

KARAKTERISTIK MIKROSTRUKTUR DAN FASA PADUAN Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr PASCA PERLAKUAN PANAS DAN PENGEROLAN DINGIN

Sungkono, Masrukan

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, 15314
e-mail: sungkhana@gmail.com

(Naskah diterima : 21-04-2015, Naskah direvisi: 06-05-2015, Naskah disetujui: 11-05-2015)

ABSTRAK

KARAKTERISTIK MIKROSTRUKTUR DAN FASA PADUAN Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr PASCA PERLAKUAN PANAS DAN PENGEROLAN DINGIN. Logam paduan Zr-Nb-Fe-Cr dikembangkan sebagai material kelongsong elemen bakar dengan fraksi bakar tinggi untuk reaktor daya maju. Dalam penelitian ini telah dibuat paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr yang mendapat perlakuan panas pada temperatur 650 dan 750°C dengan waktu penahanan 1–2 jam. Tujuan penelitian adalah mendapatkan karakter paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin yaitu mikrostruktur, struktur kristal dan fasa-fasa yang ada dalam paduan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1-2 jam) mempunyai struktur butir ekuiaksial dengan ukuran butir bertambah besar seiring dengan bertambahnya waktu penahanan. Sementara itu, pasca perlakuan panas (750°C, 1-2 jam) terjadi perubahan mikrostruktur paduan dari butir ekuiaksial dan kolumnar menjadi butir ekuiaksial lebih besar. Paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) dan (750°C, 1 jam) tidak dapat dirol dingin dengan reduksi tebal 5 – 10%, sedangkan pasca perlakuan panas (650°C, 2 jam) dan (750°C, 1.5-2 jam) mampu menerima deformasi dingin dengan reduksi ketebalan 5-10% tanpa mengalami keretakan. Senyawa Zr₂Fe, ZrCr₂ dan FeCr teridentifikasi dari hasil uji kristalografi paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

Kata kunci: paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr, perlakuan panas, pengerolan dingin, mikrostruktur, kristalografi.

ABSTRACT

MICROSTRUCTURE AND PHASE CHARACTERISTICS OF Zr-0.3%Nb-0.5%Fe-0.5%Cr ALLOY POST HEAT TREATMENT AND COLD ROLLING. Zr-Nb-Fe-Cr alloys were developed as fuel elements cladding with high burn up for advanced power reactors. In this research has been made of Zr-0.3% Nb-0.5% Fe-0.5% Cr alloy were heat treated with varying temperatures at 650 and 750°C for 1 until 2 hours. The objectives of this research was to obtain the character of Zr-0.3% Nb-0.5% Fe-0.5% Cr alloy post heat treatment and cold rolling, microstructure nomenclature, crystal structure and phases that presents in the alloy. The results of this experiment showed that the microstructures of Zr-0.3% Nb-0.5% Fe-0.5% Cr alloy post heat treatment (650°C, 1-2 hours) had equiaxial grain structure with an enlarged size with increasing of the retention time. Meanwhile, post heat treatment (750°C, 1-2 hours) occurred the microstructures evolution of alloy from equiaxial and columnar became equiaxial and columnar relatively large, and subsequently became the larger equiaxial grains. Zr-0.3% Nb-0.5% Fe-0.5% Cr alloy post heat treatment (650°C, 2 h) and (750°C, 1.5-2 hours) can undergo cold deformation without cracking when thickness reduction between 5

to 10%. The phases formation of Zr_2Fe , $ZrCr_2$ and $FeCr$ compounds can improve the mechanical strength and the corrosion resistance of Zr-0.3% Nb-0.5% Fe-0.5% Cr alloy.

Keywords: Zr-0.3%Nb-0.5%Fe-0.5%Cr alloy, heat treatment, cold rolling, microstructure, phase.

PENDAHULUAN

Salah satu tantangan utama energi nuklir adalah daya saing (*kompetitiveness*) terhadap sumber energi lainnya. Agar lebih kompetitif industri nuklir harus meminimalkan biaya perawatan dan siklus bahan bakar tetapi tetap meningkatkan fitur keselamatan. Salah satu metode yang diterapkan untuk mencapai tujuan tersebut adalah menaikkan fraksi bakar dari bahan bakar nuklir. Dalam kondisi operasi normal dan terantisipasi di reaktor daya, kenaikan fraksi bakar bahan bakar nuklir akan menyebabkan kenaikan temperatur, waktu tinggal, perubahan dimensi, pembentukan hidrida dan tekanan internal elemen bakar nuklir. Kondisi ini dapat meningkatkan laju korosi, menurunkan ketangguhan material kelongsongnya. interaksi pelet-kelongsong (*pellet-cladding interactions*) dan interaksi mekanik pelet dan kelongsong (*pellet-cladding mechanical interactions*) sehingga berpotensi terjadinya kegagalan elemen bakar nuklir^[1]. Hal ini dapat dihindari apabila kelongsong menggunakan material yang mempunyai ketahanan korosi tinggi, kekuatan mekanik tinggi, stabilitas iradiasi cukup tinggi dan tampang lintang serapan neutron termalnya rendah.

