

## PENGARUH TEMPERATUR ANIL TERHADAP JENIS DAN UKURAN PRESIPITAT FASE KEDUA PADA PADUAN Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe

**Sugondo dan Andi Chaidir**

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir –BATAN, Serpong

### ABSTRAK

**PENGARUH TEMPERATUR ANIL TERHADAP JENIS DAN UKURAN PRESIPITAT FASE KEDUA PADA PADUAN Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe.** Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis fase Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe hasil sintesis. Ingot dibuat dengan peleburan busur tunggal. Selanjutnya sampel dianil pada temperatur 400, 500, 600, 700 dan 800 °C selama 2 jam. Analisis difokuskan pada presipitat fase kedua (*secondary phase precipitate* – SPP). Identifikasi fase berdasarkan pola difraksi sinar-X dan dibantu dengan data JCPDF (*Joint Committee Powder Diffraction File*). Hasil pola difraksi beserta datanya dianalisis secara manual, tidak dapat langsung sesuai dengan data JCPDF sebab adanya distorsi terutama dari SPP. Dari hasil analisis disimpulkan sebagai berikut. Pada temperatur anil 400, 500 dan 700 °C pengintian partikel fase kedua SPP terjadi dengan baik. Untuk paduan Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe pada temperatur anil antara 400 °C sampai dengan 800 °C ditemukan SPP  $Fe_2Nb$ ,  $ZrSn_2$ ,  $FeSn$ ,  $SnZr$ ,  $NbSn_2$ ,  $Zr_{0,68}Nb_{0,25}Fe_{0,08}$ ,  $Fe_2Nb_{0,4}Zr_{0,6}$ ,  $Fe_{37}Nb_9Zr_{54}$  dan  $\omega$ -Zr. Stabilisasi presipitat terjadi dengan baik pada temperatur anil 800 °C, pertumbuhan presipitat antara 500 °C sampai dengan 600 °C, dan minimisasi ukuran presipitat pada temperatur anil 700 °C.

**KATA KUNCI:** paduan Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe, peleburan busur tunggal, pola difraksi sinar-X, JCPDF, temperatur anil,  $Fe_2Nb$ ,  $ZrSn_2$ ,  $FeSn$ ,  $SnZr$ ,  $NbSn_2$ ,  $Zr_{0,68}Nb_{0,25}Fe_{0,08}$ ,  $Fe_2Nb_{0,4}Zr_{0,6}$ ,  $Fe_{37}Nb_9Zr_{54}$ ,  $\omega$ -Zr

### ABSTRACT

**EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON THE TYPE AND SIZE OF THE SECONDARY PHASE PRECIPITATE IN Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe ALLOY.** The objective of this research is to analyze the phases present in Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe alloy obtained from synthesis. The ingot was prepared by single spark melting. The samples were then annealed at temperatures of 400, 500, 600, 700 and 800 °C for 2 hours. The analysis was focused on the secondary phase precipitate (SPP). The phases were identified based on the X-ray diffraction pattern supported by the Joint Committee Powder Diffraction File (JCPDF). The results of the diffraction pattern along with the data were analyzed manually, and not directly using the JCPDF data because of the distortion of the SPP. The results of the analysis were concluded as follows. The nucleation of the secondary phase precipitate (SPP) was agreeable at the annealing temperatures of 400, 500, and 700 °C. For the Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe alloy at temperatures from 400 °C to 800 °C precipitates of  $Fe_2Nb$ ,  $ZrSn_2$ ,  $FeSn$ ,  $SnZr$ ,  $NbSn_2$ ,  $Zr_{0,68}Nb_{0,25}Fe_{0,08}$ ,  $Fe_2Nb_{0,4}Zr_{0,6}$ ,  $Fe_{37}Nb_9Zr_{54}$  and  $\omega$ -Zr were observed. Satisfactory precipitate stabilization was obtained at an annealing temperature of 800 °C, precipitate growth at temperatures between 500 and 600 °C, and precipitate size minimization at a temperature of 700 °C.

