

## Pengaruh reduksi tebal terhadap mikrostruktur dan kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas

Sungkono dan Siti Aidah

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN  
Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314  
\*e-mail : [sungkhana@gmail.com](mailto:sungkhana@gmail.com)

### Abstrak

Paduan Zr-Nb-Fe-Cr telah diteliti sebagai kandidat material kelongsong bahan bakar nuklir. Paduan tersebut mendapat perlakuan pengerolan panas pada temperatur 800 °C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam serta reduksi tebal 5 – 25%. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan pengaruh reduksi tebal terhadap mikrostruktur dan kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa terjadi perubahan mikrostruktur paduan dari struktur *widmanstätten* menjadi kolumnar terdeformasi dan batang pipih terdeformasi. Semakin lama waktu penahanan pada 800 °C maka ukuran butirnya relatif lebih besar. Selain itu, semakin lama waktu penahanan maka semakin rendah kekerasannya dan semakin besar reduksi tebal yang diterapkan pada paduan maka semakin tinggi kekerasannya. Paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr mampu menerima deformasi dengan reduksi tebal 5 - 25% tanpa mengalami keretakan. Homogenitas paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dapat ditingkatkan dengan proses pengerolan panas.

**Kata kunci:** paduan Zr-Nb-Fe-Cr, pengerolan panas, reduksi tebal, mikrostruktur, kekerasan, komposisi kimia.

### Abstract

*Zr-Nb-Fe-Cr alloys have been studied as a candidate for nuclear fuel cladding material. The alloys were hot-rolled at 800 °C with a retention time of 1.5 to 2 hours and a thickness reduction of 5 to 25%. The objective of this research was to obtain the effect of thickness reduction on the microstructures and hardness of Zr-Nb-Fe-Cr alloy after hot rolling. The results of this research show that the evolved microstructures of alloy from widmanstätten structure into deformed columnar and deformed flat bar grains. The longer retention time resulted the dimension in larger grains. Besides, the longer retention time the lower hardness and the greater of the thickness reduction has applied the higher hardness of the alloy will be. The Zr-0.4%Nb-0.5%Fe-0.5%Cr alloy can undergo deformations without cracking at thickness reduction between 5 to 25% . Homogeneity of Zr-0.4%Nb-0.5%Fe-0.5%Cr alloy can be improved by hot rolling process.*

**Keywords :** *Zr-Nb-Fe-Cr alloys, hot-rolling, thickness reduction, microstructure, hardness, chemical composition.*

### 1. Pendahuluan

Penelitian dan pengembangan paduan berbasis zirkonium untuk material kelongsong elemen bakar reaktor daya tipe PWR (*Pressurized Water Reactor*) ditujukan untuk meningkatkan efisiensi penggunaan bahan bakar di dalam teras reaktor. Salah satu solusi yang diajukan adalah menaikkan fraksi bakar

(*burn up*). Kenaikan fraksi bakar menyebabkan waktu tinggal elemen bakar di dalam teras reaktor nuklir semakin lama sehingga dapat terjadi pertumbuhan lapisan korosi, pembentukan hidrida dan kerusakan akibat radiasi yang terakumulasi dalam kelongsong bahan bakar. Hal ini dapat menyebabkan kegagalan material kelongsongnya [1]. Untuk mengantisipasi kondisi

yang tidak diinginkan tersebut maka dibutuhkan material kelongsong yang mempunyai stabilitas iradiasi, sifat-sifat mekanik dan korosi yang baik serta ekonomis secara neutronik selama pengoperasian reaktor nuklir. Oleh karena adanya tuntutan efisiensi bahan bakar dan persyaratan material kelongsong, maka dikembangkan material baru sebagai calon pengganti zirkaloy-4 sebagai kelongsong elemen bakar reaktor PWR maju, salah satunya adalah paduan Zr-Nb.

Niobium (Nb) sebagai unsur pepadu berfungsi untuk meningkatkan kekuatan mekanik, pembentukan lapisan oksida yang tebal dan padat serta ekonomi neutron termal paduan berbasis zirkonium. Besi (Fe) sebagai salah satu unsur pepadu berfungsi untuk menyetabilkan ketahanan korosi paduan zirkonium dalam air pada temperatur tinggi, sedangkan khrom (Cr) untuk memantapkan ketahanan korosi paduan selama oksidasi dalam air [2]. Sementara itu, besi dan khrom yang ditambahkan secara bersamaan dapat meningkatkan kekuatan mekanik paduan karena membentuk presipitat  $Zr(Fe, Cr)_2$  yang keras [3,4].

