

## PEMBAKUAN METODE UJI METALOGRAFI PEB U-Mo/AI PASCA IRADIASI

Maman Kartaman, Junaedi, Anditania Sari, Ely Nurlaily  
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

### ABSTRAK

Pengujian metalografi jenis bahan bakar pelat yaitu PEB U-Mo dan U-Zr dilakukan didalam *hotcell* menggunakan manipulator secara *remote handling*. Pengujian ini terdapat beberapa kendala diantaranya adalah proses membutuhkan waktu lama dan harus dilakukan dengan prosedur yang baik dan benar. Disamping itu juga dibutuhkan keterampilan operator yang terampil agar kegagalan atau kerusakan permukaan sampel relatif kecil. Pembakuan metode dilakukan dengan pendekatan simulasi proses di luar *hotcell* dan juga studi literatur proses metalografi di fasilitas *hotcell* lainnya. Simulasi preparasi metalografi dilakukan untuk proses *grinding* pada ukuran amplas 2400 dan polishing pada ukuran pasta intan 1 mikron. Pada *manual grinding*, permukaan sampel setelah diampelas dengan ukuran 2400 selama 3-9 menit secara keseluruhan relatif baik, akan tetapi pada amplas selama 9 menit menghasilkan keseragaman goresan paling baik dan jejak goresan ukuran amplas sebelumnya relatif paling sedikit. Untuk *grinding* otomatis menghasilkan orientasi jejak goresan tidak searah dan secara keseluruhan masih ada jejak gores pada ukuran amplas sebelumnya. Poles secara otomatis dengan pasta intan 1 mikron tidak dapat menghasilkan permukaan bebas gores, akan tetapi relatif cukup baik karena masih terlihat beberapa bagian yang bebas gores sehingga pada saat dilakukan pengamatan dengan mikroskop optik akan menghasilkan kualitas gambar yang baik. Kondisi permukaan sampel mengkilap atau “*mirror like*” dan goresan amplas relatif hilang. Pembakuan metode uji metalografi ditentukan berdasarkan analisis gambar kondisi *as-polished* dan hasilnya dituangkan dalam standar operational procedure atau SOP.

**Kata Kunci** : pembakuan metode, uji metalografi, PEB, U-Mo, U-Zr, pasca irradiasi

### PENDAHULUAN

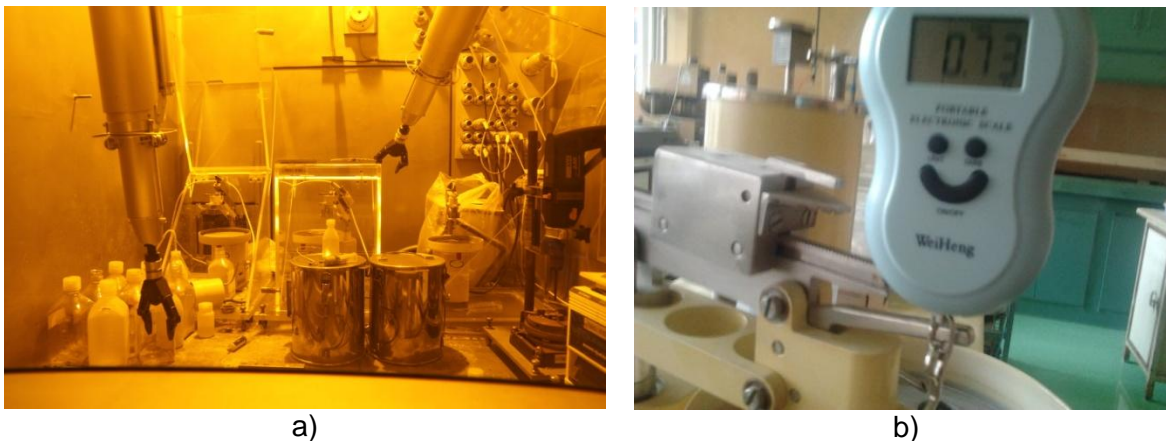
Instalasi radiometalurgi (IRM) memiliki fasilitas pengujian pra dan pasca iradiasi. Pengujian bahan dan bahan bakar yang ada di IRM meliputi pengujian tak merusak, dan uji merusak serta analisis fisika kimia terhadap bahan bakar nuklir baik bahan bakar nuklir reaktor riset maupun reaktor daya. Salah satu sasaran atau capaian renstra PTBBN adalah diperoleh dokumen teknis pengujian pasca iradiasi. Pengujian pasca iradiasi memegang peranan sangat penting dalam keberhasilan penelitian dan pengembangan bahan bakar reaktor riset dan daya. Hasil uji pasca iradiasi yang terdiri dari Non Destructive Testing, struktur mikro, kimia dan mekanik dapat dijadikan evaluasi unjuk kerja bahan bakar setelah di iradiasi dalam reaktor, dan sebagai umpan balik bagi fabrikasi bahan bakar untuk mengetahui parameter proses fabrikasi yang optimum. Data pengujian yang dihasilkan harus memberikan informasi yang valid dan representatif supaya dapat digunakan untuk analisis terhadap unjuk kerja bahan bakar tersebut. Oleh karena itu diperlukan pembakuan metode uji pasca iradiasi diantaranya adalah metalografi PEB U-Mo/AI sebagai kandidat bahan bakar reaktor riset. Preparasi metalografi dilakukandi *hotcell* menggunakan manipulator memiliki kesulitan sangat tinggi