*FREE TERMS: Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe alloy, single spark melting, x-ray diffraction pattern, JCPDF, annealing temperature, Fe<sub>2</sub>Nb, ZrSn<sub>2</sub>, FeSn, SnZr, NbSn<sub>2</sub>, Zr<sub>0.68</sub>Nb<sub>0.25</sub>Fe<sub>0.08</sub>, Fe<sub>2</sub>Nb<sub>0.4</sub>Zr<sub>0.6</sub>, Fe<sub>37</sub>Nb<sub>9</sub>Zr<sub>54</sub>, ω-Zr*

## I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Paduan zirkonium (Zircaloy) adalah bahan yang paling utama digunakan dalam industri nuklir. Di reaktor nuklir Zircaloy diperlukan sebagai pelindung bahan bakar dari pendingin, pengungkung gas hasil fisi, pemindah panas, dan bahan struktur. Dengan demikian maka Zircaloy harus mempunyai sifat mekanik yang baik, tahan korosi, dan serapan neutron rendah. Sebagai contoh, Zircaloy-2 digunakan untuk reaktor air didih (BWR) dan Zircaloy-4 digunakan untuk reaktor air bertekanan (PWR) dengan suhu kelongsong 349 °C untuk PWR dan 390 °C untuk BWR<sup>[1]</sup>.

Untuk meningkatkan efisiensi reaktor, maka daya kumulatif harus ditingkatkan tetapi yang menjadi masalah adalah bahwa bahan kelongsong Zircaloy-2 dan Zircaloy-4 tidak tahan korosi pada kondisi ini. Bahan kelongsong lain yang tahan korosi adalah Zirlo (Zr-1%Nb-1%Sn-0,1%Fe)<sup>[2]</sup>. Penambahan pepadu besi dengan konsentrasi antara 0,2 – 1% pada paduan Zr-1%Sn dapat menurunkan laju korosi<sup>[3]</sup> dan gejala yang sama pada paduan Zr-1%Nb.

Pengembangan paduan Zr-Sn-Nb-Fe utamanya untuk kelongsong bahan bakar pada derajat bakar tinggi. Keunggulan paduan tersebut adalah sebagai berikut: (i) temperatur pendingin dapat ditingkatkan; (ii) konsentrasi litium (Li) dalam pendingin dapat lebih tinggi; (iii) pengurangan *creep* dan *growth* akibat iradiasi; (iv) mengurangi *pick-up* hidrogen; dan (v) ketahanan korosi lebih tinggi dibanding Zircaloy-2 (Zry-2) dan Zircaloy-4 (Zry-4). Keunggulan tersebut diketahui setelah uji pasca iradiasi (*post irradiation examination – PIE*) dari hasil iradiasi dengan derajat bakar (*burn-up*) sebesar 70.000 MWd/Te<sup>[4]</sup>.

Pada saat ini karakteristik korosi Zircaloy menjadi yang paling utama pada teknologi bahan bakar reaktor air ringan (*Light Water Reactor/LWR*). Ketahanan korosi reaktor dan bahan struktur selalu membatasi peningkatan ekonomi pada penggunaan bahan bakar yang terkait dengan peningkatan fluks panas, temperatur pendingin, dan waktu tinggal di teras. Tantangan unjuk kerja bahan bakar diarahkan pada optimasi komposisi kimia dan mikrostruktur pada paduan komersial Zry-2, Zry-4, Zr-1%Nb dan Zr-2,5%Nb. Ketahanan korosi kelongsong (Zry-4) dalam reaktor air bertekanan (*Pressurized Water Reactor – PWR*) meningkat jika ukuran partikel fase sekunder (*secondary phase particle – SPP*) lebih besar dari sepersepuluh mikrometer dan kandungan timah (Sn) lebih rendah dari yang telah dispesifikasikan. Fakta baru muncul bahwa ketahanan korosi maksimum dicapai dengan ukuran SPP lebih kecil dari sepersepuluh mikrometer untuk bahan Zr-1%Nb, Zr-2,5%Nb dan Zirlo. Ukuran SPP kecil pada bahan tersebut juga mengurangi korosi *nodular* pada BWR<sup>[5]</sup>.

