan proses *milling* basah yakni dengan menambahkan cairan Hexana sebanyak 10ml dalam setiap *jar mill* yang telah diisi komposisi paduan dan *ball mill* dengan perbandingan 4 :1. Setelah proses *milling* berjalan selama 2 (dua) jam, hasil yang ditunjukkan selesai proses *milling* adalah sesuai dengan ekspektasi, yakni material hasil *milling* tidak menunjukkan adanya penggumpalan dan pada saat proses pemisahan material dari *jar mill* dan *ball mill* yang sebelumnya telah melalui proses pengeringan dengan desikator menunjukkan bahwa selisih berat massa material yang tidak signifikan.

Setelah selesai proses preparasi serbuk kemudian berlanjut ke proses sintesa sampel yakni dengan teknik *Spark Plasma Sintering (SPS)*. Setiap komposisi serbuk yang telah selesai dilakukan preparasi dan ditempatkan pada toples kemudian dilakukan penimbangan sebanyak 10gram untuk kemudian dimasukkan ke dalam cetakan SPS yang telah dilapisi kertas *graphite*. Didapati hasil kurva sintering dari masing-masing komposisi sebagai mana dapat dilihat pada Grafik 4.3. Pada grafik tersebut dapat disampaikan bahwa proses sintesa sampel paduan MoSi_2 dengan Al sesuai komposisi yang ditentukan dicapai dengan temperatur sinter antara 1080°C hingga 1200°C . Sedangkan untuk nilai Stroke berada dalam kisaran 2.77 mm sampai dengan 3.50 mm. Adapun temperatur yang paling tinggi pada komposisi MoSi_2 100% + Al 0% yang mencapai 1200°C dengan capaian stroke terendah yakni 2.77 mm. Untuk temperatur sinter terendah pada 1080°C dicapai oleh komposisi MoSi_2 95 % + Al 5 % dengan stroke tertinggi senilai 3.50. Pengaruh capaian temperatur sinter dan stroke ini dipengaruhi dengan adanya fase beserta komposisi yang membentuk sampel yang dilakukan proses SPS.

Tahapan penelitian kemudian berlanjut pada analisis XRD pada sampel hasil proses SPS. Sebelumnya dilakukan pemotongan sampel hasil SPS menjadi 3 (tiga) bagian, yakni 1 (satu) bagian setengah lingkaran dengan 2 (dua) bagian berbentuk persegi panjang. Hal tersebut dilakukan untuk dapat melakukan uji pada sampel secara paralel sehingga dapat mempersingkat waktu penelitian. Pada bagian sampel hasil pemotongan yang berbentuk setengah lingkaranlah yang dilakukan uji XDR. Seperti ditunjukkan pada Grafik 4.1 yang kemudian dilakukan pengolahan data menghasilkan Grafik 4.2, menunjukkan bahwa terbentuk fase baru dari proses sintesa sampel dengan SPS yakni MoSi dan Mo₅Si₃ pada setiap komposisi paduan. Ketidakterlihatnya fase Al pada grafik difraksi ini diprediksi antara lain karena relatif kecilnya nilai proporsi serbuk Al dibandingkan serbuk utama yakni MoSi₂, serta proses pencampuran milling yang cukup merata membuat partikel-partikel serbuk Al yang kemudian diproses SPS menjadi fase yang tidak cukup kuat puncak difraksinya sehingga tidak tampak pada grafik difraksi XRD yang dihasilkan.

Dari hasil *mapping* dan *point* SEM-EDS yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan Tabel 4.5 juga tampak bahwa fase utama yang terbentuk dari proses sintesa sampel SPS adalah MoSi₂, MoSi dan Mo₅Si₃, sedangkan untuk Al tampak dengan nilai persentase atomik yang kecil namun cukup merata, dan adanya unsur minor lain yakni Fe yang dalam nilai kecil (< 2%) pada bahan serbuk Al. Kenampakan berwarna abu-abu merupakan representasi dari MoSi₂, sedangkan untuk kenampakan berwarna hitam adalah merupakan oksida dan pori yang terbentuk dari proses sintesa sampel yang sudah dilakukan.

Analisa sebelum oksidasi ini menunjukkan bahwa secara tampilan mikrostruktur seperti pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa tampilan pori dari yang terbanyak menjadi yang lebih sedikit berturut-turut adalah komposisi MoSi₂ 100% + Al 0%, MoSi₂ 99% + Al 1%, MoSi₂ 95% + Al 5% dan barulah MoSi₂ 97% + Al 3%.