Proses fabrikasi dari material baku hingga menjadi kelongsong elemen bakar untuk reaktor daya melibatkan berbagai proses termomekanik. Selama proses fabrikasi tersebut kemungkinan besar terjadi perubahan sifat fisis, mekanik, dan kimia dari material kelongsong. Oleh karena itu perlu dilakukan pengendalian yang ketat terhadap proses fabrikasi material agar diperoleh produk yang memenuhi kriteria keberterimaan kelongsong elemen bakar reaktor daya. Salah satu cara untuk memenuhi kriteria tersebut adalah pengendalian mikrostruktur terhadap material baik selama pembuatan bahan baku hingga fabrikasinya menjadi kelongsong elemen bakar nuklir. Pengendalian tersebut ditujukan untuk mendapatkan mikrostruktur dengan ukuran butir relatif besar sehingga paduan mampu menerima deformasi besar tanpa paduan Zr-Nb dari bentuk martensit ke bentuk partikel halus dan plat dari fasa- $\omega$  [10].

mengalami keretakan akibat proses pengerolan panas atau dingin.

Produk pertama dari proses pembuatan paduan dengan metode peleburan adalah ingot leburan (*as melt*). Selanjutnya ingot direduksi tebalnya dengan pengerolan panas menjadi *bloom*. Proses pengerolan panas berikutnya untuk mereduksi tebal *bloom* hingga diperoleh *billet* atau *slab*. Tabung kelongsong diperoleh dengan proses ekstrusi panas terhadap *billet* atau *slab* [5].

Pengerolan panas adalah proses pembentukan logam dengan tekanan pada temperatur tinggi guna mereduksi luas penampang atau tebal benda kerja. Pengerolan panas dilakukan dengan cara melewatkan benda kerja panas pada celah diantara dua buah rol kerja yang berputar pada kecepatan tertentu. Proses pengerolan panas dimaksudkan untuk mendapatkan mikrostruktur dengan ukuran butir relatif besar, sehingga paduan Zr-Nb-Fe-Cr bersifat lunak [6]. Pengerolan panas yang dilakukan terhadap paduan Zr-Nb-Fe-Cr dengan berbagai variasi reduksi tebal dimaksudkan untuk mengetahui perubahan mikrostruktur dan kekerasan paduan sebagai fungsi reduksi tebalnya. Proses pengerolan panas juga digunakan untuk memperbaiki homogenitas sehingga diharapkan unsur-unsur pepadu terdistribusi secara seragam di setiap bagian dari paduan Zr-Nb-Fe-Cr.

Thorvaldsson et al., mendapatkan fakta penelitian bahwa ketahanan korosi zirkaloy-4 dipengaruhi oleh parameter anil yaitu temperatur dan waktu anil [7]. Zhou et al, menemukan bahwa larutan padat yang mengandung Fe dan Cr dalam  $\alpha$ -Zr yang dihasilkan dari perlakuan panas yang berbeda merupakan faktor utama yang mempengaruhi perilaku zirkaloy-4 [8]. Baek et al dan Isobe et al telah mempelajari ketahanan korosi paduan zirkonium yang mengandung Nb dan mendapatkan fakta bahwa penambahan beratnya naik terhadap parameter anil terakumulasi [9]. Tewari et al mendapatkan adanya perubahan mikrostruktur dalam Berdasarkan hasil penelitian di atas menunjukkan bahwa mikrostruktur memegang

peran penting dalam menentukan sifat mekanik dan korosi paduan zirkonium.

Sehubungan hal tersebut maka penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas sebagai fungsi reduksi tebal yang diharapkan mampu menerima deformasi besar tanpa mengalami keretakan. Pemilihan komposisi Nb sebesar 0,4% berat dengan pertimbangan bahwa paduan Zr-Nb-Fe-Cr dapat diperbaiki sifat mekaniknya dengan proses perlakuan panas pada fasa ( $\alpha$ -Zr). Sementara itu, penambahan unsur pepadu Fe dan Cr masing-masing sebesar 0,5% berat ke dalam paduan Zr-Nb dapat meningkatkan ketahanan korosi dan sifat mekanik pada paduan Zr-Nb [11].

Hipotesa yang diajukan adalah reduksi tebal pada pengerolan panas paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr diduga dapat mengubah bentuk mikrostruktur dari struktur *widmanstatten* ke bentuk pipih terdeformasi sehingga paduan bersifat lunak dan mampu menerima deformasi besar tanpa mengalami keretakan.

## 2. Tata kerja

### 2.1. Bahan

Bahan baku yang digunakan dalam pembuatan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr adalah zirkonium *granule*, plat niobium, serbuk besi dan serbuk khrom. Bahan lainnya adalah resin *acryfic* dan pengeras, kertas ampelas, kain poles, pasta alumina dan larutan etsa yang digunakan sebagai bahan untuk preparasi metalografi sampel paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr, serta gas argon.

### 2.2. Peralatan

Peralatan yang digunakan meliputi neraca analitik, jangka sorong, mesin rol, mesin gerinda, mesin potong logam, tungku pemanas kamera digital, alat uji kekerasan dan *x-ray fluorescence*.

