

PENGARUH DEFORMASI PADA KARAKTERISTIK KRISTALIT DAN KEKUATAN LULUH ZIRCALOY-4

Sugondo dan Futichah

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN, Serpong

ABSTRAK

PENGARUH DEFORMASI PADA KARAKTERISTIK KRISTALIT DAN KEKUATAN LULUH ZIRCALOY-4. Pengaruh deformasi (perolan) pada regangan mikro, kristalit, dan tegangan luluh Zircaloy-4 dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X. Tujuan penelitian adalah karakterisasi bahan kelongsong PWR dengan sasaran perolehan data kristalografi Zircaloy-4. Bahan (*as-received*) dengan komposisi pepadu utama 1,3% Sn, 0,22% Fe, dan 0,10% Cr dipotong menggunakan *diamond blade* dengan ukuran 10 mm × 100 mm. Setelah dibersihkan, sampel dipanaskan pada suhu 1100 °C selama 2 jam, kemudian didinginkan cepat (*quenched*) dalam air dingin. Sampel dibersihkan dan dipanaskan pada suhu 750 °C selama 2 jam. Selanjutnya sampel dirol dingin (*cold rolled*) dengan reduksi tebal 40%, 75%, dan 80%. Setelah preparasi selesai, dilakukan identifikasi kristal dengan difraksi sinar-X. Proses yang dianalisis ialah proses kuencing diikuti anil, proses deformasi plastis dari anil dan direduksi dari 40% hingga 80%, dan konstansi rasio c/a. Dari analisis tersebut diperoleh tiga kesimpulan. Pertama, proses anil 750 °C Zry-4 dari hasil kuencing mengakibatkan terjadinya rekristalisasi dan pertumbuhan butir yang terbukti dengan naiknya regangan mikro dari 25,05% menjadi 32,83%, naiknya ukuran kristalit dari 10,1015 Å menjadi 287,4798 Å, turunnya densitas dislokasi dari 2,94E+16 m/m³ menjadi 3,63E+13 m/m³, turunnya kekuatan luluh dari 1125,52 MPa menjadi 304,44 MPa. Kedua, proses reduksi Zry-4 dari sample hasil anil yang direduksi sampai 80% mengakibatkan deformasi plastis dan menghasilkan kristalit yang terbukti dengan turunnya regangan mikro dari 32,83% menjadi 3,15%, turunnya ukuran kristalit dari 287,4798 Å menjadi 10,9764 Å, naiknya densitas dislokasi dari 3,63E+13 m/m³ menjadi 2,49E+16 m/m³, dan naiknya tegangan luluh dari 304,44 MPa menjadi 1057,69 MPa. Ketiga, proses deformasi plastis Zry-4 dibatasi oleh konstansi rasio c/a terbukti dengan turunnya tegangan mikro dari 3,22% menjadi 3,15%, turunnya ukuran kristalit dari 25,8199 Å menjadi 10,9764 Å, naiknya densitas dislokasi dari 4,5E+15 m/m³ menjadi 2,49E+16 m/m³, dan naiknya tegangan luluh dari 607,47 MPa menjadi 1057,69 MPa dari sampel yang direduksi dari 75% menjadi 80%.

KATA KUNCI: deforomasi, regangan mikro, kristalit, dislokasi, kekuatan luluh, difraksi sinar-x, zircaloy-4, kelongsong PWR

ABSTRACT

EFFECT OF DEFORMATION ON CRYSTALLITE CHARACTERISTIC AND YIELD STRESS OF ZIRCALOY-4. The effect of deformation (rolling) on micro strain, crystallite size, crystallite density, and yield strength of Zircaloy-4 was characterized by x-ray diffraction. The goal of this investigation is to characterize the cladding materials of PWR and the target is to have data on the crystallography of Zircaloy-4. The as-received material with the composition 1.3% Sn, 0.22% Fe, 0.1% Cr, and Zr balanced was cut 10 mm × 100 mm in size using diamond blade. The samples were cleaned and heated at 1100 °C for 2 hours and then quenched in cold water. Then the sample were cleaned and heated at 750 °C for 2 hours. Afterward the samples were cold rolled with 40%, 75%, and 80% reduction in thickness. After the preparation was completed, the crystals of the

