

IDENTIFIKASI UNSUR REAKTIF PADUAN SUPER MA 6000 AKIBAT OKSIDASI TEMPERATUR TINGGI

Elman Panjaitan

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN, Serpong

(Diterima 13 Mei 2008, disetujui 18 September 2008)

ABSTRAK

IDENTIFIKASI UNSUR REAKTIF PADUAN SUPER MA 6000 AKIBAT OKSIDASI TEMPERATUR TINGGI. Telah dilakukan penelitian identifikasi unsur reaktif pada paduan super MA 6000, yang dikenai proses oksidasi pada temperatur 1100 °C selama 72 jam menggunakan mikroskop elektron transmisi (TEM) yang dilengkapi dengan analisator energi sinar-X terdispersi (EDX). Penelitian ini bertujuan untuk dapat mengetahui pengaruh unsur reaktif terhadap lapisan oksida yang terbentuk pada paduan super MA 6000. Hasil penelitian menunjukkan lapisan oksida yang terbentuk adalah oksida aluminium berbentuk kolomnar. Pada lapisan tersebut terbentuk juga endapan-endapan utama yang kaya dengan unsur reaktif yttrium (Y) dan titanium (Ti), dan unsur-unsur minor kromium (Cr), nikel (Ni) dan besi (Fe) sebagai unsur sisa oksida. Proses pemanasan suhu tinggi dalam durasi waktu lama tidak menunjukkan spalasi lapisan oksida. Fase lapisan oksida aluminium adalah fase- α yang mempunyai sistem kristal fcc (*face-centered cubic*).

KATA KUNCI: Unsur reaktif, Paduan super, MA 6000, Oksidasi

ABSTRACT

IDENTIFICATION OF REACTIVE ELEMENTS IN MA 6000 SUPER ALLOYS DUE TO OXIDATION AT HIGH TEMPERATURE. Identification of reactive elements in MA 6000 super alloys due to oxidation at temperature of 1100 °C for 72 hours has been observed using a Transmission Electron Microscope (TEM) and Energy Dispersive X-ray. The goal of the research is to determine of the effects of reactive elements on oxide layers formed on MA 6000 super alloys. The result shows that the columnar shape of aluminum oxide was formed on the oxide layer. It was also observed that the oxide layer contained precipitates rich in reactive elements yttrium (Y) and titanium (Ti), and some minor elements chromium (Cr), nickel (Ni) and iron (Fe) as oxide residual elements. Heat treatment at high temperature for long period did not show any spallation of the oxide layer. The aluminum oxide layer was an α -phase with a face-centered cubic (fcc) crystal structure.

FREE TERMS: Reactive element, Super alloys, MA 6000, Oxidation

I. PENDAHULUAN

Paduan super (*super alloys*) berbasis nikel–kromium–aluminium merupakan paduan tahan terhadap oksidasi suhu tinggi dan sulfidisasi dengan kerapatan rendah, namun paduan berbasis nikel ini cukup mahal. Ketahanan terhadap serangan oksidasi pada paduan super diperoleh karena terdapat lapisan pelindung oksida kromium dan atau lapisan pelindung oksida aluminium.

Penelitian-penelitian terdahulu menunjukkan bahwa untuk meningkatkan ketahanan terhadap serangan oksidasi temperatur tinggi, unsur-unsur tertentu perlu ditambahkan untuk

membantu terbentuknya lapisan oksida aluminium atau oksida kromium. Unsur penambah tersebut adalah unsur reaktif, yang dapat ditambahkan pada paduan dengan teknik dispersi oksida atau dengan teknik melapiskan unsur reaktif tersebut pada permukaan bahan. Akan tetapi, ketika paduan super MA 6000 dikenakan perlakuan panas yang berkelanjutan, seringkali terjadi masalah serius yaitu timbulnya spalasi lapisan oksida, sehingga berakibat berkurangnya usia pakai bahan^[1-4].

Di lain pihak, unsur-unsur reaktif tertentu bahkan dapat memicu terjadinya spalasi, di antaranya unsur yttrium (Y), yang sengaja disubstitusikan untuk meningkatkan adhesi antar unsur pada paduan^[1]. Manfaat unsur reaktif sebagai adhesi dan di lain pihak dapat memicu spalasi lapisan oksida, seperti dipaparkan tersebut di atas, tidak menjadi perhatian dalam penelitian ini. Penelitian lebih menekankan pada pengamatan keberadaan unsur reaktif pada suatu lapisan oksida yang terbentuk pada paduan super MA 6000, dengan maksud untuk dapat mengetahui perilaku presipitasi yang mungkin terbentuk oleh unsur reaktif pada lapisan oksida, yang pada gilirannya dapat dipelajari pengaruh presipitasi tersebut terhadap spalasi lapisan oksida.

Landasan pengetahuan yang menjadi acuan dalam penelitian ini adalah bahwa spalasi merupakan proses termodinamik, dimana energi regangan antara lapisan oksida dengan bahan dasar (*base metal*) lebih besar dibandingkan energi retak lapisan oksida. Di lain pihak, secara mekanik lapisan permukaan bahan dasar sebagai bidang kontak terbentuknya lapisan oksida harus mempunyai kekasaran tertentu sehingga terbentuk lapisan oksida secara cepat dan spalasi dapat dipertahankan dalam durasi waktu yang relatif lebih lama sepanjang proses pemanasan berlangsung^[2].

Pengamatan terdahulu menunjukkan bahwa spalasi biasanya terjadi pada proses pendinginan ke suhu kamar dan tekanan yang menjadi penyebab spalasi adalah tekanan sisa oksidasi. Sewaktu pendinginan terjadi, tekanan yang terjadi pada oksidasi terelaksasi sehingga terjadi spalasi. Terjadinya spalasi lapisan oksida pada paduan dan pengaruh adanya unsur-unsur reaktif menjadi minat dalam penelitian ini. Sasaran penelitiannya adalah teridentifikasinya presipitasi unsur-unsur reaktif yang terdapat pada paduan super MA 6000 akibat proses pemanasan suhu tinggi, melalui proses oksidasi kering. Paduan super MA 6000 merupakan paduan yang diproduksi menggunakan teknik pemaduan penguatan dispersi oksida (*Oxide Dispersion Strengthened Alloys – ODS Alloys*) yang merupakan pengembangan dari teknik metalurgi serbuk^[3,4].

Paduan super MA 6000 ini banyak digunakan pada turbin gas, industri dapur pemanas, industri kimia proses dan penggunaan yang memerlukan ketahanan panas dan atau korosi temperatur tinggi hal karena paduan ODS mempunyai ketahanan terhadap temperatur dan korosi yang tinggi. Khusus pada Pembangkit Listrik Tenaga Nuklir (PLTN), bahan paduan super banyak digunakan pada pipa-pipa *boiler*. Hal ini disebabkan bahan paduan super tahan terhadap ekspansi panas yang cukup ekstrim, antara 600 – 1000 °C, yang sering terjadi pada pipa *boiler* akibat aliran uap bertemperatur tinggi.

II. TATA KERJA

2.1. Bahan

Bahan yang digunakan adalah paduan super MA 6000 berbentuk cakram pejal dengan diameter 50 mm dan tebal 2 mm serta komposisi seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi unsur MA 6000

Unsur	% berat	Unsur	% berat
Ni	bal.	Fe	0.7
Cr	14.6	O	0.53
Al	4.26	N	0.15
W	4.03	Zr	0.15
Ta	2.35	C	0.014
Ti	2.02	P	0.006
Mo	1.95	S	0.002
Y ₂ O ₃	1.09		

2.2. Cara Kerja

Metode penumbuhan lapisan oksida paduan super MA 6000 adalah metode oksidasi kering yaitu menggunakan MSB (*Magnetic Suspension Balance*), dimana bahan paduan super MA 6000 dipanaskan pada temperatur 1100 °C selama 72 jam disertai aliran gas oksigen. Hasil proses oksidasi pada paduan MA 6000 menunjukkan terjadinya lapisan oksida berupa kerak pada permukaan bahan.