Logam paduan zirkonium sampai saat ini sukses digunakan sebagai material kelongsong bahan bakar reaktor daya dengan pendingin air. Logam paduan zirkonium harus ditingkatkan kinerjanya apabila digunakan dalam kondisi fraksi bakar bahan bakar tinggi. Untuk memenuhi tujuan tersebut maka dikembangkan paduan berbasis zirkonium dengan niobium (Nb) sebagai unsur pepadu utama. Hal ini dilakukan guna meningkatkan kekuatan mekanik dan ketahanan korosi paduan zirkonium dalam air dan uap air lewat jenuh.

Selain niobium juga ditambahkan besi (Fe) dan khrom (Cr) untuk menstabilkan ketahanan korosi dalam air pada temperatur tinggi dan meningkatkan kekuatan mekanik paduan zirkonium. Adanya unsur Nb, Fe dan Cr dalam ingot paduan zirkonium tidak mempengaruhi ekonomi neutron termal bahan bakar nuklir karena tampang lintang serapan neutron termalnya sangat rendah

Wang et al. telah meneliti perilaku korosi beberapa paduan Zr-Fe-Cr yang mengandung Fe (0,2–1%) dan Cr (0,1–0,6%) dalam lingkungan uap pada 500°C dan mendapatkan bahwa paduan Zr- 0,1%Fe-0,6%Cr mempunyai ketahanan korosi tinggi karena adanya presipitat $Zr(Fe,Cr)_2$ dalam matriks relatif banyak dibandingkan paduan Zr-Fe-Cr lainnya^[2]. Lim et al. mendapatkan fakta bahwa temperatur rekristalisasi paduan Zr-xNb naik seiring dengan meningkatnya kandungan Nb. Struktur rekristalisasi seragam dengan nilai kekerasan rendah diperoleh apabila paduan Zr yang mengandung 0,4% atau lebih Nb dianil pada temperatur 600-700°C^[3]. Kim et al. mendapatkan fakta ketahanan korosi paduan Zr-Nb yang baik dalam lingkungan air pada 360°C diperoleh pada kandungan 0,2-0,3% berat Nb dan temperatur anil 570°C. Ketahanan korosi paduan Zr-Nb dikendalikan oleh kelarutan Nb dalam fasa α -Zr dan β -Zr yang ditentukan oleh temperatur anil^[4].

Zhinan. et al. telah mengadakan penelitian terhadap perilaku paduan Zr705 pasca pengerolan panas dan pengerolan dingin dalam rentang temperatur 200~850°C. Zhinan mendapatkan bahwa pada temperatur kurang dari 500°C, kekerasan spesimen paduan Zr705 pasca pengerolan panas lebih rendah dibandingkan kekerasan spesimen pasca pengerolan dingin. Transformasi fasa β ke fase ω dalam mikrostruktur paduan Zr705 pasca pengerolan panas lebih rendah

dibandingkan spesimen pengerolan dingin. Proses rekristalisasi sempurna paduan Zr705 terjadi pada 700°C^[5]. Oh et al. mendapatkan bahwa selama perlakuan panas fraksi butir terekristalisasi pada paduan Zr-Nb berkurang dengan meningkatnya kadar Nb. Paduan Zr- Nb pasca pengerolan dingin memiliki hidrida yang terpresipitasi di dalam butir sepanjang arah pengerolan. Presipitat β -Nb yang memiliki kelarutan tinggi hidrogen, menghambat terhadap pengendapan hidrida, sehingga meningkatkan ketahanan paduan Zr-Nb terhadap penggetasan hidrida^[6].

Berdasarkan uraian tersebut di atas diketahui bahwa mikrostruktur dan fasa-fasa yang ada mempengaruhi perilaku korosi dan mekanik paduan Zr-Nb. Untuk maksud tersebut maka pada penelitian ini akan dilakukan pengamatan mikrostruktur dan fasa-fasa yang ada dalam ingot paduan Zr- Nb- Fe- Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin. Proses perlakuan panas dan pengerolan dingin merupakan salah satu tahapan dalam proses fabrikasi bahan struktur elemen bakar nuklir. Proses perlakuan panas tersebut dilakukan untuk mendapatkan mikrostruktur ingot paduan Zr- Nb- Fe-Cr yang bersifat lunak sehingga memudahkan proses pengerjaan paduan berikutnya. Pengerolan dingin dimaksudkan untuk mendapatkan mikrostruktur paduan Zr- Nb-Fe-Cr yang lebih kuat dan penyelesaian permukaan lebih baik.

Penelitian ini mempunyai tujuan untuk mendapatkan karakter ingot paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr setelah proses perlakuan panas dan pengerolan dingin yaitu mikrostruktur, struktur kristal dan fasa-fasa yang ada dalam paduan. Hipotesa yang diajukan adalah perlakuan panas dan deformasi dingin diduga dapat mengubah bentuk mikrostruktur dari butir ekuiaksial ke bentuk pipih terdeformasi sehingga dapat meningkatkan kekuatan mekanik paduan Zr- Nb-Fe-Cr.

METODOLOGI

Bahan baku yang digunakan dalam pembuatan ingot paduan Zr-Nb-Fe-Cr adalah *sponge* zirkonium, serbuk niobium, serbuk besi dan serbuk khrom. Bahan lain yang digunakan adalah resin *acryfic* dan pengeras, kertas ampelas, kain poles, pasta intan, larutan etsa, dan alkohol untuk preparasi metalografi sampel paduan Zr-Nb-Fe-Cr.

