

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei-Agustus 2012 di Instalasi Elemen Bakar Eksperimental (IEBE), Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBN)-Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, Banten.

B. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah tungku busur listrik, tungku tabung, tungku perlakuan panas, kawat SS, mesin bor, batu tahan api, mesin rol, jangka sorong, neraca digital, mesin pemotong accustom Struers, cetakan pembersihan, *engraver*, mesin gerinda DAP-U Struers, kertas gerinda *grade* 180, 320, 500, 800, 1.000, 1.200, 1.500, 2.000, dan 2.400, pasta alumina 1 μm , pencuci ultrasonik, *drybox*, *beaker glass*, gelas ukur, sendok ukur, mikroskop optik beserta kamera, lilin, penekan sampel, serta *micro hardness Vickers tester*.

Sedangkan bahan yang digunakan antara lain, logam Zr (99%), Sn (99,89%), Nb (99,85%), Fe (99,99%), serta Mo (99%) yang berbentuk *granule*

(potongan kecil-kecil), gas argon, resin (*clarocit kit powder* dan *clarocit kit liquid*), aquades, HNO₃, dan HF 10%.

C. Metode Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan yaitu, peleburan, β -*quenching*, pengerolan panas dan dingin, anil, pengamatan metalografi (mikroskop optik dan SEM), analisis difraksi sinar-X (XRD), serta uji kekerasan *micro hardness Vickers*. Secara terperinci tahapan-tahapan dari proses tersebut adalah sebagai berikut.

1. Peleburan

Sebelum dilakukan proses peleburan terlebih dahulu dilakukan penimbangan bahan dengan neraca digital. Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan zirlo-Mo beserta kode sampelnya dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Kandungan unsur utama dan pepadu dalam sampel zirlo-Mo

Kode Sampel		Kandungan unsur utama dan pepadu				
		Zr	Sn	Nb	Fe	Mo
ZM-0	% berat	97,9	1	1	0,1	0
	Massa (gr)	14,685	0,150	0,150	0,015	0
ZM-0,3	% berat	97,6	1	1	0,1	0,3
	Massa (gr)	14,640	0,150	0,150	0,015	0,045
ZM-0,4	% berat	97,5	1	1	0,1	0,4
	Massa (gr)	14,625	0,150	0,150	0,015	0,060
ZM-0,5	% berat	97,4	1	1	0,1	0,5
	Massa (gr)	14,610	0,150	0,150	0,015	0,075

Setelah dilakukan penimbangan maka proses peleburan pun dapat dilakukan. Proses peleburan dilakukan dengan menggunakan tungku busur listrik karena berdasarkan penelitian Susanto (2006), tungku busur listrik

merupakan tungku lebur yang dapat menghasilkan paduan zirkonium dengan kualitas baik. Untuk menghindari adanya oksidasi atau kontaminasi dari unsur lain maka selama proses peleburan tungku busur listrik selalu dalam keadaan terisi gas argon.

Cara kerja untuk peleburan ini terdiri dari proses pengisian gas argon dan proses peleburan dengan busur listrik. Proses pengisian argon diawali dengan pemvakuman dengan menggunakan pompa mekanik hingga tekanan dalam tungku turun sampai ± 101 kPa. Setelah tekanan sampai pada batas yang ditentukan, katup vakum ditutup dan katup gas argon dibuka. Gas argon dibiarkan mengisi ruang hingga katup pengeluaran (*relief valve*) bergerak keluar pada tekanan sekitar 13,8 kPa. Proses ini diulangi sebanyak 3 kali dan pada pengulangan terakhir, tungku dibiarkan teraliri gas argon dengan katup pengeluaran terbuka.

Setelah tungku busur listrik berada dalam keadaan teraliri gas argon maka peleburan pun dapat dilakukan. Untuk melakukan peleburan terlebih dahulu arus pada catu daya disetel sebesar 150 A. Kemudian posisi elektroda diatur agar dekat dengan sampel yang diletakkan pada krusibel. Setelah itu pedal arus diinjak hingga arus terhubung kemudian elektroda disentuh pada sampel untuk memulai munculnya busur listrik. Panjang busur listrik dapat diubah dengan cara mengatur jarak antara elektroda dengan sampel. Agar homogenitas yang dicapai cukup baik maka selama proses peleburan setelah semua unsur telah melebur, elektroda diputar (seperti mengaduk) di atas sampel. Apabila telah selesai maka peleburan

kembali dilakukan untuk bagian bawah sampel (sisi lain sampel) dengan metode yang sama. Proses pengulangan peleburan (*re-melting*) ini dilakukan sebanyak 5 kali agar dicapai hasil yang cukup baik.

