BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan Alat Penelitian

3.1.1 Bahan-bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari:

a. Gas hidrokarbon benzena (C_6H_6) sebagai gas yang akan diubah menjadi plasma.

b. Baja karbon rendah (jenis yang biasa digunakan untuk lilitan kawat pada transformator) dengan ukuran 1,5 x 2,0 cm^2 sebagai substrat.

c. Kertas abrasif ukuran 250, 600, 800, 1000, 1500 mesh dan pasta intan sebagai bahan penghalus permukaan cuplikan.

d. Alkohol sebagai pembersih permukaan cuplikan.

3.1.2 Alat-alat penelitian

Peralatan yang diperlukan dalam penelitian ini terdiri dari :

a. Alat-alat untuk proses **karbonasi**

1. Tabung reaktor
2. Pompa vakum
3. Sistem detoksifikasi
4. Osilator Radio Frekuensi
5. Variac
6. Pengukur kevakuman

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

7. Pengukur suhu
8. Pengukur laju aliran gas
9. Pencacah frekuensi

b. Alat uji kekerasan mikro.

3.2 Deskripsi Alat Proses Karbonasi

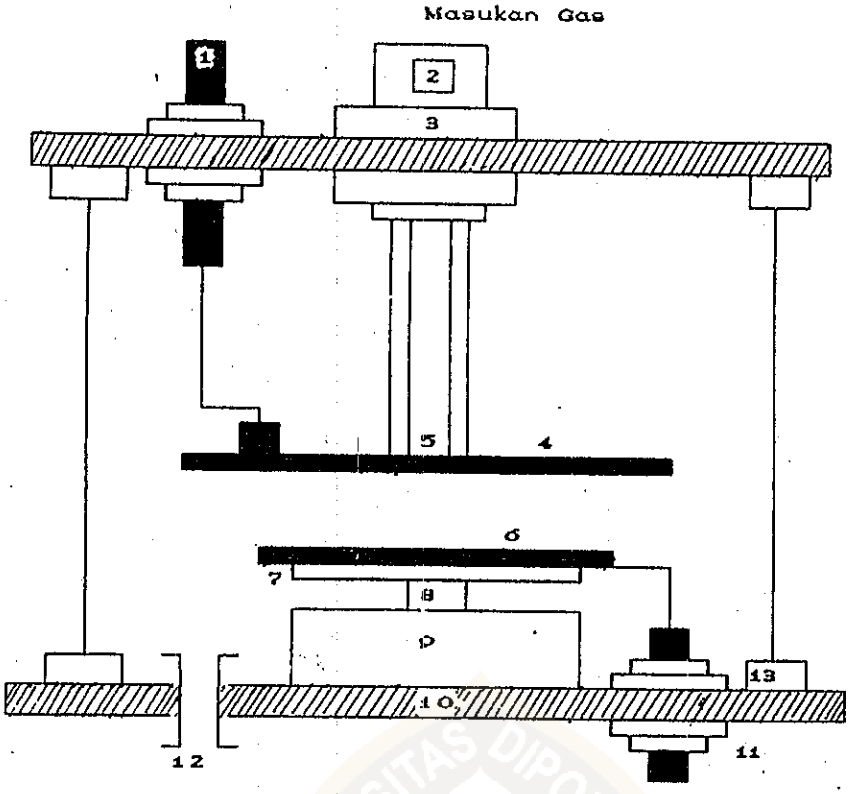
Deskripsi alat-alat yang digunakan untuk proses karbonasi pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

3.2.1. Tabung reaktor

Tabung reaktor adalah tempat berlangsungnya proses ionisasi gas, pembentukan plasma dan pendeposisian unsur karbon dalam substrat. Tabung ini terbuat dari gelas pireks dan dilengkapi dengan saluran penghubung ke sistem vakum (*vacuum feed through*) yang berfungsi sebagai penghubung beberapa alat ukur yang berada di luar tabung dengan komponen yang ada di dalam tabung.