sehingga dapat berpotensi hasil yang diperoleh kurang baik. Tahapan preparasi metalografi seperti grinding dan polishing jika dilakukan tidak dengan prosedur yang benar akan menghasilkan kondisi permukaan kurang baik. Tahapan metalografi diluar dan didalam *hotcell* relatif sama, dikarenakan penanganan di *hotcell* secara *remote* menggunakan manipulator, maka parameter metalografi harus ditentukan secara akurat terlebih dahulu untuk mengurangi atau meminimalisasi hasil uji yang tidak baik. keberhasilan proses metalografi dihotcell ditentukan oleh keterampilan operator dalam melakukan proses pemotongan, *mounting*, *grinding*, *polishing* serta etsa. Peralatan preparasi metalografi didalam *hotcell* dapat dilihat pada Gambar 1. Selain itu juga limbah yang dihasilkan baik padat maupun cair harus diupayakan sekecil mungkin. Hal ini akan membuat tahapan *grinding* yang dipersingkat dan pemakaian air pendingin dengan *flow rate* yang kecil sehingga ada kemungkinan hasil *polishing* menjadi kurang optimal. Untuk itu maka perlu dilakukan pembakuan metode uji pada proses metalografi yang dilakukan secara kualitatif karena pada proses ini tidak dihasilkan data numerik. Data uji yang dihasilkan adalah berupa gambar mikrograf sampel hasil proses *grinding*, dan *polishing* (*as-polished*) dengan variasi waktu *grinding/polishing* 3 – 9 menit. Kondisi permukaan sampel yang baik yang akan diamati menggunakan mikroskop optik adalah permukaan yang rata, bebas dari kotoran minyak, partikel logam dan SiC yang terjebak, dan bersih dari goresan amplas yang dapat mengganggu interpretasi struktur mikro dari spesimen<sup>11</sup>. Proses *grinding* sampai ukuran kertas amplas 2400 selama 3 – 9 menit diharapkan akan menghasilkan permukaan sampel rata dan homogen serta cacat amplas relatif kecil. Sedangkan untuk *polishing* dengan pasta intan ukuran 1 mikron selama 3 – 9 menit akan diharapkan menghasilkan permukaan sampel bebas jejak gores amplas.

## TATA KERJA

Preparasi metalografi sampel pasca iradiasi dilakukan di dalam *hotcell* menggunakan manipulator berdasarkan ASTM E3 dan ASTM E407. Standar ASTM E3 tentang preparasi metalografi menjelaskan tentang tahapan preparasi suatu logam dan paduannya dari proses pemilihan sampel sampai polishing sehingga sampel siap di etsa dan dilanjutkan dengan pengamatan struktur mikro. Standar ASTM E407 merupakan standar untuk melakukan proses etsa baik dengan etsa kimia maupun dengan etsa elektrolitik. Preparasi metalografi dilakukan secara simulasi diluar *hotcell* dan menggunakan bahan AlMg2 sebagai pengganti PEB U-Mo. Sampel AlMg2 dipotong dengan dimensi tertentu lalu di *mounting*. Setelah itu, di *grinding* dengan kertas amplas SiC ukuran #500-2400. Pada saat amplas ukuran #2400 dilakukan variasi waktu amplas

dari 3 sampai 9 menit. Proses *polishing* dilakukan dengan pasta intan ukuran 3 dan 1 mikron.. Pada tahap *polishing* juga dilakukan variasi waktu poles yaitu 3, 6 dan 9 menit pada poles dengan ukuran 1 mikron. Hasil tahapan proses *grinding* dan *polishing* difoto menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran sedang. Pembakuan metode uji ini dilakukan secara kualitatif karena pada pengujian struktur mikro ini tidak dihasilkan data numerik melainkan gambar struktur mikro baik kondisi poles maupun etsa. Hasil uji berupa gambar yang dilakukan diluar hotcell menjadi acuan pada pengujian didalam *hotcell*.