samples were characterized using X-ray diffraction. The processes being analysed were quenching followed by annealing, plastic deformation of annealing and reduction from 40% to 80%, and the constancy of the c/a ratio. From the analyses, three conclusions were obtained. Firstly, the annealing process at 750 °C of Zry-4 from the quenched samples resulted in the recrystallization and the grain growth which was proven by the increase of microstrain from 25.05% to 32.83%, the increase of crystallite size from 10.1015 Å to 287.4798 Å, the decrease of dislocation density from 2.94E+16 m/m³ to 3.63E+13 m/m³, and the decrease of yield strength from 1125.52 MPa to 304.44 MPa. Secondly, the process of reduction of Zry-4 from the annealed samples reduced to 80% resulted in the plastic deformation and crystallite which was shown by the decrease of microstrain from 32.83% to 3.15%, the decrease of crystalite size from 287.4798 Å to 10.9764 Å, the increase of dislocation density from 3.63E+13 m/m³ to 2.49E+16 m/m³, and the increase of yield strength from 304.44 MPa to 1057.69 MPa. Thirdly, the process of plastic deformation of Zry-4 was limited by the constancy of the c/a ratio which was verified by the decrease of microstrain from 3.22% to 3.15%, the decrease of crystalite size from 25.8199 Å to 10.9764 Å, the increase of dislocation density from 4.5E+15 m/m³ to 2.49E+16 m/m³, and the increase of yield strength from 607.47 MPa to 1057.69 MPa for samples undergoing reduction from 75% to 80%.

FREE TERMS: deformation, microelongation, crystalite, dislocation, yield strength, x-ray diffraction, zircaloy-4, cladding of PWR

I. PENDAHULUAN

Zircaloy-4 digunakan sebagai bahan kelongsong elemen bakar tipe PWR (*Pressurized Water Reactor*) dan PHWR (*Pressurized Heavy Water Reactor*), bahan untuk *duct BWR* (*Boiling Water Reactor*), dan bahan bejana bertekanan reaktor CANDU^[1,2,3]. Selama pemakaian di dalam reaktor, Zircaloy-4 mengalami perubahan mikrostruktur akibat interaksi antara partikel dengan termal dan neutronik. Perubahan mikrostruktur mengakibatkan perubahan sifat mekanik, fisis, kimiawi dan neutronik. Perubahan ini bersifat anisotropis yang artinya tidak merata di seluruh bahan, yaitu tergantung pada orientasi kristal bahan. Anisotropi kristal merupakan hasil dari pengerjaan dan pemanasan selama proses fabrikasi.

Deformasi plastis zirkonium dan zirkaloi umumnya terjadi melalui proses dislokasi *slip* dan *twin*^[4]. Pada temperatur kamar, proses *twin* terjadi pada sistem {1012}<1011> dan sistem {112}<1123>, keduanya ke arah c atau arah basal (0002). Proses *slip* terjadi pada bidang basal searah dengan arah deformasi^[5]. Pada regangan besar proses *twin* dan *slip* mencapai keadaan setimbang. Kedua proses ini menghasilkan bidang basal searah dengan arah deformasi yaitu arah perolan dan *pilgering* (proses penipisan dalam pembuatan *tube*), tetapi tegak lurus pada arah ekstrusi. Jadi, deformasi pada bahan zirkonium dan zirkaloi adalah spesifik.

Zirkonium dan zirkaloi mempunyai kegetasan (*ductility*) yang baik meski pada temperatur nitrogen cair. Namun pada kenyataannya, fabrikasi sangat sulit karena struktur kristalnya heksagonal yang cenderung anisotropi dan mempunyai laju pengerasan regangan (*strain hardening rate*) yang tinggi. Secara mikroskopis, tegangan deformasi plastis ditentukan oleh ukuran kristalit dan kerapatan dislokasi^[6].

