

VALIDASI METODE UJI KEKERASAN MIKRO PADA KELONGSONG ZIRKALOY-4

Hadijaya, Sugondo dan Djoko Kisworo
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

ABSTRAK

VALIDASI METODE UJI KEKERASAN MIKRO PADA KELONGSONG ZIRKALOY-4. Telah dilakukan validasi metode uji kekerasan mikro pada kelongsong Zirkaloy-4. Validasi dilakukan untuk memastikan pemilihan area jejak dan penentuan formasi jejak yang proporsional. Pelaksanaan validasi dilakukan pada kelongsong Zirkaloy-4 dengan area 3 sumbu yaitu sumbu Radial (area Z), sumbu Transversal (area Y) dan sumbu Longitudinal (area X). Hasil uji kekerasan mikro pada area Z menghasilkan angka kekerasan 233,44 HVN; area Y 220,00 HVN dan area X 230,44 HVN. Berdasarkan eksperimen bahwa area Z memiliki nilai kekerasan lebih proporsional dibandingkan area X dan Y. Indentasi pada area Z menghasilkan geometri diagonal yang tidak simetri sedangkan indentasi pada area X menghasilkan geometri diagonal yang simetri. Berdasarkan pengujian yang dilakukan pada material kelongsong Zirkaloy-4 maka metode uji kekerasan mikro yang valid adalah indentasi pada area Z dengan formasi jejak 9 titik menghasilkan diagonal jejak yang linier.

Kata kunci : Kelongsong Zirkaloy-4, Validasi, Kekerasan mikro; Geometri diagonal indentasi.

PENDAHULUAN

Logam paduan Zirkonium seperti Zirkaloy-4 dapat digunakan sebagai bahan kelongsong dalam pembuatan elemen bakar reaktor air berat dan reaktor air ringan, karena *cross-section* untuk neutron baik, tahan iradiasi, mempunyai ketahanan yang baik terhadap bahan kimia dan benturan mekanik, serta tetap stabil pada suhu kamar^[1].

Zirkaloy-4 yang digunakan sebagai kelongsong untuk bahan bakar nuklir harus sesuai dengan spesifikasi sehingga perlu dilakukan uji kendali kualitas salah satunya adalah uji kekerasan mikro menggunakan *Leitz Micro Hardness Tester*. Alat uji kekerasan agar dapat memberikan data akurat maka metode uji kekerasan mikro terhadap material Zirkaloy-4 perlu dilakukan validasi. Validasi didefinisikan sebagai tindakan pembuktian dengan cara yang sesuai, bahwa tiap bahan, proses, prosedur, kegiatan, sistem, perlengkapan atau mekanisme yang digunakan dalam produksi maupun pengawasan mutu akan senantiasa mencapai hasil yang diinginkan.

Pada kegiatan validasi metode uji kekerasan mikro kelongsong Zirkaloy-4 ini, ditetapkan 7 formasi jejak untuk uji material dengan jejak 3 sampai 9 titik dengan ditetapkan pula metode pemilihan area jejak pada 3 arah sumbu yaitu longitudinal, transversal dan radial. Hasil validasi akan dijadikan sebagai acuan untuk uji kekerasan

mikro kelongsong Zirkaloy-4 maupun tabung-tabung logam bahan struktur untuk industri nuklir maupun non nuklir.

Validasi metode uji kekerasan mikro kelongsong Zirkaloy-4 bertujuan untuk memastikan pelaksanaan uji kekerasan material kelongsong Zirkaloy-4 mampu memberikan data yang akurat dan dapat dipertanggungjawabkan. Kegiatan validasi ini merupakan kaji ulang pada sistem manajemen laboratorium dan kegiatan pengujian yang bertujuan untuk memastikan kesinambungan kecocokan dan efektifitas pengujian kekerasan pada kelongsong Zirkaloy-4. Panduan ISO/IEC 17025 dari Komite Akreditasi Nasional menggariskan tentang kaji ulang manajemen^[2].

TEORI

Pengujian kekerasan mikro dengan cara menekankan sebuah indentor intan dengan geometri yang khas pada permukaan bahan uji adalah menggunakan beban (gaya) tertentu sehingga ukuran bekas penekanan merupakan ukuran kekerasan. Prinsip dasar yang digunakan sebagai ukuran kekerasan pada cara penekanan ini adalah ketahanan bahan terhadap deformasi^[3].

