

## KARAKTERISASI UKURAN KRISTALIT, REGANGAN MIKRO DAN KEKUATAN LULUH Zr1%Sn1%Nb1%Fe DENGAN DIFRAKSI SINAR-X

Sugondo dan Futichah

Pusat Pengembangan Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang(P2TBDU) - BATAN  
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

### ABSTRAK

**KARAKTERISASI UKURAN KRISTALIT, REGANGAN MIKRO DAN KEKUATAN LULUH Zr1%Sn1%Nb1%Fe DENGAN DIFRAKSI SINAR-X.** Telah dilakukan karakterisasi ukuran kristalit, regangan mikro dan kekuatan luluh paduan Zr-1%Sn-1%Nb-1%Fe dengan metode difraksi sinar-X. Sintesis paduan menggunakan teknik peleburan. Sampel dipanaskan pada suhu 1100 °C selama 2 jam dan dicelup cepat dalam air. Sampel dibersihkan dan dipanaskan pada suhu 500 °C, 600 °C, 700 °C, dan 750 °C selama 2 jam. Dilakukan identifikasi kristal dengan difraksi sinar-X. Berdasarkan jumlah puncak difraktogram maka *aniling* pada suhu 500 °C dan 700 °C baik untuk presipitasi atau randomisasi kristalit, sedangkan *aniling* pada suhu 600 °C dan 750 °C baik untuk pertumbuhan butir dan yang lebih spesifik *aniling* pada suhu 750 °C baik untuk reorientasi. Regangan mikro paling kecil dari hasil *aniling* 750 °C sebesar 2.38%, dan paling besar dari hasil *aniling* 700 °C sebesar 34,88%. Ukuran kristalit paling kecil dari hasil *aniling* 500 °C dan 700 °C sebesar 11,18Å, dan yang paling besar dari hasil *aniling* 750 °C sebesar 70,71 Å. Densitas dislokasi paling kecil dari hasil *aniling* 750 °C sebesar  $6,0 \times 10^{14}$  m/m<sup>3</sup> dan yang paling besar dari hasil *aniling* 500 °C dan 700 °C sebesar  $2,4 \times 10^{16}$  m/m<sup>3</sup>. Kekuatan luluh paling kecil dari hasil *aniling* pada 750 °C sebesar 396,11 MPa dan paling besar dari hasil *aniling* 500 °C dan 700 °C sebesar 1043,40 MPa.

**Kata kunci :** Ukuran kristalit, regangan mikro, kekuatan luluh, XRD

### ABSTRACT

**CHARACTERIZATION OF CRYSTALLITE SIZE, MICROSTRAIN, AND YIELD STRENGTH OF Zr1%Sn1%Nb1%Fe USING X-RAY DIFFRACTION.** It had been conducted characterizaion of crystallite size, microstrain, and yield strength of Zr1%Sn1%Nb1%Fe using x-ray diffraction. The alloy was prepared by mean of the arc melting furnace. The samples were heated at 1100 °C for 2 hours and then were quenched in cold water. Futhermore the samples were cleaned and annealed at 500 °C, 600 °C, 700 °C, and 750 °C for 2 hours, this heating is called annealing. After that the samples were exposed by x-ray diffraction to identify the crystallites. Based on the resulted peaks, the annealing at 500 °C and 700 °C are good for the precipitation or randomization of the crystallite, meanwhile the annealing at 600 °C and 750 °C are good for the grain growth and the more spesific was the annealing at 750 °C is good for the reorientation. The smallest microstrain was belong to the sample annealed at 750 °C that was 2,38%, and the biggest was belong to the sample annealed at 700 °C that was 34.88%. The smallest crystallite size was belong to the sample annealed at 500 °C and 700 °C that was 11.8Å, and the biggest was belong to the sample annealed at 750 °C that was 70.71Å. The smallest dislocation density was belong to the sample annealed at 750 °C that was  $6.0 \times 10^{14}$  m/m<sup>3</sup>, and the biggest was belong to the sample annealed at 500 °C and 700 °C that was  $6.0 \times 10^{14}$  m/m<sup>3</sup>. The lowets yield strenth was belong to the sample annealed at 750 °C that was 396.11 MPa, and the biggest was belong to the sample annealed at 500 °C and 700 °C that was 1043.40 MPa.