Dalam bejana terdapat dua elektroda yang dipasang paralel. Katoda merupakan tempat substrat sedangkan anoda dihubungkan dengan sumber daya RF. Skema selengkapnya terlihat pada gambar 3.1

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Gambar 3.1 Tabung reaktor plasma lucutan pijar RF
(Sudjatmoko dkk,1995)

Keterangan:

1. Saluran RF
2. Katup penahan sistem vakum (*Rotary shaft vacuum seal*)
3. Blok isolator teflon
4. Anoda
5. Mulut pipa gas
6. Katoda
7. Pemanas
8. Klem kuningan
9. Tangki elektroda
10. Plat dasar
11. Saluran dari variac ke pemanas
12. Ke pompa rotari
13. Cincin-0 (0-Ring)

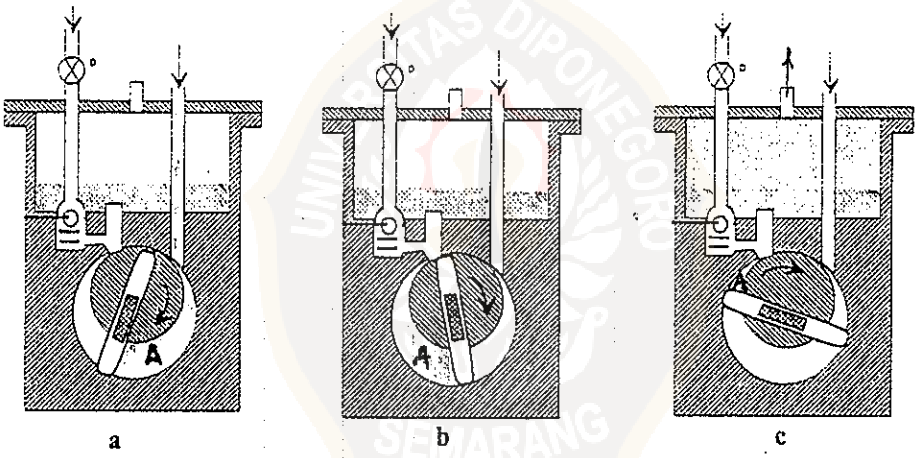
3.2.2 Pompa vakum

Pompa vakum digunakan untuk membersihkan tabung reaktor dari gas-gas pengotor sekaligus sebagai penyedia tekanan rendah untuk proses pendeposisian yang akan dilakukan. Pada sistem plasma lucutan pijar, ruangan dihampakan dan dijaga

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

tekanannya agar konstan sesuai tekanan yang diinginkan oleh dua unit pompa yaitu pompa rotari dan pompa difusi. Kedua pompa tersebut disusun secara seri.

Cara kerja pompa rotari dijelaskan pada gambar 3.2. Suatu rotor berputar secara elektris dalam suatu bejana berbentuk silinder. Pada gambar 3.2(a) diperlihatkan bagaimana volume A mula-mula dihubungkan dengan volume yang akan dihampakan. Dengan berputarnya rotor, volume ini akan tertutup dan tergeser tempatnya ke arah saluran keluar (gambar 3.2(b)). Sesudah katup sorong pertama melampaui garis singgung rotor bejana, volume dimana terdapat gas diperkecil sehingga tekanan meningkat. Jika tekanan gas telah mencapai tekanan udara luar + tekanan oleh pegas katup saluran keluar, katup saluran keluar ini akan terbuka sehingga gas terdorong keluar (gambar 3.2(c)).