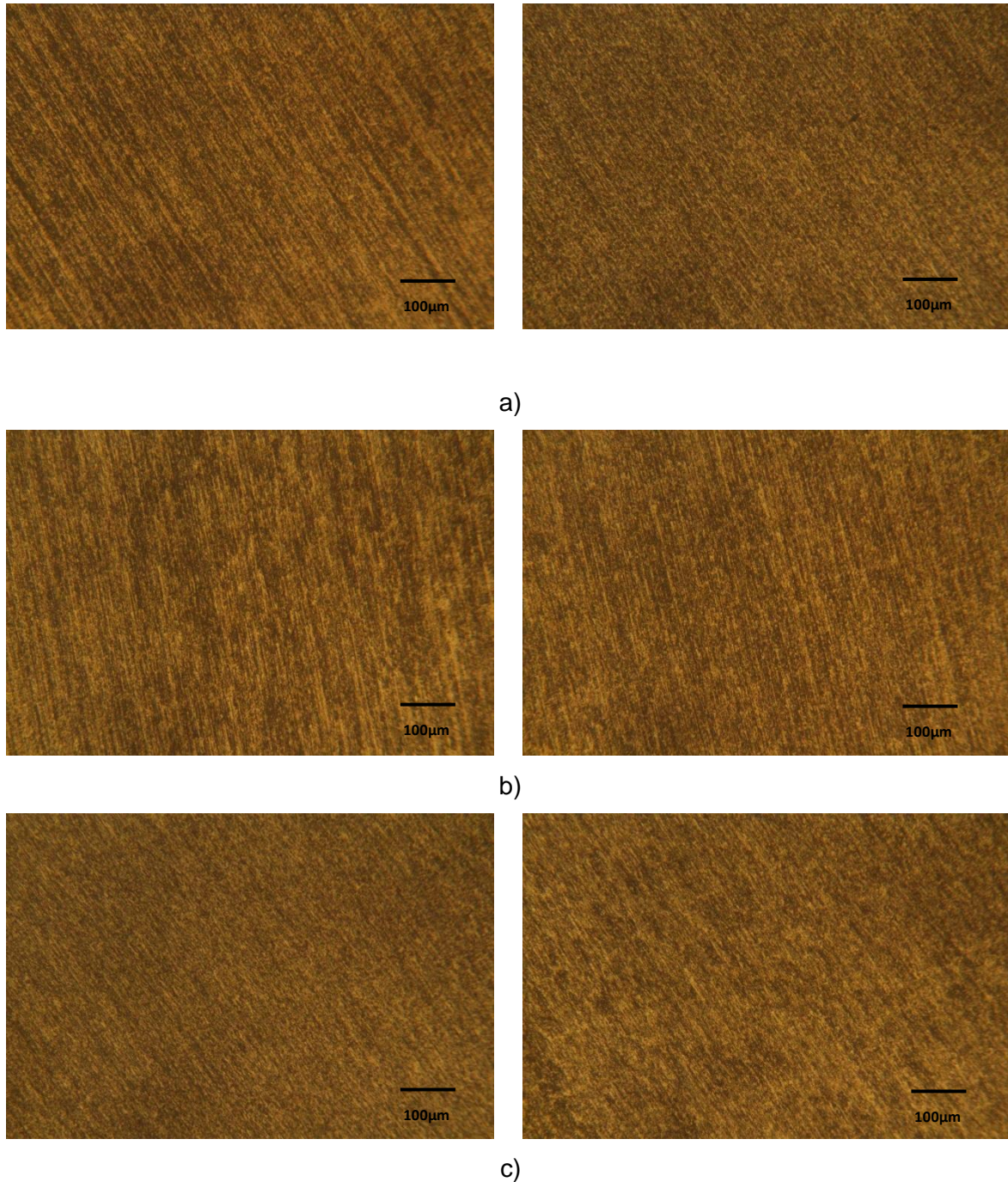


Gambar 1. Preparasi metalografi didalam hotcell, a)peralatan metalografi di hotcell, b) posisi beban alat grinding otomatis di luar hotcell

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil *grinding* manual

Kondisi permukaan sampel AlMg2 setelahdi amplas hingga mesh 2400 ditunjukkan pada Gambar 2 dengan variasi waktu *grinding*dari 3, 6 dan 9 menit. Gambar tersebut secara visual menunjukkan bahwa goresan pada tiap-tiap waktu memiliki orientasi gores yang seragam dan searah, terlihat bahwa jejak goresan pada permukaan sampel oleh amplas ukuran sebelumnya yaitu ukuran #1200 tidak terlihat baik pada waktu 3, 6 dan 9 menit. Jejak goresan yang terlihat adalah jejak goresan amplas ukuran #2400. Pengamplasan dengan ukuran amplas 2400 selama 9 menit menghasilkan kualitas paling baik yaitu relatif lebih halus dan homogen. Meskipun pada prinsipnya amplas pada interval 3 – 9 menit sudah cukup baik.