Alat uji kekerasan indentasi yang digunakan tersebut adalah *Leitz Micro Hardness Tester* dilengkapi indentor berbentuk piramid yang dapat meninggalkan bekas jejak persegi empat pada material. Panjang diagonal jejak yang diukur pada arah horisontal ditandai sebagai d_1 dan panjang diagonal jejak pada arah vertikal ditandai sebagai d_2 , lalu dihitung d -rerata sebagai panjang diagonal jejak. Nilai kekerasan material uji dicari pada tabel yang tersedia dengan memproyeksikan d -rerata serta bobot beban yang digunakan. Pengembangan uji *Vickers* (uji kekerasan piramida intan) yang dilakukan oleh Standar Nasional Pemerintah Inggris pada tahun 1925 menetapkan pemeriksaan kekerasan mikro menjadi suatu prosedur laboratorium yang rutin dilakukan. Pengujian dilakukan dengan menggunakan indentor intan yang dibentuk secara tepat dan beban yang bervariasi untuk menentukan kekerasan berbagai bahan. Penerapan uji kekerasan mikro meliputi :

1. Pengukuran kekerasan suatu bahan yang terlalu kecil jika diukur dengan menggunakan metoda uji kekerasan makro.
2. Pengukuran kekerasan produk seperti *foil* atau kawat yang terlalu tipis/ kecil diameternya jika diukur dengan metoda uji kekerasan makro.
3. pemantauan proses pengoperasian *carburizing* atau *nitriding*, yang biasanya diselesaikan dengan penyelidikan kekerasan yang diambil pada *cross section* bahan kerja yang mengalami operasi.

4. Pengukuran kekerasan dari konstituen mikro secara tersendiri.
5. Pengukuran kekerasan yang sangat dekat bagian tepi material untuk mendeteksi kondisi permukaan yang tidak diinginkan seperti *grinding burn* dan dekarborisasi.
6. Pengukuran kekerasan lapisan permukaan seperti pelapisan atau lapisan yang terikat.

Indentasi *Vickers* dihitung dalam satuan *filar* dari *eyepiece* yang terukur. Beberapa kombinasi pembacaan *eyepiece* pada lensa objektif sudah dalam skala mikron, sementara yang lainnya memerlukan perkalian dari satuan *filar* dengan suatu faktor kalibrasi objektif untuk merubah pembacaan ke skala mikro. Nilai kekerasan *Vickers* adalah nilai tekanan dan diberi satuan Kg per millimeter kuadrat (Kg.mm^{-2}). Nilai kekerasan material uji dicari pada tabel yang tersedia dengan memproyeksikan d-rerata serta bobot beban yang digunakan atau dapat dihitung berdasarkan rumus *Vickers*^[3], sebagai berikut :