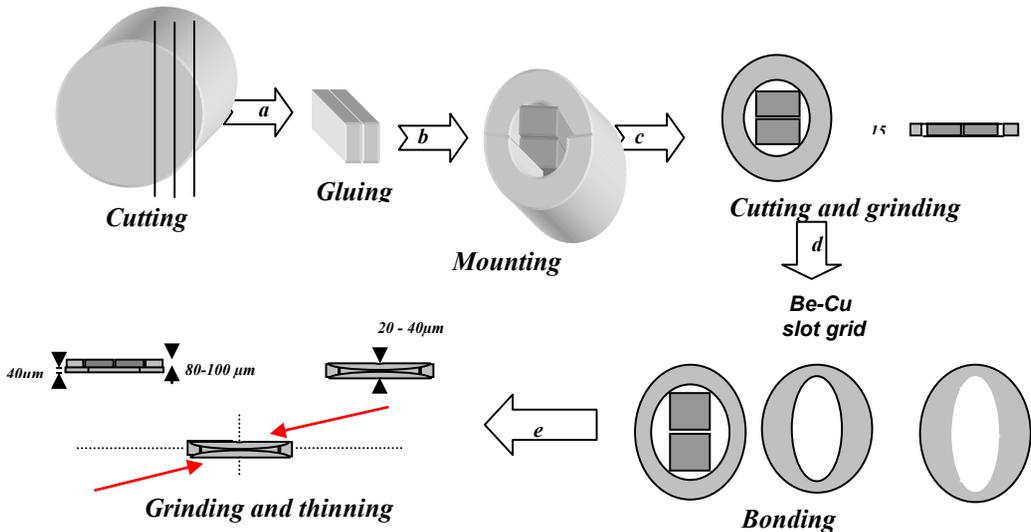
Pengamatan lapisan oksida yang terbentuk pada paduan super MA 6000 yang telah mengalami oksidasi tersebut, dilakukan menggunakan instrumen mikroskop elektron transmisi (*Transmission Electron Microscope – TEM*) JEOL 1200 yang dilengkapi EDX, Cuplikan yang diamati pada instrumen TEM JEOL 1200 tersebut terlebih dahulu dipreparasi menggunakan teknik preparasi tampak lintang (*cross section preparation*) seperti ditunjukkan Gambar 1.

Bagian permukaan paduan super MA 6000 yang teroksidasi dilapisi emas menggunakan instrument *sputter coater* selama 6 menit, selanjutnya dipotong-potong menggunakan pemotong intan (Isomet, 11-1180 *low speed saw*) sehingga berukuran $2 \times 2,5 \times 10 \text{ mm}^3$ sebanyak dua buah. Kedua buah potongan tersebut ditipiskan sehingga keduanya berukuran $1,2 \times 2,5 \times 10 \text{ mm}^3$, Kedua potongan direkatkan pada permukaan yang berlapis emas, sehingga dimensi gabungan kedua potongan menjadi $2,4 \times 2,5 \times 10 \text{ mm}^3$ dan menyerupai bentuk *sandwich*, Gambar 1.a.

Sandwich selanjutnya dimasukkan ke dalam kelongsong tembaga dengan diameter luar 3 mm, diameter dalam 2,5 mm dan panjang 10 mm. Pada kelongsong tembaga berisi potongan *sandwich* tersebut dituangkan G1 epoksi pada temperatur 130 °C selama 30 menit (Gambar 1(b)).

Kelongsong diiris sehingga mempunyai ketebalan 300 μm , yang selanjutnya ditipiskan menggunakan amplas untuk mendapatkan ketebalan menjadi 150 μm (Gambar 1(c)). Pada salah satu permukaan selanjutnya direkatkan Be-Cu *grid* (diameter 3 mm, tebal 114 μm) menggunakan G1 epoksi pada temperatur 130 °C selama 1 jam (Gambar 1(d)).

Hasil perekatan ditipiskan pada kedua permukaan menggunakan kertas amplas, sehingga ketebalan menjadi 120 μm . Selanjutnya bagian tengahnya ditipiskan menggunakan *dimple grinder* pada kedua permukaan sehingga ketebalan tepat ditengah berkisar antara 10 – 50 μm . Proses transparansi dilakukan menggunakan *ion beam thinning* (Gambar 1(e)).



Gambar 1. Skema preparasi tampang lintang sampel TEM, (a) Penempelan setelah pemotongan, (b) *Mounting* pada kelongsong, (c) Pemotongan dan penipisan, (d) Proses *bonding* sample dengan *grid* Be-Cu, (e) Proses penipisan menggunakan amplas dan *dimple grinder*

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengamatan mikrostuktur paduan super MA 6000 diberikan pada Gambar 2, yang menunjukkan dua bagian yaitu bagian matriks, sebagai *base metal*, dan bagian lapisan oksida. Oksida tersusun dalam bentuk pola struktur kolumnar, pola kolumnar ini menunjukkan bahwa pertumbuhan oksida berlangsung menuju keluar dari *base metal*.

Lapisan oksida ini adalah oksida aluminium sebagaimana terlihat dari hasil pengamatan spektrum EDX yang ditunjukkan pada Gambar 3. Puncak spektrum aluminium terlihat menonjol dan tidak terlihat puncak spektrum kromium. Dengan kata lain, tidak menampakkan lapisan oksida kromium yang lazim terbentuk pada proses oksidasi paduan super berbasis nikel.

Ketidak nampakan oksida kromium disebabkan pada pemanasan di atas 1000 °C, Cr₂O₃ cenderung terdekomposisi menjadi CrO₃ dan sebagai kompensasinya kandungan aluminium meningkat dan membentuk oksida aluminium^[5]. Oleh karena itu lapisan oksida yang teramati adalah oksida aluminium. Membandingkan dengan hasil penelitian Rao et al.^[4], menunjukkan bahwa ketidakhadiran oksida kromium akan berakibat ketahanan korosi di bawah kondisi sulfidasi pada temperatur tinggi menjadi berkurang.

Mikrostuktur lapisan oksida aluminium pada paduan super MA 6000 hasil oksidasi pada temperatur 1100 °C selama 72 jam tersebut tidak menunjukkan adanya cacat spalasi (*spallation*) pada bidang antar muka lapisan oksida dengan matriks sebagai akibat pertambahan

massa lapisan oksida yang tumbuh pada permukaan matriks selama proses oksidasi yang berlangsung relatif lama.

Pada lapisan oksida terdapat endapan senyawa lain yaitu, endapan yang kaya itrium (Y) dan endapan yang kaya titanium (Gambar 2). Endapan-endapan tersebut memiliki spektrum EDX seperti ditunjukkan pada Gambar 4. Gambar 4(a), spektrum EDX endapan x, memperlihatkan puncak spektrum unsur Al, Y, Ti, Cr dan Ni yang menonjol. Sedangkan Gambar 4(b) memperlihatkan spektrum EDX endapan y, menunjukkan puncak-puncak unsur Al, Ti dan Ni yang dominan.

