

BAB I

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zirkonium dioksida (ZrO_2) atau yang disebut dengan zirkonia adalah bahan keramik maju yang penting karena memiliki kekuatannya yang tinggi dan titik lebur yang sangat tinggi ($2700^\circ C$). Selain itu, bahan zirkonia juga memiliki konduktivitas ion oksigen, konduktivitas termal yang rendah, fleksibilitas yang tinggi, dan ketahanan terhadap korosi (Rivai dan Takahashi, 2010). Zirkonia telah digunakan sebagai pompa oksigen, sensor oksigen, sel bahan bakar (*fuel cell*), lapisan penghalang termal (*thermal barrier coatings*), dan aplikasi suhu tinggi lainnya (Shackelford dan Doremus, 2008). Beragamnya aplikasi zirkonia ini berkaitan dengan sifat-sifat khusus dan kemampuan yang dimilikinya.

Salah satu aplikasi penting zirkonia yang tengah dikembangkan di PTBIN-BATAN adalah sebagai bahan untuk sensor oksigen. Sensor oksigen diperlukan sebagai perangkat yang dapat memantau konsentrasi oksigen pada sistem nuklir berpendingin *lead alloy* seperti pada LFR (*Lead alloy-cooled Fast Reactor*) maupun target spalasi pada ADS (*Accelerator Driven System*). Dengan sifatnya yang tahan korosi dan kuat secara mekanik di dalam cairan logam berat pada temperatur yang relatif tinggi (Gessi, 2009), zirkonia dipilih sebagai bahan pada pembuatan sensor oksigen. Telah diketahui bahwa timbal cair dan timbal-bismut eutektik (*lead-bismuth eutectic/LBE*) adalah kandidat yang baik untuk pendingin

nuklir pada LFR maupun target spalasi pada ADS, tetapi timbal cair dan LBE bersifat korosif untuk baja pada suhu tinggi dan cenderung menyebabkan pembentukan PbO dalam komponen suhu rendah dari sistem (OECD/NEA Handbook, 2007). Pengaturan kadar konsentrasi oksigen di dalam cairan *lead alloy* sangat penting di lakukan pada teras reaktor LFR dan ADS untuk pengendalian korosi dan pencegahan pembentukan oksida timbal. Oleh sebab itu, pengembangan sensor oksigen merupakan salah satu isu utama dalam pengembangan sistem reaktor LFR dan ADS.

Zirkonia murni memiliki struktur yang tidak stabil dalam fungsi temperatur, karena zirkonia murni memiliki tiga macam struktur kristal pada temperatur yang berbeda. Pada temperatur ruang zirkonia memiliki struktur monoklinik. Pada temperatur yang lebih tinggi ($>1000^{\circ}\text{C}$) zirkonia memiliki struktur tetragonal dan kubik. Untuk berbagai aplikasi termasuk sensor oksigen zirkonia digunakan dalam keadaan stabil (*stabilized state*). Hal ini karena zirkonia memiliki ketangguhan mekanik yang dimiliki pada fasa tetragonal atau untuk konduktivitas ionik yang tinggi pada fasa kubik (Shackelford dan Doremus, 2008). Untuk proses stabilisasi zirkonia, biasanya zirkonia ditambahkan dengan oksida lain. Bila zirkonia dicampur dengan bahan oksida lain, maka fasa tetragonal dan fasa kubik zirkonia menjadi stabil pada temperatur ruang.

Sensor oksigen adalah aplikasi yang menggunakan konduktivitas yang sangat tinggi dari zirkonia pada struktur kubik yang distabilkan oleh yttria (Y_2O_3) (Shackelford dan Doremus, 2008). Untuk menstabilkan zirkonia pada struktur kubik diperlukan penambahan 6-8% mol yttria (Ramamoorthy, 2003). Zirkonia

yang telah distabilkan oleh yttria disebut YSZ (*Yttria Stabilized Zirconia*). Penambahan yttria pada zirkonia mengakibatkan pergantian beberapa ion Zr^{4+} dalam kisi zirkonia dengan ion Y^{3+} (Shakthinathan dkk, 2012). Hal ini menghasilkan kekosongan oksigen karena tiga ion O^{2-} dari yttria menggantikan empat ion O^{2-} pada zirkonia. Kondisi ini memungkinkan pergerakan ion-ion O^{2-} pada temperatur yang cukup untuk menghasilkan energi bagi ion-ion tersebut bergerak.