$$HVN = \frac{189 \times F \times 10^{-3}}{d^2}$$

dimana : *HVN* = nilai kekerasan *vicker's*

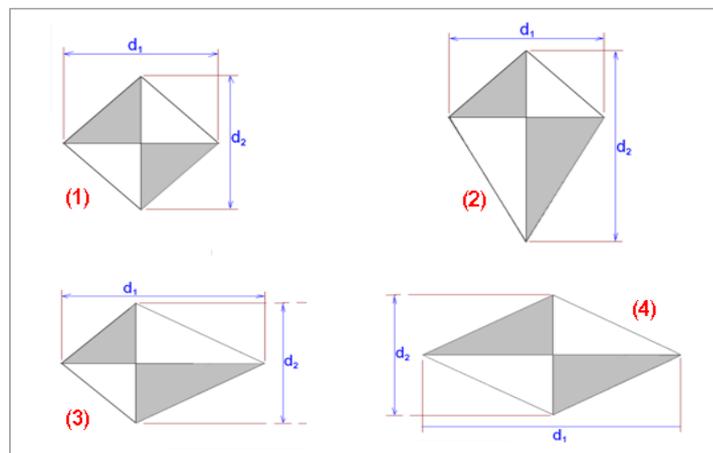
F = beban tumbuk dalam *Newton (N)*

d = panjang diagonal rata-rata jejak dalam μm

Nilai kekerasan berkaitan dengan kekuatan luluh atau tarik logam, karena selama indentasi (penjejakan) logam mengalami deformasi sehingga terjadi regangan dengan persentase tertentu. Nilai kekerasan *Vickers* didefinisikan sama dengan beban dibagi luas jejak piramida (indenter) dalam kg/mm^2 dan besarnya kurang lebih tiga kali besar tegangan luluh untuk logam-logam yang tidak mengalami pengerjaan pengerasan cukup berarti. Deformasi elastis kemungkinan terjadi pada permukaan yang keras, sedangkan deformasi plastis terjadi pada permukaan yang lebih lunak. Pengaruh deformasi bergantung pada kekerasan permukaan material. Deformasi yang terjadi dapat berupa kombinasi perilaku elastis dan plastis. Pada permukaan dari dua komponen yang saling bersinggungan dan bergerak satu terhadap lainnya akan terjadi deformasi elastis maupun plastis^[1]. Deformasi elastis kemungkinan terjadi pada permukaan yang keras, sedangkan deformasi plastis terjadi pada permukaan yang lebih lunak.

Diagonal jejak (*d*) dengan area yang lebih panjang pada suatu material uji memberikan pengertian bahwa nilai kekerasan material rendah, sebaliknya diagonal jejak dengan area lebih pendek memberikan pengertian bahwa nilai kekerasan material tinggi. Makin besar beban, diagonal indentasi (*d*) makin besar pula disisi lain

makin besar diagonal indentasi maka nilai kekerasan makin rendah. Hal ini tentu saja terkait dengan ketahanan material terhadap deformasi yang dilakukan indenter. Jejak pada permukaan cuplikan meninggalkan pola jejak yang beragam, tidak semua simetri ($d_1 = d_2$) karena jejak itu ada yang tepat pada butir, pada batas butir dan ada pula diantara keduanya, seperti pada Gambar 1.



Gambar 1. Pola indentasi *micro hardness tester* pada permukaan material.

Keterangan :

1. Pola indentasi simetri (atas-bawah dan kiri-kanan relatif sama); $d_1 = d_2$
2. Pola indentasi tidak simetri dengan pemanjangan ke arah bawah (atau keatas); $d_1 < d_2$
3. Pola indentasi tidak simetri dengan pemanjangan ke arah samping kanan (atau ke kiri); $d_1 > d_2$
4. Pola indentasi simetri dengan pemanjangan dua arah kiri-kanan ($d_1 > d_2$); atau dua arah atas-bawah ($d_2 > d_1$)

Pengukuran kekerasan mikro dipengaruhi oleh sifat mekanik material. Keras-lunak permukaan disetiap area penjejakan berbeda-beda karena faktor ukuran butir^[3]. Makin halus butir, makin keras bahan. Pada arah radial mungkin bentuk butir lebih halus dibanding pada arah longitudinal maupun transversal karena material tabung merupakan produk ekstrusi dengan bentuk butir pipih.

METODA

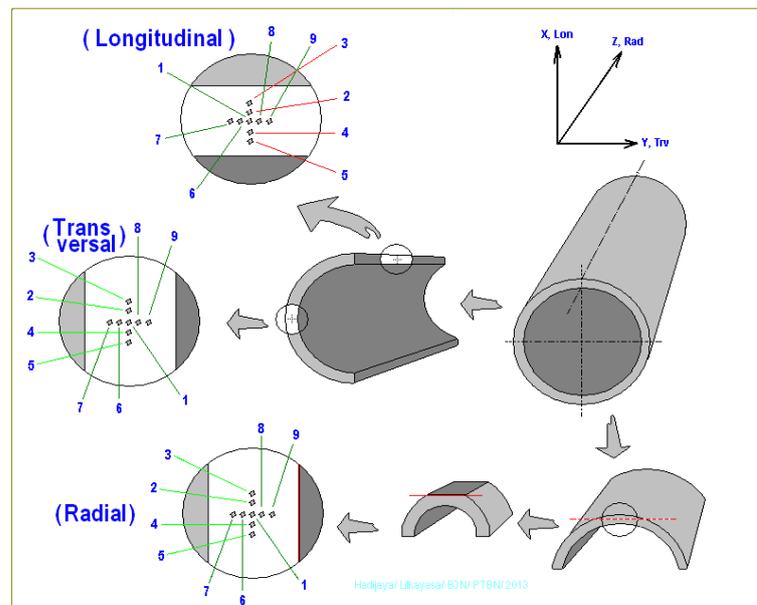
Pada kegiatan validasi uji kekerasan mikro kelongsong Zirkaloy-4, sampel dipotong dan dibelah menjadi 3 bagian. Selanjutnya dipreparasi secara metalografi dan diuji kekerasannya. Dalam pengujian kekerasan diterapkan metode formasi jejak 9 titik.