Pembentukan endapan kaya Y dan Ti dapat diterangkan sebagai berikut. Pada awalnya oksidasi membentuk oksida alumina, oksida besi, oksida kromium dan oksida nikel. Dengan pertambahan waktu oksidasi, lapisan oksida tumbuh terus dan presipitat-presipitat pada matriks bergerak mendekati permukaan dan bergabung dengan lapisan oksida dimana tekanan parsial oksigennya cukup tinggi. Apabila proses oksidasi berlangsung terus dalam selang waktu yang bertambah lama, partikel-partikel Y dan Ti akan berdifusi lebih lanjut menuju permukaan lapisan oksida melalui batas butir oksida^[6].

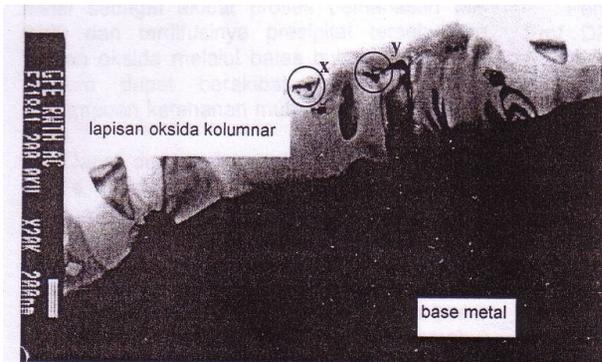
Dengan kata lain, endapan yang kaya dengan unsur titanium (Ti) dan unsur yitrium (Y), cenderung terbentuk pada permukaan lapisan oksida. Hal ini terjadi karena proses pemanasan selama oksidasi berlangsung lama, sehingga unsur-unsur Ti, Y, Fe dan Ni terdifusi bergerak terus melalui batas butir oksida dan menuju lapisan teratas oksida.

Memperbandingkan dengan hasil penelitian terdahulu, ternyata kehadiran unsur tanah jarang, dalam hal ini itrium, pada lapisan oksida dapat meningkatkan ketahanan oksida terhadap terjadinya *spalling* oksida^[3]. Sedangkan keberadaan endapan yang kaya Ti, endapan y, merupakan titanium oksida yang bersifat stabil sebagai akibat terdifusinya presipitat gamma *prime* γ' (Ni₃Al, Ti) dan atau TiN^[3,4,7,8]. Presipitat γ' , terbentuk pada *base metal* sebagai akibat proses pemanasan MA 6000 dan terdifusinya presipitat tersebut ke lapisan oksida melalui batas butir. Terdifusinya titanium dapat berakibat semakin turunnya kemampuan ketahanan mulur paduan super MA 6000.

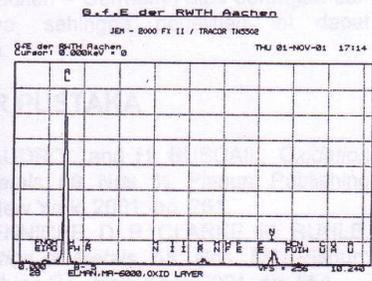
Dapat dipahami terdeteksinya unsur-unsur Cr, Fe dan Ni pada spektrum EDX, Gambar 4(a) dan (b), tidak lain merupakan unsur oksida sisa yang sebelumnya pada awal oksidasi terlebih dahulu terbentuk oksida-oksida Fe, Cr dan Ni. Terdorongnya oksida-oksida Fe, Ni dan Cr disebabkan energi ikatan alumina lebih besar dibandingkan energi ikatan oksida-oksida tersebut Fe, Cr dan Ni.

Proses oksidasi yang berlangsung lama, 72 jam, mengakibatkan lapisan oksida tumbuh terus dan partikel-partikel Ni, sebagai partikel *base metal* yang terbawa pada proses oksida aluminium, bergerak menuju permukaan. Di lain pihak, tekanan parsial oksigen cukup tinggi untuk mengoksidasi nital, sehingga dapat menyebabkan terbentuk poros dan *microcrack* pada lapisan oksida, yang pada gilirannya dapat mengakibatkan lapisan oksida aluminium terpecah. Hal ini merupakan indikasi awal terjadinya spalisasi lapisan oksida aluminium dari permukaan MA 6000.

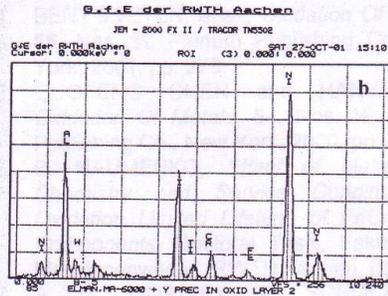
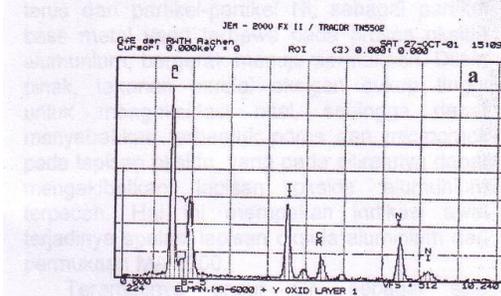
Teramatinya unsur Cr sebagai sisa pembentukan oksida Cr mengindikasikan bahwa lapisan oksida aluminium yang terbentuk pada lapisan adalah Al₂O₃. Fase Al₂O₃ yang terbentuk didukung oleh hasil pengamatan pola difraksi dari oksida aluminium (Gambar 5), yang menunjukkan pola difraksi *spot* Al₂O₃ hasil pengamatan menggunakan metode difraksi *spot* pada instrumen mikroskop elektron transmisi. Pola difraksi titik ini menunjukkan pola difraksi kisi kristal fcc (*face-centered cubic*).



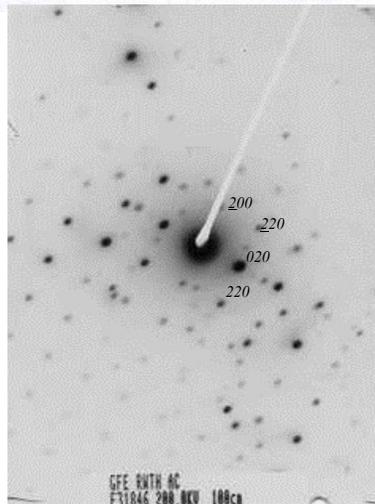
Gambar 2 Struktur mikro lapisan oksida, pada paduan super MA 6000



Gambar 3 Spektrum EDX lapisan oksida



Gambar 4. Spektrum EDX untuk, (a) endapan x dan (b) endapan y



Gambar 5. Pola difraksi Al_2O_3

IV. KESIMPULAN

Penelitian identifikasi unsur reaktif pada lapisan oksida paduan super MA 6000 yang dioksidasi pada temperatur 1100 °C selama 72 jam menunjukkan lapisan oksida yang terbentuk adalah oksida aluminium (Al_2O_3) yang berbentuk kolumnar. Pada lapisan tersebut terbentuk juga endapan-endapan yang kaya dengan unsur reaktif yttrium (Y) dan titanium (Ti), sedangkan unsur-unsur kromium (Cr), nikel (Ni) dan besi (Fe) merupakan unsur sisa oksida. Pemanasan suhu tinggi dalam durasi waktu lama tidak menunjukkan terjadinya spalasi lapisan oksida. Fase oksida aluminium adalah fase- α yang mempunyai sistem kristal fcc (*face-centered cubic*).

V. UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Prof. DR. H. J. Klaar dan Prof. DR. J. Mayer (RWTH Aachen – Germany) atas dorongan dan bantuannya, sehingga penelitian ini dapat terlaksana.