Peralatan yang digunakan untuk pembuatan ingot paduan Zr-Nb-Fe-Cr adalah mesin pres dan tungku peleburan. Peralatan lain yang digunakan adalah tungku pemanas untuk perlakuan panas, mesin potong, mesin gerinda dan poles untuk preparasi metalografi, mesin rol untuk mereduksi ketebalan sampel paduan Zr-Nb-Fe-Cr. Selain itu, mikroskop optik digunakan untuk pengamatan mikrostruktur dan difraktometer sinar-X untuk uji kristalografi paduan Zr-Nb-Fe-Cr.

Sejumlah ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr dibuat dengan cara melebur kompak *sponge* Zr, serbuk Nb, Fe dan Cr dalam tungku peleburan vakum. Ingot Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr mengalami *remelting* sebanyak 5 kali dengan maksud agar paduan lebih homogen. Salah satu tahapan untuk meningkatkan ketangguhan paduan dapat dilakukan dengan cara perlakuan panas terhadap ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr. Proses perlakuan panas ini mempunyai tujuan untuk mendapatkan mikrostruktur berupa butir ekuiaksial yang seragam, sehingga paduan lebih lunak dan memudahkan proses pengerjaan paduan berikutnya.

Paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr mendapat perlakuan panas pada temperatur 650°C dan 750°C dengan waktu penahanan masing-masing 1; 1,5; dan 2 jam, serta pendinginan lambat di dalam tungku. Proses perlakuan panas ingot dilakukan di dalam tungku pemanas dalam lingkungan gas Argon. Selanjutnya, sejumlah sampel Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas dirol dingin pada temperatur

kamar. Pengerolan sampel dilakukan secara bertahap hingga diperoleh reduksi ketebalan (r) yaitu 5, dan 10%.

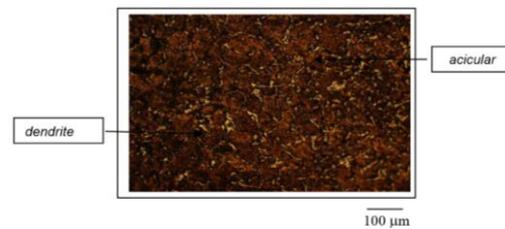
Preparasi metalografi terhadap sampel ingot leburan, pasca perlakuan panas, serta pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin dilakukan melalui 5 (lima) tahapan yaitu proses pemotongan untuk mendapatkan sampel metalografi, pembersihan, penggerindaan, pemolesan, dan pengetsaan^[7]. Penggerindaan sampel menggunakan mesin gerinda dengan kertas ampelas grit 320 sampai dengan 2.000 *mesh*. Sementara itu, pemolesan sampel menggunakan mesin poles dengan bahan poles yaitu pasta intan *grit* 0,1 μm . Selanjutnya sampel pasca poles dietsa dengan metoda usap. Larutan etsa yang digunakan adalah campuran 15 ml HNO_3 , 30 mL HF, 30 mL HCl, dan 25 mL aquades.

Pengamatan mikrostruktur terhadap sampel paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengetsaan dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik. Sementara itu untuk mengetahui fasa-fasa yang ada dalam paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin digunakan peralatan *X-ray diffractometer* (XRD)

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Mikrostruktur

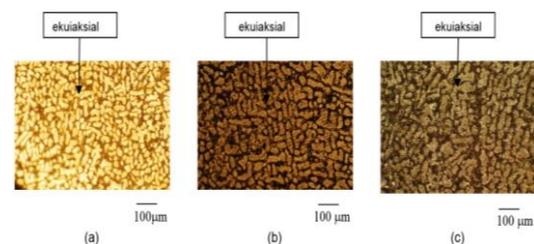
Produk pertama dari proses peleburan kompak campuran Zr, Nb, Fe dan Cr menggunakan tungku peleburan vakum adalah ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr. Mikrostruktur ingot paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr mempunyai butir dengan bentuk *dendrite* dan *acicular* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr

Oleh karena mikrostruktur ingot paduan mempunyai 2 (dua) bentuk butir berbeda ditambah dengan adanya efek segregasi dan *stacking fault* yang terjadi selama proses presipitasi paduan, maka akan meningkatkan konsentrasi dislokasi dan tegangan sisa dalam paduan.

Hal ini menyebabkan ingot paduan mempunyai sifat keras dan getas. Perilaku paduan demikian tidak diinginkan dalam proses fabrikasi karena benda kerja mudah patah sehingga menyulitkan dalam proses pengerjaannya. Untuk mengatasi hal tersebut, maka paduan mendapat perlakuan panas pada temperatur dan waktu yang sesuai agar paduan lebih lunak sehingga memudahkan pengerjaannya. Dalam penelitian ini, ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr dipanaskan pada temperatur 650 dan 750°C dengan waktu penahanan masing-masing 1 – 2 jam.



Gambar 2. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada temperatur 650°C
(a) waktu penahanan 1 jam,
(b) waktu penahanan 1,5 jam;
(c) waktu penahanan 2 jam.