**Key words :** Crystallite size, microstrain, yield strength, XRD

### PENDAHULUAN

Pengembangan reaktor daya sampai saat ini masih terus berlangsung. Peningkatan ini dimaksudkan untuk efisiensi daya, pengurangan limbah dan pengurangan biaya operasional daur bahan bakar. Efisiensi daya lebih mudah dicapai jika suhu operasi teras dinaikkan menjadi antara 400-600 °C. Suhu operasi ini memerlukan pengembangan bahan kelongsong baru. Ozhennite,

Zr-0,24Sn-0,1Nb-0,1Fe, tahan korosi sampai pada suhu 450 °C dalam reaktor pada kondisi uap dan air [1]. Paduan selanjutnya Zirlo, Zr-1Sn-12Nb-0,16Fe tahan terhadap suhu operasi 500 °C [2]. Konsep paduan zirkonium terbaru yang disebut *Extra Low Sn* (ELS) yang tahan terhadap derajat bakar sebesar 60 GWd/h yang disebut dengan reaktor generasi kedua [3]. Telah disintesis paduan

Zr-1Sn-1Nb-(0,5-1,5)Fe dan dilakukan karakterisasi mikrostruktur, kekerasan, korosi terhadap perlakuan panas dan deformasi [4]. Sifat termal kristal tunggal zircaloy-2 adalah anisotropis, terutama pada parameter kisi  $\langle c \rangle$  dan  $\langle a \rangle$  dan koefisien termalnya sebesar  $11,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  untuk arah  $\langle c \rangle$  dan  $5,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  untuk arah  $\langle a \rangle$  [5]. Tegangan kristal tunggal mengakibatkan tegangan polikristal.

Profil puncak difraksi sinar-X (XRD) umumnya melebar yang disebabkan oleh ukuran kristalit yang sangat kecil, regangan mikro akibat dislokasi, dan ketidakteraturan susunan atom (*stacking faults*). Sehingga pelebaran puncak dapat digunakan untuk analisis bahan.

Koreksi pelebaran puncak akibat instrumen merupakan langkah paling utama untuk mendapatkan difraksi yang murni dari bahan. Pelebaran puncak akibat instrumen ( $b$ ) didefinisikan sebagai rasio luas puncak ( $A$ ) dan intensitas maksimum ( $I_0$ ) jika bebas dari pelebaran puncak bahan. Pelebaran puncak instrumen ( $b$ ) merupakan fungsi sudut Bragg,  $\theta$ , diformulasikan sebagai berikut [6] :

$$b^2 = U \tan \theta + V \tan^2 \theta + W \dots \dots \dots (1)$$

$U$ ,  $V$ , dan  $W$  adalah suatu konstanta. Model ini tidak termasuk divergensi sudut kecil yaitu  $2\theta$  lebih kecil  $30^\circ$ .  $b^2$  diperoleh dengan membuat kurva ( $FWHM$ )<sup>2</sup> terhadap  $\tan \theta$  yang menghasilkan suatu regresi polinomial dan persamaan regresi ini ekuivalen dengan persamaan-1, yang selanjutnya diperoleh harga  $U$ ,  $V$ , dan  $W$ . Dengan demikian koreksi pelebaran puncak akibat instrumen dapat dihitung.

Pelebaran puncak hasil pengamatan ( $B$ ) dikoreksi dengan pelebaran puncak akibat instrumen ( $b$ ) dan menghasilkan pelebaran puncak terkoreksi ( $\beta$ ) dengan rumus berikut [7] :

$$\beta = B - (b^2/B) \dots \dots \dots (2)$$

Pelebaran puncak juga hasil kontribusi dari kristalit ( $D$ ) dan regangan mikro ( $\epsilon$ ). Formula berikut [8] menunjukkan korelasi antara pelebaran puncak ( $\beta$ ) ukuran kristalit ( $D$ ), regangan mikro ( $\epsilon$ ), sudut Bragg ( $\theta$ ), dan panjang gelombang ( $\lambda$ ) dalam ( $\text{\AA}$ ).

$$(\beta \cos \theta / \lambda)^2 = (1/D)^2 + (4 \epsilon \sin \theta / \lambda)^2 \dots \dots \dots (3)$$

Berdasarkan persamaan ini dapat dibuat kurva antara  $(\beta \cos \theta / \lambda)^2$  terhadap  $(\sin \theta / \lambda)^2$ , *intersepnya* adalah  $(1/D)^2$  dan *sloponya* adalah  $16(\epsilon)^2$ .

Selanjutnya densitas dislokasi ( $\rho$ ) dapat dihitung dengan persamaan berikut [9] :

$$\rho = 3 \eta / (D)^2 \dots \dots \dots (4)$$

$\eta$  adalah suatu konstanta yang harganya mendekati 1. Setelah densitas dislokasi diketahui maka

kekuatan luluh ( $Y_s$ ) dapat dihitung dengan persamaan berikut [9]:

$$Y_s = 274,544 + 4,963 \times 10^{-6} \sqrt{\rho} \dots \dots \dots (5)$$

Satuan  $Y_s$  dalam Mpa dan  $\rho$  dalam  $\text{m}^3/\text{m}^3$  atau  $1/\text{m}^2$ .

Pada penelitian ini bertujuan mengkarakterisasi ukuran kristalit, regangan mikro dan kekuatan luluh paduan Zr-1%Sn-1%Nb-1%Fe dengan metode difraksi sinar-X.