Bahan yang digunakan adalah kelongsong atau tabung Zirkaloy-4. Alat yang digunakan adalah mesin potong logam Accutom, mesin Grinder/ Polisher, dan *Leitz Micro Hardness Tester tipe Vicker's*.

Cara kerja:

1. Preparasi Zirkaloy-4

Kelongsong Zirkaloy-4 dipreparasi dengan cara dibelah menjadi 3 bagian menggunakan mesin potong *Accutom* sehingga diperoleh cuplikan searah sumbu longitudinal, transversal dan radial seperti pada Gambar 2. Masing-masing cuplikan tersebut kemudian dimounting, digrinding dan dipolishing sehingga menjadi sehingga siap diuji.

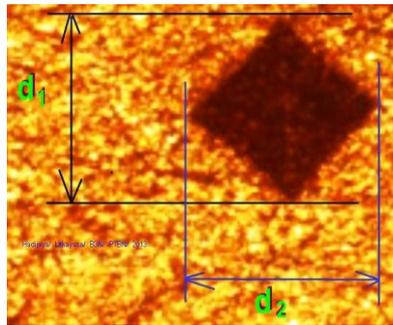


Gambar 2. Area Jejak (Longitudinal, Transversal dan Radial) Pada Sampel Jenis Tabung.

2. Pelaksanaan uji kekerasan^[4] :

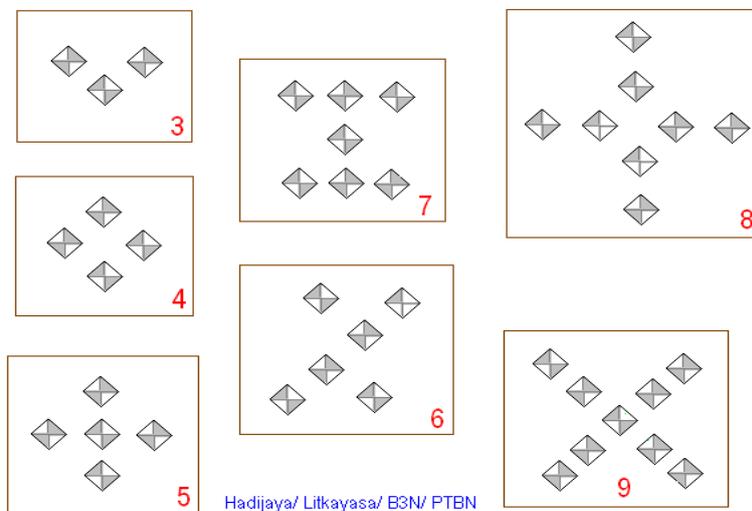
- cuplikan Zirkaloy-4 ditempatkan pada meja uji.
- beban uji 200 p ($p = \text{pound gaya} = \text{lbf}$) ditempatkan pada landasannya.
- area penjejakan pada sampel ditentukan dengan memutar *spindel* mikrometer.
- penjejak atau *diamond* diarahkan pada posisi penjejakan dengan memutar *grip* kearah kiri.
- penjejak diturunkan dengan menekan ujung kabel secara *full* lalu lepaskan. Penjejak akan turun menuju objek (material uji) dengan indikasi lampu merah menyala.

- penjejak dinaikkan dengan memutar *knurled* searah jarum jam dengan indikasi lampu kuning padam, lampu hijau kembali menyala.
- lensa objektif diarahkan untuk mengukur diameter jejak dengan menarik *grip* kekanan.
- diagonal jejak diukur dengan menggerakkan skrup mulai dari garis nol sampai pada batas akhir diagonal.
- Diameter jejak akan terbaca, d_1 sebagai diameter jejak arah horisontal dan d_2 sebagai diameter jejak arah vertikal (Gambar 3). Jumlahkan d_1 dan d_2 lalu bagi 2 sehingga diperoleh harga d_{Rerata} . Untuk menghitung nilai kekerasan (HVN) secara cepat, gunakan tabel yang tersedia.



Gambar 3. Format jejak atau diagonal indentasi (d_1 dan d_2).

Perulangan pengujian masing-masing cuplikan dilakukan sebanyak 9 kali (9 titik). Semua penjejakan dilakukan seperti pada Gambar 4.