2. β -quenching

Proses β -quenching dilakukan dengan cara memanaskan sampel di dalam tungku tabung yang dialiri dengan gas argon untuk mencegah terjadinya oksidasi. Untuk proses pemanasannya, sampel dipanaskan hingga mencapai temperatur 900°C dengan kecepatan peningkatan temperatur 600°C/jam. Apabila sampel telah mencapai temperatur 900°C kemudian dilanjutkan hingga mencapai temperatur 980 °C secara perlahan dan di-*holding* (ditahan) selama 2 jam. Adapun tujuan dari proses pemanasan secara perlahan ini adalah untuk mencegah terjadinya keretakan pada sampel yang dipanaskan.

Apabila sampel telah ditahan selama 2 jam maka sampel didinginkan secara cepat dengan cara mencelupkan sampel beserta *chamber* yang berisi argon ke dalam air. Setelah sampel mencapai temperatur yang cukup dingin barulah sampel dikeluarkan dari *chamber* yang berisi argon sehingga proses oksidasi zirlo akibat berada pada temperatur tinggi dapat dihindarkan seminimal mungkin.

3. Pengerolan Panas dan Dingin

Untuk melakukan pengerolan panas, proses yang dilakukan adalah proses pemanasan sampel yang dilanjutkan dengan proses pengerolan. Pemanasan sampel dilakukan dengan menggunakan tungku perlakuan panas,

Nabertherm, yang dialiri dengan gas argon untuk menghindari terjadinya oksidasi dan sampel diletakkan di dalamnya dengan menggunakan batu tahan api. Temperatur pemanasannya adalah 850°C dengan kecepatan kenaikan temperatur $850^{\circ}\text{C}/\text{jam}$ lalu ditahan selama 1 jam.

Apabila sampel telah ditahan selama 1 jam maka proses pengerolan dapat dimulai. Pengerolan dilakukan dengan mesin rol pada saat sampel berada dalam kondisi panas. Adapun ketebalan sampel yang diharapkan dicapai melalui proses rol panas ini adalah sekitar 2 mm.

Sedangkan untuk melakukan pengerolan dingin, cara yang digunakan sama dengan pengerolan panas hanya saja sampel tidak dipanaskan terlebih dahulu. Dengan kata lain, sampel langsung saja dirol dalam kondisi temperatur kamar. Pengerolan dingin yang dilakukan dalam penelitian ini terdiri dari 2 tahap, yaitu pengerolan dingin pertama dengan ketebalan yang ingin dicapai sebesar 1,5 mm dan pengerolan dingin kedua dengan ketebalan yang ingin dicapai sebesar 1 mm. Adapun alasan pengerolan dingin dilakukan 2 tahap adalah agar sampel tidak pecah karena deformasi yang sangat tinggi.

4. Anil

Proses anil dilakukan dengan menggunakan tungku tabung. Pemanasan dilakukan dalam kondisi gas argon untuk mencegah terjadinya oksidasi. Tujuan dari perlakuan anil pada penelitian ini adalah untuk menurunkan tegangan sisa dan menyusun ulang posisi atom yang slip akibat adanya proses mekanis. Anil dilakukan dalam 3 tahap yaitu masing-masing

dilakukan pasca pengerolan. Anil tahap pertama dilakukan pada temperatur 760°C, tahap kedua pada 650°C dan tahap ketiga pada 500°C.

Pada anil tahap pertama pemanasan sampel dilakukan dengan kecepatan kenaikan temperatur 600°C/jam menuju ke temperatur 700°C. Setelah mencapai temperatur 700°C kemudian temperatur barulah ditingkatkan secara perlahan hingga mencapai 760°C dan ditahan selama 2 jam. Pemanasan secara perlahan ini dimaksudkan untuk mencegah keretakan pada sampel. Apabila waktu penahanan telah selesai maka temperatur akan turun secara perlahan lalu ketika sampel telah cukup dingin barulah aliran gas argon dihentikan dan tungku tabung dimatikan.