## METODE PERCOBAAN

### Penyiapan Sampel

Pembuatan sampel dengan berbagai komposisi (lihat Tabel 1) dilakukan dengan :

Tabel 1. Komposisi paduan

| Unsur | Berat serbuk pelet mentah |         |         |
|-------|---------------------------|---------|---------|
|       | I, g                      | II, g   | III, g  |
| Zr    | 14.5494                   | 14.5489 | 14.5491 |
| Nb    | 0.1501                    | 0.1499  | 0.1502  |
| Sn    | 0.1499                    | 0.1502  | 0.1501  |
| Fe    | 0.1506                    | 0.1512  | 0.1507  |

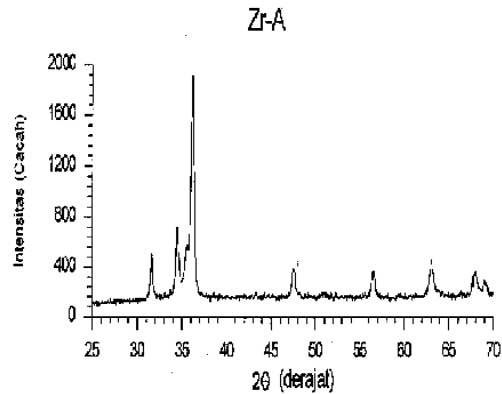
Menimbang sesuai dengan konsentrasi paduan yang diinginkan. Sintesis paduan menggunakan teknik pelebaran dengan kadar komposisi Zr1%Sn1%Nb1%Fe, (% berat) dengan cara : Sampel dipanaskan pada suhu  $1.100 \text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam dan dicelup cepat dalam air, kemudian sampel dibersihkan dan dianil pada suhu  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $600 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , dan  $750 \text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

### Difraksi Sinar-X

Sampel dipoles sampai *grid* 1200 *mesh* untuk menghilangkan oksida selama proses berlangsung kemudian pembuatan difraktogram dengan alat JEOL,DX-GERP-12 dengan spesifikasi sebagai berikut: *Tube* = Cu, *Filter* = Ni, *Tegangan* = 36 KV, *Arus* = 20 MA, *Speed* = 2 $^\circ$ /menit. Hasil difraksi dapat dilihat pada Gambar 1 sampai dengan Gambar 5 dan Tabel 2 sampai dengan Tabel 6.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Difraktogram hasil dari difraksi sinar-X dapat dilihat pada Tabel 1 untuk sampel hasil celup cepat (Zr-A), Tabel 2 sampel yang dianil pada suhu  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  (Zr-500), Tabel 3 sampel yang dianil pada suhu  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  (Zr-600), Tabel 4 sampel yang dianil pada suhu  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  (Zr-700), dan Tabel-5 sampel yang dianil pada suhu  $750 \text{ }^\circ\text{C}$  (Zr-750). Difraktogram sampel celup cepat ada 8 puncak dan intensitas paling besar di sudut  $36.100$  yaitu bidang (101), difraktogram sampel yang dianil pada suhu  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  mempunyai 10 puncak dan intensitas paling besar



Tabel 2. Difraktogram Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe (Zr-A)

| No | hkl  | 2θ (deg) | d (Å°) | I/II | FWHM (deg) | I (kcps) | ∫ I (kcps) |
|----|------|----------|--------|------|------------|----------|------------|
| 1  | 100  | 31.600   | 2.8289 | 19   | 0.370      | 0.099    | 0.0452     |
| 2  | 00'2 | 34.400   | 2.6048 | 33   | 0.454      | 0.176    | 0.1326     |
| 3  | 101  | 36.100   | 2.4859 | 100  | 0.427      | 0.432    | 0.3006     |
| 4  | 102  | 47.550   | 1.9106 | 15   | 0.441      | 0.082    | 0.0463     |
| 5  | 110  | 56.450   | 1.6287 | 14   | 0.450      | 0.073    | 0.0401     |
| 6  | 103  | 63.000   | 1.4742 | 18   | 0.523      | 0.098    | 0.0661     |
| 7  | 112  | 67.950   | 1.3782 | 12   | 0.513      | 0.065    | 0.0341     |
| 8  | 201  | 69.050   | 1.3590 | 6    | 0.377      | 0.032    | 0.0139     |

Keterangan :