Gambar 2 memperlihatkan visual mikrostruktur yang diambil dengan mikroskop optik pada tiga perlakuan yang berbeda pada ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas pada temperatur

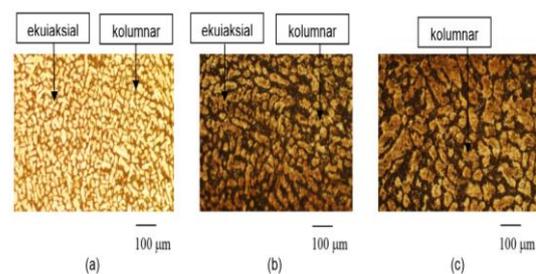
650°C yang mana terlihat adanya perubahan struktur butir dari *dendrite* dan *acicular* (Gambar 1) menjadi butir ekuiaksial relatif kecil (Gambar 2a). Perubahan bentuk struktur butir tersebut memberikan dampak pada penurunan kekerasan paduan namun ukuran butir ekuiaksial yang kecil membuat paduan masih mempunyai kekerasan tinggi. Kondisi ini belum menguntungkan dalam proses pengerolan paduan karena dibutuhkan gaya pembentukan tinggi dan kemungkinan dapat retak pada deformasi besar. Untuk mengatasi masalah tersebut maka paduan Zr-0,3% Nb-0,5% Fe-0,5% Cr harus mempunyai struktur butir ekuiaksial dengan ukuran relatif besar dan homogen supaya paduan mempunyai sifat lunak sehingga gaya pembentukannya rendah dan deformasi yang diterapkan relatif besar.

Selanjutnya, ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr dilakukan pemanasan pada temperatur tetap (650°C) dengan waktu penahanan 1,5 jam (Gambar 2b) dan waktu penahanan 2 jam (Gambar 2c). Gambar 2b memperlihatkan gambar mikrostruktur paduan dengan struktur butir ekuiaksial dengan ukuran relatif lebih besar dibandingkan ukuran butir ekuiaksial dari Gambar 2a. Struktur butir ekuiaksial dari mikrostruktur (Gambar 2c) mempunyai ukuran lebih besar dibandingkan butir ekuiaksial pada Gambar 2a dan 2b.

Gambar mikrostruktur paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas 650°C dengan waktu penahanan 1- 2 jam mempunyai bentuk butir yang sama yaitu ekuiaksial dengan ukuran butir bertambah besar seiring dengan bertambahnya waktu penahanan. Hal ini disebabkan karena ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pada temperatur 650°C mempunyai gaya dorong rendah sehingga kemungkinan terjadinya proses pengintian dan pertumbuhan butir relatif setimbang. Kondisi tersebut memungkinkan atom-atom mampu menata diri dan butir ekuiaksial kecil bergabung satu sama lain dan membentuk butir baru

ekuiaksial dengan ukuran lebih besar dan tidakseragam. Proses pertumbuhan butir ekuiaksial pada perlakuan panas pada 650°C dengan waktu penahanan 1 – 2 jam belum sempurna. Untuk mengatasi permasalahan tersebut perlu penanganan pada ingot paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dengan cara dipanaskan pada temperatur lebih tinggi yaitu 750°C dengan waktu penahanan sama.

Hal ini disebabkan ingot paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pada temperatur 650°C mempunyai gaya dorong rendah sehingga kemungkinan terjadinya proses pengintian dan pertumbuhan butir relatif setimbang. Kondisi tersebut memungkinkan atom-atom mampu menata diri dan butir ekuiaksial kecil bergabung satu sama lain dan membentuk butir baru ekuiaksial dengan ukuran lebih besar dan tidakseragam. Proses pertumbuhan butir ekuiaksial pada perlakuan panas pada 650°C dengan waktu penahanan 1 – 2 jam belum sempurna. Untuk mengatasi permasalahan tersebut perlu penanganan pada ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr dengan cara dipanaskan pada temperatur lebih tinggi yaitu 750°C dengan waktu penahanan sama.



Gambar 3. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada temperatur 750°C.

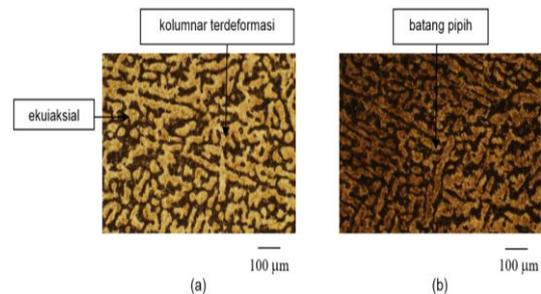
- (a) waktu penahanan 1 jam,
- (b) waktu penahanan 1,5 jam;
- (c) waktu penahanan 2 jam.

Gambar 3 memperlihatkan mikrograf paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada temperatur 750°C. Pada Gambar 3 terlihat mikrostruktur paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dengan struktur