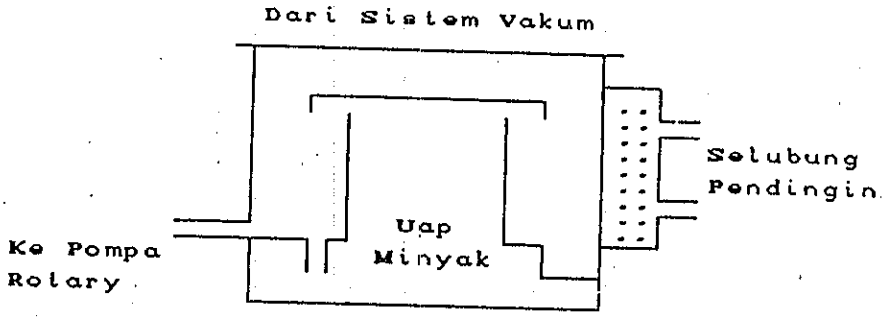


Gambar 3.2 Penampang pompa rotari dengan gas ballast (Roll, 1977)

Cara kerja pompa difusi dapat dijelaskan melalui gambar 3.3. Mula-mula minyak dipanaskan dalam bejana didih hingga menjadi uap, uap dalam tabung tersebut naik ke atas dan kemudian dengan kecepatan yang tinggi memancar turun dari ujung atas bejana didih kearah sisi. Sisi bejana didih tersebut telah di dinginkan sehingga uap

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

mengembun di daerah itu dan kemudian mengalir ke bejana didih. Molekul-molekul gas yang terdapat diatas tabir uap dan yang kebetulan sampai masuk ke dalam pancaran uap akan dibawa ke bawah oleh molekul-molekul uap yang bergerak ke bawah.



Gambar 3.3 Dasar pompa difusi bertingkat satu (Roll, 1977)

3.2.3 Sistem detoksifikasi

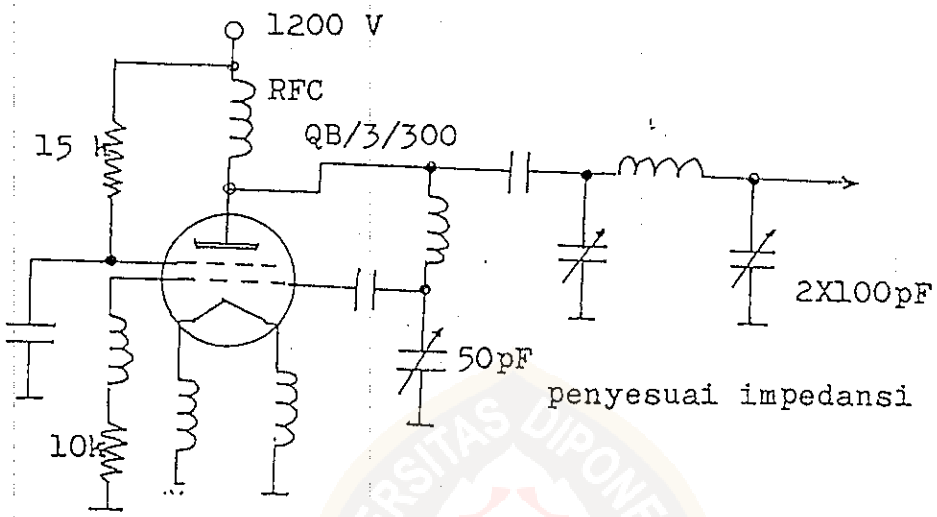
Sistem detoksifikasi adalah sistem yang berfungsi menetralisir gas-gas yang tidak bereaksi pada proses plasma lucutan pijar. Sistem ini berupa sebuah tangki yang berisi larutan $KMnO_4$ yang bereaksi dengan gas-gas sisa. Selanjutnya hasil reaksi ini dibuang melalui lubang keluaran gas dengan sebuah pompa pembuang gas (*exhaust pump*).