### 1.2. Cumulated Annealing Parameter (CAP)

Faktor metalurgi utama adalah diperolehnya korelasi antara ketahanan korosi Zircaloy dengan ukuran dan distribusi partikel fase kedua (SPP) dan jumlah regangan sisa (*residual strain*) dalam kisi  $\alpha$ -zirkonium<sup>[6]</sup>. Unsur pepadu pada partikel tersebut adalah Fe, Cr dan Ni yang larut dalam  $\alpha$ -Zr, yang dapat terbentuk dengan konsentrasi lebih kecil dari pengotor yang juga ditemukan pada zirkonium murni. Fraksi utama pada unsur ini selalu ada pada temperature operasi dalam bentuk presipitat. Pada daerah  $\beta$ -Zr di atas 950 °C unsur-unsur transisi Fe, Cr dan Ni terlarut. Fakta ini kemungkinan untuk menjaga dalam keadaan

supersaturasi larutan padat akibat *quenching*. Walaupun kenyataan ini bertentangan dengan pengintian presipitat submikroskopik dengan laju *quenching* sebesar  $1500 \text{ Ks}^{-1}$  (jauh lebih tinggi dari proses komersial dengan laju *quenching*  $50 \text{ Ks}^{-1}$ ).

Rute fabrikasi modern melibatkan langkah *quenching* cepat yang menghasilkan distribusi ukuran presipitat tertentu. Berawal dari distribusi partikel fase kedua (SPP) hasil *quenching* selanjutnya ukurannya bertambah besar dengan meningkatnya perlakuan termomekanik pada material tersebut<sup>[7]</sup>. Penentuan dan pengaturan parameter fabrikasi menjadi penting karena menentukan distribusi ukuran presipitat.

### 1.3. Identifikasi Pola Difraksi

Pola difraksi diperoleh dari pengukuran. Kristal adalah susunan simetris atom yang menghasilkan baris dan bidang akibat densitas tinggi atom yang dapat berfungsi sebagai *grating* difraksi tiga dimensi. Hal tersebut menghasilkan hukum Bragg dengan persamaan<sup>[8]</sup>:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1)$$

dimana  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X yang ditembakkan pada bahan (Å)  
 $d$  = jarak antar bidang kristal (Å)  
 $\theta$  = sudut sinar datang dengan sudut pantul sinar-X.

Hasil pola difraksi dapat dicocokkan dengan data yang ada di JCPDF (*Joint Committee Powder Diffraction File*) untuk memperoleh jenis kristal dari suatu unsur atau senyawa tertentu.

Berdasarkan pola difraksi hasil pengukuran dapat ditentukan ukuran presipitat berdasarkan persamaan Scherrer<sup>[8]</sup>:

$$D = \frac{0.9\lambda}{B_0 \cos\theta} \quad (2)$$

dimana  $B_0$  =  $(B^2 - B_i)^{1/2}$  yakni pelebaran puncak,  $\theta$   
 $D$  = ukuran partikel  
 $B$  = pelebaran puncak terukur (*Full Width at Half Maximum - FWHM*)  
 $B_i$  = pelebaran instrumental  
 $\theta$  = sudut difraksi  
 $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X.

Dengan data pola difraksi standar LaB<sub>6</sub> maka diperoleh kesalahan instrumen secara umum sebesar 0,036 derajat. Teknik ini hanya untuk ukuran partikel sebesar 0 – 100 nm. Pada umumnya ukuran partikel presipitat sebesar 100 – 200 nm<sup>[9]</sup>.

### 1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis fase Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe hasil sintesis dengan pelebaran busur tunggal yang telah diberi perlakuan panas (anil). Analisis difokuskan pada presipitat fase kedua (*secondary phase precipitate - SPP*) untuk mengetahui jenis dan ukurannya. Identifikasi fase dilakukan berdasarkan pola difraksi sinar-X dan dibantu dengan data JCPDF.

## II. TATA KERJA

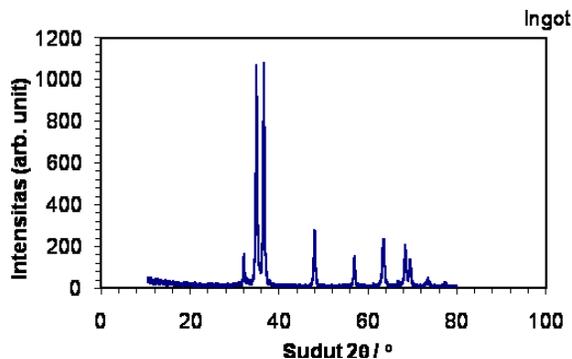
Serbuk sampel paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) disiapkan sebagai berikut. Serbuk Zr, Sn, Nb dan Fe masing-masing ditimbang hingga komposisi Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe, lalu dicampur dalam mesin pencampur selama 150 menit. Selanjutnya dibuat pelet dengan ukuran