Pengembangan bahan YSZ telah dilakukan dengan berbagai metode sintesis dan dikategorikan dalam metode kimia dan metode fisika (*solid state reaction*). Metode kimia memiliki beberapa kelebihan antara lain zat yang disintesis memiliki homogenitas tinggi. Sedangkan metode *solid state reaction* memiliki kelebihan yaitu relatif sederhana dalam proses sintesis. Metode ini merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis bahan anorganik dengan mengikuti rute yang hampir universal, yakni melibatkan pemanasan berbagai komponen pada temperatur tinggi selama periode yang relatif lama (Ismunandar, 2006). Selain itu, metode ini menghasilkan material yang lebih murni.

Sintesis bahan YSZ dengan metode *solid state reaction* secara konvensional dilakukan melalui pemaduan dengan proses penggerusan menggunakan *agate mortar* dan *pastel* serta *ball mill*. Metode *solid state reaction* dalam sintesis bahan YSZ juga dapat dilakukan melalui proses pemaduan dengan *high energy ball milling* (Tonejc dkk., 1999). Proses penggerusan dan *high energy ball milling* memiliki beberapa kekurangan dalam sintesis bahan YSZ.

Pada proses pemaduan dengan penggerusan, proses penggerusan harus diulang beberapa kali, jika produk hasil sintesis belum terbentuk sempurna. Sedangkan pada proses *high energy ball milling*, kecenderungan terdapatnya pengotor yang diakibatkan dari benturan bola-bola serta benturan bola dengan wadah *milling (vial)*. Oleh karena, itu perlu dilakukan pengembangan proses pemaduan lain dalam sintesis bahan YSZ dengan metode *solid state reaction*.

Proses ultrasonik merupakan proses yang biasa diterapkan untuk mencampur dan menyebarkan campuran serta memperkecil ukuran partikel. Penggunaan proses ultrasonik pada sintesis bahan YSZ telah dilakukan sebelumnya oleh peneliti lain (Indayaningsih dan Nurhayati, 2006). Namun, proses ultrasonik yang dilakukan hanya untuk mengurangi ukuran diameter partikel serbuk YSZ yang telah disintesis sebelumnya. Proses ultrasonik memungkinkan terjadinya reaksi *solid state* (padat-padat) yang diakibatkan adanya temperatur yang sangat tinggi yang dihasilkan pada proses pemaduan akibat adanya proses kavitasi dalam campuran/larutan. Selain itu, potensi adanya pengotor dari proses pemaduan dengan ultrasonik dapat diminimalisasi. Oleh karena itu, proses ultrasonik dapat dikembangkan dan berpotensi dalam sintesis bahan YSZ.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis YSZ dengan metode *solid state reaction* melalui proses pemaduan dengan ultrasonik dan sebagai pembanding terhadap hasil sintesis YSZ, sintesis YSZ juga dilakukan dengan proses pemaduan lainnya yaitu *high energy ball milling* dan penggerusan. Penelitian ini merupakan studi awal untuk pembuatan bahan YSZ melalui proses pemaduan dengan

ultrasonik. Diharapkan dari penelitian ini dapat diperoleh hasil sintesis bahan YSZ yang lebih baik. Sebagai parameter tingkat keberhasilan sintesis, bahan YSZ yang diperoleh dikarakterisasi dari sisi morfologi, struktur mikro, homogenitas komposisi, fasa, maupun konduktivitas ionik.

1.2 Tujuan dan Manfaat Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis bahan YSZ dengan *metode solid state reaction* melalui proses pemaduan dengan ultrasonik. Bahan hasil sintesis dibandingkan dengan hasil sintesis melalui proses pemaduan lainnya yaitu *high energy ball milling* dan penggerusan.

Manfaat dari penelitian ini adalah diperoleh pemahaman dan informasi tentang proses sintesis YSZ melalui proses pemaduan dengan ultrasonik, *high energy ball milling* dan penggerusan. Serta dapat diketahui pengaruh masing-masing proses pemaduan terhadap karakterisasi bahan YSZ hasil sintesis tersebut dengan variasi komposisi dan waktu pemaduan.

1.3 Ruang Lingkup dan Batasan Penelitian

Penelitian sintesis bahan YSZ dilakukan dengan metode *solid state reaction* melalui proses pemaduan dengan ultrasonik, *high energy ball milling*, dan penggerusan dengan memvariasikan komposisi bahan dasar. Variabel komposisi $Y_2O_3:ZrO_2$ yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, 4,5% mol:95,5% mol (4.5YSZ) and 8,0% mol:92% mol (8YSZ) untuk semua metode. Variabel

waktu pemaduan yaitu 10 jam dan 40 jam dilakukan pada metode ultrasonik dan *high energy ball milling* untuk setiap variasi komposisi. Sementara pengulangan penggerusan dilakukan sebanyak 2 kali untuk setiap komposisi pada metode penggerusan. Bahan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM-EDS, dan LCR meter.