2θ adalah sudut Bragg puncak dalam derajat

d (Å°) adalah jarak kisi kristal dalam angstrom

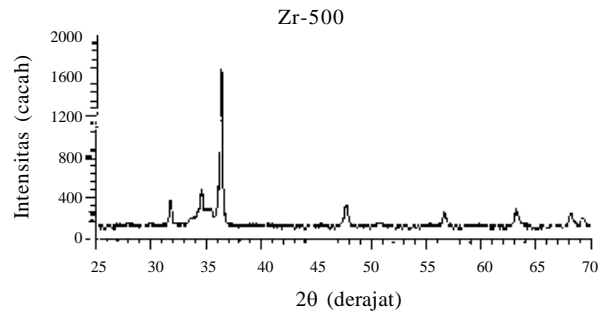
I/II adalah rasio intensitas

FWHM (deg) adalah lebar setengah puncak maksimum dalam derajat

I (kcps) adalah intensitas puncak difraktogram

∫ I(kcps) intensitas integral puncak dalam kilocount per second

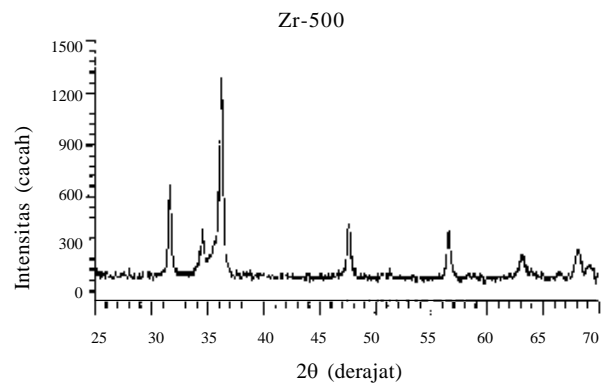
di sudut 36,250 yaitu bidang (101), difraktogram sampel yang dianil pada suhu 600 °C mempunyai 8 puncak dan intensitas paling besar di sudut 36,250 yaitu bidang (101), difraktogram sampel yang dianil pada suhu 700 °C mempunyai 13 puncak dan intensitas paling besar di sudut 28,100 yang jika dibandingkan dengan JCPDS(Joint Committee of Powder Diffraction Standard) tidak ada bidang yang sesuai jadi belum dapat diidentifikasi tetapi yang mempunyai intensitas 83% terletak pada sudut 33,950 yaitu bidang (002), dan difraktogram sampel yang dianil pada suhu 750 °C mempunyai 4 puncak dan intensitas paling besar di sudut 36,500 yaitu bidang (101). Dari observasi difraktogram pada sampel Zr-500 dan Zr-700 ada puncak-puncak baru yang muncul (dibandingkan dengan zircaloy-2 dan zircaloy-4) dan ini mungkin salah satu keunikan Zr1Nb1Sn1Fe. Pada pemanasan di kedua suhu ini nampak adanya kecenderungan random dari orientasi kristal. Sebaliknya pada pemanasan 750 °C hanya ada 4 puncak berarti cenderung anisotropi. Jika dikaitkan



Gambar 2. Difraksi sinar-X Zr Zr1%Sn1%Nb1%Fe anil 500°C

Tabel 3. Difraktogram Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe (Zr-500)

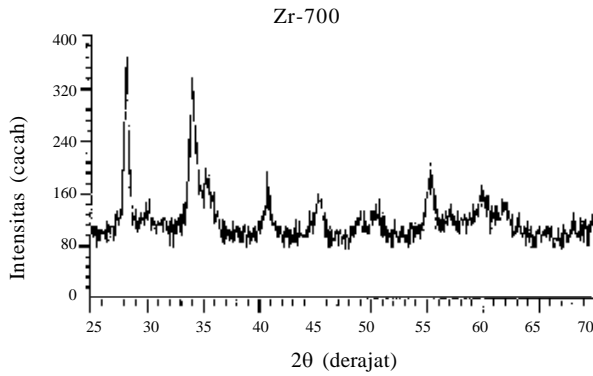
| No | hkl | 2θ (deg) | d (Å°) | I/II | FWHM (deg) | I (kcps) | ∫ I (kcps) |
|----|-----|----------|--------|------|------------|----------|------------|
| 1  | 100 | 31.700   | 2.8202 | 16   | 0.326      | 0.078    | 0.0290     |
| 2  |     | 33.900   | 2.6421 | 7    | 1.017      | 0.034    | 0.0358     |
| 3  | 002 | 34.550   | 2.5938 | 23   | 0.436      | 0.113    | 0.0295     |
| 4  |     | 35.300   | 2.5404 | 12   | 0.683      | 0.059    | 0.0970     |
| 5  | 101 | 36.250   | 2.4760 | 100  | 0.335      | 0.486    | 0.1494     |
| 6  | 102 | 47.650   | 1.9068 | 16   | 0.395      | 0.078    | 0.0399     |
| 7  | 110 | 56.600   | 1.6247 | 11   | 0.358      | 0.054    | 0.0266     |
| 8  | 103 | 63.150   | 1.4710 | 12   | 0.386      | 0.058    | 0.0334     |
| 9  | 112 | 68.050   | 1.3766 | 9    | 0.430      | 0.044    | 0.0213     |
| 10 | 201 | 69.150   | 1.3573 | 8    | 0.381      | 0.037    | 0.0150     |