tinggi 10 mm × diameter 10 mm pada tekanan 1,2 ton/cm<sup>2</sup>. Hasil pengepresan ini disebut pelet mentah. Sebanyak 5 g pelet mentah dilebur dengan busur listrik dalam krusibel tembaga dalam kondisi atmosfer gas argon. Tekanan ruang bakar tungku sebesar 2 psi dan arus busur 50 A. Hasil leburan adalah paduan Zr-Sn-Nb-Fe berbentuk ingot. Ingot dipanaskan pada temperatur 1100 °C selama 2 jam dan didinginkan cepat (*quenching*) dalam air. Setelah pendinginan cepat, ingot dipotong dengan pisau intan (*diamond blade*) dengan ukuran 5 × 2 × 10 mm. Selanjutnya potongan ingot dianil pada temperatur 400, 500, 600, 700 dan 800 °C selama 2 jam.

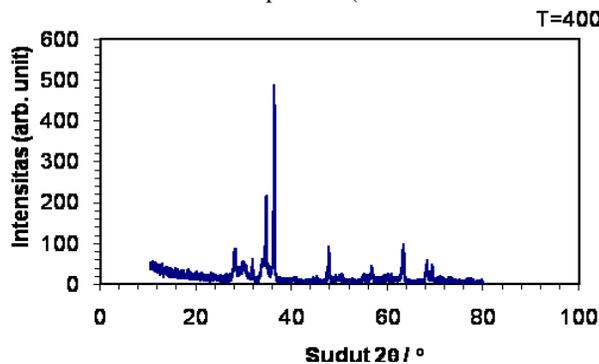
Kemudian sampel dipoles sampai grid 1200 mesh untuk menghilangkan oksida yang terjadi selama proses anil berlangsung. Sampel dianalisis dengan alat JEOL, DX-GERP-12 pada kondisi operasi sebagai berikut: tabung = Cu, filter = Ni, tegangan = 36 kV, arus = 20 MA dan laju = 2°/menit guna pembuatan difraktogram. Hasil pola difraksi dapat dicocokkan dengan data yang ada di JCPDF untuk memperoleh jenis kristal dari suatu unsur atau senyawa tertentu.

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

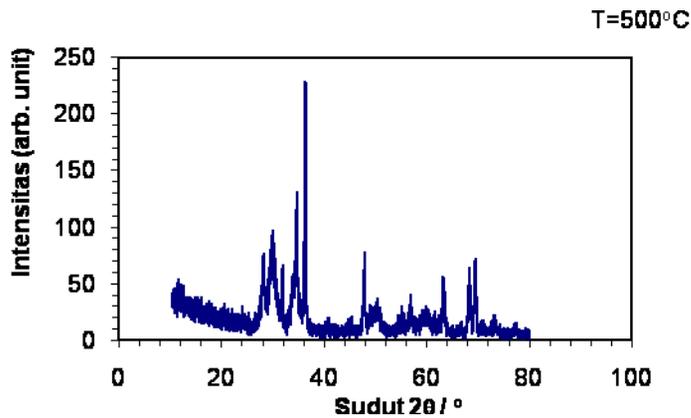
Hasil difraktogram sebagai hasil pengukuran dipaparkan pada Gambar 1 – 6. Berdasarkan data numerik difraktogram tersebut dapat diketahui jenis dan ukuran partikel presipitat.



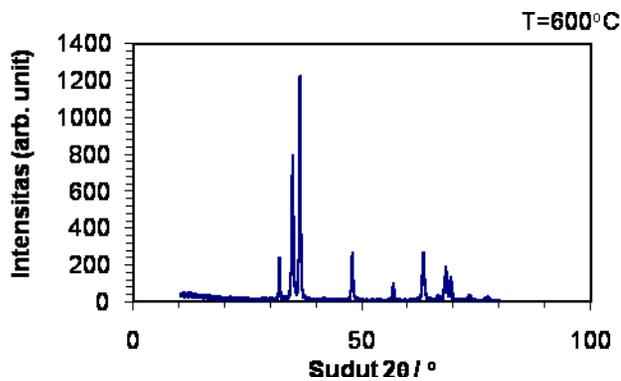
Gambar 1. Pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) ingot