Dalam penelitian ini dilakukan karakterisasi pengaruh β -*quenching*, pemanasan, dan perolan pada ukuran kristalit, regangan mikro, dan kekuatan luluh Zircaloy-4. Sedangkan tujuan dari penelitian adalah untuk memahami kristalografi Zircaloy-4 yang berkaitan dengan ukuran kristalit, densitas dislokasi, dan kekuatan luluh. Karakteristik tersebut merupakan parameter *irradiation growth* dan *creep*.

II. TEORI

Profil puncak difraksi sinar-X (XRD) umumnya melebar yang disebabkan oleh ukuran kristalit yang sangat kecil yang lebih kecil dari ukuran butir (*grain*), regangan mikro akibat dislokasi, dan ketidak teraturan susunan atom (*stacking faults*). Dengan demikian pelebaran puncak dapat digunakan untuk analisis bahan. Puncak profil difraksi sinar-X merupakan refleksi berbagai bidang kristal yang merupakan karakteristik dari suatu bahan. Bentuk difraktogram (profil puncak) juga dipengaruhi oleh alat dan bentuk sampel.

Koreksi pelebaran puncak akibat instrumen merupakan langkah paling utama untuk mendapatkan puncak yang sebenarnya 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, θ , dan diformulasikan sebagai berikut^[7]:

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

dimana U , V , dan W adalah suatu konstanta. Model ini tidak termasuk divergensi sudut kecil yaitu 2θ lebih kecil 30° . b^2 diperoleh dengan membuat kurva $(FWHM)^2$ versus $\tan \theta$ yang menghasilkan suatu regresi polinomial, 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 (β) dengan persamaan berikut^[8].

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

Pelebaran puncak juga hasil kontribusi dari kristalit (D) dan regangan mikro (ε). Persamaan berikut^[9] menunjukkan korelasi antara pelebaran puncak (β), ukuran kristalit (D), regangan mikro (ε), sudut Bragg (θ), dan panjang gelombang (λ) dalam satuan Å.

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

Berdasarkan persamaan ini, dapat dibuat kurva antara $(\beta \cos \theta / \lambda)^2$ versus $(\sin \theta / \lambda)^2$, dimana intersepnya adalah $(1/D)^2$ dan kemiringannya $16 (\varepsilon)^2$.

Selanjutnya densitas dislokasi (ρ) dapat dihitung dengan persamaan berikut^[9]:

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

dimana η = suatu konstanta yang harganya mendekati 1

D = ukuran kristalit.

Setelah densitas dislokasi diketahui, maka kekuatan luluh (Y_s) dapat dihitung dengan persamaan berikut^[9]:

$$Y_s = 274,54 + 4,963 \times 10^{-6} \sqrt{\rho} \quad (5)$$

dengan satuan Y_s dalam MPa dan ρ dalam m/m^3 atau $1/m^2$.

Penelitian ini bertujuan mengkarakterisasi ukuran kristalit, regangan mikro dan kekuatan luluh paduan Zircaloy-4 dengan metode difraksi sinar-X.

III. TATA KERJA

3.1. Bahan

Bahan (*as-received*) dengan komposisi pepaduan utama 1,3% Sn, 0,22% Fe, dan 0,10% Cr dipotong menggunakan *diamond blade* dengan ukuran 10 mm × 100 mm. Setelah dibersihkan, sampel dipanaskan pada suhu 1100 °C selama 2 jam, kemudian didinginkan cepat (*quenched*) dalam air. Sampel dibersihkan dan dipanaskan pada suhu 750 °C selama 2 jam. Selanjutnya sampel dirol dingin (*cold rolled*) dengan reduksi tebal 40%, 75%, dan 80%. Selanjutnya sampel siap untuk identifikasi kristal dengan difraksi sinar-X.

3.2. Cara Kerja

Sampel dipoles sampai grid 1200 mesh untuk menghilangkan oksida selama proses berlangsung. Pembuatan difraktogram dilakukan dengan alat JEOL, DX-GERP-12 dengan spesifikasi sebagai berikut: Tube = Cu, Filter = Ni, Tegangan = 36 kV, Arus = 20 MA, dan Kecepatan (*Speed*) = 2°/menit.