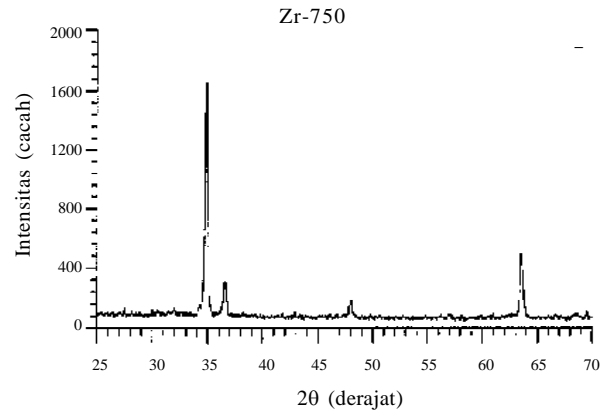
Gambar 3. Difraksi sinar-X Zr Zr1%Sn1%Nb1%Fe anil 600°C

Tabel 4. Difraktogram Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe(Zr-600)

| No | hkl  | 2θ (deg) | d (Å°) | I/II | FWHM (deg) | I (kcps) | ∫ I (kcps) |
|----|------|----------|--------|------|------------|----------|------------|
| 1  | 100  | 31.600   | 2.8289 | 42   | 0.355      | 0.146    | 0.0622     |
| 2  | 00'2 | 34.450   | 2.6011 | 23   | 0.476      | 0.08     | 0.0720     |
| 3  | 101  | 36.150   | 2.4826 | 100  | 0.419      | 0.35     | 0.1863     |
| 4  | 102  | 47.550   | 1.9106 | 30   | 0.407      | 0.106    | 0.0575     |
| 5  | 110  | 56.500   | 1.6274 | 26   | 0.395      | 0.091    | 0.0423     |
| 6  | 103  | 63.150   | 1.4710 | 12   | 0.600      | 0.042    | 0.0396     |
| 7  | 112  | 68.100   | 1.3757 | 15   | 0.557      | 0.054    | 0.0327     |
| 8  | 201  | 69.150   | 1.3573 | 7    | 0.633      | 0.023    | 0.0130     |



Gambar 4. Difraksi sinar-X Zr Zr1%Sn1%Nb1%Fe anil 700°C



Gambar 5. Difraksi sinar-X Zr Zr1%Sn1%Nb1%Fe anil 750°C

| No | hkl | 2θ (deg) | d (Å)  | I/II | FWHM (deg) | I (kcps) | ∫I (kcps) |
|----|-----|----------|--------|------|------------|----------|-----------|
| 1  |     | 28.100   | 3.1728 | 100  | 0.439      | 0.090    | 0.0460    |
| 2  | 002 | 33.950   | 2.6383 | 83   | 0.746      | 0.075    | 0.0511    |
| 3  | 201 | 35.150   | 2.5509 | 33   | 0.000      | 0.030    | 0.0000    |
| 4  |     | 40.600   | 2.2202 | 27   | 0.027      | 0.024    | 0.0096    |
| 5  |     | 44.450   | 2.0364 | 11   | 0.238      | 0.010    | 0.0066    |
| 6  | 102 | 49.950   | 1.8243 | 15   | 0.311      | 0.014    | 0.0030    |
| 7  | 300 | 55.400   | 1.6570 | 34   | 0.819      | 0.031    | 0.0229    |
| 8  | 110 | 57.000   | 1.6143 | 16   | 0.224      | 0.014    | 0.0002    |
| 9  |     | 59.950   | 1.5417 | 28   | 0.438      | 0.026    | 0.0081    |
| 10 |     | 61.900   | 1.4977 | 17   | 0.960      | 0.016    | 0.0107    |
| 11 | 103 | 63.250   | 1.4690 | 12   | 0.178      | 0.011    | 0.0018    |
| 12 | 112 | 68.050   | 1.3766 | 1    | 0.216      | 0.010    | 0.0024    |
| 13 | 201 | 69.750   | 1.3471 | 8    | 0.150      | 0.007    | 0.0010    |

dengan pengerjaan mekanik maka sampel berorientasi kristal random lebih getas jika dibandingkan dengan sampel yang anisotropi sebab sampel yang random lebih banyak sistem slip yang beroperasi.

Tabel 6. Korelasi pelebaran puncak sebagai fungsi sudut Bragg

| No | Sampel      | Regresi koreksi pelebaran puncak instrumen |  |
|----|-------------|--|--|
|    |             | Koreksi ( $b^2$ )                          | Fungsi $\tan \theta$                               |
| 1  | ZrA         | $b^2 =$                                    | $0.674 \tan^2 \theta - 0.5632 \tan \theta + 0.3$   |
| 2  | Anil 500 °C | $b^2 =$                                    | $0.7601 \tan^2 \theta - 0.13523 \tan \theta + 0.7$ |
| 3  | Anil 600 °C | $b^2 =$                                    | $2.3547 \tan^2 \theta - 1.7965 \tan \theta + 0.5$  |
| 4  | Anil 700 °C | $b^2 =$                                    | $1.0882 \tan^2 \theta - 1.3015 \tan \theta + 0.6$  |
| 5  | Anil 750 °C | $b^2 =$                                    | $2.3775 \tan^2 \theta - 1.982 \tan \theta + 0.5$   |

