

BAB III

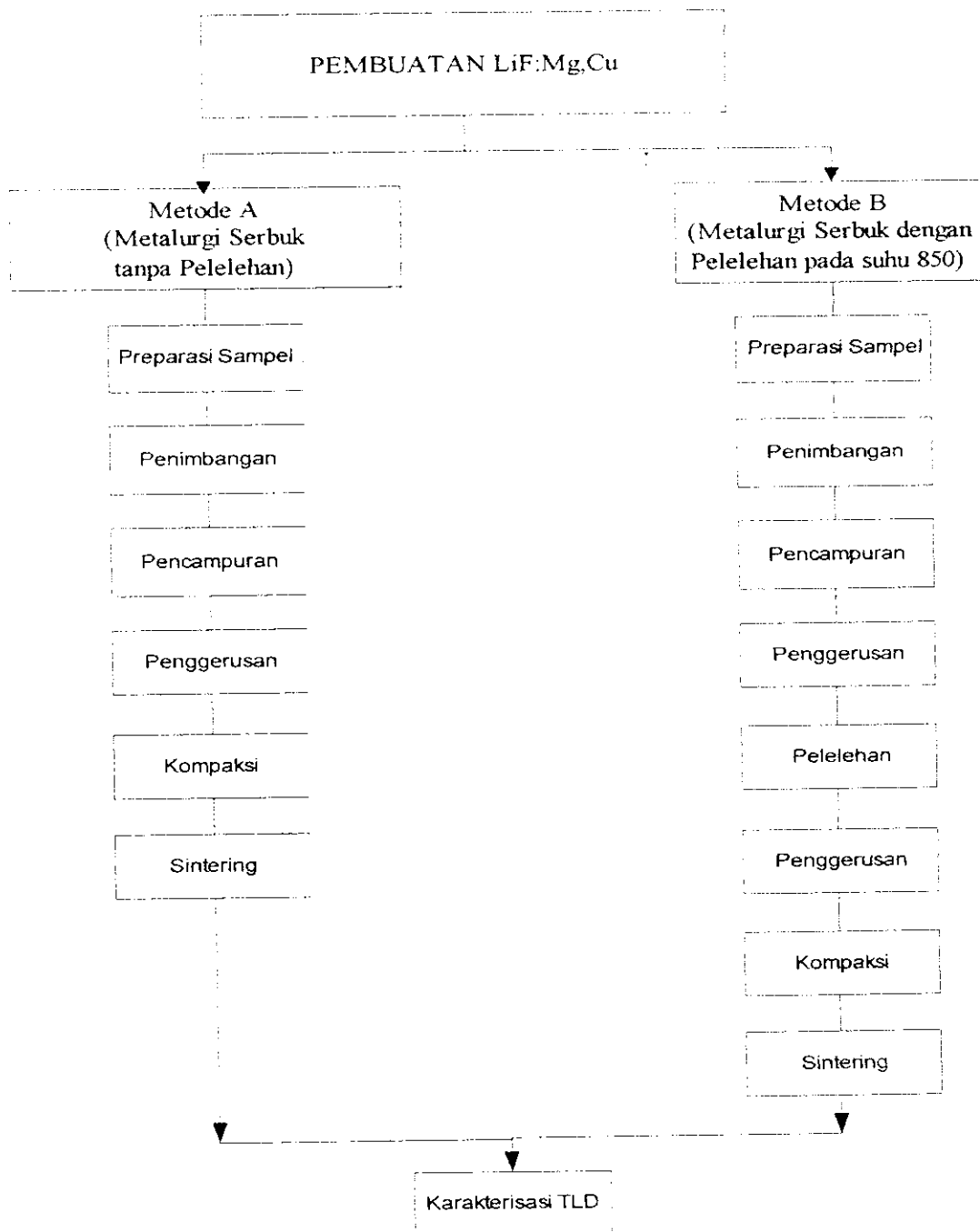
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini adalah ekperimental. Pembuatan TLD sendiri dilakukan dengan metode metalurgi serbuk tanpa melting (pelelehan) untuk selanjutnya kita sebut dengan metode A dan metode B metalurgi serbuk dengan pelelehan yaitu penumbuhan kristal pada fasa cairnya.