VI. DAFTAR PUSTAKA

1. CAUDROL, E., and BUSCAIL, H., "Oxidation of Metals", 55, Nos. 3/4, Plenum Publishing Co., New York, 2001, p.261.
2. MENNICKE, C., CLARKE, D.R., and RUHLE, M., "Oxidation of Metals", 55, Nos. 5/6, Plenum Publishing Co., New York, 2001, p. 551.
3. STOLOFF, N.S., "Wrought and P/M Superalloys", ASM Handbook, Vol. 9, ASM International, New York, 1993.
4. TVETEN, B., et al., "Oxidation of Metals", 55, Nos. 3/4, Plenum Publishing Co., New York, 2001, p.279.
5. CHEN, G., and LOU, H., "Oxidation of Metals", 54, Nos. 1/2, Plenum Publishing Co., New York, 2000, p.73.
6. NAUMENKO, D., "Effect of Metallurgical Chemistry and Service Conditions on Oxidation Limited Lifetime of FeCrAl-base Components", Doctoral Thesis, Fakultat Fur Maschinenwesen, RWTH Aachen, 2001.
7. MORISEY, A. M., and SCHOLZ, R., "Key Engineering Materials", 99-100, Transtec Publications Ltd., Switzerland, 1995, pp.135.
8. HANS, S., and YOUNG, D.J., "Oxidation of Metal", 55, Nos. 3/4, Plenum Publishing Co., New York, 2001, p.87.

MONITORING PROSES *CREEP* SECARA TAK RUSAK DENGAN METODE ULTRASONIK

Roziq Himawan* dan Farokhi**

* Pusat Teknologi Reaktor dan Keselamatan Nuklir – BATAN, Serpong

** Rumah Sakit Umum Pusat DR. KARIADI, Semarang

(Diterima 30 Juni 2008, disetujui 3 Nopember 2008)

ABSTRAK

MONITORING PROSES *CREEP* SECARA TAK RUSAK DENGAN METODE ULTRASONIK. Banyak komponen PLTN yang mengalami degradasi material diakibatkan oleh fenomena *creep* karena beroperasi pada lingkungan temperatur dan tegangan tinggi. Untuk mencegah terjadinya kegagalan selama PLTN beroperasi, dilakukan penelitian monitoring proses *creep* secara tak merusak dengan metode ultrasonik. Pengujian ultrasonik dilakukan terhadap material yang telah mengalami uji *creep* dengan berbagai variasi waktu pengujian. Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin lama pengujian *creep* berlangsung, cepat rambat gelombang ultrasonik mengalami penurunan, sedangkan atenuasi mengalami kenaikan, yang disebabkan cacat di dalam spesimen yang berupa *void* yang berkembang menjadi retak mikro dan retak makro. Keberadaan cacat ini akan mengganggu perambatan gelombang sehingga yang mengakibatkan penurunan cepat rambat. Selain itu, cacat di dalam spesimen akan menghamburkan gelombang ultrasonik sehingga memperbesar atenuasi.

KATA KUNCI: Degradasi material, Monitoring tak rusak, Metode ultrasonik

ABSTRACT

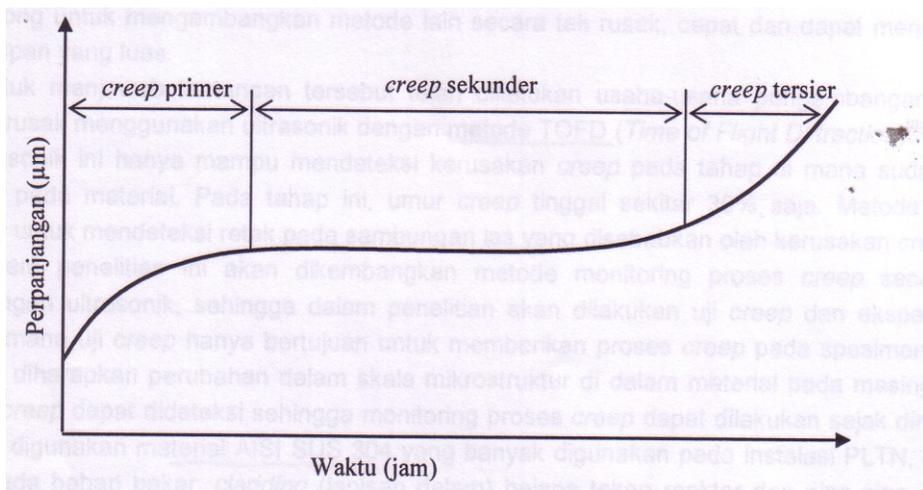
NON-DESTRUCTIVE MONITORING OF CREEP PROCESS USING ULTRASONIC METHOD. Material degradation due to creep phenomenon often occurs in many NPP's components in high temperature and stress environment. To prevent failures during NPP operation, study of non-destructive monitoring of creep process using ultrasonic method was conducted. Ultrasonic tests were performed on material following creep test under various elapsed time. Testing results show that the propagation velocity of ultrasonic wave decreased and attenuation increased with increasing time of creep test, which were caused by defects that occurred in the specimen in the form of voids which turned into microcracks and macrocracks. The presence of these defects disturbed wave propagation, thus resulting in the decrease of propagation velocity. In addition, defects in the specimen also would scatter the ultrasonic wave which resulted in the increase of attenuation.

FREE TERMS: Material degradation, Non-destructive monitoring, Ultrasonic method

I. PENDAHULUAN

Creep merupakan salah satu fenomena penuaan yang terjadi pada material yang menerima beban tinggi pada temperatur tinggi. Pada instalasi PLTN, fenomena *creep* dapat terjadi, misalnya pada material zirkaloi yang merupakan *cladding* elemen bahan bakar dan material baja nir karat yang digunakan sebagai *cladding* di *gas cooled reactor*. Semakin bertambahnya jumlah jam operasi suatu instalasi, memberikan konsekuensi semakin meningkatnya penuaan yang mengakibatkan kerusakan material (*material damage*) dan selanjutnya menurunkan tingkat keandalan dan keselamatan. Dalam rangka mencegah kegagalan operasi yang disebabkan oleh kerusakan *creep*, telah banyak dilakukan penelitian

untuk mengetahui mekanisme kerusakan material akibat *creep*^[1]. Kerusakan akibat *creep* secara umum terjadi melalui mekanisme terjadinya deformasi, terbentuknya *creep void*, yang selanjutnya tumbuh menjadi retak di dalam butir ataupun retak batas butir^[2]. Seperti diperlihatkan pada Gambar 1, secara umum proses *creep* dibagi menjadi tiga fase yaitu, *creep* primer, sekunder (*steady state*) dan tersier. Namun demikian, tergantung pada beban, temperatur dan karakteristik material, ketiga fase tersebut tidak selalu nampak pada proses *creep*. Pada tiap fase, terjadi perubahan internal material yang spesifik. Pada fase primer ditandai dengan laju regangan yang besar dan akan mengalami penurunan. Fase sekunder memiliki laju regangan minimum sehingga seakan-akan tidak terjadi regangan. Sedangkan pada fase tersier, laju regangan akan semakin bertambah yang akhirnya akan mengakibatkan spesimen patah.



Gambar 1. Kurva perubahan perpanjangan selama proses *creep*

Dengan mengetahui mekanisme kerusakan *creep* (adanya perubahan-perubahan di dalam material), maka kegagalan operasi atau kecelakaan instalasi dapat dicegah melalui pemantauan kondisi kerusakan secara berkala.