Anil tahap kedua, yaitu pada temperatur 650°C sampel dipanaskan dengan kecepatan kenaikan temperatur 600°C/jam mencapai temperatur 600°C terlebih dahulu dan dilanjutkan menuju ke temperatur 650 °C secara perlahan. Setelah mencapai temperatur 650°C kemudian sampel ditahan selama 1,5 jam. Untuk pendinginannya dilakukan seperti pada anil tahap pertama yaitu dengan proses pendinginan di dalam tungku.

Sedangkan untuk anil tahap ketiga, yaitu pada temperatur 500°C pemanasan sampel dilakukan dengan kecepatan kenaikan temperatur 600°C/jam. Kemudian ketika sampel telah mencapai temperatur 500°C dilakukan penahanan selama 3 jam. Untuk pendinginannya dilakukan seperti pada anil tahap pertama dengan pendinginan dalam tungku.

5. Metalografi

Metalografi adalah suatu proses yang bertujuan untuk melihat mikrostruktur dari suatu logam. Proses ini terdiri dari tahapan preparasi dan pengamatan metalografi. Pada penelitian ini teknik metalografi yang digunakan ada 2 jenis, yaitu dengan menggunakan mikroskop optik dan menggunakan SEM/EDS. Penggunaan metalografi dengan menggunakan mikroskop optik bertujuan untuk mengamati bentuk butir dalam paduan sedangkan metalografi dengan menggunakan SEM/EDS bertujuan untuk mengetahui homogenitas paduan.

Preparasi untuk metalografi dengan menggunakan mikroskop optik terdiri dari pemotongan sampel, pembersihan, pelabelan, penggerindaan, pemolesan, pencucian ultrasonik, dan pengetsaan. Pemotongan dilakukan dengan menggunakan alat pemotong *accutom-Struers*. Selama proses pemotongan sampel terus menerus dialiri dengan air. Hal ini bertujuan untuk menghindari terjadinya transformasi fasa akibat adanya panas yang ditimbulkan pada proses pemotongan dan menghindari percikan api karena bahan zirkonium merupakan bahan yang mudah terbakar.

Apabila sampel telah dipotong maka sampel tersebut siap untuk dibingkai. Proses pembersihan yang digunakan pada penelitian ini adalah pembersihan dingin dengan bahan serbuk-cair. Untuk bahan serbuknya digunakan *clarocit kit powder* dan bahan cairnya digunakan *clarocit kit liquid* dengan perbandingan 5 : 2. Adapun kandungan utama bahan bingkai adalah *methyl metacrylate*. Setelah bahan serbuk dan bahan cair

dicampurkan serta diaduk kemudian dituangkan pada cetakan dengan sampel telah diletakkan di dalamnya. Apabila bingkai telah mengeras maka hasil pembersihan tersebut dikeluarkan dari cetakan dan diberi label (dinamai) dengan menggunakan *engraver* (alat grafir).

Sampel yang telah dibingkai dan dinamai kemudian digerinda. Proses penggerindaan dilakukan dengan menggunakan mesin gerinda DAP-U, Struers beserta dengan kertas gerindanya. Dalam melakukan penggerindaan, kertas gerinda yang digunakan diganti secara bertahap dimulai dari kertas gerinda yang kasar menjadi semakin halus yaitu dimulai dari *grade* 180, 320, 500, 800, 1000, 1200, 1500, 2000, hingga 2400. Ketika dilakukan penggantian kertas gerinda dari *grade* kasar ke *grade* yang lebih halus, posisi sampel diputar 90° dari posisi sebelumnya. Hal ini dilakukan dengan tujuan agar goresan-goresan dari *grade* sebelumnya akan terhapus oleh *grade* yang lebih halus. Hasil penggerindaan yang baik ditandai dengan tidak nampaknya lagi goresan pada permukaan sampel.

Apabila sampel telah selesai digerinda kemudian dilakukan proses pemolesan pada sampel. Proses pemolesan dilakukan dengan menggunakan kain katun yang diberi bahan abrasif berupa pasta alumina ukuran 1 μm .