Koreksi pelebaran puncak instrumen menggunakan persamaan-1 untuk menghitung  $b^2$  sebagai fungsi sudut Bragg untuk masing-masing puncak. Untuk menghitung  $b^2$  dengan cara membuat kurva  $(FWHM)^2$  vs  $\tan \theta$  dan diperoleh regresi seperti pada Tabel-6. Berdasarkan regresi tersebut dapat dihitung  $b^2$ . Kemudian  $b^2$  dimasukkan ke dalam

Tabel 7. Difraktogram Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe (Zr-750)

| No | hkl  | 2θ (deg) | d (Å)  | I/II | FWHM (deg) | I (kcps) | ∫I (kcps) |
|----|------|----------|--------|------|------------|----------|-----------|
| 1  | 00'2 | 34.800   | 2.5758 | 100  | 0.309      | 0.497    | 0.1719    |
| 2  | 101  | 36.500   | 2.4596 | 15   | 0.352      | 0.075    | 0.0342    |
| 3  | 211  | 48.000   | 1.8938 | 9    | 0.314      | 0.043    | 0.0187    |
| 4  | 102  | 47.550   | 1.4627 | 31   | 0.276      | 0.155    | 0.0503    |

persamaan-2 untuk koreksi pelebaran instrumen. Setelah lebar puncak terkoreksi kemudian dibuat kurva antara  $(b \cos q/l)^2$  vs  $(\sin q/l)^2$ . Dari kurva ini diperoleh regresi Tabel-7 dan sesuai dengan persamaan-3 maka intersepnya adalah  $(1/D)^2$

Tabel 8. Korelasi pelebaran puncak sebagai fungsi kristalit dan regangan mikro

| No | Sampel      | Regresi koreksi pelebaran kristalit dan regangan mikro |   |
|----|-------------|--|---|
|    |             | $(\beta \cos \theta/\lambda)^2$                        | $(\sin \theta/\lambda)^2$                 |
| 1  | ZrA         | $(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$                      | $0.01 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0.004$    |
| 2  | Anil 500 °C | $(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$                      | $0.3069 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0.008$  |
| 3  | Anil 600 °C | $(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$                      | $0.0224 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0.0009$ |
| 4  | Anil 700 °C | $(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$                      | $0.0259 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0.008$  |
| 5  | Anil 750 °C | $(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$                      | $0.0091 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0.0002$ |

yaitu sebagai ukuran kristalit (sub-butir atau *sub-grain*) dan *slopnya* adalah  $(4e)^2$  yaitu merupakan regangan mikro. Harga D dapat untuk menghitung densitas dislokasi ( $r$ ) sesuai dengan persamaan 4 dan selanjutnya dengan persamaan 5 dapat dihitung kekuatan luluh. Ukuran kristalit, regangan mikro, densitas dislokasi, dan kekuatan luluh dapat dilihat pada Tabel 8.

Regangan mikro(e), Tabel 8. Regangan mikro sampel hasil celup cepat sebesar 2,50 %, sampel hasil *anil* 500 °C sebesar 13,85 %, sampel hasil *anil* 600 °C sebesar 3,74 %, sampel hasil *anil* 700 °C sebesar 4,02 %, dan sampel hasil *anil* 750 °C sebesar 2,38 %. Regangan mikro sampel hasil celup cepat dan hasil *anil* 750 °C hampir sama yaitu 2,50 % dan 2,38 %. Data ini menunjukkan bahwa rendahnya regangan mikro kemungkinan akibat

**Tabel 9.** Regangan mikro, ukuran kristalit densitas dislokasi, dan kekuatan luluh

| Sampel | $(4\epsilon)^2$ | $(1/D)^2$ | $\epsilon$ | D (Å)   | $\rho$ (m/m <sup>3</sup> ) | Ys (Mpa) |
|--------|-----------------|-----------|------------|---------|----------------------------|----------|
| Zr-A   | 0.01            | 4.00E-03  | 0.0250     | 15.8114 | 1.20E+16                   | 818.21   |
| Zr-500 | 0.3069          | 8.00E-03  | 0.1385     | 11.1803 | 2.40E+16                   | 1043.40  |
| Zr-600 | 0.0224          | 9.00E-04  | 0.0374     | 33.3333 | 2.70E+15                   | 532.43   |
| Zr-700 | 0.0259          | 8.00E-03  | 0.0402     | 11.1803 | 2.40E+16                   | 1043.40  |
| Zr-750 | 0.0091          | 2.00E-04  | 0.0238     | 70.7107 | 6.00E+14                   | 396.11   |