Pemantauan kondisi kerusakan material akibat *creep* dilakukan menggunakan berbagai metode yang bertujuan mengevaluasi umur komponen^[3]. Secara umum metode-metode tersebut dapat dikelompokkan menjadi 4, yaitu:

1. Metode probabilistik dengan menggunakan data di masa lalu
2. Analisis secara teori berdasarkan data operasi seperti suhu dan tegangan kerja
3. Uji secara merusak menggunakan spesimen terbuat dari material komponen terkait
4. Deteksi kerusakan atau deteksi cacat secara tak merusak

Dari keempat metode tersebut, terdapat dua metode yang banyak digunakan untuk evaluasi sisa umur *creep*, yaitu metode replika (metalografi) yang tergolong dalam metode 4 dan metode uji *creep* dipercepat yang tergolong dalam metode 3. Metode uji *creep* dipercepat dilakukan dengan memotong sebagian material komponen yang ingin dievaluasi kemudian dilakukan uji *creep* rupture. Banyak metode yang digunakan untuk menentukan sisa umur, di

antaranya adalah menggunakan metode diagram Larson-Miller. Metode ini merupakan uji secara merusak dimana dari sisi waktu serta biaya tidak ekonomis.

Metode replika (metalografi) dilakukan dengan cara mengambil replika mikrostruktur permukaan material yang ingin dievaluasi yang dilakukan secara berkala untuk mengamati perubahan mikrostruktur material. Telah banyak dilakukan penelitian terkait dengan metode replika untuk menentukan sisa umur *creep* yang menghasilkan metode penentuan umur yang akurat^[4]. Misalnya, untuk menentukan sisa umur, dilakukan dengan membandingkan mikrostruktur referensi^[5]. Secara lebih spesifik lagi, untuk melakukan kuantifikasi mikrostruktur, dilakukan dengan mengamati *void* yang terjadi, misalnya metode parameter A ^[6] dan metode fraksi luasan *void*^[7]. Meskipun metode replika merupakan metode yang akurat untuk menentukan sisa umur material, namun metode replika ini hanya menguji di permukaan material saja, sementara kerusakan akibat *creep* tidak terbatas terjadi di permukaan material, tetapi juga terjadi di dalam material. Selain itu, karena pelaksanaan uji replika memerlukan waktu yang lama, maka pengambilan replika hanya memungkinkan dilakukan pada tempat-tempat tertentu saja yang dianggap mewakili kondisi secara menyeluruh. Karena kelemahan ini, maka terdorong untuk mengembangkan metode lain secara tak rusak, cepat dan dapat mengevaluasi dengan cakupan yang luas.

Untuk menjawab tantangan tersebut telah dilakukan usaha-usaha pengembangan metode evaluasi tak rusak menggunakan ultrasonik dengan metode TOFD (*Time of Flight Diffraction*)^[8]. Namun, metode ultrasonik ini hanya mampu mendeteksi kerusakan *creep* pada tahap di mana sudah terjadi retak makro pada material. Pada tahap ini, umur *creep* tinggal sekitar 30% saja. Metode ini telah diaplikasikan untuk mendeteksi retak pada sambungan las yang disebabkan oleh kerusakan *creep*.

Dalam penelitian ini akan dikembangkan metode monitoring proses *creep* secara tidak merusak dengan ultrasonik, sehingga dalam penelitian akan dilakukan uji *creep* dan eksperimen uji ultrasonik, dimana uji *creep* hanya bertujuan untuk memberikan proses *creep* pada spesimen. Melalui uji ultrasonik diharapkan perubahan dalam skala mikrostruktur di dalam material pada masing-masing fase proses *creep* dapat dideteksi sehingga monitoring proses *creep* dapat dilakukan sejak dini. Dalam penelitian ini digunakan material AISI SUS 304 yang banyak digunakan pada instalasi PLTN, misalnya untuk *grid* pada bahan bakar, *cladding* (lapisan dalam) bejana tekan reaktor dan pipa-pipa di sistem pendingin primer.

II. TEORI

Gelombang ultrasonik merupakan salah satu gelombang elastis, sehingga memiliki sifat-sifat yang sama dengan gelombang suara misalnya pada perbatasan antara dua media yang berbeda maka gelombang akan mengalami pemantulan dan pembiasan.

Ketika gelombang ultrasonik merambat di dalam suatu media, maka sifat-sifat material sangat berpengaruh pada cepat rambat gelombang maupun besarnya energi yang akan diteruskan. Dengan menggunakan kedua sifat ini, maka dalam penelitian ini digunakan dua parameter untuk menganalisis hubungan antara derajat kerusakan yang menyertai proses *creep* dan gelombang ultrasonik. Kedua parameter tersebut adalah cepat rambat dan atenuasi.

Cepat rambat gelombang ultrasonik v dalam spesimen dihitung dengan persamaan di bawah ini:

$$v = \frac{2x}{\Delta t} \quad (1)$$

dimana x adalah tebal spesimen dalam meter dan Δt adalah selisih waktu antara pantulan gelombang ultrasonik dari *backwall* yang ke- n dan ke- $(n-1)$ dalam detik, yang ditunjukkan pada sumbu datar osiloskop. Untuk memperoleh data yang akurat, pengukuran cepat rambat gelombang digunakan gelombang pantul dari *backwall* kedua dan ketiga.

Sedangkan atenuasi dihitung berdasarkan persamaan^[13]:

$$A_n = A_{n-1} e^{-\mu x} \quad (2)$$

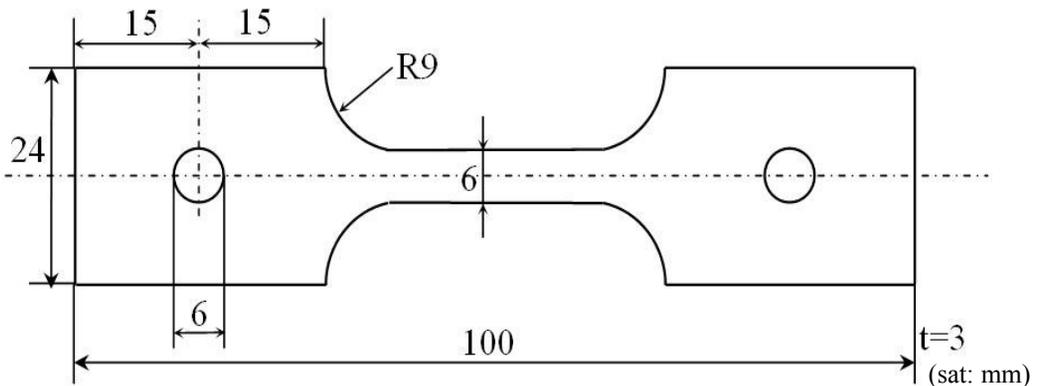
- dimana μ = atenuasi [dB/m]
 A_{n-1} = amplitudo *back echo* ke- $(n-1)$ [V]
 A_n = amplitudo *back echo* ke- n [V]
 x = tebal spesimen [m]

III. TATA KERJA

Penelitian dengan melakukan uji *creep* dan uji ultrasonik, selanjutnya hasil kedua pengujian tersebut dibandingkan untuk mengetahui korelasinya.

3.1. Bahan

Spesimen yang dipakai terbuat dari material AISI SUS 304. Sifat-sifat mekanik dan komposisi kimia material diperlihatkan pada Tabel 1 dan 2, sedangkan bentuk dan ukuran spesimen diperlihatkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Bentuk dan dimensi spesimen^[12]

Tabel 1. Sifat mekanik AISI SUS 304^[9,10]

σ_{UTS} (MPa)	σ_{YS} (MPa)	Elongation (%) $\square\square\square$
586	241	55

Tabel 2. Komposisi kimia AISI SUS 304 (% berat)^[11]

Fe	Cr	Ni	Mn	Cu	Si	Unsur lain
70,7	18,1	8,29	1,53	0,43	0,40	0,55

3.2. Cara Kerja

3.2.1. Pengujian *creep*

Fenomena *creep* dapat terjadi pada berbagai suhu, namun *creep* yang ideal terjadi pada suhu antara 0,4 sampai 0,6 dari titik lebur material^[12]. Berdasarkan hal tersebut, pada penelitian ini pengujian *creep* dilakukan pada suhu 600 °C (Titik lebur AISI SUS304 adalah 1397 °C) dan dengan beban 412,92 N. Untuk mengetahui umur *creep* (N_f) pada kondisi pengujian ini, pertama-tama dilakukan pengujian *creep fracture* (pengujian *creep* yang dilakukan sampai material mengalami putus). Selanjutnya, untuk mewakili pengujian di masing-masing fase proses *creep*, pengujian *creep* dihentikan dalam rentang fase primer, sekunder dan tersier. Setelah dilakukan uji *creep*, dilakukan uji ultrasonik terhadap masing-masing spesimen.