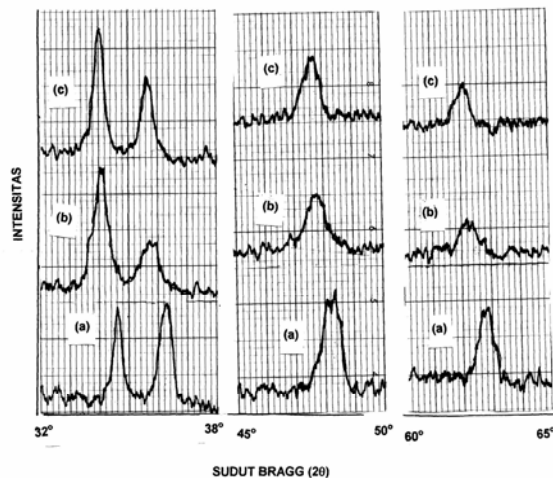
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil difraksi dapat dilihat pada difraktogram Gambar 1 sampai Gambar 3, dan data difraktogram sekaligus hasil perhitungannya dapat dilihat pada Tabel 1.

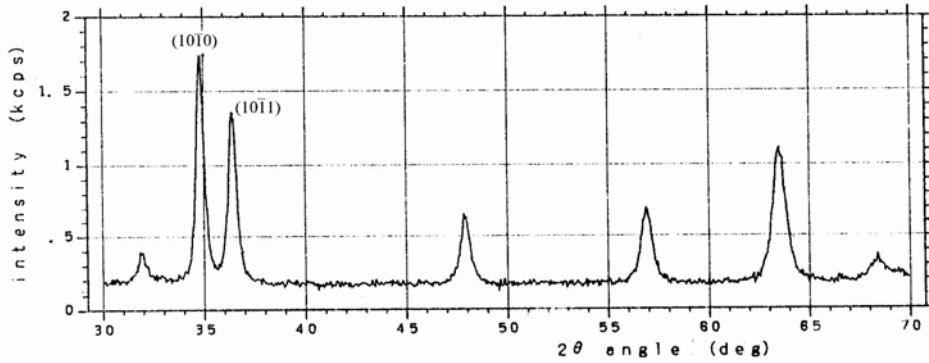
4.1. Koreksi Pelebaran Puncak

Koreksi pelebaran puncak instrumen menggunakan persamaan (1), yang dipakai untuk menghitung b^2 sebagai fungsi sudut Bragg pada masing-masing puncak. Sudut Bragg dan lebar setengah puncak diperoleh dari Gambar 1 sampai Gambar 3 dengan data numerik pada Tabel 1. Dengan membuat kurva $(FWHM)^2$ versus $\tan \theta$ yang bersumber pada Tabel 1, diperoleh regresi seperti pada Tabel 2. Berdasarkan regresi tersebut dapat dihitung b^2 . Kemudian b^2 dimasukkan ke dalam persamaan (2) untuk koreksi pelebaran instrumen. Setelah lebar puncak terkoreksi diketahui, kemudian dibuat regresi $(\beta \cos \theta / \lambda)^2$ versus $(\sin \theta / \lambda)^2$.

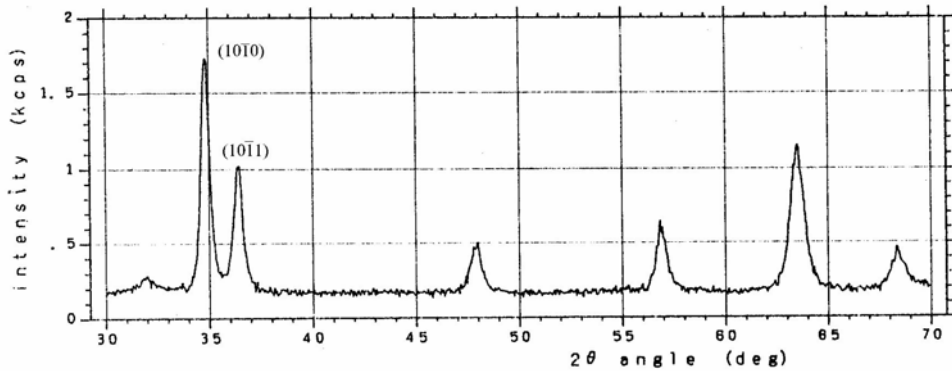
Dari korelasi $(\beta \cos \theta / \lambda)^2$ versus $(\sin \theta / \lambda)^2$ diperoleh regresi Tabel 3 dan sesuai dengan persamaan (3) maka intersepnya adalah $(1/D)^2$ yaitu sebagai ukuran kristalit (sub-butir atau *sub-grain*) dan kemiringannya adalah $(4 \varepsilon)^2$ yaitu merupakan regangan mikro. Harga D dapat digunakan untuk menghitung densitas dislokasi (ρ) 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 4.