butir campuran kolumnar dan ekuiaksial (Gambar 3a), butir kolumnar dan ekuiaksial mengalami pertumbuhan sehingga ukuran butirnya lebih besar (Gambar 3b), kemudian mengarah ke bentuk butir ekuiaksial dengan ukuran relatif besar (Gambar 3c). Kondisi ini menunjukkan bahwa perlakuan panas pada 750°C dengan waktu penahanan 1 – 2 jam terjadi perubahan struktur butir baik bentuk maupun ukuran butir dalam mikrostruktur paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Hal ini disebabkan gaya dorong pada temperatur 750°C lebih tinggi dibandingkan dengan 650°C, sehingga kemungkinan terjadinya proses pengintian lebih rendah dibandingkan proses pertumbuhan butir^[8]. Kondisi tersebut memberikan dampak pada penggabungan butir-butir ekuiaksial kecil menjadi butir kolumnar. Di lain pihak, butir-butir ekuiaksial kecil lainnya bergabung satu sama lain membentuk butir ekuiaksial baru dengan ukuran relatif besar. Dengan demikian mikrostruktur pada ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas 750°C mempunyai struktur campuran yaitu butir ekuiaksial dan kolumnar (Gambar 3a). Sementara itu, dengan bertambahnya waktu penahanan pada 750°C maka terjadi penggabungan butir kolumnar menjadi butir kolumnar lebih besar serta penggabungan butir ekuiaksial menjadi butir ekuiaksial dengan ukuran lebih besar (Gambar 3b). Selanjutnya dengan semakin lamanya waktu penahanan maka terjadi pertumbuhan dan penggabungan butir kolumnar dan ekuiaksial yang mengarah ke bentuk butir ekuiaksial baru dengan ukuran relatif besar (Gambar 3c)^[7]. Ingot paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 1-2 jam) menjadi lebih lunak sehingga memungkinkan terjadinya proses deformasi cukup besar.

Paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas bersifat lunak sehingga perlu ditingkatkan kekuatan mekanik dan penyelesaian permukaannya menjadi lebih baik dengan carapengerolan

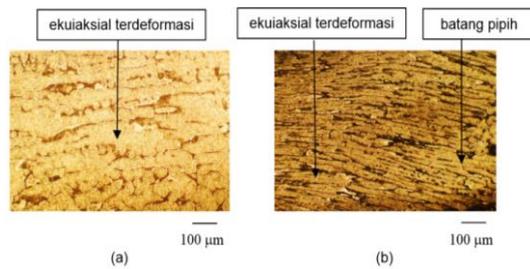
dingin. Dalam penelitian ini, paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas dirol pada temperatur kamar dengan reduksi ketebalan 5 dan 10%.



Gambar 4. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) dan pengerolan dingin.

(a) $r = 5\%$; (b) $r = 10\%$

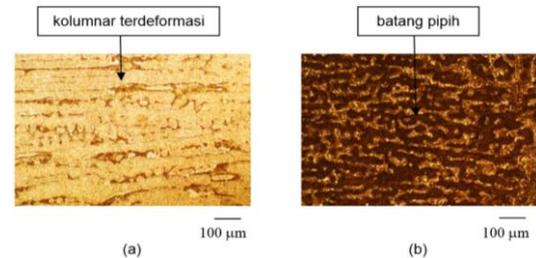
Gambar 4 memperlihatkan pengaruh deformasi akibat pengerolan dingin terhadap mikrostruktur dari ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam). Ingot paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas tersebut mempunyai mikrostruktur berupa butir ekuiaksial kecil sehingga mempunyai kekerasan tinggi dan bersifat getas. Pada proses pengerolan dingin, paduan mendapat tekanan yang besar dari dua buah rol kerja dengan reduksi tebal 5%. Tekanan tersebut tidak mampu ditahan oleh gaya ikat antar atom paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) yang keras dan getas, sehingga permukaan sampel retak^[9]. Sampel yang retak tersebut apabila dilihat mikrostrukturnya berupa campuran butir ekuiaksial dan kolumnar yang terdeformasi (Gambar 4a), untuk reduksi 10% mikrostrukturnya berupa batang pipih (Gambar 4b). Dengan demikian diketahui bahwa paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) tidak memenuhi syarat untuk menerima perlakuan mekanik berupa pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5 – 10%.



Gambar 5. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1,5 jam) dan pengerolan dingin. (a) $r = 5\%$; (b) $r = 10\%$

Gambar 5 memperlihatkan pengaruh deformasi akibat pengerolan dingin terhadap mikrostruktur dari ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C; 1,5 jam). Pada reduksitebal 5%, terjadi perubahan struktur butir dalam mikrostruktur paduan menjadi butir ekuiaksial terdeformasi dengan ukuran tidak seragam (Gambar 5a). Sementara itu, pada reduksi ketebalan 10%, mikrostruktur paduan mempunyai struktur butir campuran yaitu butir ekuiaksial terdeformasi dan batang pipih (Gambar 5b). Perubahan bentuk butir tersebut disebabkan adanya tegangan tekan dari dua buah rol kerja yang mendapatkan perlawanan berupa gaya ikat antar atom dari paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Apabila gaya ikat antar atom mampu menahan tekanan rol maka hanya terjadi perubahan bentuk butir dari ekuiaksial ke batang pipih. Semakin besar deformasi yang diterapkan pada paduan maka semakin besar pula tekanan yang harus diterima atom-atom dari paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Kondisi tersebut ditambah dengan adanya dua struktur butir yang berbeda dalam paduan mengakibatkan terjadinya efek pengerasan regangan (*strain hardening*) sehingga semakin besar deformasi yang diterapkan maka pengerasan regangan semakin tinggi dan paduan semakin keras dan getas. Hal ini mengakibatkan keadaan dari paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C; 1,5 jam) dan pengerolan dingin ($r = 5 - 10\%$) tidak mampu

menahan beban tekan rol sehingga sampel paduan retak^[9].