Gambar 4. Tujuh model jejak dengan formasi 3 sampai 9 titik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil uji material Zirkaloy-4 yang di-indentasi Pada tabel tersebut dimuat kolom pengulangan pengujian, diagonal 1 (d_1), diagonal 2 (d_2) dan diagonal rata-rata kemudian disesuaikan dengan acuan standar kekerasan sehingga diperoleh nilai kekerasan mikro masing-masing indentasi dalam satuan HVN (Hardness Vickers Number). Nilai kekerasan mikro rata-rata dari satu area maka semua HVN dijumlahkan lalu dibagi 9. Kekerasan mikro rata-rata kelongsong Zirkaloy-4 adalah :

$$= \frac{X+Y+Z}{3} = \frac{233,44+220+230,44}{3} = \frac{683,88}{3} = 227,96 \text{ HVN.}$$

Kelongsong Zirkaloy-4 dibuat melalui proses ekstrusi sehingga mengalami deformasi atau regangan pada saat pengerjaan. Deformasi berpengaruh terhadap nilai kekerasan kelongsong Zirkaloy-4.

Hasil pengujian menunjukkan perbedaan nilai kekerasan berdasarkan perbedaan area jejakan. Batas tertinggi adalah 233,44 HVN (area Z), batas menengah 230,44 HVN (area X) sedangkan batas terendah 220,0 HVN (area Y). Hal ini disebabkan adanya deformasi yang tidak homogen pada kelongsong Zirkaloy-4. Sehingga diperoleh nilai rata-rata kekerasan mikro kelongsong Zirkaloy-4 yaitu 227,96 HVN dan diagonalnya diukur pada setiap perulangan ditunjukkan pada Tabel 1, Tabel 2 dan Tabel 3.

Pada Gambar 5 terlihat bahwa hasil jejakan pada perulangan ke 3; 4; 6 dan 9 pada area transversal mengalami perbedaan yang cukup signifikan terutama garis d_2 yang disebabkan terjadinya deformasi tidak merata pada area transversal. Tercatat 4 titik yang menyimpang dari 9 kali penjejakan. Gambar 6 menunjukkan hasil jejakan pada perulangan ke 1; 2; 3; 7 dan 9 pada area transversal menghasilkan perbedaan yang cukup signifikan baik garis d_1 maupun d_2 yang disebabkan terjadinya deformasi tidak merata pada area transversal. Tercatat 5 titik yang menyimpang dari 9 kali penjejakan. Berdasarkan Gambar 7 terlihat bahwa hanya hasil jejakan pada perulangan ke 6 (garis d_2) saja yang mengalami penyimpangan dengan pengertian bahwa deformasi pada area radial relatif sedikit. Secara keseluruhan garis d_1 dan d_2 nyaris berimpit. Hal ini membuktikan bahwa kelongsong Zirkaloy-4 pada area Z memiliki permukaan dengan arah butir yang seragam.

Tabel 1. Data kekerasan mikro Zry4 Area X (Longitudinal)

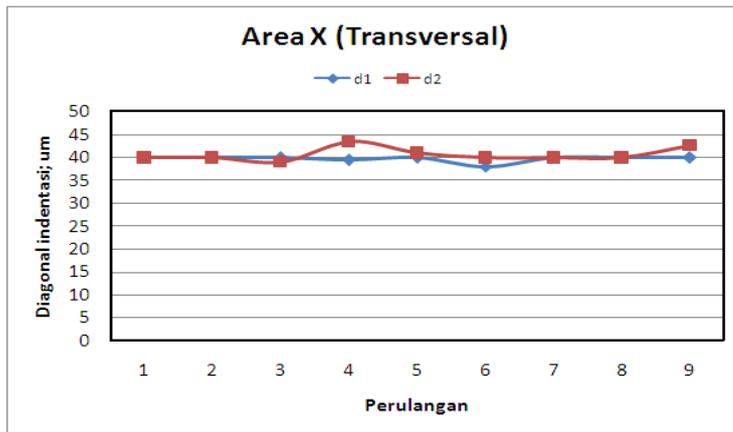
| Per- ulangan | d ₁ μm | d ₂ μm | d _{rerata} μm | Kekerasan HVN | Rerata, HVN |
|-----------------|----------------------|----------------------|---------------------------|------------------|----------------|
| 1 | 40 | 40 | 40 | 232 | 230,44 |
| 2 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 3 | 40 | 39 | 39,5 | 238 | |
| 4 | 39,5 | 43,5 | 41 | 221 | |
| 5 | 40 | 41 | 40,5 | 226 | |
| 6 | 38 | 40 | 39 | 244 | |
| 7 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 8 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 9 | 40 | 42,6 | 41,3 | 217 | |