Gambar 1. Difraktogram Zircaloy-4: (a) hasil proses kuencing, (b) hasil proses reduksi 40%, (c) hasil proses aniling



Gambar 2. Difraktogram Zircaloy-4 melalui proses kuencing, anil, dan reduksi 75%



Gambar 3. Difraktogram Zircaloy-4 melalui proses kuencing, anil, dan reduksi 80%

Tabel 1. Data difraktogram Zircaloy-4 melalui proses kuencing, anil, dan reduksi

No.	Kuencing		Anil		Reduksi 40%		Reduksi 75%		Reduksi 80%	
	2θ (deg)	FWHM	2θ (deg)	FWHM	2θ (deg)	FWHM	2θ (deg)	FWHM	2θ (deg)	FWHM
1	35,600	0,260	35,000	0,250	35,200	0,290	31,850	0,469	34,763	0,489
2	37,500	0,370	36,700	0,340	36,800	0,350	34,763	0,381	36,394	0,486
3	47,800	0,350	47,200	0,300	47,300	0,400	36,394	0,482	47,887	0,593
4	63,400	0,400	62,600	0,350	62,800	0,500	47,887	0,508	56,831	0,562
5	-	-	-	-	-	-	56,831	0,633	63,445	0,781
6	-	-	-	-	-	-	63,445	0,709	68,324	0,551
7	-	-	-	-	-	-	68,324	0,793	-	-

Keterangan: θ adalah sudut Bragg ($^{\circ}$), FWHM adalah lebar setengah puncak ($^{\circ}$), dan reduksi (%) adalah Zircaloy-4 melalui proses kuencing (*quenching*), anil, dan reduksi (%)

Tabel 2. Korelasi pelebaran puncak sebagai fungsi sudut Bragg

No.	Sampel	Regresi koreksi pelebaran puncak instrumen	
		Koreksi (b^2)	Fungsi $\tan \theta$
1	Kuencing	$b^2 =$	$2,2053 \tan^2 \theta - 0,0764 \tan \theta + 0,0887$
2	Anil	$b^2 =$	$0,2145 \tan^2 \theta - 0,4387 \tan \theta + 0,18$
3	Reduksi 40%	$b^2 =$	$0,8005 \tan^2 \theta - 0,2373 \tan \theta + 0,1$
4	Reduksi 75%	$b^2 =$	$4,8827 \tan^2 \theta - 4,164 \tan \theta + 1,1$
5	Reduksi 80%	$b^2 =$	$3,2182 \tan^2 \theta - 2,725 \tan \theta + 0,85$

Tabel 3. 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	Kuencing	$(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$	$0,004 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0,0098$
2	Anil	$(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$	$1,727 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0,000 012$
3	Reduksi 40%	$(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$	$0,0029 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0,000 09$
4	Reduksi 75%	$(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$	$0,0166 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0,0015$
5	Reduksi 80%	$(\beta \cos \theta/\lambda)^2 =$	$0,0159 (\sin \theta/\lambda)^2 + 0,0083$

Tabel 4. Regangan mikro, ukuran kristalit, densitas dislokasi, dan kekuatan luluh

Sampel	$(4 \epsilon)^2$	$(1/D)^2$	ϵ	D(Å)	ρ (m/m ³)	Ys (MPa)
Kuencing	1,004	9,80E-03	0,2505	10,1015	2,94E+16	1125,52
Anil	1,727	1,21E-05	0,3285	287,4798	3,63E+13	304,44
Reduksi 40%	0,0029	9,00E-05	0,0135	105,4093	2,70E+14	356,09
Reduksi 75%	0,0166	1,50E-03	0,0322	25,8199	4,50E+15	607,47
Reduksi 80%	0,0159	8,30E-03	0,0315	10,9764	2,49E+16	1057,69

Keterangan: ϵ adalah regangan mikro, D adalah ukuran kristalit (Å), ρ adalah kerapatan dislokasi (m/m³), dan Ys adalah tegangan luluh (MPa).

