

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan metode eksperimen.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat yang Digunakan

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Neraca digital, untuk menimbang berat serbuk yang harganya telah ditentukan sebelumnya.
2. Gelas kimia dan gelas ukur untuk mengaduk dan menyimpan larutan.
3. Sendok kecil, untuk mengambil serbuk.
4. Sarung tangan plastik, untuk melindungi tangan dari air dan supaya tangan tidak terkontaminasi dengan sampel.
5. Kertas saring, untuk menyaring larutan yang kemudian menghasilkan endapan.
6. Mesin press atau alat kompaksi, untuk proses pemadatan serbuk, dengan tekanan untuk masing-masing sampel sebesar 40 kg/cm^2 dengan waktu penahanan 17 detik.
7. Tungku kalsinasi, untuk menghilangkan kandungan asam yang ada pada endapan dengan temperatur 600°C .
8. Tungku sinter, untuk memanaskan pada proses sintering dengan temperatur 1600°C selama dua jam.
9. Mikrometer skrup, untuk mengukur diameter dan tebal sampel.
10. Plastik obat, untuk menyimpan pelet dan serbuk.
11. Oven, untuk memanaskan supaya air dalam endapan menguap.

12. Tabung film, untuk menyimpan pelet mentah dan pelet sinter.
13. Pengaduk, untuk mengaduk larutan agar larutan merata.
14. Corong, untuk memasukan larutan ke dalam gelas kimia yang akan disaring endapannya.
15. Cawan keramik, untuk menyimpan endapan.
16. Alat gerus manual dan digital, untuk menggerus serbuk dan menghaluskan.
17. Mesin grinding, untuk meratakan pelet sinter, dengan menggunakan ampelas yang memiliki tingkat kekasaran (300, 500, 700, 900, 1000, 1200, 1500 *mesh*).
18. Mesin poles dengan menggunakan alumina, untuk lebih menghaluskan permukaan sampel.
19. Autoklap, untuk menguji ketahanan sampel terhadap air pada suhu 100 °C selama empat jam.
20. Mesin uji Vickers, untuk mengetahui harga kekerasan dari sampel yang diuji.
21. Mesin difraksi Sinar-X.
22. Mikroskop elektron atau *Scanning Electron Microscope* (SEM), untuk mengetahui struktur mikro keramik yang dibuat.

3.2.2 Bahan yang Digunakan

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. $MgCl_2$.
2. Al_2Cl_3 .
3. $ZrCl_2$.
4. NH_4OH .
5. Aquades.
6. Larutan asam.

3.3 Alur Proses Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan keramik matriks *inert* bahan bakar reaktor nuklir menggunakan $MgAl_2O_4$ (keramik) yang ditambahkan ZrO_2 dengan konsentrasi yang bervariasi dari (0%, 1%, 3%, 5 %) mol. MgO , Al_2O_3 , ZrO_2 , sebagai bahan dasar dibuat dengan cara presipitasi, ketiga serbuk tersebut dicampur dengan komposisi tertentu dimana ZrO_2 yang ditambahkan sebesar 0, 1, 3, dan 5 % mol. Kemudian hasil dari pencampuran diberikan kompaksi sebesar 40 kg/cm^2 dan kompaksi sebenarnya sebesar empat ton, lalu hasil *pressing* disinter selama dua jam pada suhu 1600°C .

Setelah melewati proses tersebut dilakukan uji *inertness* dengan air dengan cara menyimpan dalam air mendidih selama empat jam. Rapat massa pelet ditentukan melalui penimbangan dan pengukuran dimensi. Untuk menunjang analisis tersebut maka dilakukan karakterisasi difraksi Sinar-X untuk mengetahui pembentukan struktur kristal dan fase-fase yang terjadi, dan karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui struktur mikro, melihat ukuran butir dan pori-pori yang terjadi. Sedangkan kekerasan dan ketangguhan patah digunakan dengan metode mikro indentasi Vickers dengan beban tertentu yang dapat menghasilkan retakan.