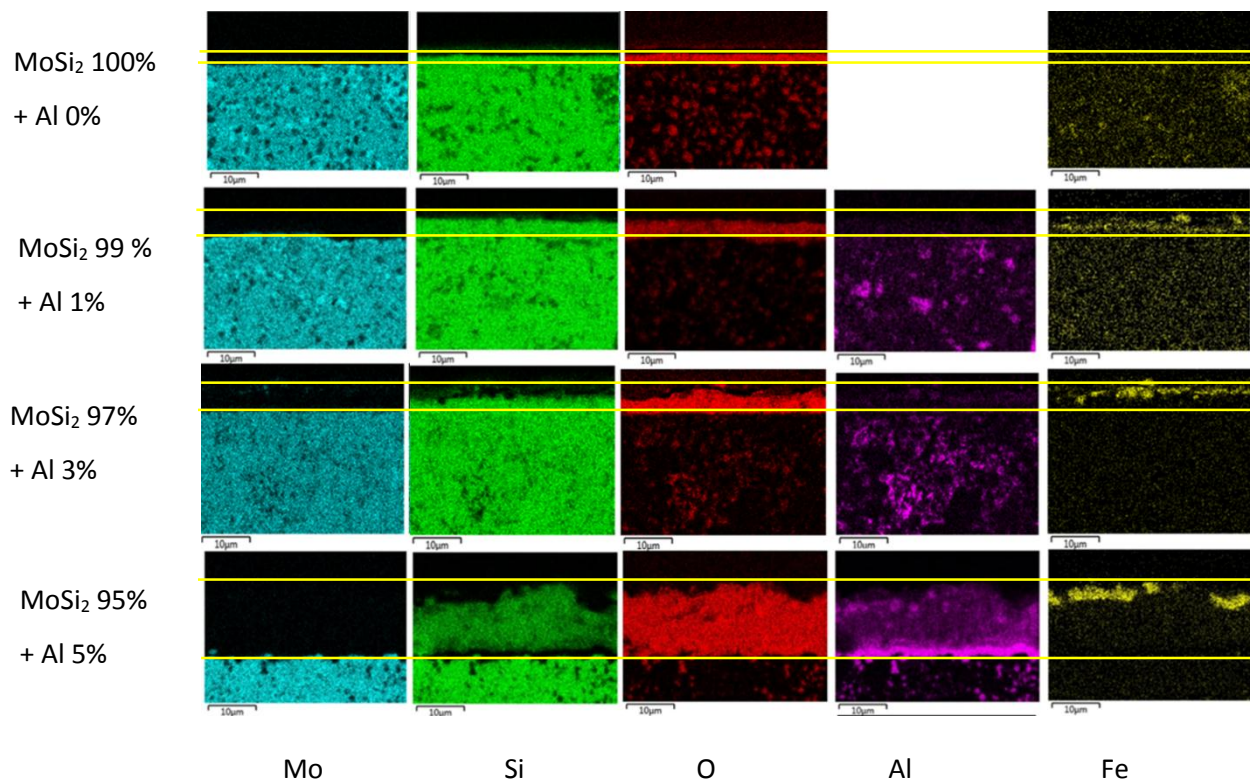
4.4.2. Setelah Oksidasi

Pada analisa setelah dilakukannya tahapan oksidasi pada temperatur tinggi, dimana sampel sebelumnya sudah disampaikan dilakukan pemotongan menjadi 3 (tiga) bagian, dimana 2(dua) bagian diantaranya berbentuk persegi panjang, pada sampel berbentuk persegi panjang inilah yang diperuntukan untuk uji oksidasi temperatur tinggi. Untuk mengawali uji oksidasi temperatur tinggi, dilakukan pengukuran densitas material dengan menggunakan prinsip *Archimedes Density*. Didapati nilai seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3 bahwa densitas material meningkat seiring dengan persentase komposisi paduan yang ada, hal tersebut diprediksi terjadi karena adanya pembentukan fase baru selama proses sintesa sampel dengan SPS berlangsung. Sehingga nilai densitas terukur berturut-turut meningkat dari komposisi MoSi_2 100% + Al 0% dengan nilai 5.62 g/cm^3 , kemudian komposisi MoSi_2 99% + Al 1 % dengan nilai 5.71 g/cm^3 , lalu komposisi MoSi_2 97% + Al 3% dengan nilai 5.93 g/cm^3 dan nilai densitas terukur tertinggi pada komposisi MoSi_2 95% + Al 5% yakni senilai $5,94 \text{ g/cm}^3$.