Neraca analitik digunakan untuk menimbang bahan baku paduan Zr-Nb-Fe-Cr. Mesin pres untuk membuat kompakan campuran Zr, Nb, Fe dan Cr. Tungku peleburan untuk pembuatan paduan Zr-Nb-Fe-Cr. Mesin rol dan tungku pemanas digunakan untuk mereduksi tebal paduan Zr-Nb-Fe-Cr. Jangka sorong untuk mengukur tebal spesimen. Mesin potong, mesin gerinda dan poles untuk preparasi metalografi spesimen. Mikroskop optik dan kamera digital untuk pengamatan mikrostruktur, *microhardness Vickers tester* untuk uji kekerasan mikro serta *x-ray fluorescence (XRF)* untuk penentuan komposisi kimia paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

### 2.3. Pembuatan Ingot

Serbuk Fe dan serbuk Cr masing-masing dikompaksi untuk mendapatkan kompakan Fe dan kompakan Cr. Zirkonium *granule* 98,6% berat, plat Nb 0,4% berat, serta kompakan Fe dan kompakan Cr masing-masing 0,5% berat ditimbang dengan berat total 15 g. Selanjutnya bahan-bahan tersebut dicampur kemudian dikompaksi menggunakan mesin pres pada tekanan 1,2 ton/cm<sup>2</sup>. Produk kompaksi kemudian dilebur dalam tungku peleburan vakum untuk menghasilkan ingot Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

### 2.4. Pengerolan Panas

Sampel Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dipanaskan pada temperatur 800 °C dalam tungku pemanas yang dilindungi gas Argon, ditahan dalam waktu tertentu, kemudian dirol menggunakan mesin rol. Waktu penahanan pada 800 °C adalah 1 dan 1,5 jam. Pengerolan panas sampel dilakukan secara bertahap hingga diperoleh reduksi tebal 5, 10, 15, 20 dan 25%.

### 2.5. Metalografi

Proses metalografi terhadap sampel ingot leburan, pasca pemanasan, dan pasca pengerolan panas dilaksanakan melalui beberapa tahapan yaitu pemotongan untuk mendapatkan sampel metalografi, pembersihan, penggerindaan, pemolesan, dan pengetsaan [11]. Penggerindaan sampel menggunakan mesin gerinda dengan kertas ampelas grit 320 sampai dengan 2.400 *mesh* dan kecepatan putar 300 rpm hingga diperoleh sampel datar, rata, dan bebas goresan. Selanjutnya dilakukan pemolesan sampel menggunakan mesin poles dengan bahan poles yaitu pasta alumina grit 0,5  $\mu\text{m}$ . Pemolesan dilakukan sampai mendapatkan sampel yang datar, rata, licin, bebas goresan, dan mengkilap seperti cermin. Sampel pasca poles dietsa dengan metoda usap menggunakan larutan etsa dengan komposisi 15 ml  $\text{HNO}_3$ , 30 ml  $\text{HCl}$ , 30 ml  $\text{HF}$ , 25 ml gliserin. Sampel pasca etsa diamati gambaran mikrostrukturnya dengan menggunakan mikroskop optik.

### 2.6. Kekerasan

Sampel paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemolesan diukur kekerasan mikronya menggunakan *microhardness Vickers tester* [12]. Pengujian kekerasan sampel paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr

menggunakan beban 200 lb dan dilakukan pada 10 titik yang berbeda.

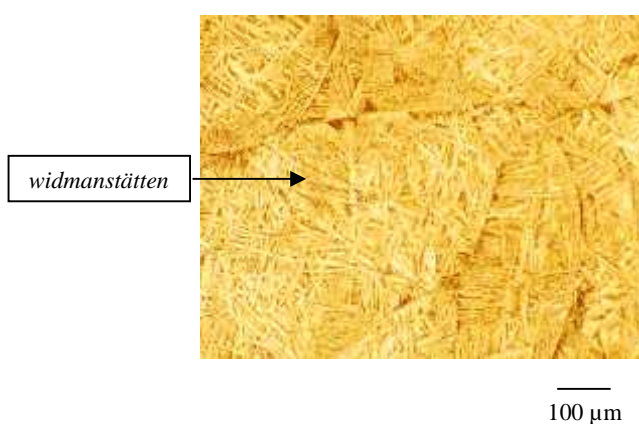
### 2.7. Komposisi Kimia

Penentuan komposisi kimia paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dilakukan dengan cara yaitu sampel standar Zr, Nb, Fe, dan Cr diukur puncak karakteristik  $K\alpha$  menggunakan peralatan XRF [13]. Selanjutnya dilakukan pengukuran spektrum guna mendapatkan puncak karakteristik  $K\alpha$  untuk Zr, Nb, Fe, dan Cr dari sampel ingot leburan, pasca pengerolan panas (800°C, 1,5 jam;  $r = 25\%$ ) dan (800°C, 2 jam,  $r = 25\%$ ) paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Berdasarkan data spektrum sampel standar Zr, Nb, Fe, dan Cr serta sampel paduan Zr-Nb-Fe-Cr maka dapat dihitung persentase berat unsur Zr, Nb, Fe, dan Cr yang ada di dalam paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