Adapun penjelasan terhadap proses-proses di atas akan dijelaskan sebagai berikut:

1. Tahap presipitasi sampel ($MgCl_2$, Al_2Cl_3 , $ZrCl_2$).

Proses presipitasi dari masing-masing sampel yaitu dimulai dengan melarutkan masing-masing sampel ke dalam air/larutan asam, supaya cepat terlarut dan diendapkan dengan menggunakan bantuan NH_4OH , setelah terbentuk endapan dikalsinasi pada suhu 600°C . Adapun tujuan dari kalsinasi yaitu untuk homogenisasi ukuran partikel, transformasi fasa, memulai

proses interdifusi reaksi padat dari oksida-oksida penyusun material tersebut. Dari presipitasi ketiga sampel tersebut masing-masing terbentuk MgO, Al₂O₃, ZrO₂.

Komposisi bahan campuran MgO, Al₂O₃, dan aditif ZrO₂ dinyatakan dalam % mol dan % berat dengan menggunakan perhitungan sebagai berikut:

a. Perhitungan konversi % mol ke dalam % berat

$$\% \text{ berat Al}_2\text{O}_3 = \frac{b \times MrMgO}{(a \times Mr Al_2O_3) + (b \times MrMgO) + (c \times Mr ZrO_2)} \times 100\%$$

$$\% \text{ berat MgO} = \frac{b \times MrMgO}{(a \times Mr Al_2O_3) + (b \times MrMgO) + (c \times Mr ZrO_2)} \times 100\%$$

$$\% \text{ berat ZrO}_2 = \frac{c \times Mr ZrO_2}{(a \times Mr Al_2O_3) + (b \times MrMgO) + (c \times Mr ZrO_2)} \times 100\%$$

b. Perhitungan konversi % berat ke massa (gram)

$$\text{Berat Al}_2\text{O}_3 = \frac{\% \text{ berat Al}_2\text{O}_3}{100} \times \text{berat seluruh sampel uji}$$

$$\text{Berat MgO} = \frac{\% \text{ berat MgO}}{100} \times \text{berat seluruh sampel uji}$$

$$\text{Berat ZrO}_2 = \frac{\% \text{ berat ZrO}_2}{100} \times \text{berat seluruh sampel uji}$$

2. Pencampuran Serbuk Sampel

Setelah dilakukan penimbangan sesuai dengan komposisi bahan, dengan berbagai konsentrasi aditif maka proses selanjutnya bahan dicampur menjadi satu dan ditempatkan pada gelas kimia. Proses pencampuran juga bisa digunakan untuk mendapatkan distribusi ukuran serbuk yang merata.

3. Kompaksi (*Pressing*)

Dalam proses ini campuran MgAl₂O₄ dan ZrO₂ yang telah digerus, ditimbang kemudian diberikan kompaksi pada tekanan sebesar 40 kg/cm² dengan waktu penahanan 17 detik, sehingga

terbentuk pelet mentah. Pelet mentah tersebut kemudian diukur densitasnya, dan selanjutnya disinter.

4. Pemanasan (Sintering)

Sintering pada penelitian ini dilakukan pada suhu 1600°C selama dua jam. Setelah pelet mentah disinter kemudian diukur kembali densitasnya. Sintering dilakukan di bawah titik leleh campuran ($\text{MgAl}_2\text{O}_4\text{-ZrO}_2$) sehingga terjadi penghilangan pori-pori diantara serbuk awal. Dalam proses sintering ini terjadi pertumbuhan butir dan terbentuknya ikatan yang kuat antar partikel.

Proses sintering akan membentuk batas-batas butir, yang merupakan tahap permulaan dari rekristalisasi. Selama proses sintering terjadi perubahan dimensi baik berupa pemuaihan atau penyusutan, bergantung pada bentuk dan distribusi ukuran partikel, komposisi serbuk, dan prosedur sintering.