Setelah dilakukan uji densitas, proses penelitian berlanjut pada uji kekerasan dengan menggunakan metode *Vickers Hardness*. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.4 bahwa nilai kekerasan yang ditunjukkan dengan satuan Hv yang tertinggi dicapai oleh komposisi paduan MoSi_2 97% + Al 3% sebesar 1388.08 Hv, kemudian selanjutnya komposisi MoSi_2 95% + Al 5% sebesar 1341.21 Hv, lalu komposisi MoSi_2 99% + Al 1% sebesar 1228.61 Hv, dan komposisi dengan nilai kekerasan terendah adalah MoSi_2 100% + Al 0% sebesar 1215.74 Hv. Hasil pengukuran kekerasan ini berbanding lurus dengan tampilan mikrostruktur dari SEM-EDS yang sebelumnya telah disampaikan, bahwa komposisi material paduan MoSi_2 97% + Al 3% menunjukkan kenampakan berwarna hitam yang lebih sedikit sehingga

diprediksi memiliki pori yang lebih rendah dan dengan hasil uji kekerasan yang paling tinggi pula.

Setelah melakukan uji densitas dan uji kekerasan tahapan penelitian berlanjut pada uji oksidasi temperatur tinggi yang mulai dengan melakukan penimbangan mula-mula setiap sampel yang diletakan pada alumina *boat* sebagai wadah yang digunakan untuk meletakkan sampel pada tungku. Setelah dilakukan penimbangan mula-mula ini kemudian sampel beserta alumina *boat* dimasukan kedalam tungku *muffle furnace* (PPF-1300) dengan temperatur 1100°C selama 20 jam dan dilakukan pendinginan suhu ruangan selama 4 jam serta penimbangan (1 siklus uji oksidasi temperatur tinggi). Proses uji oksidasi pada temperatur tinggi ini berlangsung selama 8 siklus, dimana setiap satu siklus selesai selalu dicatat hasil penimbangan yang menunjukkan perubahan massa pada sampel efek dari proses oksidasi temperatur tinggi yang tengah berlangsung. Dari hasil plotting nilai perubahan massa dari proses uji oksidasi temperatur tinggi sebagaimana ditampilkan pada Grafik 4.6, tampak bahwa komposisi material paduan MoSi_2 95% + Al 5% adalah yang mengalami proses oksidasi paling pesat. Hal tersebut ditandai dengan kenaikan perubahan massa yang sangat tampak dibandingkan ketiga komposisi material paduan yang lain. Pada komposisi material paduan MoSi_2 100% + Al 0% terlihat peningkatan perubahan massa yang cenderung menunjukkan trend penurunan massa, hal tersebut diprediksi karena lapisan pelindung oksida yang terbentuk hanya berasal dari Si membentuk SiO_2 (silika oksida) yang dirasa tidak cukup mampu menahan proses oksida lebih lanjut namun justru mengalami masa pembentukan fase yang bersifat volatil atau menguap seiring peningkatan temperatur dalam setiap siklusnya.



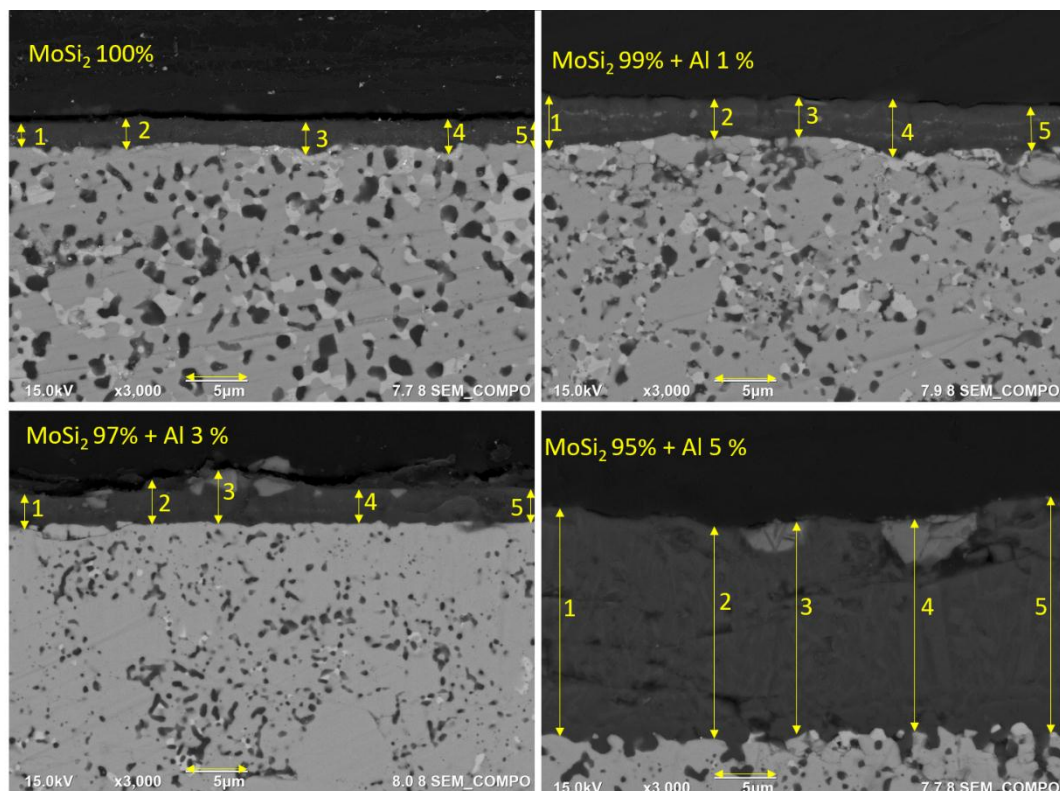
Gambar 4.8 Perbandingan Unsur Pembentuk Lapisan Oksida
(Sumber : Diolah Penulis, 2022)