3.2.4 Osilator radio frekuensi (RF)

Osilator RF berfungsi untuk memasok daya dan memberikan getaran listrik pada daerah frekuensi radio terhadap partikel-partikel gas hidrokarbon untuk memicu proses

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

ionisasi dan pembentukan plasma dalam tabung reaktor. Osilator RF dirangkai dari rangkaian L, C dan komponen lain termasuk transformator untuk menyesuaikan dengan tegangan dari variac. Komponen utama RF adalah sebuah tabung trioda jenis QB 3/300 yang mempunyai daya keluaran 375 watt pada tegangan anoda 3 kV dan arus anoda 176 mA.



Gambar 3.4 Rangkaian radio frekuensi (Suprapto dkk, 1995)

3.2.5 Variac

Dua buah variac masing-masing dipergunakan untuk memasok tegangan ke dalam osilator RF dan untuk memanaskan elemen pemanas pada katoda. Tegangan keluaran variac dapat diatur sesuai dengan yang diperlukan.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.2.6 Pengukur kevakuman

Pengukur kevakuman ini digunakan untuk mengukur tingkat kevakuman tabung reaktor. Alat yang digunakan adalah *thermistor/ionisasi gauge CG-8* buatan Dynavac PTY LTD. Australia.

3.2.7 Pengukur suhu

Pengukur suhu ini digunakan untuk mengukur suhu substrat. Pada penelitian ini alat yang digunakan adalah *termistor digital model 2168 multitype* buatan John Fluke MFG. Co. USA.

3.2.8 Pengukur laju aliran gas

Pengukur laju aliran gas digunakan untuk mengukur laju aliran gas hidrokarbon yang dimasukkan dari tabung gas isian menuju ke ruang reaktor. Alat yang digunakan adalah *flowmeter model 7449 T* buatan Matheson USA.