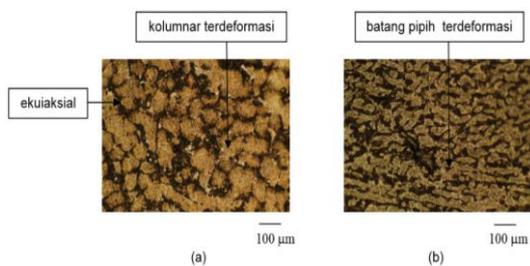


Gambar 6. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 2 jam) dan pengerolan dingin. (a) $r = 5\%$; (b) $r = 10\%$

Gambar 6 memperlihatkan pengaruh deformasi akibat pengerolan dingin terhadap mikrostruktur ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 2 jam). Pada reduksi 5%, mikrostruktur paduan berupa butir kolumnar terdeformasi dengan ukuran butir relatif besar (Gambar 6a), kemudian berubah bentuk menjadi batang pipih pada reduksitebal 10% (Gambar 6b). Perubahan bentuk dan ukuran butir dalam mikrostruktur paduan disebabkan oleh tegangan tekan dari dua buah rol kerja. Semakin besar deformasi yang diterapkan pada paduan maka semakin besar pula tegangan tekan yang harus diterima atom-atom dari paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr. Oleh karena gaya ikat antar atom paduan pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin mampu menahan tegangan tekan yang diterimanya maka paduan hanya berubah bentuk dan ukuran butirnya tanpa mengalami keretakan^[10]. Dengan demikian paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 2 jam) mampu menerima deformasi dengan reduksi ketebalan 5-10% tanpa mengalami keretakan.

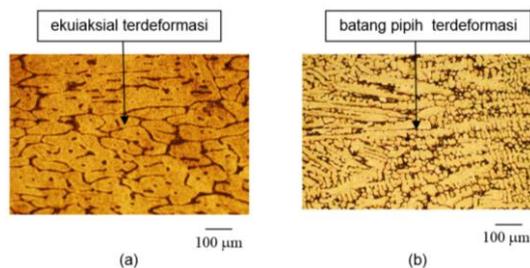
Gambar 7 memperlihatkan mikrostruktur yang terjadi pada ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 1 jam) yang telah mengalami pengerolan dingin dengan

reduksi 5 dan 10%. Mikrostruktur paduan berupa campuran butir ekuiaksial dan kolumnar yang terdeformasi pada reduksi 5% (Gambar 7a), sedangkan untuk reduksi 10% mikrostrukturnya berupa batang pipih terdeformasi (Gambar 7b). Dengan demikian diketahui bahwa ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 1 jam) tidak memenuhi syarat untuk menerima perlakuan mekanik berupa pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5 – 10%.



Gambar 7. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 1 jam) dan pengerolan dingin. (a) r = 5% ; (b) r = 10%

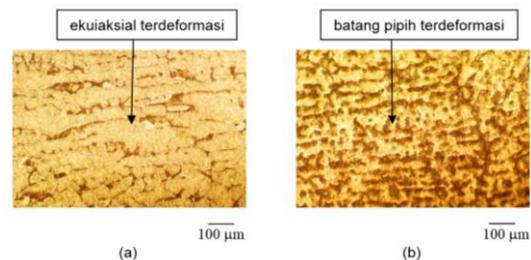
Gambar 8 memperlihatkan mikrostruktur pada ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C; 1,5 jam) dan pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5 dan 10%. Pada reduksi 5%, mikrostruktur paduan berupa butir ekuiaksial terdeformasi (Gambar 8a) sedangkan reduksi 10% berupa batang pipih terdeformasi (Gambar 8b).



Gambar 8. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pascaperlakuan panas (750°C, 1,5 jam) dan pengerolan dingin. (a) r = 5% ; (b) r = 10%

Gambar 9 memperlihatkan mikrostruktur yang terdapat pada ingot

paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 2 jam) dan pengerolan dingin dengan reduksi tebal 5 dan 10%. Mikrostruktur paduan pasca reduksi 5% berupa butir ekuiaksial terdeformasi (Gambar 9 a), pasca reduksi 10% berupa batang pipih terdeformasi (Gambar 9 b).



Gambar 9. Mikrograf ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 2 jam) dan pengerolan dingin. (a) r = 5% ; (b) r = 10%

Adanya perubahan bentuk butir dalam ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr yang terjadi pasca pengerolan dingin (Gambar 8 dan 9) disebabkan oleh tekanan dua buah rol kerja terhadap paduan yang relatif lunak. Hal ini ditandai bentuk ekuiaksial terdeformasi pasca pengerolan dingin dengan reduksi tebal 5%. Selanjutnya berbentuk batang pipih (Gambar 8b) dan batang pipih terdeformasi (Gambar 9b) pasca pengerolan dingin dengan reduksi 10%. Kondisi tersebut menyebabkan ingot paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas 750°C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam mampu menerima deformasi 5– 10% tanpa mengalami keretakan.