3.2 Desain Penelitian

Adapun desain penelitiannya adalah sebagai berikut:



Gambar.3.1 Desain Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

Berikut adalah peralatan dan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini beserta lokasi keberadaannya.

3.3.1 Peralatan

1. Neraca digital (Lab BATAN)
2. Agate Mortar (Lab BATAN)
3. Dies (cetakan pelet)
4. *Hydraulic Jack* 2 ton (Lab.Fisika Lanjut II Fisika UPI)
5. Tungku *Furnace* (Lab. Oksida Fisika ITB)
6. *Ultrasonic Cleaner* (Lab. BATAN)
7. TLD *Reader* HARSHAW 3000A (Lab. BATAN)
8. Pinset, spatula, plastik film
9. Holder TLD, holder SEM
10. Pesawat XRD (PSG)
11. Pesawat SEM (PSG)
12. Kaca kapiler diameter 0,3-0,5 mm
13. Spatula
14. Jangka Sorong

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. LiF Merck (basis)
2. $MgCl_2$ (pengotor)
3. $CuCl_2$ (pengotor)
4. Cobalt 60 (Ruang Cobalt BATAN)
5. Pasta perak dan pasta emas untuk *coating* SEM
6. Aceton p.a, alcohol, aquadest, metanol sebagai bahan pencuci
7. Gas Nitrogen (Sinter)
8. Gas Argon (*melting*)
9. Lem carbon (SEM)
10. Plastik film

3.4 Proses Pembuatan TLD

Tahapan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi Sampel:

Perhitungan persentase mol untuk bahan LiF:MgCu

Untuk memperoleh pencampuran konsentrasi yang tepat sebanyak 0,2 %, telah dilakukan perhitungan mol yang dikonversikan kedalam satuan gram terlebih dahulu yang dapat dilihat pada lampiran 1.

Preparasi Sampel

Bahan LiF sudah berbentuk serbuk putih yang cukup halus, persiapan lebih dilakukan terhadap bahan $MgCl_2$. Karena bahan ini mudah bereaksi dengan

oksigen sehingga harus dipanaskan terlebih dahulu pada cawan keramik dengan thermolyne. Setelah mengkristal dilakukan penggerusan ringan agar $MgCl_2$ siap untuk ditimbang. Rentang waktu antara pemanasan dan penimbangan harus singkat karena kelembaban udara di kota Bandung cukup tinggi maka peluang $MgCl_2$ untuk bereaksi kembali dengan H_2O sangat cepat. Persiapan lain adalah dengan menggerus serbuk $CuCl_2$ yang berwarna hijau tua karena berbentuk padatan seperti kapur.

2. Penimbangan LiF dengan $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ dan $CuCl_2$

Dilakukan penimbangan semua bahan dengan neraca digital sesuai dengan hasil perhitungan pada langkah 1. Masing-masing pelet ditimbang dengan berat $\pm 0,0700$ gram.

3. Pencampuran dan Penggerusan

Campuran yang telah diperoleh dimasukkan ke dalam wadah untuk kemudian diaduk rata dan dilanjutkan dengan penggerusan menggunakan Agate Mortar.



Gambar 3.2 Penggerusan Sampel dalam Agate Mortar

Pada metode B sebelum tahap kompaksi dilakukan proses *melting* (pelelehan) bahan terlebih dahulu pada suhu $850^\circ C$ dilingkungan argon selama kurang lebih 2 jam.