## 3. Hasil dan pembahasan

### 3.1. Mikrostruktur

Produk sintesis dari proses peleburan logam Zr, Nb, Fe dan Cr dengan menggunakan tungku peleburan vakum adalah ingot leburan (*as melt*) Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

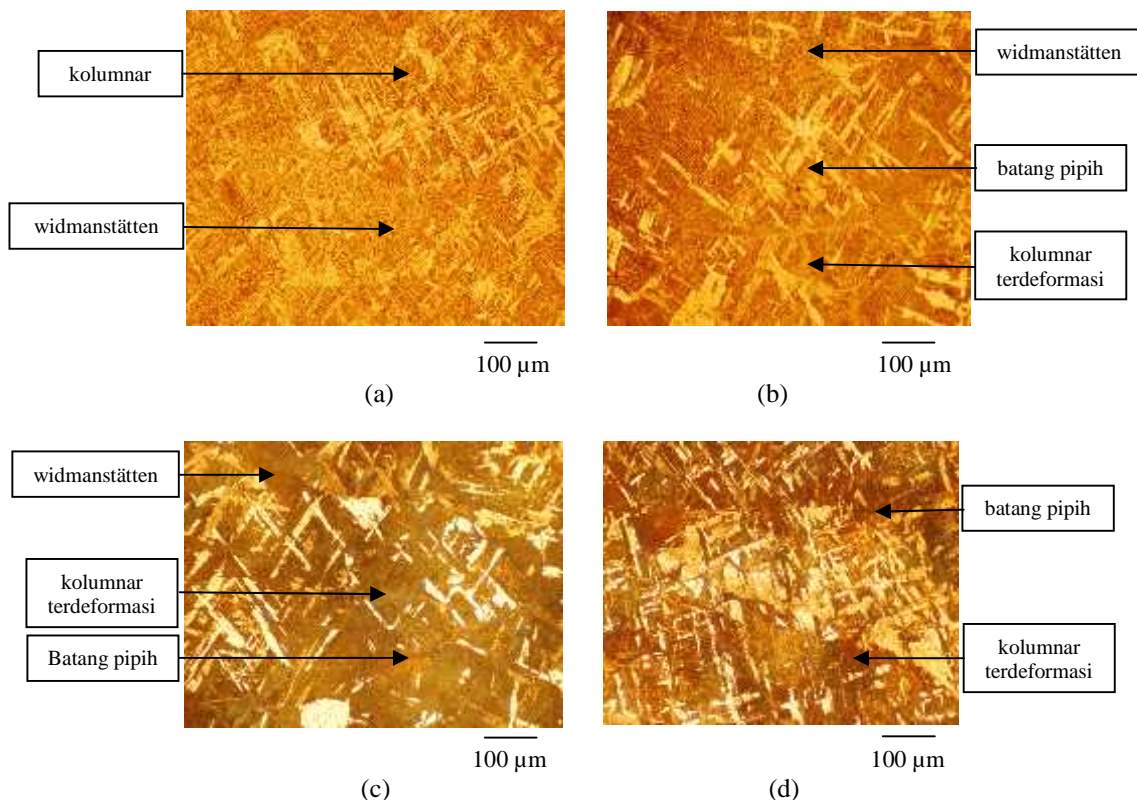


Gb. 1. Mikrostruktur ingot paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

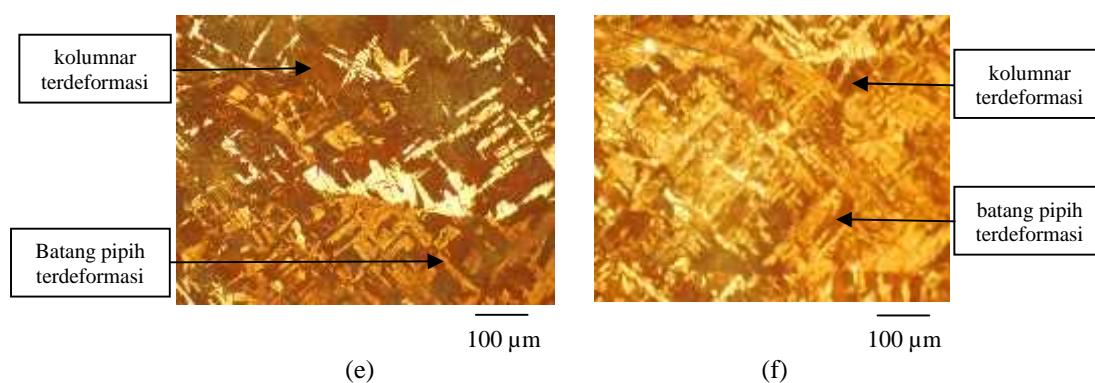
Gb. 1 memperlihatkan mikrostruktur ingot paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr berupa struktur “*widmanstätten*” yaitu pola mikrostrukturnya berupa anyaman yang disebut *lamellar* di dalam butir dengan ukuran besar dan kecil. Selain itu, efek segregasi dan *stacking fault* juga terjadi selama proses presipitasi paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Hal ini berdampak pada perilaku ingot paduan yaitu keras dan getas, yang tercermin pada nilai kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr yaitu 240 VHN.