3.2.2. Pengujian ultrasonik

Pengujian ultrasonik dilakukan dengan metode *Water Immersion*, yaitu metode pengujian ultrasonik yang menggunakan kuplan (*couplant*) air. Karena dalam metode ini *transducer* tidak menempel pada objek pengujian (non-kontak) maka pengaruh penekanan *transducer* pada metode kontak bisa dieliminasi. Selain itu, dengan penggunaan *transducer focus*, maka energi ultrasonik yang masuk ke dalam material lebih efisien. Skema pengujian diperlihatkan dalam Gambar 3. *Transducer* yang digunakan adalah *transducer* fokus dengan jarak fokus 1 inci (sekitar 25,4mm) dan frekuensi tengah sebesar 10 MHz.

Seperti diperlihatkan pada Gambar 3, gelombang ultrasonik dibangkitkan oleh *ultrasonic pulser-receiver* (rangkain *pulser generator*) yang selanjutnya diteruskan ke spesimen oleh *transducer*. Gelombang pantul permukaan bawah spesimen (*backwall*) akan diterima oleh *transducer* yang sama dan diteruskan ke unit *ultrasonic pulser-receiver* (rangkain *signal receiver*). Selanjutnya sinyal gelombang ultrasonik yang diterima ditampilkan pada osiloskop. Sinyal gelombang ultrasonik diubah ke bentuk digital dan di-*download* ke komputer untuk dilakukan analisis. Untuk melakukan evaluasi hasil pengujian ultrasonik, digunakan dua parameter, yaitu cepat rambat gelombang ultrasonik pada material dan atenuasi yang didefinisikan pada bagian teori.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

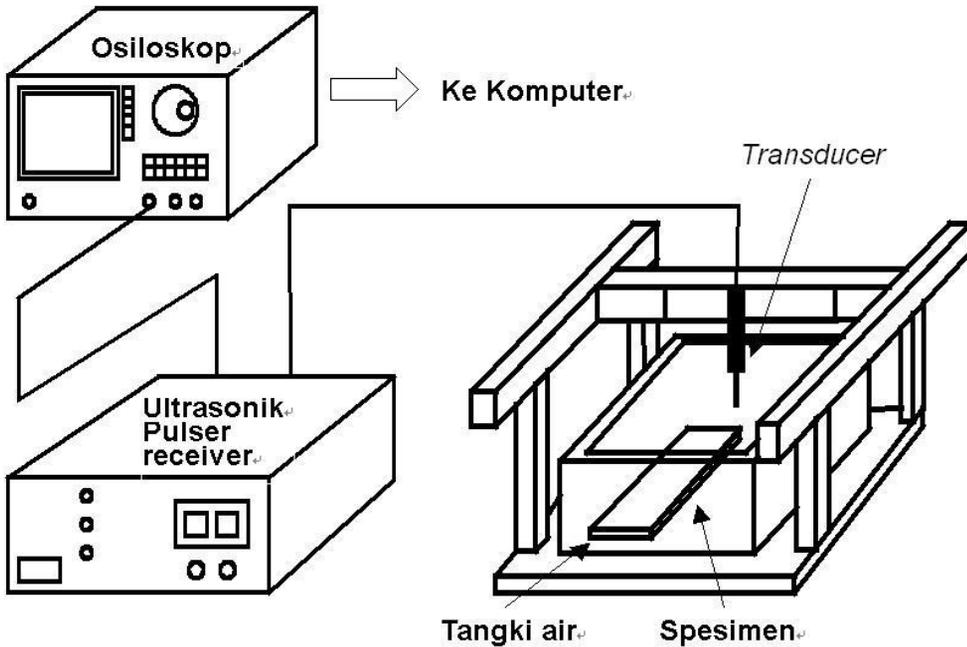
4.1. Uji *Creep*

Dari uji *creep fracture* (uji *creep* dimana spesimen sampai patah) dengan kondisi seperti disebutkan di atas (temperatur 600 °C dan beban 412,92 N) yang bertujuan untuk mengetahui umur *creep*, T_f , diketahui bahwa pada kondisi pengujian tersebut umur *creep*, T_f , adalah 60 hari (1440 jam). Dari hasil tersebut, untuk memodelkan pelaksanaan monitoring *creep* yang merepresentasikan ketiga proses *creep*, maka pengujian *creep* selanjutnya diberhentikan (*interrupted creep test*) pada waktu pengujian masing-masing mencapai 5 hari ($N=0,08T_f$), 20 hari ($N=0,3T_f$), 50 hari ($N=0,83T_f$) dan 58 hari ($N=0,97T_f$). Setelah itu dilakukan uji ultrasonik dengan metode seperti yang telah diuraikan sebelumnya.

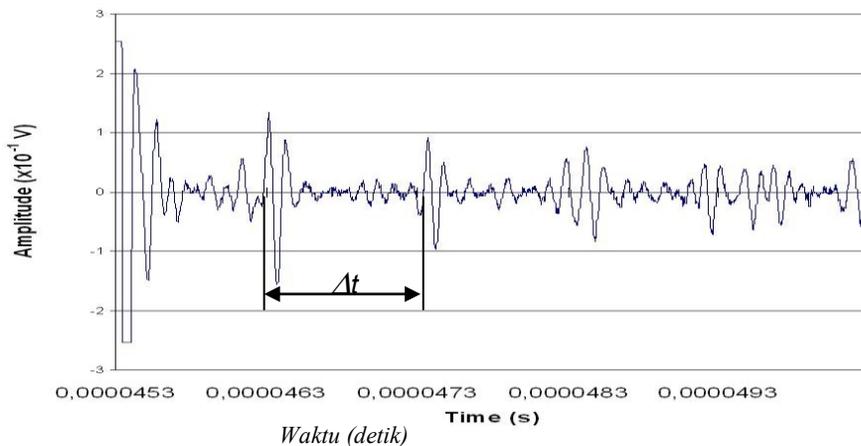
4.2. Uji Ultrasonik

Selain dilakukan pengujian pada spesimen yang telah mengalami uji *creep*, uji ultrasonik juga dilakukan pada material segar (*as received*), yaitu spesimen yang tidak mengalami uji *creep* ($T=0T_f$). Pada Gambar 4 dan 5, masing-masing diperlihatkan sinyal gelombang ultrasonik dari