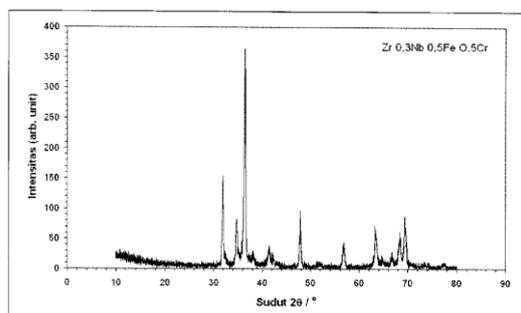
Deformasi dingin yang diterapkan pada paduan mengakibatkan terjadinya interaksi antara satu dislokasi dengan dislokasi lainnya, dan selanjutnya dislokasi tersebut bergerak dalam bidang luncurnya menuju permukaan paduan. Selama perjalanannya, gerakan dislokasi dihambat oleh suatu penghalang berupa atom asing atau presipitat dalam kisi kristal. Hal ini akan mengakibatkan terjadinya penumpukan dislokasi di penghalang sehingga

menghasilkan tegangan balik yang melawan tegangan pada bidang slip. Selain itu juga terjadi dislokasi yang bergerak memotong di bidang slip aktif. Hal ini akan menghasilkan simpangan yang membatasi gerak dislokasi sehingga memperbesar pengerasan regang (*strain hardening*)^[11]. Semakin besar deformasi plastis yang diterapkan maka efek pengerasan regangan semakin besar pula sehingga mengakibatkan ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr semakin keras dan getas.

Berdasarkan Gambar 4 sampai dengan Gambar 9 diketahui bahwa perlakuan panas dan deformasi dingin dapat mengubah bentuk mikrostruktur paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dari butir ekuiaxial ke bentuk pipih terdeformasi sehingga mampu meningkatkan kekuatan paduan tanpa mengalami keretakan.

b. Karakterisasi fasa

Paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 2 jam) dan pengerolan dingin ($r = 10\%$) dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal dan fasa-fasa yang ada dalam paduan. Gambar 10 menunjukkan spektrum logam, unsur padu dan senyawa-senyawa yang terbentuk.



Gambar 10. Difraktogram sinar-X paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 2 jam) dan pengerolan dingin ($r = 10\%$)

Sementara itu, identifikasi puncak spektrum difraksi sinar X dari ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr diperlihatkan pada Tabel 1, sedangkan Tabel 2

menunjukkan identifikasi fasa-fasa yang terdapat di dalam ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin.

Tabel 1. Identifikasi puncak spektrum paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 2 jam) dan pengerolan dingin ($r = 10\%$).

No.	Pos. (2 θ)	FWHM (2 θ)	Area (cts ² 2 θ)	Backgr (cts)	d-spacing (Å)	Height (cts)	Rel. Int. (%)
1	31.9187	0.1968	27.7	3	2.60386	142.7	51.07
2	34.8395	0.3542	23.44	3	2.5752	67.07	24
3	36.5442	0.0984	27.12	3	2.45889	279.42	100
4	38.1781	0.3149	6.62	3	2.35734	21.32	7.63
5	41.4346	0.3936	10.8	2	2.17928	27.81	9.95
6	42.4031	0.3149	3.96	2	2.13172	12.76	4.57
7	47.8661	0.3542	25.25	1	1.90041	72.27	25.86
8	52.0763	0.9446	3.91	2	1.75624	4.2	1.5
9	56.8399	0.4723	15.76	3	1.61985	33.83	12.11
10	63.3411	0.3542	20.2	3	1.46836	57.82	20.69
11	64.7819	0.4723	5.4	3	1.43914	11.58	4.15
12	66.8164	0.4723	7.65	3	1.40018	16.42	5.88
13	68.4657	0.551	23	3	1.37041	42.31	15.14
14	69.3977	0.1574	12.17	3	1.35427	78.35	28.04
15	77.5866	0.672	4	3	1.2295	4.46	1.6

Tabel 2. Identifikasi fasa dalam paduan Zr- 0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750°C, 2 jam) dan pengerolan dingin ($r = 10\%$).

2 theta	d-spacing (Å)	Intensitas	Match
31,97	2,799481	27,7	Zr, Zr ₂ Fe
34,84	2,575200	23,4	Zr, Zr ₂ Fe
36,54	2,458893	27,1	Zr
38,18	2,357337	6,6	Zr ₂ Fe
41,43	2,179282	10,8	ZrCr ₂
4,4	2,131723	4,0	FeCr, ZrCr ₂
47,87	1,900409	25,2	Zr
52,08	1,756243	3,9	FeCr
63,34	1,468356	20,2	ZrCr ₂
64,78	1,439138	5,4	Zr ₂ Fe
66,82	1,400176	7,7	Zr, Zr ₂ Fe
68,47	1,370415	23,0	Zr
69,4	1,354272	12,2	Zr
77,59	1,230521	4,0	Zr

Berdasarkan Tabel 1 dan Tabel 2 diketahui fasa-fasa yang terdapat dalam ingot paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pascaperlakuan panas dan pengerolan dingin adalah Zr, Fe Cr, Zr₂Fe dan ZrCr₂. Zirkonium dari basis data PDF2 dengan kartu 00-005-0665 mempunyai struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi $a=3,232$ Å, $b = 3,232$ Å dan $c=5,147$ Å. Struktur kristal Fe Cr dari basis data PDF2 dengan kartu 00- 005-0708 adalah tetragonal dengan

parameter kisi $a=8,7995 \text{ \AA}$, dan $c=4,5442 \text{ \AA}$. Struktur kristal Zr_2Fe dari basis data PDF2 dengan kartu 00-019-0645 adalah tetragonal dengan parameter kisi $a=6,457 \text{ \AA}$ dan $c=5,542 \text{ \AA}$. Struktur kristal $ZrCr_2$ dari basis data PDF2 dengan kartu 00-006-0613 adalah heksagonal dengan parameter kisi $a=5,089 \text{ \AA}$, $b = 5,089 \text{ \AA}$ dan $c=8,279 \text{ \AA}$. Unsur pepadu utama yaitu Nb larut padat dalam β -Zr.