Setelah sampel selesai dipoles kemudian dicuci dengan aquades menggunakan pencuci ultrasonik agar serpihan-serpihan yang terselip di celah-celah sampel dapat terlepas, setelah itu sampel dikeringkan dengan

menggunakan *drybox*. Apabila sampel telah kering maka proses preparasi dilanjutkan dengan pengetsaan.

Untuk melakukan etsa digunakan larutan aquades sebanyak 45 ml, HNO_3 sebanyak 45 ml, dan HF 10% sebanyak 10 ml. Sedangkan teknik etsa yang digunakan adalah teknik usap. Teknik usap adalah teknik pengetsaan yang dilakukan dengan cara mengusapkan kapas yang telah dibasahi dengan larutan etsa pada permukaan sampel. Adapun waktu yang digunakan untuk proses etsa pada penelitian ini adalah sekitar 30 detik.

Setelah melalui proses etsa yang dilanjutkan dengan pencucian dan pengeringan maka sampel telah siap untuk diamati mikrostrukturnya dengan menggunakan mikroskop optik beserta kamera. Proses metalografi dengan mikroskop optik dikatakan berhasil ketika permukaan sampel telah tampak jelas batasan antara butir dengan butir lainnya.

Sedangkan proses metalografi dengan SEM/EDS terdiri dari tahapan preparasi dan pengamatan mikrostrukturnya. Untuk tahapan preparasi pada metalografi dengan SEM/EDS sama dengan yang dilakukan dengan preparasi pada metalografi dengan menggunakan mikroskop optik.

Untuk melakukan pengamatan dengan SEM/EDS, sebelumnya SEM/EDS telah divakumkan terlebih dahulu. Untuk melakukan pengamatannya, sampel diletakkan/dimasukkan dalam *chamber*. Setelah sampel berada dalam *chamber* dilakukan pengaturan tegangan dan perbesaran sesuai dengan yang diinginkan. Apabila perbesaran yang ingin dicapai telah

diperoleh kemudian ditentukan fokus dan daerah yang akan diamati. Setelah proses tersebut selesai maka proses pengambilan foto dan analisis unsur pun dapat dilakukan.

6. Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi XRD merupakan karakterisasi yang dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel. Preparasi untuk melakukan karakterisasi ini sama dengan preparasi yang dilakukan pada proses metalografi. Melalui XRD akan dihasilkan suatu spektrum (grafik) yang menggambarkan puncak pada setiap sudut 2θ . Puncak-puncak yang terbentuk tersebut akan digunakan untuk menentukan fasa yang terbentuk dalam sampel karena setiap fasa memiliki karakteristik puncak yang khas. Untuk penentuan fasa yang terbentuk tersebut dilakukan dengan membandingkan puncak-puncak hasil XRD sampel dengan puncak-puncak hasil XRD pada data standar JCPDF.

Melalui data XRD juga dapat ditentukan ukuran kristal yang terbentuk. Penentuan ukuran kristal tersebut dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan Scherrer (Scherrer, 1918):

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{L \cdot \cos \theta} \quad (5)$$

dengan $B(2\theta) = \text{FWHM/Full Width at Half Maximum}$ (rad), K = konstanta Scherrer yang bernilai 1, λ = panjang gelombang sinar-X (m), θ = sudut difraksi, dan L = ukuran kristal (Langford dan Wilson, 1978).