4.2. Regangan Mikro

Regangan mikro (ϵ) ditunjukkan pada Tabel 4. Regangan mikro sampel hasil kuencing Zry-4 sebesar 25,05%, sampel anil sebesar 32,83%, sampel hasil reduksi 40% sebesar 1,35%, sampel hasil reduksi 75% sebesar 3,22%, dan sampel hasil reduksi 80% sebesar 3,15%.

Regangan mikro sampel hasil kuencing lebih kecil jika dibandingkan dengan hasil anil 750 °C. Data ini menunjukkan bahwa rendahnya regangan mikro kemungkinan terjadinya proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir selama anil. Sampel yang dianil 750 °C mempunyai regangan mikro 32,83% dan sampel yang direduksi 40% mempunyai regangan mikro 1,35%. Pada reduksi 40% tampak sudah terjadi pembentukan kristalit. Seperti yang dijelaskan pada pendahuluan bahwa deformasi plastis zirkonium dan zirkaloi mayoritas terjadi melalui proses dislokasi *slip* dan *twin*. Sehingga beban tegangan yang dikenakan pada bahan tidak berubah menjadi regangan butir tetapi menjadi rotasi pada kisi kristal. Pergeseran kisi kristal ini menghasilkan kristalit. Penambahan beban tegangan selanjutnya yang lebih besar mengakibatkan regangan butir. Terbukti reduksi 75% menghasilkan regangan 3,22% dan reduksi 80% menghasilkan regangan 3,15%. Berdasarkan data bahwa regangan hasil dari reduksi 80% lebih kecil dibandingkan dengan hasil reduksi 75%, berarti ada batas regangan maksimum akibat deformasi. Regangan maksimum disebabkan oleh mekanisme deformasi dan harus memenuhi konstansi rasio c/a .

4.3. Ukuran Kristalit

Ukuran kristalit ($D=\bar{A}$) ditunjukkan pada Tabel 4. Ukuran kristalit sampel hasil kuencing sebesar 10,1015 Å, hasil anil 750 °C sebesar 287,4798 Å, hasil reduksi 40% sebesar 105,4093 Å, hasil reduksi 75% sebesar 25,8199 Å, dan hasil reduksi 80% sebesar 10,9764 Å. Jika dibandingkan sampel hasil kuencing dan anil 750 °C, ukuran kristalit bertambah besar dengan suhu anil. Data ini menunjukkan bahwa naiknya ukuran kristalit kemungkinan disebabkan oleh terjadinya proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir selama anil. Sampel yang dianil 750 °C mempunyai ukuran kristalit 287,4798 Å dan sampel yang direduksi 40% mempunyai ukuran kristalit 105,4093 Å. Pada reduksi 40% tampak sudah terjadi pembentukan kristalit. Seperti yang dijelaskan pada penjelesan regangan mikro bahwa deformasi plastis zirkonium dan zirkaloi mayoritas terjadi melalui proses dislokasi *slip* dan *twin*. Dengan demikian beban tegangan yang dikenakan pada bahan tidak berubah menjadi regangan butir tetapi menjadi rotasi pada kisi kristal. Pergeseran kisi kristal ini menghasilkan kristalit. Penambahan beban tegangan selanjutnya yang lebih besar mengakibatkan regangan butir. Terbukti dengan reduksi 75% menghasilkan ukuran kristalit 25,8199 Å dan reduksi 80% menghasilkan ukuran kristalit 10,9764 Å. Berdasarkan data bahwa ukuran kristalit hasil dari reduksi 80% lebih kecil dibandingkan dengan hasil reduksi 75%, berarti ada batas regangan maksimum akibat deformasi. Regangan maksimum disebabkan oleh mekanisme deformasi dan harus memenuhi konstansi rasio c/a , sehingga ukuran kristalit tidak dapat bertambah besar lagi.