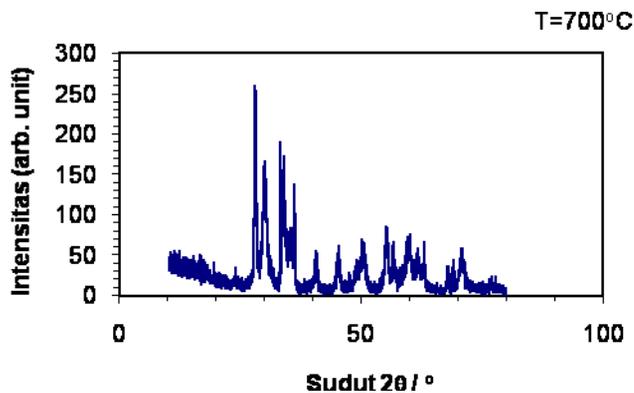
Gambar 2. Pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 400 °C selama 2 jam



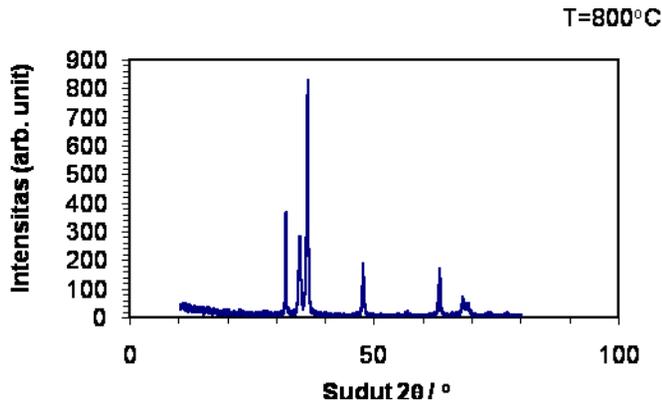
Gambar 3. Pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 500 °C selama 2 jam



Gambar 4. Pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 600 °C selama 2 jam



Gambar 5. Pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 700 °C selama 2 jam



Gambar 6. Pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 800 °C selama 2 jam

### 3.1. Identifikasi Fase

Berdasarkan pola difraktogram ingot (Gambar 1), diperoleh fase  $\alpha$ -Zr dengan bentuk kristal heksagonal yang memiliki jarak kisi  $a = 3,232$  dan  $c = 5,147$  sebagai referensi JCPDF # 05–0665. Ditemukan juga SPP  $\text{Fe}_2\text{Nb}$  mempunyai bentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 1,8215$  dan  $c = 7,877$  sebagai referensi JCPDF#15–0316. Tidak ditemukan SPP dari unsur Sn.

Hukum Hume Rothery<sup>[10]</sup> memperkirakan bahwa larutan padat dapat terjadi jika perbedaan diameter atom terlarut dan pelarut tidak lebih 14 – 15%. Jika diameter atom pelarut lebih besar maka terjadi pelarutan secara interstisi, dan apabila lebih kecil maka pelarutan terjadi secara substitusi. Diameter atom Sn dan Nb hampir sama dengan atom Zr. Sedangkan atom Fe lebih kecil daripada Zr. Jadi atom Sn dan Nb terlarut secara substitusi dan Fe secara interstisi dalam fase- $\alpha$ . Menurut hukum ini kelarutan unsur-unsur tersebut dalam fase- $\beta$  hampir sama dengan fase- $\alpha$ , yaitu kelarutannya sangat sedikit. Menurut diagram fase kelarutan unsur tersebut lebih besar dalam fase- $\beta$ .

Perbedaan kelarutan dalam fase- $\alpha$  dan fase- $\beta$  mungkin dapat diterangkan dengan teori zona Brillouin (*Brillouin zone*)<sup>[11]</sup>. Pada fase- $\alpha$  terjadi tumpang tindih permukaan Fermi, sedangkan pada fase- $\beta$  tidak terjadi. Tidak terdapat presipitat yang lain karena sebagian besar pepadu menjadi larutan padat di dalam ingot paduan. Sesuai hukum tersebut, SPP yang diperoleh memiliki bentuk kristal heksagonal sesuai dengan kristal matrik  $\alpha$ -Zr.