Proses pengerolan panas terhadap ingot paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dilakukan pada temperatur 800 °C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam. serta reduksi tebal 5 sampai dengan 25 %. Gb. 3 memperlihatkan mikroskop paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-

0,5%Cr pasca perlakuan panas dengan temperatur 800 °C dan waktu penahanan 1,5 – 2 jam. Pada Gb. 3 terlihat adanya perubahan struktur butir ingot dari *widmanstätten* (Gb. 2) menjadi butir *widmanstätten* dan kolumnar (Gb. 3a). Hal ini menunjukkan bahwa proses perlakuan panas (800°C; 1,5 jam) terhadap paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr menyebabkan terjadinya pengintian sehingga diperoleh struktur *widmanstätten* dalam butir lebih kecil dan kolumnar. Paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (800 °C; 1,5 jam) mempunyai dua struktur butir yang berbeda dengan kekerasan lebih rendah dibandingkan ingotnya, yaitu 235 VHN, sehingga relatif lebih lunak.







Gb.2. Mikrostruktur paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800°C; 1,5 jam).  
(a) perlakuan panas; (b)  $r = 5\%$ ; (c)  $r = 10\%$ ; (d)  $r = 15\%$ ; (e)  $r = 20\%$ ; (f)  $r = 25\%$

Gb. 2 memperlihatkan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan (800 °C; 1,5 jam) mempunyai mikrostruktur berupa butir *widmanstätten* dalam butir lebih kecil dan kolumnar sehingga mempunyai kekerasan relatif lunak (Gb. 2a). Pada proses pengerolan panas, paduan mendapat tekanan yang besar dari dua buah rol dengan reduksi tebal 5%. Oleh karena paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam) relatif lunak maka tekanan rol mampu ditahan oleh gaya ikat antar atom paduan tersebut, sehingga hanya terjadi perubahan bentuk butir *widmanstätten* dan kolumnar menjadi *widmanstätten* dan kolumnar terdeformasi serta batang pipih (Gb. 2b), untuk reduksi 10% mikrostrukturnya berupa *widmanstätten* dan kolumnar terdeformasi serta batang pipih (Gb. 2c), kemudian kolumnar terdeformasi serta batang pipih terdeformasi saat pasca pengerolan panas mengalami reduksi tebal 15% (Gb. 2d), kolumnar terdeformasi serta batang pipih pada reduksi tebal 20% (Gb. 2e), dan kolumnar terdeformasi serta batang pipih pada reduksi tebal 25% (Gb. 2f). Selain itu dari hasil pengamatan visual dan mikrostruktur tidak ditemui adanya keretakan pada sampel pasca pengerolan panas dengan reduksi tebal 5 – 25%. Dengan demikian diketahui bahwa paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800°C; 1,5 jam) memenuhi syarat untuk menerima perlakuan mekanik berupa pengerolan panas dengan reduksi tebal