7. Uji Kekerasan

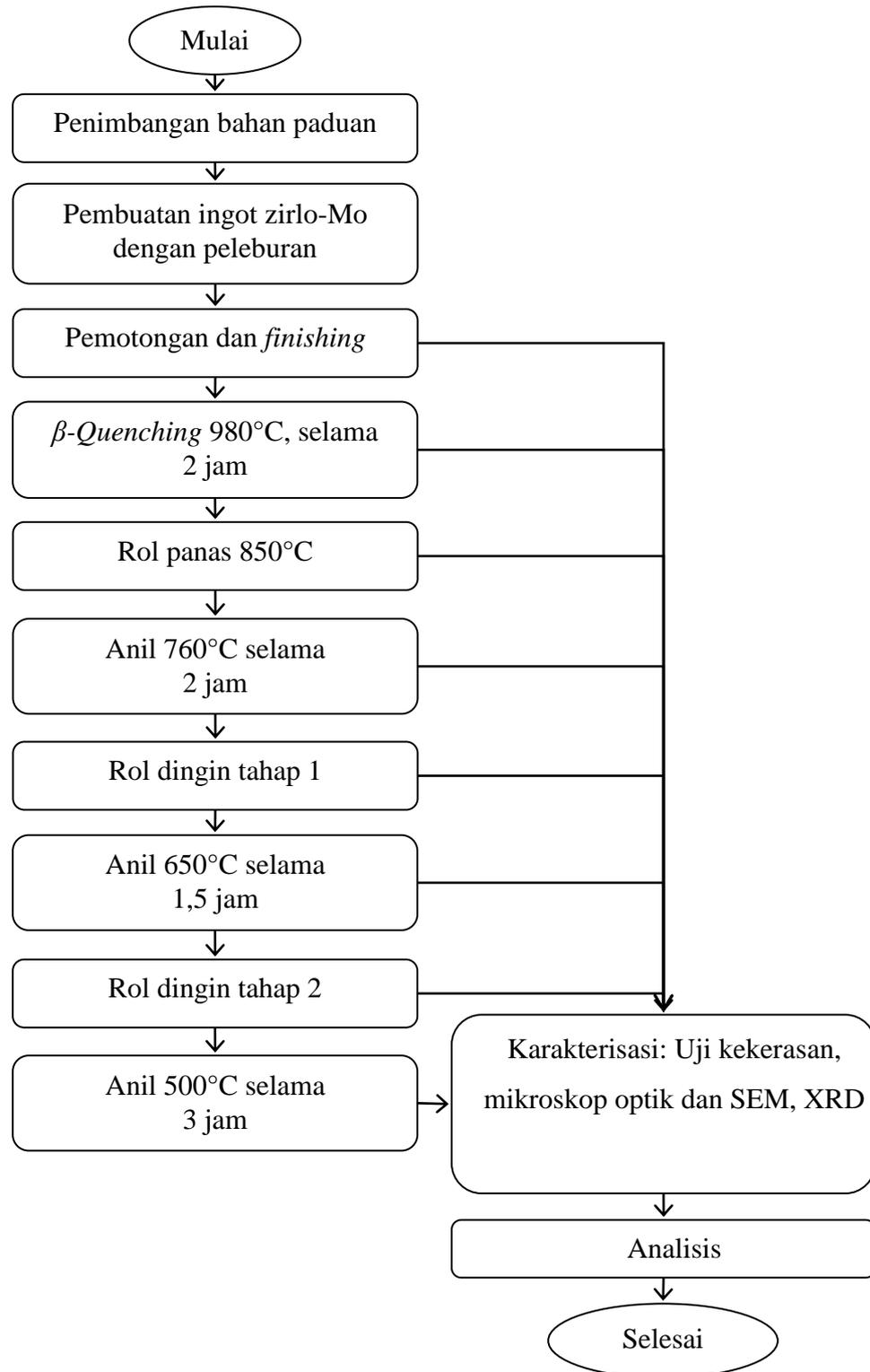
Untuk dapat melakukan uji kekerasan pada penelitian ini digunakan alat *micro hardness Vickers tester*. Untuk preparasi sampel pada uji kekerasan sama seperti yang dilakukan pada proses metalografi. Proses pengujian diawali dengan perataan permukaan sampel yang dilakukan dengan cara menekan sampel pada suatu alas yang telah diberi lilin. Setelah permukaan sampel rata kemudian *micro hardness Vickers tester* diberi beban dan dilakukan penjejakan pada sampel. Jejak yang terbentuk kemudian diamati dengan mikroskop. Bentuk jejak yang baik pada sampel berupa belah ketupat yang memiliki 2 diagonal dengan ukuran yang hampir sama atau sama. Kedua diagonal yang telah terukur tersebut kemudian dihitung nilai rata-ratanya dan dihitung nilai kekerasannya dengan menggunakan persamaan (Evans dan Charles, 1976; ASTM-E 384):

$$HV = 0,0018544 \times \frac{P}{D^2} \quad (6)$$

dengan HV = nilai kekerasan Vickers (GPa), P = beban (N), D = diagonal rerata (mm).

D. Diagram Alir Penelitian

Secara sederhana diagram alir dari metode penelitian ini tampak seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian zirlo-Mo