Setelah bahan dianil pada temperatur 400 °C (Gambar 2), diperoleh fase  $\alpha$ -Zr dengan bentuk kristal heksagonal yang memiliki jarak kisi,  $a = 3,232$  dan  $c = 5,147$  sebagai referensi JCPDF # 05–0665. Populasi SPP meningkat dengan drastis. Ditemukan kristal-kristal SPP sebagai berikut:  $\text{Fe}_2\text{Nb}$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 1,8215$  dan  $c = 7,877$  sebagai referensi JCPDF#15–0316;  $\text{ZrSn}_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 9,573$ ,  $b = 5,644$ , dan  $c = 9,927$  sebagai referensi JCPDF # 06–0316;  $\text{NbSn}_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 19,0876$ ,  $b = 5,645$  dan  $c = 9,852$  sebagai referensi JCPDF # 19–0876;  $\text{SnZr}$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 7,433$ ,  $b = 5,822$  dan  $c = 5,157$  sebagai referensi JCPDF # 10–0218;  $\text{FeSn}$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 5,302$  dan  $c = 4,449$  sebagai referensi JCPDF # 09–0212;  $\text{Fe}_2\text{Nb}_{0,4}\text{Zr}_{0,6}$  berbentuk

kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 4,927$  dan  $24,162$  sebagai referensi JCPDF # 23-0303;  $Zr_{0,68}Nb_{0,25}Fe_{0,8}$  berbentuk kristal belum ditentukan sebagai referensi JCPDF # 17-0509.

Selanjutnya bahan dianil pada temperatur  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Gambar 3), diperoleh fase  $\alpha$ -Zr dengan bentuk kristal heksagonal yang memiliki jarak kisi,  $a = 3,232$  dan  $c = 5,147$  sebagai referensi JCPDF # 05-0665. Populasi SPP masih banyak namun berkurang satu senyawa, yaitu  $ZrSn_2$ . Ditemukan kristal-kristal SPP sebagai berikut:  $Fe_2Nb$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 1,8215$  dan  $c = 7,877$  sebagai referensi JCPDF # 15-0316;  $NbSn_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 19,0876$ ,  $b = 5,645$  dan  $c = 9,852$  sebagai referensi JCPDF # 19-0876;  $SnZr$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 7,433$ ,  $b = 5,822$  dan  $c = 5,157$  sebagai referensi JCPDF # 10-0218;  $FeSn$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 5,302$  dan  $c = 4,449$  sebagai referensi JCPDF # 09-0212;  $Fe_2Nb_{0,4}Zr_{0,6}$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 4,927$  dan  $24,162$  sebagai referensi JCPDF # 23-0303;  $Zr_{0,68}Nb_{0,25}Fe_{0,8}$  berbentuk kristal belum ditentukan sebagai referensi JCPDF # 17-0509.

Dari bahan yang dianil pada  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Gambar 4), diperoleh fase  $\alpha$ -Zr dengan bentuk kristal heksagonal yang memiliki jarak kisi,  $a = 3,232$  dan  $c = 5,147$  sebagai referensi JCPDF # 05-0665. Populasi SPP masih banyak namun berkurang dua senyawa, yaitu  $SnZr$  dan  $Fe_2Nb_{0,4}Zr_{0,6}$ . Ditemukan kristal-kristal SPP sebagai berikut:  $ZrSn_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 9,573$ ;  $b = 5,644$  dan  $c = 9,927$  sebagai referensi JCPDF # 06-0316;  $Fe_2Nb$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 1,8215$  dan  $c = 7,877$  sebagai referensi JCPDF # 15-0316;  $NbSn_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 19,0876$ ;  $b = 5,645$ ; dan  $c = 9,852$  sebagai referensi JCPDF # 19-0876;  $FeSn$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 5,302$  dan  $c = 4,449$  sebagai referensi JCPDF # 09-0212;  $Zr_{0,68}Nb_{0,25}Fe_{0,8}$  bentuk kristal belum ditentukan sebagai referensi JCPDF # 17-0509.