Terbentuknya oksida atas material Mo dan Si memiliki kecenderungan membentuk fase yang bersifat volatil, yakni Mo oksida atau MoO_3 (molybdenum trioxide) yang mulai terbentuk dan kemudian mengalami volatilisasi pada temperatur diatas 800°C (Gulbransen, Andrew, Brassart, 1963), dan Si oksida atau SiO_2 (silicon oxide) yang mengalami volatilisasi pada temperatur dibawah 1300°C (Opila et al., 2006). Perilaku oksidasi temperatur tinggi ini semakin diperjelas pada Gambar 4.9 yang menunjukkan *mapping* oksida yang terbentuk dari proses oksidasi temperatur tinggi. *Mapping* dari hasil EDS diperjelas dengan digitasi garis horizontal berwarna kuning yang menandai batas antara substrat dengan oksida yang ada. Pada komposisi material MoSi_2 100% + Al 0% didapati pada Gambar 4.8 bahwa lapisan oksida yang terbentuk hanya berasal dari Si (berwarna hijau) dan O (berwarna merah) yang membentuk SiO_2 . Kemudian diketahui pembentukan lapisan pelindung oksida yang berasal dari penambahan Al

mulai terbentuk (berwarna magenta), yakni dengan adanya lapisan Al tipis dibagian permukaan substrat yang bersamaan dengan unsur O. Pada Komposisi MoSi₂ 99% + Al 1% tampak lapisan pelindung alumina (Al₂O₃) belum terbentuk maksimal pada permukaan substrat, yang ditandai dengan warna magenta yang masih sangat tipis. Hal tersebut diprediksi menyebabkan penambahan ketebalan lapisan oksida seiring dengan peningkatan perubahan massa pada Grafik Kinetik Oksidasi (Grafik 4.6). Namun pada komposisi ini dapat disampaikan bahwa lapisan pelindung oksida yang ada mulai bervariasi, yakni selain silikon oksida (SiO₂) yang berwarna hijau, terdapat juga alumina (Al₂O₃) yang berwarna magenta, dan juga ferro oksida (Fe₂O₃) yang berwarna kuning. Pada komposisi MoSi₂ 97% + Al 3% didapati pembentukan lapisan pelindung oksida berupa alumina (Al₂O₃) mulai semakin tampak pada bagian permukaan substrat. Sehingga pada komposisi ini dapat dikatakan juga terdapat 3 (tiga) lapisan pelindung oksida yang diprediksi menghambat terjadinya degradasi material lebih lanjut meliputi silikon oksida (SiO₂) yang berwarna hijau, alumina (Al₂O₃) yang berwarna magenta, dan ferro oksida (Fe₂O₃) yang berwarna kuning. Tampilan oksida yang tebal ditunjukkan pada komposisi material paduan MoSi₂ 95% + Al 5% diprediksi penyebabnya adalah terjadinya pembentukan *mullite* (3Al₂O₃.2SiO₂) karena persentase Al yang lebih tinggi dibandingkan komposisi lain yang menyebabkan terjadinya interaksi berlebihan dengan unsur SiO₂. Sehingga pada komposisi ini pula dapat dikatakan terdapat 3 (tiga) lapisan pelindung oksida yakni meliputi silikon oksida (SiO₂) yang berwarna hijau, alumina (Al₂O₃) yang berwarna magenta, dan ferro oksida (Fe₂O₃) yang berwarna kuning yang semula diprediksi menghambat terjadinya oksidasi substrate lebih lanjut.