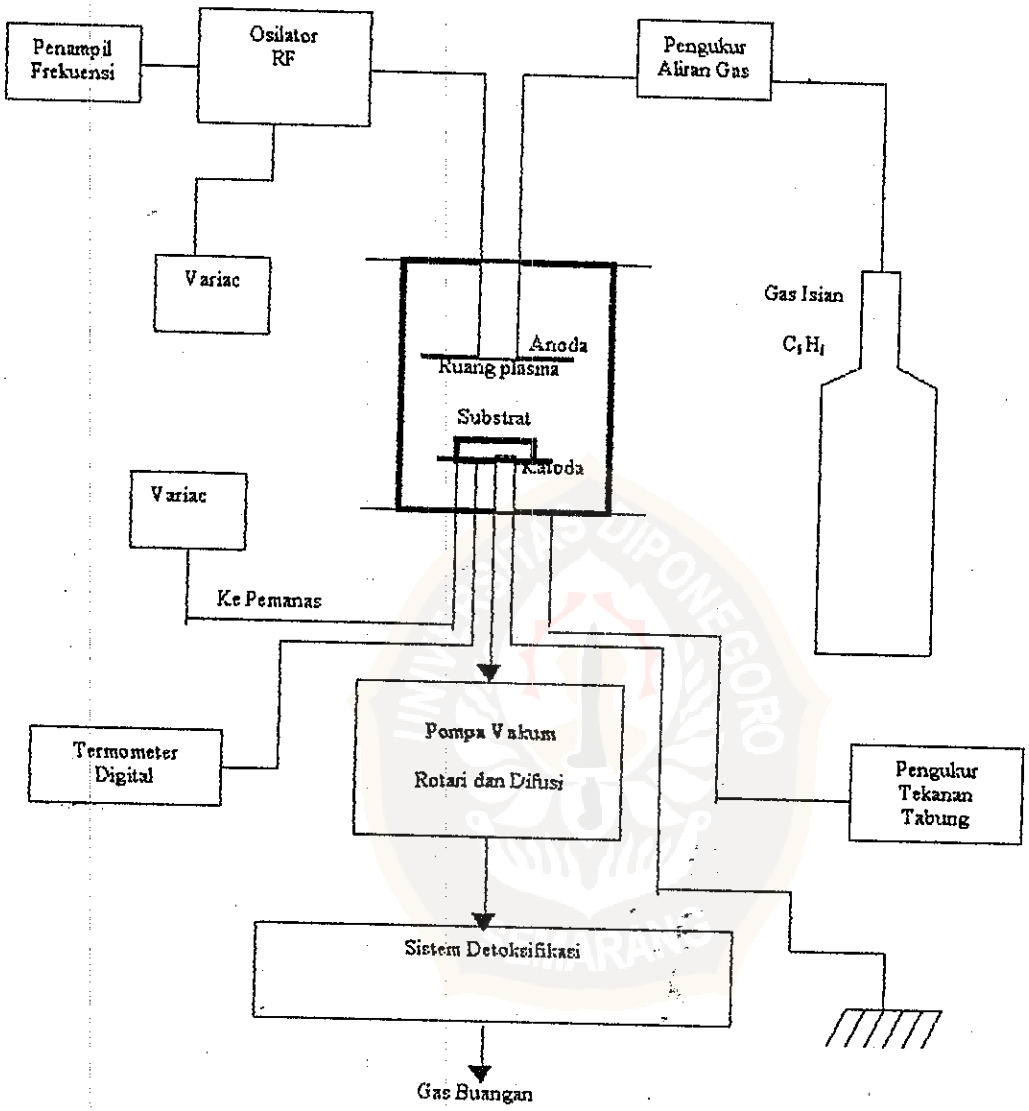
3.2.9 Pencacah frekuensi

Pencacah frekuensi digunakan untuk menampilkan frekuensi keluaran osilator RF. Alat yang digunakan adalah *frequency counter FC-756* buatan Trio Jepang.

Semua peralatan untuk proses karbonasi tersebut disusun sesuai skema gambar 3.5 yaitu sebagai berikut:

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Skema Alat yang Digunakan



Gambar 3.5 Skema peralatan sistem plasma lucutan pijar RF di PPNY-BATAN Yogyakarta

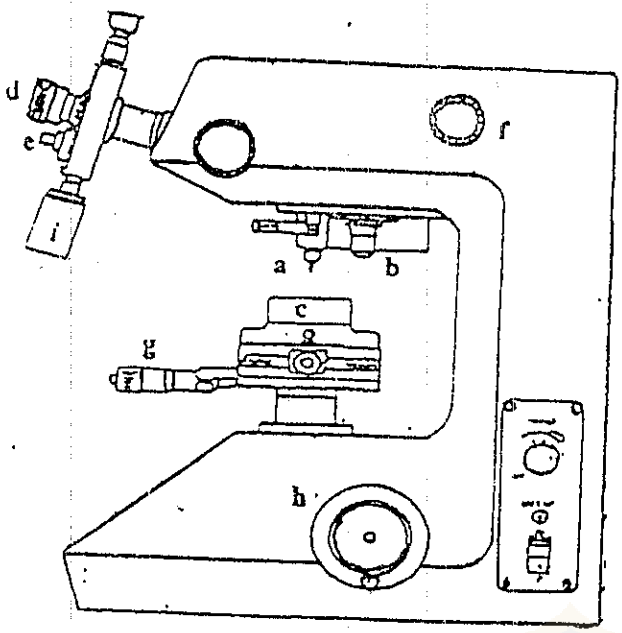
This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.3 Deskripsi Alat Uji Kekerasan Mikro

Alat uji kekerasan mikro yang digunakan adalah *Micro Hardness* merk *Mitsuzawa MXT70* buatan Jepang. Alat ini dapat mengukur kekerasan bahan dengan ketelitian sampai satu angka desimal. Beban dapat divariasi mulai dari 10, 15, 25, 50 dan 100 gf. Alat ini juga dilengkapi dengan pilihan waktu indentasi 5, 10, 15, 30, dan 45 detik. Waktu indentasi merupakan waktu yang diperlukan oleh penindik dari posisi di atas cuplikan sampai selesainya indentasi. Alat ini dilengkapi dengan program digital yang dapat menunjukkan secara langsung besarnya angka kekerasan bahan. Gambar alat uji kekerasan mikro yang digunakan dan bagian-bagiannya dapat dilihat pada gambar 3.6.