logam padu membentuk larutan padat, sebab pada peleburan paduan kemungkinan terjadi presipitasi dan himpitan butir (*stacking fault*) yang menyebabkan tingginya regangan mikro. Sampel yang dianil 500 °C mempunyai regangan mikro 13,85 % dan sampel yang dianil 700 °C mempunyai regangan mikro 34,85 %. Jika dilihat puncak-puncak pada difraktogram, sampel yang dianil 500 °C mempunyai 10 puncak dan sampel yang dianil 700 °C sebanyak 13 puncak. Fakta ini menunjukkan bahwa adanya inti kristal yang terbentuk lebih banyak dibanding perlakuan panas yang lain. Inti kristal tersebut kemungkinan presipitat, yang kemungkinan menyebabkan terhambatnya pertumbuhan kristal (*grain growth*). Akibatnya inti butir tidak tumbuh sama sisi (*equiaxed*) tetapi mengarah pada arah tertentu atau memanjang. Jadi *aniling* pada 500 °C dan 700 °C baik untuk presipitasi atau randomisasi kristal. Regangan mikro hasil *anil* 600 °C sebesar 3,74 % naik sedikit jika dibandingkan dengan sampel hasil celup cepat sebesar 2,50 %. Difraktogram sampel ini mempunyai 8 puncak sama dengan sampel hasil celup cepat. Jadi *aniling* pada suhu 600 °C baik untuk pertumbuhan butir (*grain growth*). Sedangkan kenaikan regangan mikro dibanding sampel hasil celup cepat kemungkinan besar akibat himpitan butir, sebab tidak ada pengurangan dan penambahan puncak pada difraktogram yang berarti tidak ada inti yang lenyap atau timbul. Sampel yang dianil pada suhu 750 °C mempunyai regangan mikro 2,38 %. Difraktogram sampel ini mempunyai 4 puncak, setengah dari difraktogram hasil celup cepat. Berarti *aniling* pada suhu ini baik untuk pertumbuhan butir yang sama sisi (*equiaxed*), karena tidak adanya himpitan butir atau presipitat yang mengakibatkan regangan mikro kecil.

Ukuran kristalit (D = Å), Tabel 8. ukuran kristalit sampel hasil celup cepat sebesar 15,81 Å, hasil *aniling* 500 °C sebesar 11,18 Å, hasil *aniling* 600 °C sebesar 33,33 Å, hasil *aniling* 700 °C sebesar 11,18 Å dan hasil *aniling* 750 °C sebesar 70,71 Å. Jika dibandingkan sampel hasil celup cepat, *aniling* 600 °C, dan 750 °C, ukuran kristalit bertambah besar dengan suhu *aniling*. Ukuran kristalit paling besar dari hasil *aniling* 750 °C sebesar 70,71 Å. Jika dilihat jumlah puncak pada difraktogram dari hasil celup cepat sebanyak 8 puncak sama dengan puncak hasil *aniling* 600 °C, tetapi pada *aniling* 750 °C jumlah puncak berkurang menjadi 4 puncak. Berdasarkan jumlah puncak ini maka suhu *aniling* 600 °C baik untuk pertumbuhan butir tanpa mengubah jenis kristal dan

*aniling* pada 750 °C juga baik untuk pertumbuhan kristal tetapi ada pengurangan puncak pada difraktogram berarti ada pengurangan jenis kristal yaitu menjadi 4 jenis. Jika dibandingkan sampel hasil celup cepat, hasil *aniling* 500 °C, dan 700 °C mempunyai ukuran kristalit sama yaitu 11,18 Å. Begitu juga jika dibandingkan jumlah puncak difraktogram pada *aniling* 500 °C sebanyak 10 puncak dan 13 puncak pada *aniling* 700 °C, jadi *aniling* pada suhu ini baik untuk memperbanyak jenis kristalit atau randomisasi dan yang paling baik *aniling* pada suhu 700 °C.

Tabel 9 menunjukkan densitas dislokasi ( $r = m/m^3$ ) sampel hasil celup cepat sebesar  $1,2 \times 10^{16} m/m^3$ , hasil *aniling* 500 °C sebesar  $2,4 \times 10^{16} m/m^3$ , hasil *aniling* 600 °C sebesar  $2,7 \times 10^{15} m/m^3$ , hasil *aniling* 700 °C sebesar  $2,4 \times 10^{16} m/m^3$ , hasil *aniling* 750 °C sebesar  $6,0 \times 10^{14} m/m^3$ . Jika dibandingkan ukuran kristalit dan densitas kristalit hasil celup cepat, *aniling* 600 °C, dan *aniling* 750 °C, berturut-turut sebagai berikut : 15,18 Å, 33,33 Å, dan 70,71 Å, dan,  $1,2 \times 10^{16} m/m^3$ ,  $2,7 \times 10^{15} m/m^3$ , dan  $6,0 \times 10^{14} m/m^3$ . Dari data ini dapat disimpulkan bahwa semakin besar ukuran kristalit semakin besar kecil densitas dislokasi.