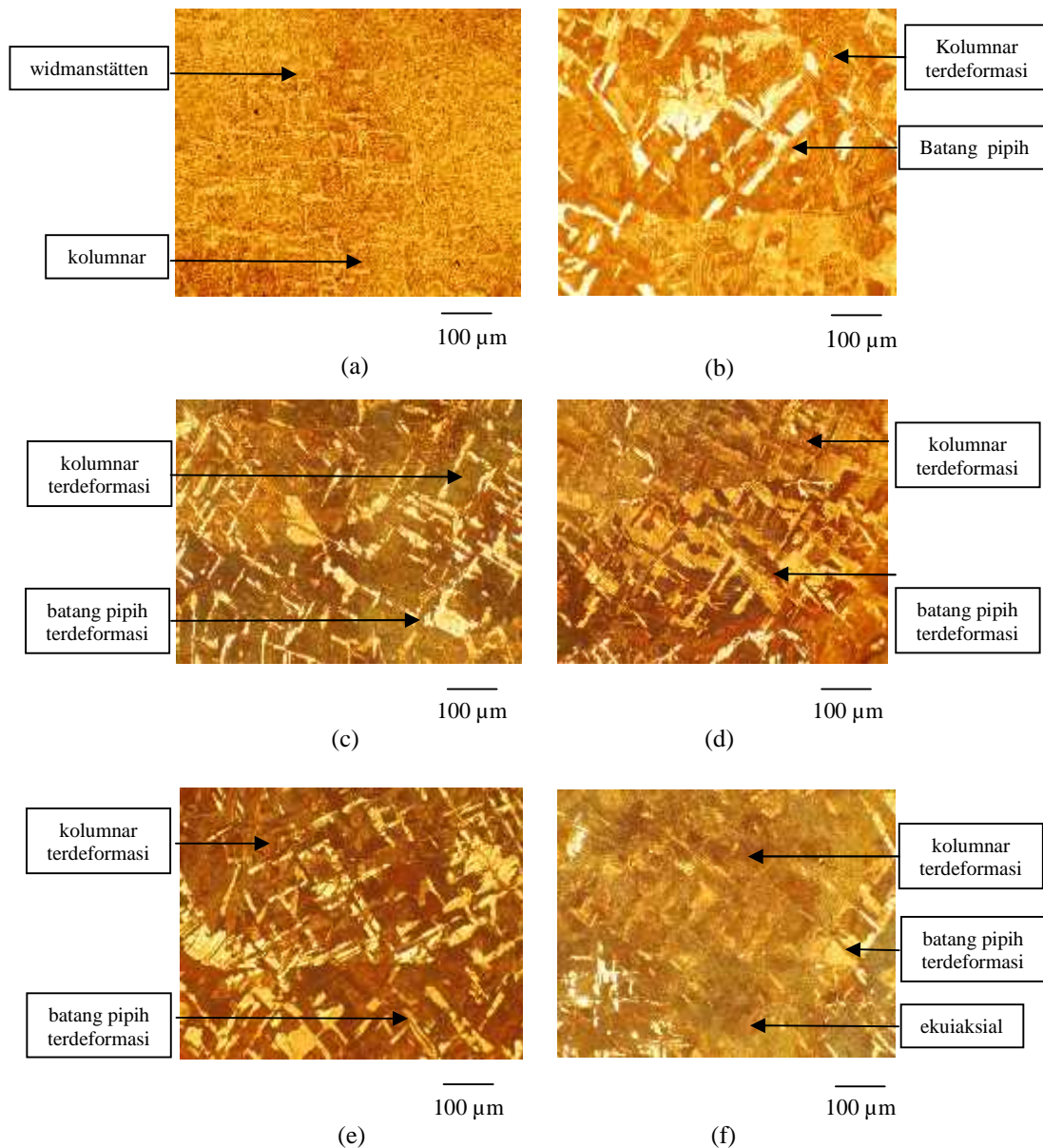
5 – 25%.

Gb. 3 memperlihatkan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan (800 °C; 2 jam) mempunyai mikrostruktur berupa butir *widmanstätten* dan kolumnar dengan ukuran butir lebih besar sehingga mempunyai kekerasan lebih rendah dibandingkan paduan pasca pemanasan (800 °C; 1,5 jam) (Gb. 3a). Sementara itu pengaruh deformasi akibat pengerolan panas (800°C; 2 jam) dengan reduksi tebal 5% memperlihatkan mikrostruktur paduan berupa butir kolumnar terdeformasi dan batang pipih (Gb. 3b), kemudian menjadi kolumnar terdeformasi dan batang pipih terdeformasi pada reduksi tebal 10% (Gb. 3c), kolumnar terdeformasi dan batang pipih terdeformasi pada reduksi tebal 15% (Gb. 3d) kolumnar terdeformasi dan batang pipih terdeformasi pada reduksi tebal 20% (Gb. 3e), kolumnar terdeformasi, batang pipih terdeformasi dan ekuiaksial pada reduksi tebal 25% (Gb. 3f). Perubahan bentuk butir dalam mikrostruktur paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas pada 800°C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam akibat tekanan dari dua buah rol. Tekanan tersebut mendapatkan perlawanan berupa gaya ikat antar atom dari paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

Apabila gaya ikat antar atom mampu menahan tekanan rol maka hanya terjadi perubahan bentuk butir dari struktur *widmanstätten* dan kolumnar ke kolumnar terdeformasi, batang pipih terdeformasi dan

ekuiaksial, sedangkan bila gaya ikat antar atom tidak mampu menahan tekanan rol maka ingot paduan akan retak. Semakin besar deformasi pada paduan maka semakin besar pula tekanan yang harus diterima atom-atom dari paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

Dalam kondisi tersebut mengakibatkan terjadinya efek pengerasan regangan (*strain hardening*) sehingga semakin besar deformasi yang diterapkan maka pengerasan regangan semakin tinggi dan paduan semakin keras.



Gb. 3. Mikrostruktur paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800°C, 2 jam). (a) perakuan panas; (b) r = 5%; (c) r = 10%; (d) r = 15%; (e) r = 20%; (f) r = 25%

Hal ini ditunjukkan dengan adanya butir berupa batang pipih terdeformasi dalam mikrostruktur paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-

0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam) dengan reduksi tebal 15 – 25% dan (800 °C, 2 jam) dengan reduksi tebal 10 - 25%.