Untuk mengetahui perubahan kekerasan hasil karbonasi, pengukuran dilakukan dengan dua tahap, yaitu satu pengukuran pada substrat yang tidak dikarbonasi dan dua puluh pengukuran pada substrat yang telah dikarbonasi. Karena yang diukur adalah kekerasan mikro maka digunakan indentor jenis Knoop dan beban yang digunakan seringan mungkin (10 gf).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Keterangan :

a. indentor piramida
b. lensa obyektif
c. tempat sampel
d. mikroskop
e. tombol *read*
f. Knoop putar beban indentor
g. Knoop putar penggeser sampel
h. Knoop putar pemfokus lensa
i. Knoop putar pengatur panjang diagonal jejak

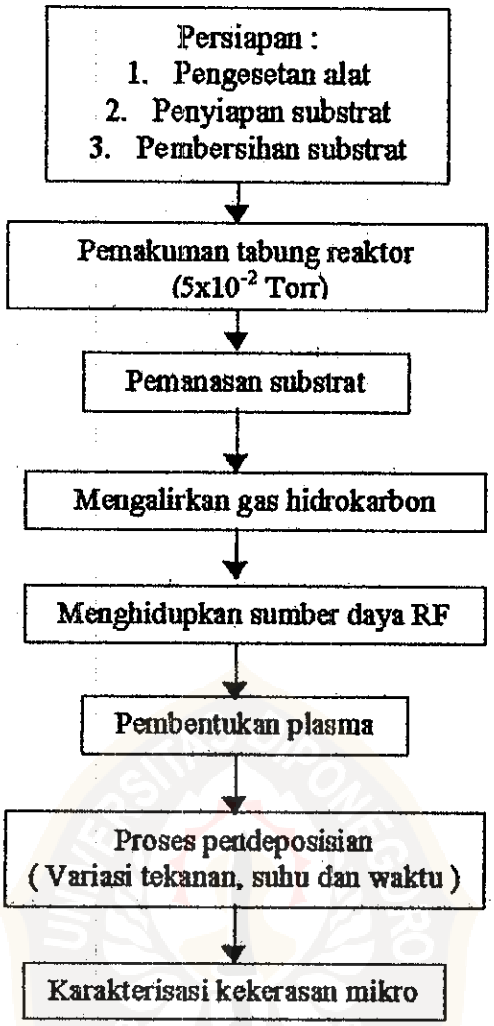
Gambar 3.6 Mikro Hardness digital merk Mitsuzawa MXT70 (Maharta, 1997)

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Diagram alir penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu tahap persiapan, tahap pelaksanaan pendeposisian dan tahap pengujian kekerasan mikro. Tahap penelitian secara skematis ditampilkan pada gambar 3.7 sebagai berikut :

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Gambar 3.7 Diagram alir proses penelitian

3.4.2 Persiapan proses karbonasi

Baja karbon yang telah dipotong dengan ukuran panjang lebih kurang 2 cm dan lebar 1,5 cm permukaannya dihaluskan. Proses poles metalografi permukaaan ini dilakukan beberapa tahap. Mula-mula substrat baja dihaluskan dengan kertas abrasif ukuran 250, 600, 800,1000 dan 1500 mesh. Kertas abrasif dipasang pada bantalan yang berputar dan selanjutnya kepingan baja digosokkan pada kertas abrasif. Tahap

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

selanjutnya adalah proses poles menggunakan pasta intan. Tahap ini dilakukan dengan cara menggosok keping baja pada kain beludru yang telah diberi pasta intan.

Setelah didapat permukaan baja yang benar-benar halus, baja karbon rendah tersebut selanjutnya dicuci dengan sabun kemudian dengan alkohol dan selanjutnya dikeringkan. Setelah kering, baja karbon dibungkus dengan kertas tissue dan disimpan dalam plastik klip yang sudah diberi silica gel untuk menghindari korosi.