Kekuatan luluh (Ys=Mpa), Tabel 8. kekuatan luluh sampel hasil celup cepat sebesar 818,21 Mpa, hasil *aniling* 500 °C sebesar 103,40 Mpa, hasil *aniling* 600 °C sebesar 532 Mpa, hasil *aniling* 700 °C sebesar 1043,40 Mpa, dan hasil *aniling* 750 °C sebesar 396,11 Mpa. Jika dibandingkan kekuatan luluh hasil celup cepat, *aniling* 600 °C, dan 750 °C, didapat bahwa kekuatan luluh menurun dengan suhu celup cepat. Korelasi tegangan (s) dan densitas dislokasi (r) secara empiris diformulasikan sebagai berikut<sup>(8)</sup>,  $s = s_0 + kr^{1/2}$ . Korelasi ini sama dengan persamaan 5 yang diperoleh dari penjabaran kristalografi. Kekuatan luluh hasil *aniling* 500 °C dan hasil *aniling* 700 °C sama yaitu sebesar 1043,40 Mpa, jadi *aniling* pada suhu ini baik untuk pengerasan (*hardening*) atau penguatan (*strengthening*). Sedangkan *aniling* pada suhu 600 °C dan 750 °C baik untuk pelunakan (*softening*) atau pembebasan tegangan sisa (*residual stress release*).

## KESIMPULAN

1. Berdasarkan jumlah puncak difraktogram maka *aniling* Zr1%Sn1%Nb1%Fe pada suhu 500 °C dan 700 °C baik untuk presipitasi atau randomisasi kristalit, sedangkan *aniling* pada suhu 600 °C dan 750 °C baik untuk pertumbuhan butir dan yang lebih spesifik *aniling* pada suhu 750 °C baik untuk reorientasi.
2. Regangan mikro paling kecil dari 750 °C sebesar 2,38%, dan paling besar dari hasil *aniling* 700 °C sebesar 34,88%.

3. Ukuran kristalit paling kecil dari hasil *aniling* 500 °C dan 700 °C sebesar 11,18Å, dan yang paling besar dari hasil *aniling* 750 °C sebesar 70,71 Å.
4. Densitas dislokasi paling kecil dari hasil *aniling* 750 °C sebesar  $6,0 \times 10^{14}$  m/m<sup>3</sup> dan yang paling besar dari hasil *aniling* 500 °C dan 700 °C sebesar  $2,4 \times 10^{16}$  m/m<sup>3</sup>.
5. Kekuatan luluh paling kecil dari hasil *aniling* pada 750 °C sebesar 396,11 Mpa dan paling besar dari hasil *aniling* 500 °C dan 700 °C sebesar 1043,40 Mpa.

## DAFTARACUAN

- [1]. CHEMELLE P., KNORR D.B., VANDER S.J.B., AND PELLOUX R.M., Morphology and Composition of Second Phase Particles in Zircaloy-2, *Journal of Nuclear Materials*, **113** (1983) 88 – 64
- [2]. AECL, Water Side Corrosion of Zirconium Alloys in Nuclear Power Plants, *IAEA-TECDOC*, (1996–1998) 126
- [3]. MARDON, J.P. et.al., Development of New Zirconium Alloys for PWR Fuel Rod Cladding, *Proceedings 1994 International Topical Meeting on Light Water Reactor Fuel Performance*, Florida, (1994) 643
- [4]. SUGONDO, ABDUL LATIEF, DAN SLAMET PRIBADI, Sintesa Paduan Zr-Sn-Nb-Fe dengan Metoda Peleburan, *Seminar Material LIPI*, Serpong, (1999)
- [5]. MacEWEN S.R., CHRISTODOULOU N., and SALINAS-RODRIGUEZ A., Residual Grain-Interaction Stresses in Zirconium Alloys, *Metallurgical Transactions A*, **21A**, (1990) 1085-1095
- [6]. CAGLIOTI G., PAOLETTI A. and RICCI F. P., Nuclear Instrument Method, 3 223, 1958, in KAPOOR K., LAHIRI D., RAO S.V.R., SANYAL T., and KASHYAP B.P., X-Ray Diffraction Line Profile Analysis for Defect Study in Zr-2.5% Nb, *Bulletin Material Science*, **27** (1) (2004) 64
- [7]. RAMA RAO P., ANANTHARAMAN T.R., *Z. Metallk* 54 658, 1963, in KAPOOR K., LAHIRI D., RAO S.V.R., SANYAL T., and KASHYAP B.P., X-Ray Diffraction Line Profile Analysis for Defect Study in Zr-2.5% Nb, *Bulletin Material Science*, **27** (1), (2004) 65
- [8]. SHARP J.V., MAKIN M.J., and CHRISTIAN J.W., *Physics Status Solidi* 11 845, 1965 in KAPOOR K., LAHIRI D., RAO S.V.R., SANYAL T., and KASHYAP B.P., X-Ray Diffraction Line Profile Analysis for Defect Study in Zr-2.5% Nb, *Bulletin Material Science*, **27** (1), (2004) 65
- [9]. REED-HILL R.E., *Physical Metallurgy Principles* 2<sup>nd</sup> Ed., Wadsward, California, (1973) 832