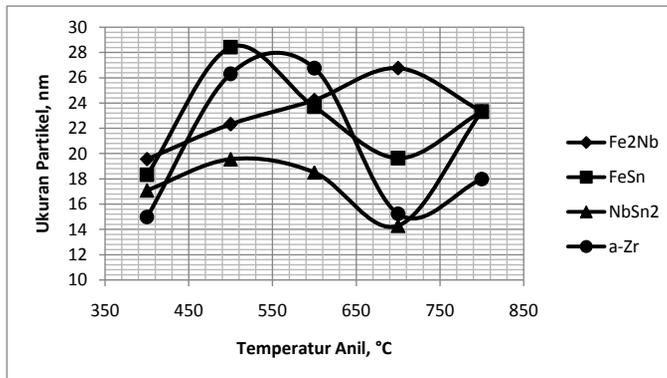
Pada bahan yang dianil pada  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Gambar 5), diperoleh fase  $\alpha$ -Zr dengan bentuk kristal heksagonal yang memiliki jarak kisi,  $a = 3,232$  dan  $c = 5,147$  sebagai referensi JCPDF # 05-0665 dan  $\omega$ -Zr dengan bentuk kristal heksagonal yang memiliki jarak kisi,  $a = 5,039$  dan  $c = 3,136$  sebagai referensi JCPDF # 09-0212. Ada perubahan fase yaitu terbentuknya fase  $\omega$ -Zr, dan perubahan pada jenis populasi SPP. Ditemukan kristal-kristal SPP sebagai berikut:  $ZrSn_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 9,573$ ,  $b = 5,644$  dan  $c = 9,927$  sebagai referensi JCPDF # 06-0316;  $FeSn$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 5,302$ , dan  $c = 4,449$  sebagai referensi JCPDF # 09-0212;  $Fe_2Nb$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 1,8215$  dan  $c = 7,877$  sebagai referensi JCPDF # 15-0316;  $FeZr_2$  berbentuk kristal tetragonal dengan jarak kisi  $a = 6,385$  dan  $c = 5,596$  sebagai referensi JCPDF # 25-0420;  $NbSn_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 19,0876$ ,  $b = 5,645$  dan  $c = 9,852$  sebagai referensi JCPDF # 19-0876;  $Fe_{37}Nb_9Zr_{54}$  bentuk kristal belum ditentukan sebagai referensi JCPDF # 46-1095.

Bahan dianil mendekati daerah  $\beta$ -Zr pada  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Gambar 6), diperoleh fase  $\alpha$ -Zr dengan bentuk kristal heksagonal yang memiliki jarak kisi,  $a = 3,232$  dan  $c = 5,147$  sebagai referensi JCPDF # 05-0665. Ada perubahan fase yaitu hilangnya fase  $\omega$ -Zr dan beberapa jenis populasi SPP. Ditemukan kristal-kristal SPP sebagai berikut:  $FeSn$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 5,302$  dan  $c = 4,449$  sebagai referensi JCPDF # 09-0212;  $Fe_2Nb$  berbentuk kristal heksagonal dengan jarak kisi  $a = 1,8215$  dan  $c = 7,877$  sebagai

referensi JCPDF # 15–0316;  $\text{NbSn}_2$  berbentuk kristal ortorombik dengan jarak kisi  $a = 19,0876$ ,  $b = 5,645$  dan  $c = 9,852$  sebagai referensi JCPDF # 19–0876.

### 3.2. Estimasi Ukuran Partikel

Perubahan ukuran partikel akibat perubahan temperatur anil dapat dilihat pada Gambar 7. Ukuran partikel tergantung pada temperatur anil. Untuk SPP  $\text{Fe}_2\text{Nb}$  menjadi lebih besar seiring dengan kenaikan temperatur anil dan mencapai maksimum pada temperatur 700 °C sebesar 26,7671 nm dan pada temperatur 800 °C menjadi lebih kecil yaitu sebesar 23,3339 nm. Pada temperatur mendekati daerah fase- $\beta$  SPP tersebut mengalami pelarutan sesuai dengan diagram fase paduan Zircaloy. Ukuran partikel  $\text{FeSn}$  terlihat sangat fluktuatif dan mencapai maksimum pada temperatur anil 500 °C sebesar 28,4199 nm, selanjutnya turun dengan kenaikan temperatur anil dan naik lagi pada temperatur anil 800 °C sebesar 23,3339 nm. Jelas bahwa pertumbuhan partikel  $\text{FeSn}$  terjadi pada temperatur anil 500 °C. Ukuran partikel  $\text{NbSn}_2$  maksimum pada temperatur anil 800 °C, yaitu sebesar 23,3339 nm. Jadi jelas pertumbuhan partikel  $\text{NbSn}_2$  pada temperatur anil 800 °C.