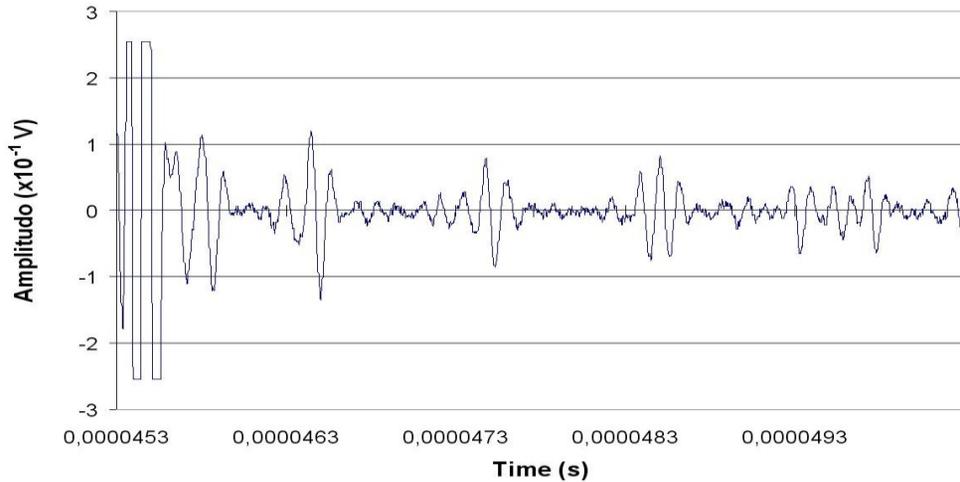
pengujian terhadap spesimen pada $T=0T_f$ dan $T=0,97T_f$. Sumbu tegak adalah amplitudo gelombang dan sumbu mendatar adalah waktu. Sinyal gelombang pertama merupakan



Gambar 3. Skema alat pengujian ultrasonik metode *Water Immersion*



Gambar 4. Hasil pengujian ultrasonik spesimen pelat material segar



Gambar 5. Hasil pengujian ultrasonik spesimen pelat dengan waktu pemuluran 120 jam

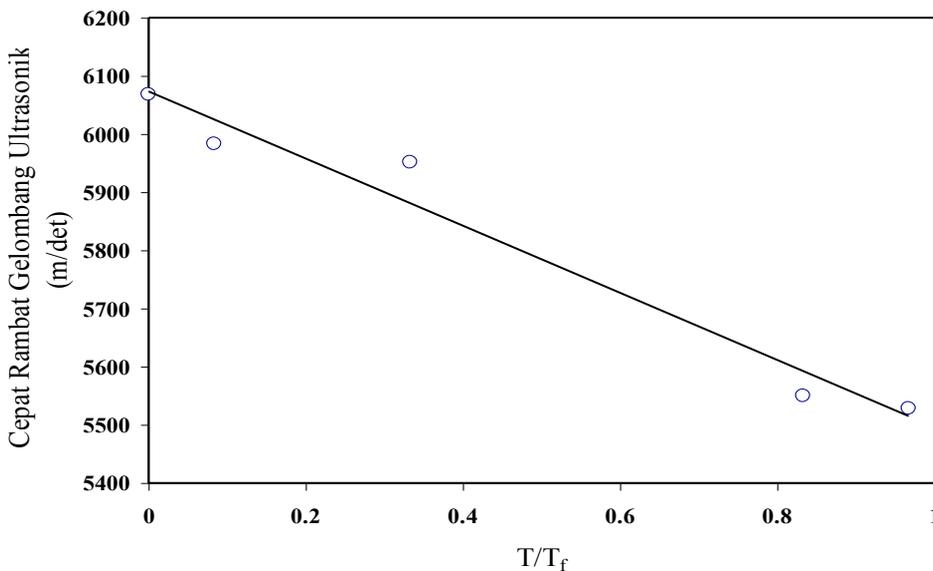
gelombang pantul dari permukaan sedangkan sinyal gelombang kedua dan seterusnya merupakan gelombang pantul dari *backwall* spesimen yang ke-1, ke-2 dan seterusnya.

Dari kedua gambar tersebut terlihat jelas bahwa Δt antara sinyal gelombang pantul dari permukaan spesimen dan dari *backwall* antara spesimen pada $T=0T_f$ dan $T=0,97T_f$ mengalami kontraksi sedangkan untuk amplitudo, penurunan tinggi amplitudo dapat dilihat mulai dari sinyal gelombang pantul *backwall* ke-1. Dari perubahan kedua parameter ini, dapat diketahui bahwa terdapat perbedaan fenomena perambatan gelombang ultrasonik di kedua spesimen tersebut. Karena gelombang ultrasonik yang digunakan adalah sama, maka perubahan ini disebabkan oleh kondisi material yang berbeda, dalam hal ini perbedaan disebabkan adanya degradasi material akibat fenomena *creep*, yaitu karena terjadinya *void*, retak mikro dan retak makro. Selanjutnya, hasil uji ultrasonik terkait dengan perubahan cepat rambat gelombang dan amplitudo, secara rinci masing-masing diperlihatkan pada Gambar 6 dan 7.

Gambar 6 memperlihatkan hubungan antara cepat rambat gelombang ultrasonik dalam spesimen dan waktu uji *creep*. Sumbu tegak adalah cepat rambat yang dihitung dengan persamaan (1) sedangkan sumbu mendatar adalah waktu uji *creep* yang dinormalisasi dengan umur *creep*, T_f . Simbol bulat pada grafik merupakan data aktual grafik, sedangkan garis lurus merupakan garis pendekatan (regresi) linier dari data pengujian. Dalam melakukan perhitungan cepat rambat, tebal spesimen diukur secara aktual pada kondisi setelah pengujian *creep* dan bukan menggunakan nilai ketebalan awal. Karena, pada saat pengujian *creep*, spesimen akan mengalami pertambahan panjang, namun sebaliknya ketebalan mengalami penipisan. Sehingga, jika nilai ketebalan menggunakan nilai inisial sebelum pengujian *creep*, maka hasil perhitungan cepat rambat tidak akan akurat.

Dari grafik ini bisa diketahui bahwa, semakin lama waktu pengujian *creep* maka cepat rambat gelombang ultrasonik akan mengalami penurunan. Nilai penurunan ini maksimum (pada $T/T_f=0,97$) sebesar 540 m/det atau setara dengan lebih kurang 9%. Penurunan ini dapat diregresikan dengan baik dengan mengaplikasikan regresi linier. Jika hasil ini dibandingkan

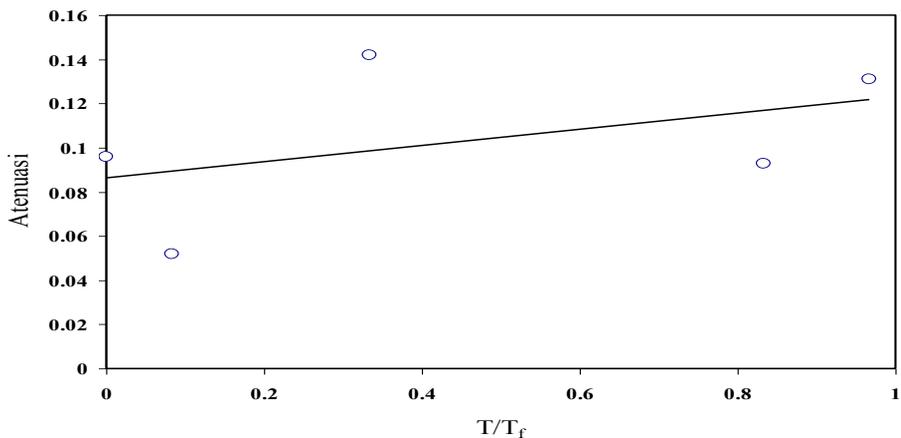
dengan grafik sinyal gelombang ultrasonik pada Gambar 4 dan 5, dimana Δt antara satu sinyal dengan sinyal yang lain pada Gambar 4 dan Gambar 5 mengalami kontraksi atau berkurang. Dari hasil ini, dengan pengurangan Δt maka berdasarkan persamaan (1) seharusnya cepat rambat gelombang ultrasonik mengalami kenaikan. Namun hal ini tidak diperlihatkan pada Gambar 5. Hal ini dikarenakan pengurangan Δt pada Gambar 5 tidak semata-mata menunjukkan pengurangan Δt secara mutlak, tetapi pengurangan juga disebabkan oleh berkurangnya ketebalan spesimen sehingga hasil pada Gambar 6 tidak bisa secara langsung dibandingkan dengan hasil pada Gambar 4 dan 5.