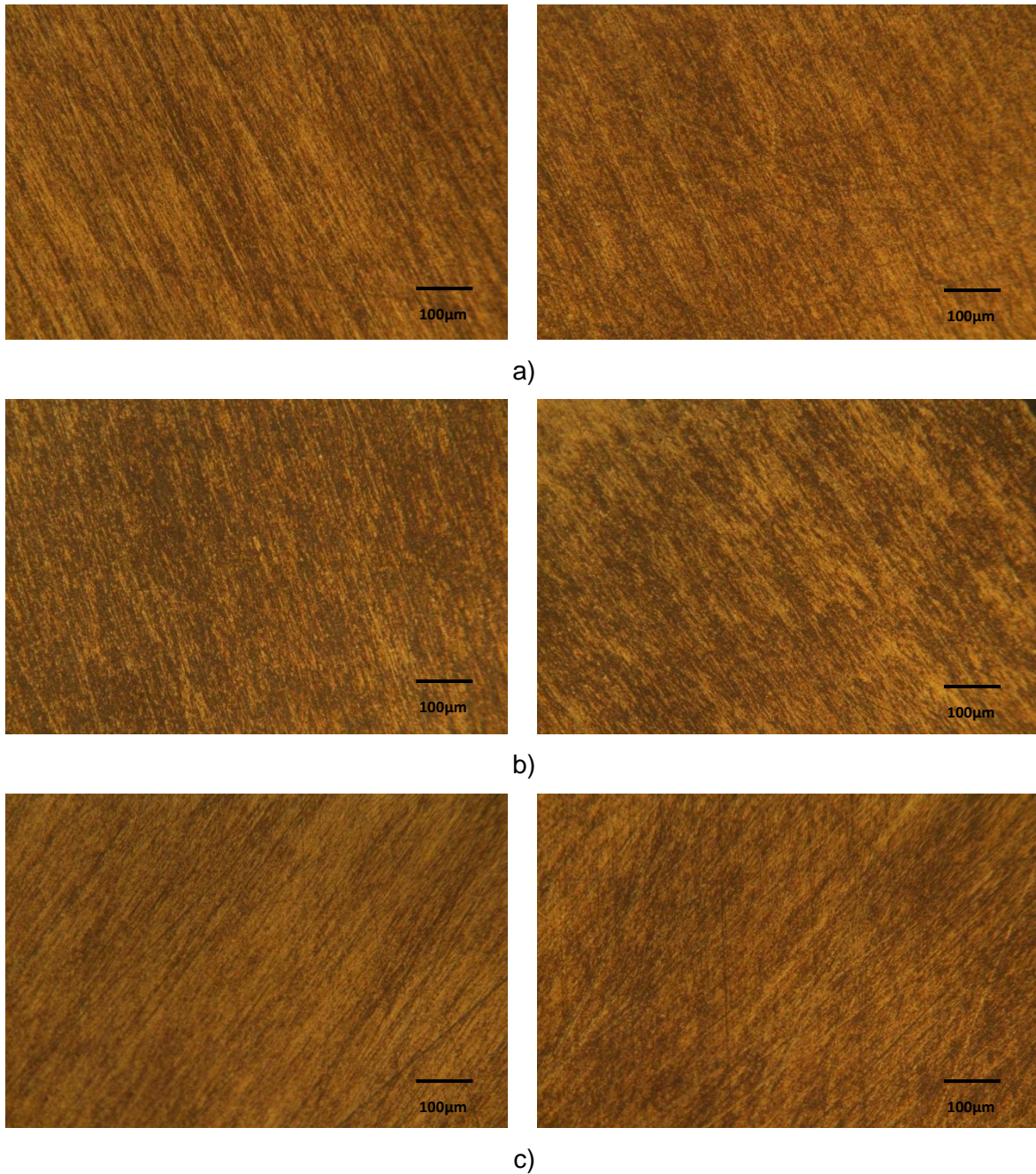


Gambar 2. Permukaan hasil proses amplas manual. A) waktu amplas 3 menit, b) waktu amplas 6 menit, c) waktu amplas 9 menit