3.4.3 Proses karbonasi

Pada penelitian ini plasma lucutan pijar dioperasikan pada kondisi sebagai berikut :

Jarak elektroda	:	5 cm (nyala pijar paling baik tampak pada jarak ini)
Tegangan elektroda	:	1300 Volt
Tegangan masukan RF	:	200-220 Volt (pada tegangan ini menghasilkan pijar paling baik)
Daya RF	:	80 Watt
Frekuensi RF	:	13,56 MHz (frekuensi ini cukup kuat dan tidak mengganggu peralatan elektronik)

Proses dimulai dengan memompa keluar udara dalam tabung reaktor hingga mencapai tekanan serendah mungkin yang mampu dijangkau pompa pemakum, pada penelitian ini mampu dicapai tekanan minimum $5x10^{-2}$ Torr. Pemakuman ini bertujuan untuk membuang gas-gas dalam tabung dan sebagai sarana peyedia tekanan rendah bagi proses pendeposisian. Bersamaan dengan proses pemakuman ini substrat dipanaskan hingga mencapai suhu yang dikehendaki.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Setelah mencapai tekanan minimum, gas isian benzena dialirkan ke ruang reaktor. Saat gas isian masuk, tekanan ruang reaktor akan kembali naik. Dengan mengatur laju aliran gas isian maka tingkat kevakuman ruang reaktor dapat diatur sesuai nilai yang diinginkan.

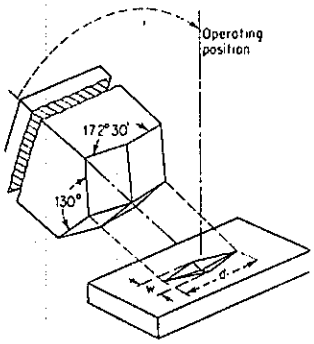
Langkah selanjutnya adalah menghidupkan sumber daya RF sehingga daya dari RF masuk ke sistem pembangkit plasma. Apabila energi yang diterima gas benzena melebihi energi ambang ionisasi gas benzena (9,60 eV) maka akan terjadi proses ionisasi.

Karena adanya beda potensial antara katoda dan anoda, maka ion-ion positif di dalam plasma akan tertarik ke katoda. Jika di katoda diletakkan substrat baja karbon rendah maka proses pendeposisianpun berlangsung.

3.4.4 Uji kekerasan mikro

Sampel yang diuji berjumlah 21 keping, terdiri dari 20 keping hasil karbonasi dan 1 keping tanpa karbonasi. Setiap specimen diuji sebanyak satu kali yaitu pada bagian tengah specimen. Alat yang digunakan adalah *Micro Hardness Tester MXT70* merk *Mitsuzawa*. Penindik pada alat ini berupa piramida intan berbeban 10 gf dengan waktu uji 15 detik. Dari jejak tindikan yang diperoleh dapat diketahui panjang diagonal jejak tindikan. Ujung penindik berupa piramida intan dan jejak hasil tindikan pada substrat dapat dilihat pada gambar 3.8.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Gambar 3.8 Penumbuk berupa intan berbentuk piramida dan jejak bekas tindikan yang dihasilkan (Dieter, 1987)

3.4.5 Parameter-parameter penelitian

Parameter-parameter penelitian sebagian dibuat tetap dan sebagian lainnya divariasi. Parameter-parameter yang dibuat tetap adalah jarak elektroda, daya RF, frekuensi RF, tegangan masukan RF, laju aliran gas dan tegangan elektroda. Parameter-parameter yang divariasi adalah tekanan ruang reaktor, suhu substrat dan waktu proses pendeposisian. Sedangkan data yang diperoleh dari hasil uji kekerasan mikro adalah angka kekerasan mikro (KHN).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)