4. Kompaksi

Bahan yang telah dicampur dan dihaluskan kemudian di press dengan alat press di Laboratorium Fisika Lanjut UPI. Hingga berbentuk pelet dengan massa masing-masing pelet sekitar 0,06-0,07 gram, diameter 0,7 cm dan ketebalan 0,1 cm

5. Sintering

Proses sintering adalah proses pemadatan atau konsolidasi dari sekumpulan serbuk pada temperatur tinggi, sehingga diharapkan terjadi perubahan ukuran dan bentuk butir, maupun perubahan bentuk pori dan ukuran pori. Perubahan tersebut dikarenakan adanya transfer material antar serbuk sehingga terjadi ikatan yang kuat disertai dengan pengurangan volume porositasnya (Heru,N, dkk). Kali ini telah dicoba dengan suhu sinter mulai dari 550°C, 700°C masing-masing selama 2 jam dengan kenaikan suhu 0,2°C/menit.

Tahap terakhir sebelum dikarakterisasi. Sampel yang telah disinter dan berada pada suhu ruangnya kemudian sampel-sampel tersebut dicuci dalam *ultrasonic cleaner* selama 5 menit dengan cairan metanol. Setelah itu sampel dikeringkan (dibiarkan pada suhu ruang). Pada kondisi ini sampel siap dipreparasi untuk proses karakterisasi berikutnya.

3.5 Proses Karakterisasi TLD

Proses karakterisasi yang dilakukan meliputi sensitifitas, tampilan kurva pancar dan karakterisasi sifat fisis meliputi Difraksi Sinar X dan foto SEM

3.5.1 Sensitifitas

Untuk menguji sensitifitas terhadap radiasi maka masing-masing TLD yang telah dicuci dan dikeringkan diletakkan pada holder-holder sampel dengan dilapisi kertas dan dibungkus dengan solatip berwarna gelap (hitam). Pembungkusan dengan kertas ini dimaksudkan agar sampel tidak menempel pada solatip. Dan pemilihan solatip berwarna gelap ini agar sampel tidak terpapari cahaya lain seperti sinar UV.



Gambar 3.3 Sampel Holder yang siap untuk di Irradiasi.

Irradiasi dengan sinar gamma yang berasal dari radionuklida Cobalt 60 dilakukan di Ruang Kalibrasi (Co-60) di PTNBR BATAN Bandung. Pengujian terhadap sensitifitas TLD dilakukan dengan dosis 500mrem, dari data aktivitas sumber yang ada penyinaran dengan dosis ini membutuhkan waktu selama 17 jam 45 menit pada jarak 1 m. (Lampiran 3)

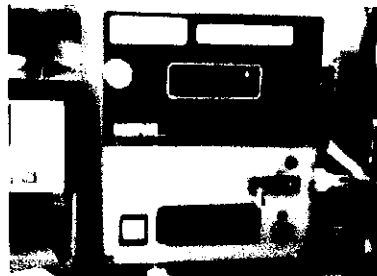
Setelah penyinaran sampel-sampel tersebut disimpan selama 24 jam dalam wadah berbahan dasar timbal (Pb). Sampel TLD tidak langsung dibaca agar memastikan bahwa elektron-elektron yang masuk kedalam bahan telah terperangkap sempurna pada *trap-trap* yang ada. Penyimpanan dalam wadah Pb ini juga dimaksudkan agar sampel tidak mendeteksi jenis sinar lain seperti UV

dan cahaya tampak lainnya karena Pb dengan ketebalan tertentu bersifat sebagai penahan sinar tersebut..

Proses berikutnya adalah pembacaan sampel-sampel tersebut dengan TLD *Reader* HARSHAW 3000A. Spesifikasi kondisi TLD *Reader* HARSHAW 3000A saat pembacaan tertera pada lampiran 4.

3.5.2 Kurva Pancar

Kurva pancar intensitas pancaran cahaya TL terhadap waktu atau temperatur pada saat TLD dipanaskan disebut kurva pancar (Gammayani, 2005). Untuk mengetahui bentuk kurva pancar dari pembacaan TLD yang dibuat, TLD *Reader* HARSHAW 3000A milik BATAN Bandung telah dihubungkan terhadap seperangkat komputer yang telah diprogram dengan Turbo Pascal. Dari grafik yang ditampilkan kita dapat membandingkan kondisi sinyal TL ketika masih berisi radiasi (bacaan 1) dan kekosongan TL setelah dibaca (bacaan 2). Sinyal TL yang berada dalam bahan diperoleh dengan mengurangi hasil bacaan 1 dengan bacaan 2 dan besar dosis yang berada dalam sampel merupakan luas daerah yang berada dibawah kurva pancar.