#### Hasil grinding otomatis

Sampel AlMg2 yang telah di amplas secara otomatis menggunakan jenis mesin yang sama seperti di *hotcell*. Hasil pengamplasan dengan ukuran kekasaran kertas sebesar #2400 ditunjukkan pada Gambar 3. Proses pengamplasan secara otomatis menunjukkan orientasi gores yang tidak seragam. Hal ini karena proses amplas dengan alat tersebut tidak dapat dilakukan secara tepat pada arah tertentu. orientasi goresan

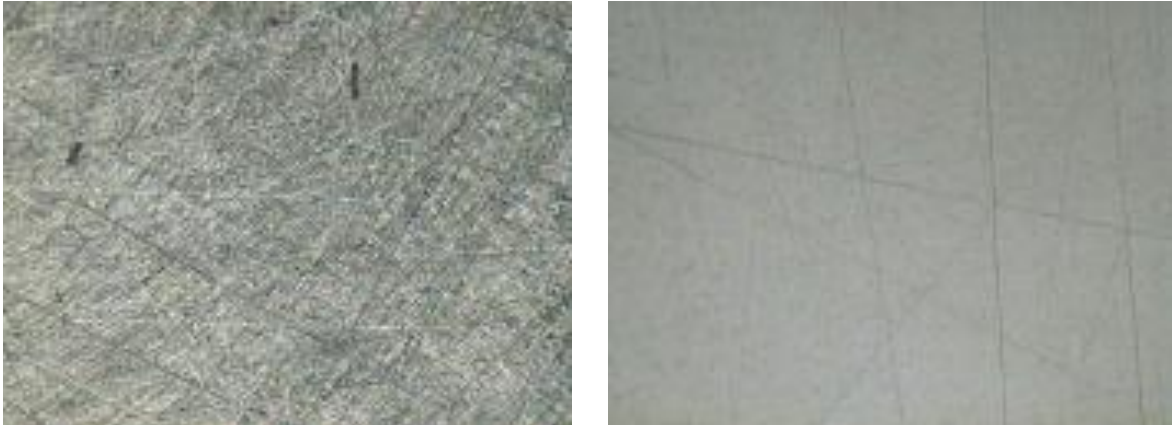
tidak seragam disebabkan diantaranya adalah sampel pada *spesimen holder* tidak dijepit secara kaku atau rigid tetapi dibiarkan longgar dan bebas.



Gambar 3. Permukaan hasil proses amplas otomatis. A) waktu amplas 3 menit, b) waktu amplas 6 menit, c) waktu amplas 9 menit

Pada penelitian lain diperoleh kondisi permukaan sampel setelah *grinding* pada grid 600 dan 1200 ditunjukkan pada Gambar 4[2]. Jika dibandingkan, maka hasil pada Gambar 2 dan Gambar 3 tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan meskipun pada ukuran mesh 1200 relatif lebih halus dibanding pada Gambar 2 dan 3. Jejak goresan yang ditampilkan pada #1200 sangat halus. Gambar tersebut dapat digunakan sebagai acuan

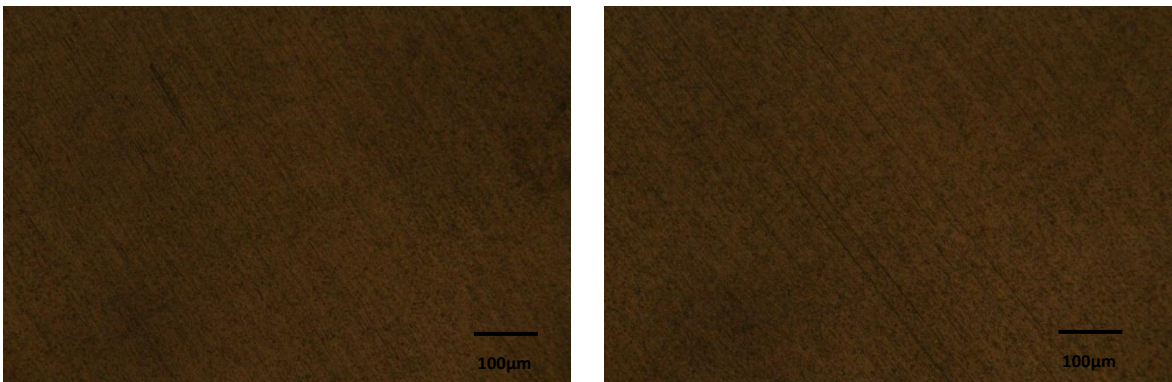
dalam proses *grinding*, terutama *grinding* didalam hotcel menggunakan manipulator atau *remote handling*.