Gambar 7. Prediksi ukuran partikel paduan Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe dianil pada temperatur 400, 500, 600, 700 dan 800 °C selama 2 jam

Pada  $\alpha$ -Zr di Gambar 7 bukan gambaran ukuran butir tetapi merupakan gambaran ukuran sub-butir (*sub-grain*). Pada temperatur anil antara 500 °C sampai dengan 600 °C terlihat maksimum. Pada temperatur ini terjadi proses pemulihan dan pembentukan inti dan selanjutnya daerah pertumbuhan butir. Artinya sub-butir lenyap akibat pertumbuhan butir.

Pada temperatur anil 800 °C ukuran SPP sama, terlihat ada kesetimbangan pengintian dan pertumbuhan butir. Jadi temperatur anil 800 °C baik untuk stabilisasi presipitat. Tidak seperti halnya pada temperatur anil antara 500 °C sampai dengan 600 °C, semua SPP mengalami ukuran butir maksimum. Jadi interval temperatur ini baik untuk stabilisasi presipitat. Sedangkan untuk minimasi ukuran butir pada temperatur anil 700 °C, kecuali  $\text{Fe}_2\text{Nb}$ .

#### IV. KESIMPULAN

1. Pengintian partikel fase kedua (SPP) terjadi dengan baik pada temperatur anil 400, 500 dan 700 °C.
2. Pada paduan Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe pada temperatur anil antara 400 °C sampai 800 °C ditemukan SPP  $\text{Fe}_2\text{Nb}$ ,  $\text{ZrSn}_2$ ,  $\text{FeSn}$ ,  $\text{SnZr}$ ,  $\text{NbSn}_2$ ,  $\text{Zr}_{0,68}\text{Nb}_{0,25}\text{Fe}_{0,08}$ ,  $\text{Fe}_2\text{Nb}_{0,4}\text{Zr}_{0,6}$ ,  $\text{Fe}_{37}\text{Nb}_9\text{Zr}_{54}$  dan  $\omega$ -Zr.
3. Stabilisasi presipitat terjadi dengan baik pada temperatur anil 800 °C, pertumbuhan presipitat antara 500 °C sampai 600 °C, dan minimisasi ukuran presipitat pada temperatur anil 700 °C.

#### V. DAFTAR PUSTAKA

1. LAMBERT, J.D.B., and STRAIN, R., "Oxide Fuels", Vol. 10A, Materials Science and Technology, VCH, Germany, p.121.
2. HARBOTTLE, J.E., and STRASSER, A.A., "Towards Failure-Free Fuel, Fuel Review 1994: Design, Nuclear Engineering International", 1994, pp.28-30.
3. LUSTMAN, B., and KERZE, F.J.R., "The Metallurgy of Zirconium", 1<sup>st</sup> ed., McGraw-Hill, New York, 1955, p.632.
4. BANERJEE, S., "Better Materials for Nuclear Energy", IAEA Scientific Forum, September 27<sup>th</sup>, 2005.
5. YILMAZBAYHAN, A., et al., "Structure of Zirconium Alloy Oxides Formed in Pure Water Studied with Synchrotron Radiation and Optical Microscopy: Relation to Corrosion Rate", J. Nuclear Materials, Vol. 324, 2004, pp.6-22.
6. GARZAROLLI, F., et al., "Progress in the Knowledge of Nodular Corrosion", Zirconium in Nuclear Industry, 7<sup>th</sup> Int. Symp., ASTM-STP-939, Van Swam L.F.P., ASTM, Conshohocken, PA, 1987, pp.417-430.
7. STEINBERG, E., et al., "Analytical Approaches and Experimental Verification to Describe the Influence of Cold Work and Heat Treatment on the Mechanical Properties of Zircaloy Cladding Tube", Zirconium in the Nuclear Industry, 7<sup>th</sup> Int. Symp., ASTM-STP-824, Adamson R.B., et al., ASTM, 1987, pp.106-122.
8. CULLITY, B.D., "Element of X-Ray Diffraction", Addison-Wesley, Reading, MA, 1978.
9. GROS, J.P., and WAIDER, J.F., "Precipitate Growth Kinetics in Zircaloy-4", J. Nuclear Materials, Vol. 172, 1990, pp.85-96.
10. LUSTMAN, B., and KERZE, F.J.R., "The Metallurgy of Zirconium", 1<sup>st</sup> ed., McGraw-Hill, New York, 1955, p.632.
11. PARVENOV, B.G., GERASIMOV V.V., and VENEDIKTOVA, G.I., "Corrosion of Zirconium and Zirconium Alloys", Atomizdat, Moskva, 1967, p.23.