Terbentuknya fase baru setelah proses uji oksidasi pada temperatur tinggi adalah juga tampak pada hasil analisa XRD yang ditunjukkan pada Grafik 4.5. Dimana memang adanya pembentukan fase alumina (Al₂O₃) pada komposisi selain MoSi₂ 100% + Al 0%, serta pembentukan fase *mullite* (3Al₂O₃.2SiO₂) hanya tampak pada komposisi material paduan MoSi₂ 95%

+ Al 5%, dan hal tersebut sejalan juga dengan tampilan *mapping* dan *point* dari FESEM yang ditunjukkan pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7. Lebih jelasnya terkait perubahan massa oksidasi dilakukan pengukuran ketebalan lapisan oksida/produk hasil oksidasi pada tampilan visual FESEM sebagaimana terlihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Pengukuran Ketebalan Oksida Setelah Uji Oksidasi Pada Temperatur 1100°C selama 8 Siklus
(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Dari Tabel 4.8 dapat diketahui bahwa perubahan massa oksidasi yang terbesar terjadi pada komposisi material paduan MoSi₂ 95% + Al 5% dengan menunjukkan ketebalan oksidasi mencapai 17.79 µm, kemudian diikuti oleh komposisi paduan material MoSi₂ 99% + Al 1 % dengan ketebalan oksida 3.87 µm, selanjutnya adalah komposisi MoSi₂ 97% + Al

3% dengan ketebalan oksida 3.28 μm , dan ketebalan oksida paling tipis adalah komposisi MoSi_2 100% + Al 0% dengan nilai 2.48 μm .

Tabel 4.8 Pengukuran Ketebalan Oksida Setelah Uji Oksidasi Pada Temperatur 1100^o C selama 8 Siklus

(Sumber : Diolah Penulis, 2021)

Sampel	Pengukuran ke -	Nilai (μm)	Rata-rata (μm)
MoSi_2 100 % + Al 0%	1	1.97	2.48
	2	2.57	
	3	2.70	
	4	2.87	
	5	2.27	
MoSi_2 99 % + Al 1%	1	4.33	3.87
	2	3.3	
	3	3.3	
	4	4.77	
	5	3.63	
MoSi_2 97 % + Al 3%	1	2.87	3.28
	2	3.63	
	3	4.37	
	4	2.77	
	5	2.77	
MoSi_2 95 % + Al 5%	1	18.43	17.79
	2	17.13	
	3	17.13	
	4	17.13	
	5	19.13	

Sehingga berdasarkan hasil pembahasan menyeluruh terhadap setiap tahapan penelitian dapat dicermati pada Tabel 4.9. Didapati komposisi material paduan MoSi_2 97% + Al 3 % merupakan kandidat material yang menunjukkan tercapainya parameter-parameter tujuan penelitian yang dicari yakni memiliki densitas yang rendah dalam artian material berbobot ringan, namun dengan kekerasan yang baik ditunjukkan dengan nilai uji Vicker Hardness yang paling tinggi yakni 1388.08 Hv. Dalam ketahanan oksidasi temperatur tinggi komposisi material paduan ini juga menunjukkan hasil yang paling menjanjikan yaitu terbentuknya lapisan pelindung oksida yang cukup optimal sehingga dapat menghambat terjadinya oksidasi lebih lanjut dengan nilai ketebalan oksidasi 3.28 μm serta juga mencegah terbentuknya fase volatil yang akan menguap dan justru dapat mengurangi dari massa dari substrat yang diteliti.

Tabel 4.9 Rangkuman Pembahasan Penelitian

(Sumber : Diolah Penulis, 2022)

Komposisi	MoSi_2 100%	MoSi_2 99% + Al 1 %	MoSi_2 97% + Al 3 %	MoSi_2 95% + Al 5 %
Stroke (mm)	2.77	3.10	3.22	3.50
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	1221	1103	1185	1083
Measured Density (ρ)	5.62	5.71	5.93	5.94
Hardness (hv)	1215.74	1228.61	1388.08	1341.21
Ketebalan Oksida (μm)	2.48	3.87	3.28	17.79
Visual FESEM	