5. Uji *Inertness* atau ketahanan terhadap Air

Pengujian *inertness* atau ketahanan terhadap air dilakukan dengan cara memasukan sampel ke dalam autoklap yang berisi air mendidih 100°C selama empat jam, kemudian dilakukan pengukuran rapat massa. Tujuan dilakukan uji *inertness* adalah untuk mengetahui ketahanan bahan terhadap air.

6. Difraksi Sinar-X

Karakterisasi difraksi Sinar-X (XRD) dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada pelet hasil sinter yang telah dihaluskan menjadi serbuk untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk.

Pengujian XRD pada sampel dilakukan di PTNBR BATAN Bandung. Alat yang dipakai menggunakan prinsip difraktometer, panjang gelombang dibuat tetap (1,5405 angstrom) dan sudut teta bervariasi.

7. Struktur Mikro

Untuk melihat struktur mikro dari sampel ($\text{MgAl}_2\text{O}_4\text{-ZrO}_2$), pada penelitian ini dilakukan pemotretan menggunakan *Scanning Mikroskop* Elektron (SEM), untuk melihat ukuran butir dan pori-pori yang terjadi dengan perbesaran mulai dari 1000X, 10000X, 20000X. Pengujian karakterisasi struktur mikro (SEM) dilakukan di Pusat Survei Geologi Bandung.

8. Uji Keras dan Ketangguhan Patah

Micro indentasi Vickers dilakukan untuk mengetahui seberapa besar ketangguhan patah, dengan beban tertentu yang dapat menghasilkan retakan. Pengujian ini menggunakan indenter berbentuk piramid dengan sudut kemiringan permukaan 136° . Beban yang digunakan berkisar antar 1 sampai dengan 120 kg. angka hasil pengujian Vickers didapatkan melalui hasil perhitungan yang melibatkan beban dan besar area hasil indentasi. Pengindentasian pelet dengan meninggalkan bentuk empat persegi panjang pada permukaan pelet. Panjang diagonal diukur dengan menggunakan mikroskop yang dilengkapi *micrometer* pada lensanya.

Ketangguhan patah merupakan kemampuan suatu material untuk dapat menyerap sejumlah energi tanpa mengalami kerusakan. Dapat juga didefinisikan sebagai banyaknya energi yang dibutuhkan untuk mematahkan suatu benda kerja pada kondisi tertentu (Van Vlack, 2000:261). Untuk menghitung kekerasan dan ketangguhan patah sampel, rumus yang dipergunakan adalah sebagai berikut (Dani Gustaman, 1997:31-35; dan Barsoum, 1997:399):

$$Hv = \frac{1,854.P}{d^2} \quad \dots \quad (3.1)$$

$$K_{IC} = \frac{0.0423}{1 - \nu^2} \left[\frac{HvP}{4C} \right]^{1/2} \quad \dots \quad (3.2)$$

Dengan : P= beban indentasi (kg).

d = panjang diagonal pada spesimen hasil indentasi.

V = bilangan Poisson (0.25).