Adanya senyawa Zr_2Fe dan $ZrCr_2$ dapat meningkatkan kekuatan mekanik paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Selain itu, senyawa FeCr dapat meningkatkan ketahanan korosi pada ingot paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr. Dengan demikian membuktikan bahwa penambahan Fe dan Cr sebagai unsur pepadu dapat meningkatkan kekuatan mekanik dan ketahanan korosi paduan Zr-Nb^[2,10]

SIMPULAN

Pemeriksaan mikrostruktur paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1-2 jam) mempunyai struktur butir ekuiaksial dengan ukuran butir bertambah besar seiring dengan bertambahnya durasi waktu pemanasan. Mikrostruktur yang terjadi pada paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5%Cr pasca perlakuan panas 750°C mempunyai struktur butir ekuiaksial dan kolumnar ($t = 1 \text{ jam}$), butir kolumnar dan butir ekuiaksial relatif besar ($t = 1,5 \text{ jam}$) dan mengarah ke butir ekuiaksial relatif besar ($t = 2 \text{ jam}$).

Paduan Zr- 0,3%Nb- 0,5%Fe- 0,5% Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) dan (750°C, 1 jam) tidak dapat dirol dingin dengan reduksi ketebalan 5 – 10%. Paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 2 jam) dan (750°C, 1,5-2 jam) mampu menerima deformasi dingin dengan reduksi ketebalan 5-10% tanpa mengalami keretakan.

Senyawa Zr_2Fe , $ZrCr_2$ dan FeCr teridentifikasi dari hasil uji kristalografi pada paduan Zr-0,3%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Isfandi, A.Md dan Yatno Dwi Agus Santosa (PTBBN) yang telah membantu dalam pembuatan ingot dan pengamatan mikrostruktur paduan Zr-Nb-Fe-Cr.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Rudling, P., R. Adamson, B. Cox, F. Garzarolli and A. Strasser, (2008), *High Burnup Fuel Issues, Nuclear Engineering and Technology*, Vol.40, 1, Hal. 1-8.
- [2] Wang, J., H. Fan, J. Xiong, H. Liu, Z. Miao, S. Ying and G. Yang, (2011). *Effects of Fe and Cr on Corrosion Behaviour of ZrFeCr Alloys in 500°C Steam*, J. Nuclear and Engineering Design, 241, Hal. 471-475.
- [3] Lim, Y.S. H.G. Kim and Y.H. Jeong, (2008). *Recrystallization Behavior of Zr-xNb Alloys*, Materials Transaction, 49 (7), Hal. 1702-1705.
- [4] Kim, T.K., P.S. Choi, S.K. Yang, C.T. Lee and D.S. Shon, (2008). *Correlation Between The Tensile Strength and Corrosion Behavior of Heat Treated Zr-1.0 Nb Alloy*, Nuclear Engineering and Technology, 40 (6), Hal. 505-510.
- [5] Zhinan, Y., L. Fengchao, Y. Zhigang, Z. Fucheng, (2013), *Effect of Annealing on Microstructure and Hardness of Hot and Cold Rolled Zr705*, Rare Metal Materials and Engineering Volume 42, 2, Hal. 254 – 258.
- [6] Oh, S., C.i Jang, J. H. Kim, Y. H. Jeong, (2010), *Effect of Nb on Hydride Embrittlement of Zr-xNb Alloys*, J. Material Science and Engineering, Vol. 527, Hal. 1306-1313.
- [7] Straumal, B. B., A. S. Gornakova, Y. O. Kucheev, B. Baretzky and A. N. Nekrazov, (2012), *Grain Boundary Wetting by a Second Solid Phase in the Zr-Nb Alloys*, JMEPEG, 21, Hal. 721-724.

-
- [8] Kalpakjian, S, (2006), *Manufacturing Engineering and Technology*, Addition Wesley Publ. Co, Massachussets, USA.
- [9] Choi, M. Y., C. Y. Lee, Y. Kim, Y. K. Mok, S. J. Lee, J..M. Suh, (2013), *Effects of Final Annealing on the Corrosion Behavior and Hardness of Zr-Nb-Fe-P Alloy*, Transactions of the Korean Nuclear Society.
- [10] Kim, H. G., S. Y. Park, M. H. Lee, Y. H. Jeong, S. D. Kim, (2008), *Corrosion and Microstructural Characteristics of Zr-Nb Alloys with Different Nb Contents*, J. of Nuclear Materials 373, Hal. 429-432.
- [11] Min Ma, M. Li, Y. Tan, H. Yuan and W. Liu, (2014). *Microstructure and Texture Evolution in Commercial-Purity Zr 702 During Cold Rolling and Annealing*, J. of Minerals, Metallurgy and Materials, 21 (8), Hal. 75-79.