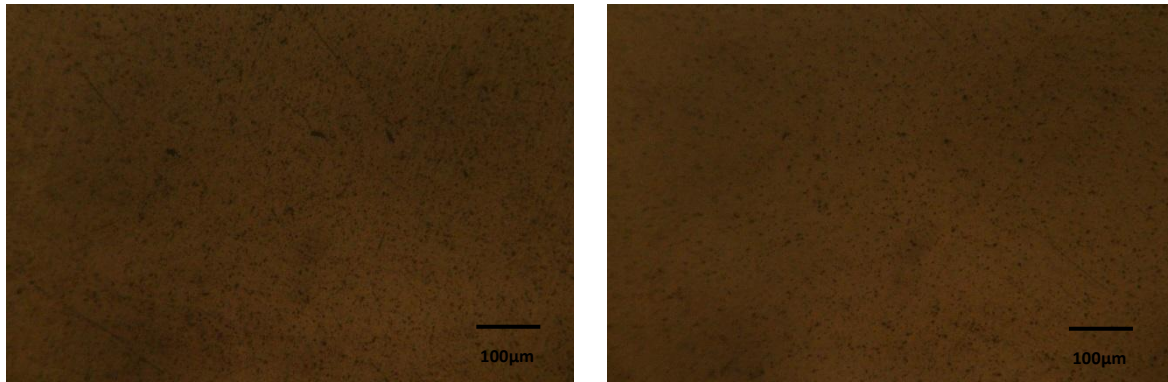
Gambar 4. Permukaan sampel logam setelah grinding<sup>21</sup>

#### Hasil *polishing* manual

Permukaan sampel AlMg2 yang telah dipoles secara manual ditunjukkan pada Gambar 5. Permukaan sampel AlMg2 yang telah di poles dengan ukuran pasta intan 3 mikron masih menghasilkan jejak goresan amplas sementara pada ukuran pasta 1 mikron relatif sedikit. Pada proses *polishing* tersebut menggunakan parameter seperti beban tekan 0,71 Kg, dan kecepatan putar 200 rpm. Penentuan parameter *polishing* seperti beban tekan dan kecepatan putar mesin relatif optimum sehingga menghasilkan kondisi permukaan poles cukup baik.



a)

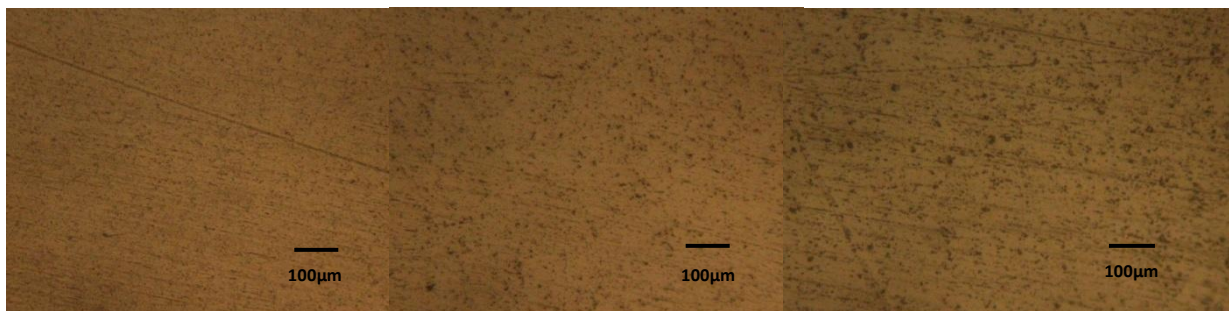


b)

Gambar 5. Permukaan sampel setelah *manual polishing*. A) pasta intan ukuran 3 mikron, b) pasta intan ukuran 1 mikron