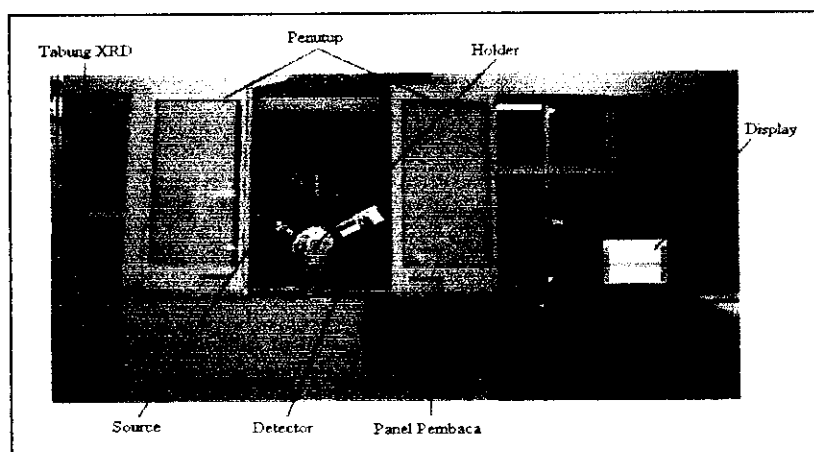
Gambar 3.4 TLD Reader HARSHAW 3000A

3.5.3 Sifat Fisis

Pengujian sifat fisis TLD dilakukan terhadap struktur kristal dengan XRD dan struktur mikro dengan SEM.

a. XRD

Karakterisasi difraksi sinar X dilakukan dengan pesawat X-Pert di Pusat Survei Geologi (PSG) dilakukan terhadap bahan serbuk LiF:Mg,Cu sebelum disinter, dan setelah disinter dari kedua metode diatas. Pemilihan sudut 2θ dari 20° - 130° . Preparasi sampel serbuk dilakukan dengan pemadatan sampel pada holder sampel XRD yang terbuat dari alumunium. Sedangkan untuk sampel dengan jumlah serbuk yang lebih sedikit digunakan plat kaca. Hasil XRD langsung muncul pada display komputer yang berada disamping pesawat X-Pert.



Gambar 3.5 Pesawat XRD

Software dari alat ini memungkinkan kita untuk memperoleh data difraksi yang cukup lengkap meliputi jarak bidang bragg (d), nilai-nilai puncak 2θ , intensitas puncak, hingga rekomendasi material yang memiliki puncak-puncak yang sama dengan analisis kualitatif XRD. Pengolahan berikutnya adalah

mencari nilai indeks miller dengan menggunakan data pola difraksi standar JCPDS ataupun dengan metode analitik. Untuk selanjutnya mencari parameter kisi dari sampel sesuai persamaan (2.5).

b. SEM

Pencitraan dengan mesin SEM (JSM-35C) dilakukan di PSG. Dengan perbesaran 100x (ini disesuaikan dengan kebutuhan hasil citra yang optimal). Kali ini sampel hasil sinter dipreparasi terlebih dahulu yaitu dengan menempelkan sampel pada *specimen holder*. Kemudian diberi lapisan tipis (*coating*) oleh *gold-paladium* (Au 80% dan Pd:20%) dengan menggunakan mesin ion sputter JFC-1100.

Spesifikasi alat sputtering JFC-1100 sebagai berikut:

- Tegangan : 1,2 Kv
- Arus Listrik : 6-7,5 mA
- Kepakuman : 0,2 Ton
- Waktu : 4 menit

Dari spesifikasi tersebut diperoleh tebal lapisan 400 \AA , *coating* dimaksudkan agar sampel pengujian yang akan dicitrakan bersifat sebagai konduktor (sesuai dengan spesifikasi mesin SEM).