Gambar 6. Hubungan antara cepat rambat dan waktu uji *creep*

Gambar 7 memperlihatkan hubungan antara atenuasi gelombang ultrasonik selama merambat di dalam spesimen dan lama waktu uji *creep*. Sumbu tegak adalah atenuasi yang dihitung dengan persamaan (2) sedang sumbu mendatar adalah waktu uji *creep* yang dinormalisasi dengan umur *creep*, N_f . Simbol bulat pada grafik merupakan data aktual grafik, sedangkan garis lurus merupakan garis pendekatan (regresi) linier dari data pengujian. Seperti dalam perhitungan cepat rambat, pada perhitungan atenuasi ini ketebalan spesimen juga diukur secara aktual pada kondisi setelah pengujian *creep*.

Dari Gambar 7 dapat diketahui, bahwa semakin lama uji *creep* dilakukan, maka nilai atenuasi cenderung bertambah besar. Meskipun pertambahan ini dapat dibuat persamaan regresi secara linier, namun nilai deviasi standarnya tidak sebesar pada cepat rambat gelombang ultrasonik. Hal ini dapat dilihat dari fluktuasi nilai atenuasi yang lebih besar bila dibandingkan dengan fluktuasi pada cepat rambat. Jika hasil pada Gambar 7 dibandingkan dengan hasil pada Gambar 4 dan 5, akan diperoleh kesesuaian dimana semakin besar atenuasi berarti semakin besar pengurangan amplitudo sinyal gelombang pantulnya. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4 dan 5.



Gambar 7. Hubungan antara cepat rambat dan waktu uji *creep*

Dari pengamatan terhadap perubahan dua parameter gelombang ultrasonik seperti yang diperlihatkan di atas, dapat diketahui bahwa proses degradasi material yang disebabkan oleh *creep* dapat dimonitor dengan metode tak merusak ultrasonik. Terjadinya pengurangan cepat rambat gelombang ultrasonik dan penambahan atenuasi yang mengikuti pertambahan lamanya waktu pengujian *creep* dapat dijelaskan sebagai berikut: kerusakan akibat *creep* secara umum terjadi melalui mekanisme terjadinya deformasi, terbentuknya *creep void*, yang selanjutnya tumbuh menjadi retak di dalam butir ataupun retak batas butir^[2]. Pada saat kerusakan akibat *creep* masih berupa deformasi saja, perubahan mikrostruktur dalam hal ini sangat dominan dipengaruhi oleh orientasi/arah mikrostruktur berpengaruh baik pada penurunan cepat rambat gelombang ultrasonik dan kenaikan atenuasi^[14]. Orientasi mikrostruktur akan berubah menjadi memanjang ke arah tegangan bekerja^[14] sedangkan pada saat kerusakan sudah mengakibatkan *void* dan retak, maka interaksi antara gelombang dan *void* dan/atau retak menjadi dominan. Dengan adanya *void*, berarti terdapat udara di dalam media perambatan, dimana secara umum cepat rambat gelombang ultrasonik di dalam zat padat lebih besar daripada di dalam zat cair maupun udara, sehingga, dengan adanya *void* akan memperkecil cepat rambat gelombang di dalam material. Semakin banyak *void* yang terjadi, maka secara fraksi volume material padat akan berkurang, sehingga akan semakin memperbesar pengurangan nilai cepat rambat.

Dalam perambatannya di dalam material, gelombang ultrasonik akan mengalami atenuasi energi (amplitudo) yang salah satunya disebabkan oleh hamburan (*scattering*). Hamburan ini dapat disebabkan oleh *void* dan/atau retak. Hubungan antara besarnya hamburan dan *void* ini adalah linier, dimana semakin banyak *void* di dalam material, maka hamburan yang terjadi semakin besar sehingga dalam perambatannya, gelombang ultrasonik akan semakin kehilangan energi atau dengan kata lain atenuasi semakin besar. Hal ini sesuai dengan hasil pengujian bahwa semakin lama pengujian *creep*, atenuasi akan bertambah besar.

V. KESIMPULAN

Dari beberapa pengujian diperoleh hasil bahwa semakin lama waktu pengujian *creep* dilakukan, cepat rambat gelombang ultrasonik mengalami penurunan sedangkan atenuasi

mengalami penambahan. Penurunan cepat rambat dan kenaikan atenuasi disebabkan oleh terjadinya cacat selama proses *creep* yaitu berupa *void* yang akan berkembang menjadi retak mikro dan kemudian menjadi retak makro. Perubahan kedua parameter tersebut dapat diamati secara dini ($T=0,08T_f$). Dari kedua hasil ini disimpulkan bahwa metode pengujian tak rusak dengan ultrasonik dapat digunakan untuk memonitor degradasi material yang disebabkan oleh *creep* secara efektif sejak tahap awal proses *creep*.

VI. DAFTAR PUSTAKA

1. VISWANATHAN, R., "Damage Mechanism Life Assessment of High Temperature Components", ASM International, Metal Park, Ohio, 1993.
2. MASUYAMA, F., "Life Prediction of Welded Structure", JSNDI, Vol.44, No.7, 1995, pp.477-484.
3. SADA, T., "Non-Destructive Damage Detection Techniques for Boiler and Development of Life Evaluation Techniques", Mitsubishi Heavy Industry Report, Vol. 24, No. 3, 1987, pp.255-261.
4. UMAKI, H., et al., "Remaining Life Diagnosis Techniques of Aging Power Plant Equipment", Ishikawajima Harima Technical Report, Vol. 29, No. 3, 1989, pp.162-169.
5. CANE, B.J., and JOHN, W., "Remanent Life Assessment Seminar", ERA Technology Leatherhead-UK Vol. 22, No. 23, September 1992.
6. CANE, B.J., and SHAMAS, M., "A Method for Remaining Life Estimation by Quantitative Assessment of Creep Cavitation on Plant", Report TPRD/L2645/N84, CEGB, U.K., 1984.
7. SAKAGUCHI, Y., et al., "Development of Non-Destructive Life Diagnosis Technology of Boiler Material", Fossil and Nuclear Power Plant, Vol. 39, No. 6, 1988, pp.653-664.
8. SILK, M.G., et al., "Ultrasonic Time Domain Measurements of the Depth of Crack Like defects in Ferritic an Austenitic Steels", Ultrasonic Inspection of Reactor Components, Specialists' Meeting, Paris, France, OECD Nuclear Energy Agency, SNI 9/16, 27-29 September 1976.
9. INCROPERA, F.P., and DEWITT, D.P., "Fundamentals of Heat Transfer", John Wiley & Sons, Canada, 1981, p.157.
10. GENSURE, J.G., and POTTS, D.L., "International Metallic Materials Cross-Reference", Genium Publishing Corporation, New York, 1991.
11. Anonim, "Laporan Analisis Komposisi Kimia AISI SUS 304", LIPI, 2004.
12. Anonymous, "Metal Test Methods and Analytical Procedures", Annual Book of ASTM, Volume 03.03, 1990.
13. KRAUTKRAMER, "Ultrasonic Testing of Materials", Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, 1969.
14. KATO, H., "Ultrasonic Characterization of Plastic Deformation in Brass", Proc. of Int. Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics (ATEM '97), JSME, 1997, pp.301-306.