#### Polishing otomatis

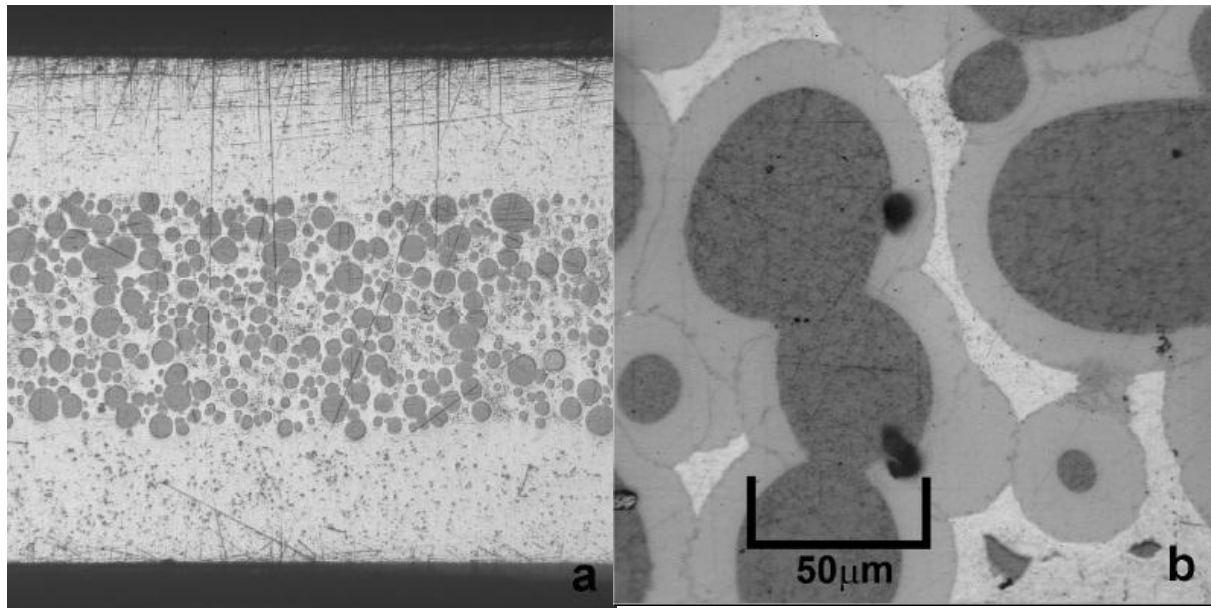
Gambar 6 menunjukkan permukaan sampel AlMg2 setelah di poles dengan pasta intan ukuran 1 mikron pada berbagai perbesaran. Pada gambar tersebut masih terlihat jejak goresan amplas. Proses poles dengan mesin poles otomatis ini tidak dapat menghasilkan permukaan bebas gores. Akan tetapi relatif cukup baik karena masih terlihat beberapa bagian yang bebas gores.



Gambar 6. Permukaan sampel setelah *polishing* otomatis

Penelitian Dawn E. Janney et.al menjelaskan tentang pengamatan struktur mikro bahan bakar nuklir pasca iradiasi menggunakan mikroskop optik dengan preparasi yang dilakukan hingga tahap *polishing* dengan ukuran pasta intan 3 mikron. Hasil penelitian tersebut ditunjukkan pada Gambar 7. Pada permukaan sampel pasca iradiasi tersebut masih terdapat goresan amplas yang cukup signifikan namun pada perbesaran yang lebih tinggi masih mampu menunjukkan struktur bahan bakar yang cukup baik. Dispersan U-7Mo yang berwarna abu-abu gelap masih terlihat dengan jelas termasuk senyawa intermetalik yang terbentuk berwarna abu-abu lebih terang terlihat dengan jelas. Pada

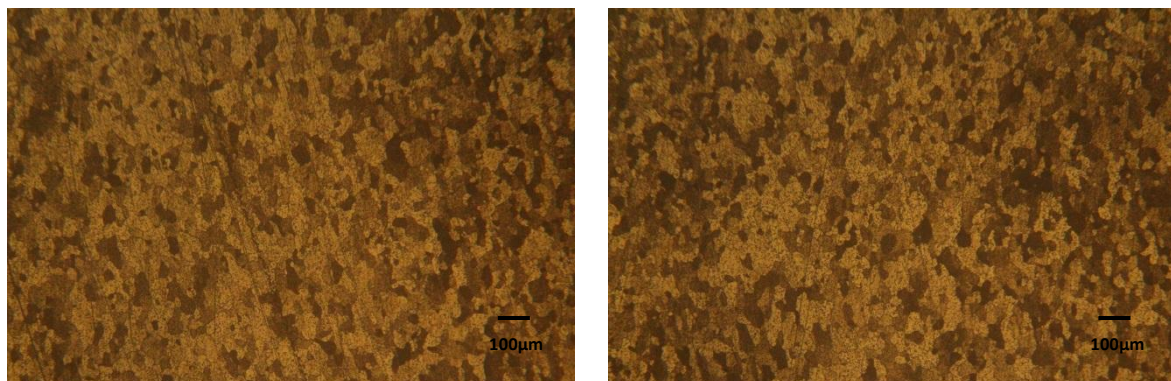
permukaan sampel PEB U-7Mo tersebut terlihat jejak goresan kertas amplas terutama pada bagian tepi sampel.