Berdasarkan uraian tersebut di atas dapat diketahui bahwa paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam) dan (800 °C; 2 jam) mampu menerima deformasi dengan reduksi tebal 5 - 25% tanpa mengalami keretakan.

### 3.2. Kekerasan

Hasil uji kekerasan mikro paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pra dan pasca pengerolan panas sebagai fungsi reduksi tebal disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam) dan (800 °C; 2 jam).

Reduksi tebal (%)	Kekerasan paduan pasca pengerolan panas pada 800 °C (HVN)	
	1,5 jam	2 jam
0	235	231
5	243	237
10	263	253
15	266	259
20	271	266
25	276	271

Tabel 1 menunjukkan bahwa kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam) dan (800 °C; 2 jam) meningkat seiring dengan bertambah tingginya reduksi tebal paduan. Hal ini disebabkan dengan bertambahnya deformasi yang diterima paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas pada 800 °C maka butir-butir semakin pipih sehingga tegangan sisa bertambah tinggi yang memberikan dampak pada kekerasan paduan yang bertambah tinggi pula. Selain itu, kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 2 jam) lebih rendah dibandingkan kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam) dalam rentang reduksi tebal antara 5 - 25%. Penurunan kekerasan paduan Zr-0,4% Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas pada 800 °C seiring dengan bertambahnya waktu penahanan menyebabkan atom-atom mampu menata diri dan butir-butir bergabung satu sama lain sehingga terjadi pertumbuhan butir. Semakin besar ukuran butir dalam paduan maka kekuatan paduan semakin rendah. Hal ini sesuai dengan persamaan Hall-Petch [14]:

$\sigma_Y = \sigma_{0Y} + k / \sqrt{d}$ , dimana  $\sigma_Y$  : kekuatan luluh ( $N/mm^2$ ),  $\sigma_{0Y}$  : konstanta tegangan ( $N/mm^2$ ),  $k$  : konstanta ( $N/mm^{3/2}$ ), dan diameter ukuran butir (mm) [14].

Pada kondisi pengerolan panas yang sama (800 °C; 1,5 jam) dan (800 °C; 2 jam) dalam rentang reduksi tebal 5 - 25 % maka kekerasan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr cenderung naik seiring dengan bertambahnya reduksi tebal pada paduan.. Kenaikan nilai kekerasan ini selain disebabkan bertambahnya deformasi pada paduan juga butir-butir dalam paduan menjadi lebih rapat dan lebih padat sehingga ukuran butirnya menjadi lebih kecil.

Hubungan empiris antara kekerasan dan kekuatan paduan logam dinyatakan dengan persamaan  $\sigma_Y = (VHN/3) (0,1)^n$ , dimana  $\sigma_Y$  adalah kekuatan luluh ( $kgf/mm^2$ ), VHN adalah nilai kekerasan Vickers, dan n adalah eksponen pengerolan regangan [14]. Berdasarkan persamaan empiris tersebut diketahui bahwa semakin tinggi kekerasan maka kekuatan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr semakin tinggi demikian pula sebaliknya.



### 3.3. Komposisi Kimia

Tabel 2 memperlihatkan data analisis kandungan unsur dalam paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr menggunakan peralatan XRF.

Komposisi kimia unsur Zr, Nb, Fe dan Cr dalam pembuatan paduan Zr-Nb-Fe-Cr masing-masing adalah 98,60 % berat, 0,4 % berat, 0,5% berat dan 0,5% berat.

Tabel 2. Komposisi kimia rata-rata unsur penyusun paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr

Paduan	Kandungan unsur (% berat)			
	Zr	Nb	Fe	Cr
Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr <i>as melt</i>	98,300	0,459	0,605	0,636
Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr (800°C, 1,5 jam, r = 25%)	98,425	0,421	0,562	0,592
Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr (800°C, 2 jam, r = 25%)	98,511	0,395	0,524	0,570

Tabel 2 memperlihatkan bahwa komposisi rata-rata Nb, Fe dan Cr aktual dalam ingot paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr masing-masing adalah 0,459% berat atau 114,75% teoritis; 0,605% atau 121% teoritis dan 0,636% berat atau 127,20% teoritis. Komposisi unsur Nb, Fe dan Cr dalam paduan secara aktual dibandingkan teoritis mempunyai perbedaan 14,75 - 27,20%. Hal ini menunjukkan bahwa ingot paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr belum homogen. Untuk itu ingot paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dirol panas dengan maksud untuk meningkatkan homogenitas dan mengetahui ketahanan terhadap deformasi paduan.