4.4. Densitas Dislokasi

Densitas dislokasi ($\rho = m/m^3$) ditunjukkan pada Tabel 4. Densitas dislokasi sampel hasil kuencing sebesar $2,94E+16 m/m^3$, hasil anil 750 °C sebesar $3,63E+13 m/m^3$, hasil reduksi 40% sebesar $2,70E+14 m/m^3$, hasil reduksi 75% sebesar $4,5E+15 m/m^3$, dan hasil reduksi 80% sebesar $2,49E+16 m/m^3$. Jika dibandingkan sampel hasil kuencing dan anil 750 °C, ukuran kristalit bertambah besar dengan suhu anil. Data ini menunjukkan bahwa naiknya ukuran kristalit kemungkinan disebabkan oleh terjadinya proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir selama anil. Sampel yang dianil 750 °C mempunyai densitas dislokasi $3,63E+13 m/m^3$ dan sampel yang direduksi 40% mempunyai ukuran densitas dislokasi $2,70E+14 m/m^3$. Pada reduksi 40% nampak sudah terjadi pembentukan kristalit. Seperti yang dijelaskan pada penjelasan ukuran kristalit bahwa deformasi plastis zirkonium dan zirkaloi mayoritas terjadi melalui proses dislokasi *slip* dan *twin*. Dengan demikian beban tegangan yang dikenakan pada bahan tidak berubah menjadi regangan butir tetapi menjadi rotasi pada kisi kristal. Pergeseran kisi kristal ini menghasilkan kristalit. Penambahan beban tegangan selanjutnya yang lebih besar mengakibatkan meningkatnya densitas dislokasi. Terbukti dengan reduksi 75% menghasilkan densitas dislokasi $4,5E+15 m/m^3$ dan reduksi 80% menghasilkan densitas dislokasi $2,49E+16 m/m^3$. Berdasarkan data bahwa densitas dislokasi hasil dari reduksi 80% lebih besar dibandingkan dengan hasil reduksi 75%, berarti ada batas regangan maksimum akibat deformasi. Regangan maksimum disebabkan oleh mekanisme deformasi dan harus memenuhi konstansi rasio c/a , sehingga densitas dislokasi menjadi bertambah.

4.5. Kekuatan Luluh

Kekuatan luluh ($Y_s = \text{MPa}$) ditunjukkan pada Tabel 4. Dapat dilihat bahwa kekuatan luluh sampel hasil kuencing sebesar 1125,52 MPa, hasil anil 750 °C sebesar 304,44 MPa, hasil reduksi 40% sebesar 356,09 MPa, hasil reduksi 75% sebesar 607,47 MPa, dan hasil reduksi

80% sebesar 1057,69 MPa. Jika dibandingkan sampel hasil kuencing dan anil 750 °C, kekuatan luluh berkurang dengan suhu anil. Data ini menunjukkan bahwa turunya kekuatan luluh kemungkinan disebabkan oleh terjadinya proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir selama anil. Sampel yang dianil 750 °C mempunyai kekuatan luluh 304,44 MPa dan sampel yang direduksi 40% mempunyai kekuatan luluh 356,09 MPa. Pada reduksi 40% tampak sudah terjadi pembentukan kristalit. Seperti yang dijelaskan pada penjelasan ukuran kristalit bahwa deformasi plastis zirkonium dan zirkaloi mayoritas terjadi melalui proses dislokasi *slip* dan *twin*. Dengan demikian beban tegangan yang dikenakan pada bahan tidak berubah menjadi regangan butir tetapi menjadi rotasi pada kisi kristal. Pergeseran kisi kristal ini menghasilkan kristalit. Penambahan beban tegangan selanjutnya yang lebih besar mengakibatkan meningkatnya densitas dislokasi dan akibatnya meningkatkan kekuatan luluh. Terbukti dengan reduksi 75% menghasilkan kekuatan luluh 607,47 MPa dan reduksi 80% menghasilkan kekuatan luluh 1057,69 MPa. Berdasarkan data bahwa densitas dislokasi hasil dari reduksi 80% lebih besar dibandingkan dengan hasil reduksi 75%, berarti ada batas regangan maksimum akibat deformasi. Regangan maksimum disebabkan oleh mekanisme deformasi dan harus memenuhi konstansi rasio c/a , sehingga densitas dislokasi menjadi bertambah. Penambahan densitas dislokasi mengakibatkan naiknya tegangan sisa yang selanjutnya pada kekuatan luluh.