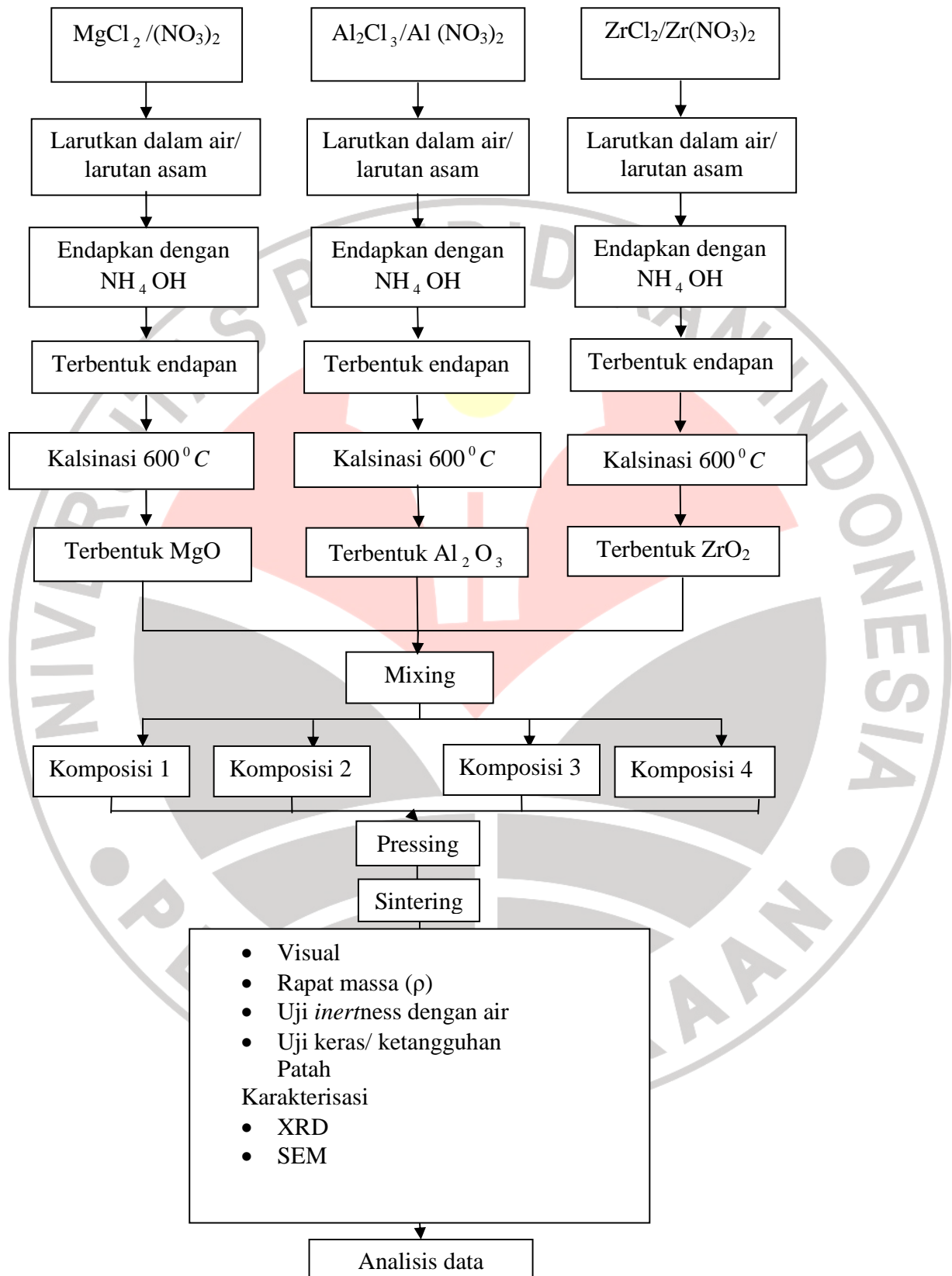
Hv = harga kekerasan (kg.mm⁻²).

C = Panjang retakan pada empat ujung indentasi (mm).

Prosedur metode ini yaitu:

- a. Permukaan benda uji harus tegak lurus dengan indenter.
- b. Indenter berbentuk piramid intan beralas belah ketupat dijatuhkan keatas permukaan sampel.
- c. Untuk *micro* Vickers digunakan gaya tekan 1 kg.
- d. Pembebanan dilakukan perlahan-lahan tanpa menimbulkan beban kejut atau getaran.
- e. Lama waktu penekanan 10 detik.

Beberapa tahapan di atas dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alur Proses Penelitian

3.4 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Teknologi Bahan Dasar, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR-BATAN) Jalan Tamansari No 71 Bandung 40132. Hari Senin-Jum'at, pukul 08.00-16.00 WIB, mulai tanggal 20 Maret-20 Juni 2009.