Komposisi Nb, Fe dan Cr aktual dalam paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam, r = 25%) masing-masing adalah 0,421 % berat atau 105,25% teoritis; 0,562% berat atau 112,40% teoritis; 0,592% berat atau 118,40% teoritis. Komposisi aktual Nb, Fe dan Cr dalam paduan pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam, r =25%) mempunyai perbedaan 5,25 –18,40% dibandingkan teoritis. Sementara itu, komposisi Nb, Fe dan Cr aktual dalam paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pengerolan panas (800 °C; 2 jam) dengan reduksi tebal 25% masing-masing adalah 0,395 % berat atau 98,75% teoritis; 0,524% berat atau 104,80% teoritis; 0,570% berat atau 114% teoritis. Komposisi aktual Nb, Fe dan Cr dalam paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr

pasca pengerolan panas (800 °C; 2 jam, r = 25%) mempunyai perbedaan 1,25 – 14% dibandingkan teoritis. Berdasarkan data-data komposisi unsur pepaduan Nb, Fe dan Cr dalam paduan pasca pengerolan panas (800 °C; 2 jam, r = 25%) lebih homogen dibandingkan paduan pasca pengerolan panas (800 °C; 1,5 jam, r = 25%) dan ingot paduannya maka dapat diketahui bahwa pengerolan panas dapat meningkatkan homogenitas paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Selain itu, semakin lama waktu pemanasan sampel pada pengerolan panas dapat meningkatkan homogenitas paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr. Kenaikan homogenitas paduan ini disebabkan oleh fenomena dimana pengerolan panas dapat memecah dan mendistribusikan inklusi, segregasi serta memperbesar ukuran butir pipih<sup>[8]</sup> sehingga unsur pepaduan lebih mudah terdistribusi secara lebih merata searah pengerolan paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

## 4. Kesimpulan

Semakin besar reduksi tebal yang diterapkan pada proses pengerolan panas paduan mengakibatkan : (1) perubahan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr dari struktur *widmanstätten* dan kolumnar menjadi kolumnar terdeformasi dan batang pipih, kolumnar terdeformasi dan batang pipih terdeformasi; (2) kekerasan

paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr semakin tinggi akibat pengerasan regangan; (3) peningkatan homogenitas paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr.

Paduan Zr-0,4%Nb-0,5%Fe-0,5%Cr mampu menerima deformasi dengan reduksi tebal 5 - 25% tanpa mengalami keretakan.

### Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ir. Futichah, MT, Yatno Dwi Agus dan Isfandi, A.Md yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian serta Drs. Yusuf Nampira, MT yang memberikan masukan teknis dalam penentuan komposisi kimia paduan Zr-Nb-Fe-Cr.

### Daftar pustaka

- [1] T. Chuto, F. Nagase and T. Fuketa, Nucl. Eng. Technol. 41(2009)163-170.
- [2] B. G. Parfenov, Corrosion of Zirconium and Zirconium Alloys, IPST Press, Jerusalem, 1969.
- [3] J. Wang, H.Y. Fan, J. Xiong, et al., Nucl. Eng. Des. 241(2011)471-475.
- [4] G. P. Sabol and R. J. Comstock, Effect Dilute Alloy Additions of Molybdenum, Niobium, and Vanadium on Zirconium Corrosion, Zirconium in The Nuclear Industry, ASTM International STP 1354, (2002)525-544.
- [5] S. Kalpakjian and Schmid, Manufacturing Engineering and Technology, Addison-Wesley, Massachusetts, 2010.
- [6] Y. S. Lim, H.G. Kim and Y.H. Jeong, Mater. Trans., 49(2008)1702-1705.
- [7] T. Thorvaldsson, T. Andersson, A. Wilson and A. Wardle, Corrosion Behaviour, Heat Treatment and Microstructure of Zircaloy-4 Tubing, Zirconium in The Nuclear Industry, 8<sup>th</sup> International Symposium, ASTM STP 1023, New Orleans, USA, 1989, pp. 128.
- [8] B. X. Zhou, W. J. Zhao, Z. Miao, S. F. Pan, C. Li and Y. R. Jiang, The Effect of Heat Treatment on The Corrosion Behaviour of Zircaloy-4, China Nuclear Science and Technology Report, CNIC-01074, SINRE-0066, Atomic Energy Press, 1996.
- [9] J. H. Baek, Y. H. Jeong and I. S. Kim, J. Nucl. Mater. 280(2000)235-245.
- [10] O. T. Woo, and M. Griffiths, J. Nucl. Mater. 384(2009)77-80.
- [11] Sungkono, Pengaruh Kandungan Niobium Terhadap Mikrostruktur, Komposisi Kimia dan Kekerasan Paduan Zr-Nb-Fe-Cr, J. Teknologi Bahan Nuklir, 2(2006)29-38.
- [12] G. F. Vander Voort, Metallography : Principle and Practice, McGraw-Hill, New York, 1984.
- [13] G. E. Dieter, Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill Book Co., New York, 1988.
- [14] B. K. Agrawal, Introduction to Engineering Materials, Tata McGraw-Hill, New Delhi, 2000.