V. KESIMPULAN

1. Proses anil 750 °C Zry-4 dari hasil kuencing mengakibatkan terjadinya rekristalisasi dan pertumbuhan butir yang terbukti dengan naiknya regangan mikro dari 25,05% menjadi 32,83%, naiknya ukuran kristalit dari 10,1015 Å menjadi 287,4798 Å, turunya densitas dislokasi dari $2,94E+16$ m/m^3 menjadi $3,63E+13$ m/m^3 , dan turunya kekuatan luluh dari 1125,52 MPa menjadi 304,44 MPa.
2. Proses reduksi Zry-4 dari hasil anil yang direduksi sampai 80% mengakibatkan deformasi plastis dan menghasilkan kristalit yang terbukti dengan turunya regangan mikro dari 32,83% menjadi 3,15%, turunya ukuran kristalit dari 287,4798 Å menjadi 10,9764 Å, naiknya densitas dislokasi dari $3,63E+13$ m/m^3 menjadi $2,49E+16$ m/m^3 , dan naiknya tegangan luluh dari 304,44 MPa menjadi 1057,69 MPa.
3. Proses deformasi plastis Zry-4 dibatasi oleh konstansi rasio c/a ($\pm 1,6$) terbukti dengan turunya tegangan mikro dari 3,22% menjadi 3,15%, turunya ukuran kristalit dari 25,8199 Å menjadi 10,9764 Å, naiknya densitas dislokasi dari $4,5E+15$ m/m^3 menjadi $2,49E+16$ m/m^3 , dan naiknya tegangan luluh dari 607,47 MPa menjadi 1057,69 MPa dari sampel yang direduksi 75% menjadi 80%.

VI. DAFTAR PUSTAKA

1. CAHN, R.W., HAASEN, P., and KRAMER, E.J., "Materials Science and Technology", (LAMBERT J.D.B. AND STRAIN R.), Oxide Fuels, Vol. 10A, (FROST, B.R.T.), Nuclear Materials, Part 1, VCH, Wein Hein, Germany, 1985, p.121.
2. HAYWARD, P.J., and GEORGE, I.M., "Dissolution of CANDU Fuel by Molten Zircaloy-4 Cladding", Third International Conference on CANDU Fuel, October 4-6 1992, Chalk River, Canada, 1992, pp.4-11.
3. WOODS, C.R., "Properties of Zircaloy-4 Tubing", NBS, Virginia-USA, December 1966, pp.1-215.

4. TECKHOFF, E., “Deformation Mechanism, Texture and Anisotropy in Zirconium and Zircaloy”, ASTM-STP-966, American Society for Testing Materials, Pennsylvania, 1988.
5. NUMAKURA, H., MINOSHI, Y., and KOIWA, M., “ $\{1011\}[1123]$ Slip in Zirconium”, *Philosophy*, No. 63, 1991, pp.1077-1084.
6. CAGLIOTI, G., PAOLETTI, A., and RICCI, F. P., “Nuclear Instrument Method”, Vol.3, No. 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*, Vol.27, No. 1, February 2004, p.64.
7. CULLITY, B.D., “X-Ray Diffraction”, Addison Wesley, England, 1959, p.259.
8. RAMA, R.P., and ANANTHARAMAN, T.R., *Z. Metalk*, Vol. 54, No. 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*, Vol.27, No. 1, February 2004, p.65.
9. SHARP, J.V., MAKIN, M.J., and CHRISTIAN, J.W., “*Physics Status Solidi*”, Vol.11, No. 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*, Vol.27, No. 1, February 2004 p.65.
10. REED-HILL, R.E., “*Physical Metallurgy Principles*”, 2nd ed., Wadsward, California, 1973, p.832.