Gambar 7. Contoh struktur mikro PE U-7Mo<sup>[5]</sup>

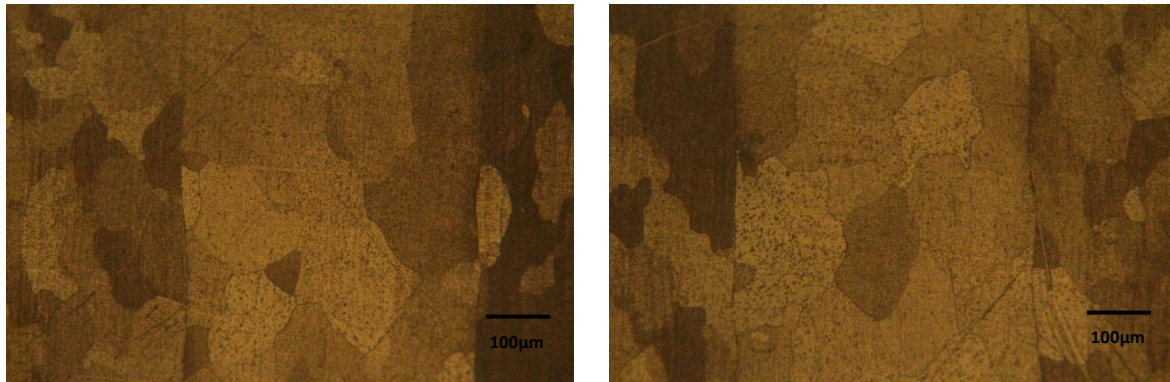
#### Hasil struktur mikro

Setelah dilakukan *polishing* halus dengan pasta intan berukuran 1 mikron, dilanjutkan dengan etsa kimia menggunakan bahan etsa yang mengandung HF, HNO<sub>3</sub>, HCl dan CrO<sub>3</sub> dengan komposisi tertentu terhadap sampel AlMg<sub>2</sub>. Struktur mikro sampel AlMg<sub>2</sub> setelah etsa ditunjukkan pada Gambar 8. Struktur mikro yang dihasilkan terdiri dari fasa alpha dan beta (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) dengan bentuk butir adalah ekuaksial. Proses etsa dengan bahan etsa seperti diatas sudah cukup baik menghasilkan struktur mikro bahan AlMg<sub>2</sub>. Pada sampel pasca iradiasi PEB U-7Mo/Al, pengujian struktur mikro dengan etsa merupakan proses tambahan. Akan tetapi jika diperlukan maka etsa dengan bahan tersebut dapat menggambarkan fenomena irradiasi melalui perubahan butir sebelum dan sesudah iradiasi.



a)





b)

Gambar 8. Struktur butir pelat AlMg<sub>2</sub>. A) perbesaran 50 kali, b) perbesaran 200 kali.

## KESIMPULAN

Preparasi metalografi yang dilakukan di luar dan di dalam *hotcell* mempunyai tingkat kesulitan yang berbeda. Proses pengamplasan menggunakan mesin amplas otomatis yang sama seperti di dalam *hotcell* menghasilkan orientasi jejak gores tidak searah dan berpotensi menghasilkan permukaan tidak rata. Preparasi metalografi harus dilakukan secara tepat dan hati-hati untuk menghasilkan struktur yang benar dan baik. Salah satu tahapan preparasi metalografi yang berpengaruh terhadap kualitas struktur mikro yang dihasilkan adalah proses *grinding* dan *polishing*. Pada tahap *grinding* dan *polishing* dapat menghasilkan cacat seperti deformasi dan kontaminasi dari partikel SiC atau sampel itu sendiri. Permukaan logam hasil *grinding* pada ukuran #2400 dengan variasi waktu dari 3 – 9 menit relatif baik. Jejak goresan pada permukaan sampel dihasilkan cukup seragam, dan goresan amplas sebelumnya relatif hilang meskipun masih ada beberapa jejak goresan cukup dalam yang ditimbulkan oleh ukuran amplas sebelumnya. Begitu juga pada proses *polishing* dengan ukuran pasta intan 3 dan 1 mikron dihasilkan kondisi permukaan sampel relatif bagus baik proses manual maupun otomatis. Kondisi permukaan sampel mengkilap atau “*mirror like*” dan goresan amplas relatif hilang. Pembakuan metode uji metalografi ditentukan berdasarkan analisis gambar kondisi *as-polished* dan hasilnya dituangkan dalam standar operasional prosedur atau SOP.

## DAFTAR PUSTAKA

1. ASTM E-3. (2011). Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens
2. Anonim, <http://www.metallographic.com>, diakses pada tanggal 20 maret 2016.

3. Takuya Sugimoto, Atsushi Endo and Akihiko Goto. Analysis on expert skill of polished surface during metallographic preparation. *Jurnal of Dento Mirai* (2015), vol.1, 2015.
4. Kay Geels. *The true microstructure of materials. Metallographic preparation from sorby to the present*, struers A/S, Copenhagen Denmark.
5. Dawn E. Janney. (2007). *Post-Irradiation Examination of Irradiated Fuel Outside the hotcell*.