Tabel 2. Data kekerasan mikro mikro Zry4 Area Y (Transversal)

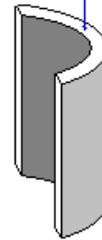
| Per- ulangan | d ₁ μm | d ₂ μm | d _{rerata} μm | Kekerasan HVN | Rerata, HVN |
|-----------------|----------------------|----------------------|---------------------------|------------------|----------------|
| 1 | 37 | 43 | 40 | 232 | 220,00 |
| 2 | 42,7 | 40,1 | 41,4 | 216 | |
| 3 | 40 | 45 | 42,5 | 205 | |
| 4 | 40 | 41 | 40,5 | 226 | |
| 5 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 6 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 7 | 43 | 43 | 43 | 201 | |
| 8 | 41 | 41 | 41 | 221 | |
| 9 | 40 | 43 | 41,5 | 215 | |

Tabel 3. Data kekerasan mikro Zry4 Area Z (Radial)

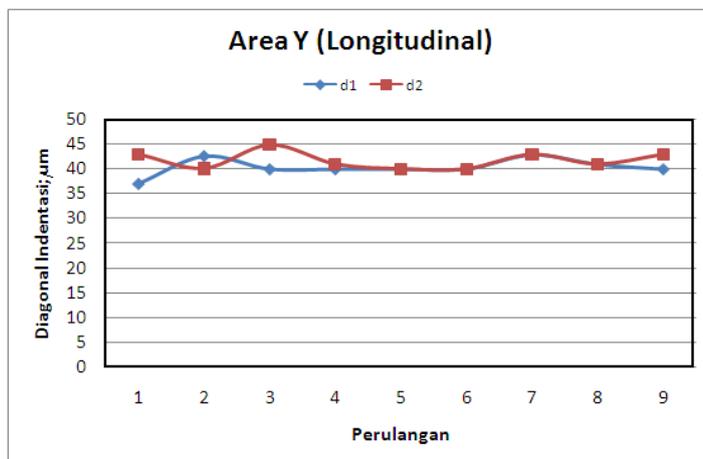
| Per- ulangan | d ₁ μm | d ₂ μm | d _{rerata} μm | Kekerasan HVN | Rerata, HVN |
|-----------------|----------------------|----------------------|---------------------------|------------------|----------------|
| 1 | 40 | 39,6 | 39,8 | 234 | 233,44 |
| 2 | 40 | 39,8 | 39,9 | 233 | |
| 3 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 4 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 5 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 6 | 40 | 38,5 | 39,3 | 240 | |
| 7 | 40 | 39,6 | 39,8 | 234 | |
| 8 | 40 | 40 | 40 | 232 | |
| 9 | 40 | 40 | 40 | 232 | |



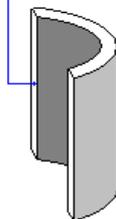
Transversal



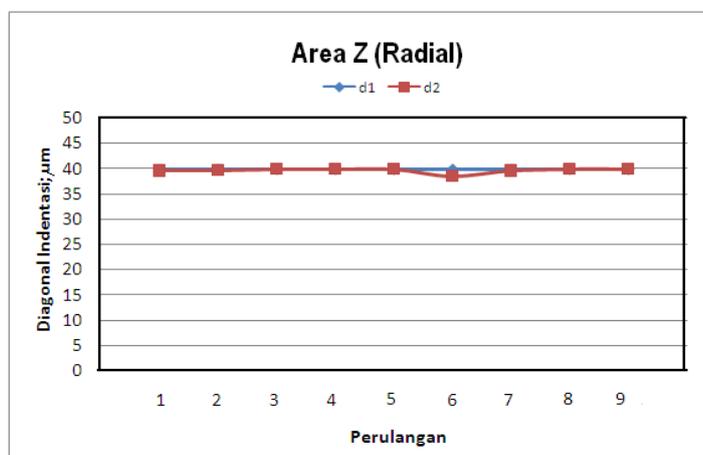
Gambar 5. Perbedaan diagonal indentasi (d_1 dan d_2) pada area X



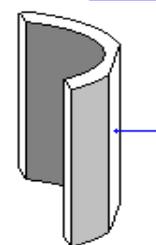
Longitudinal



Gambar 6. Perbedaan diagonal indentasi (d_1 dan d_2) pada area Y.



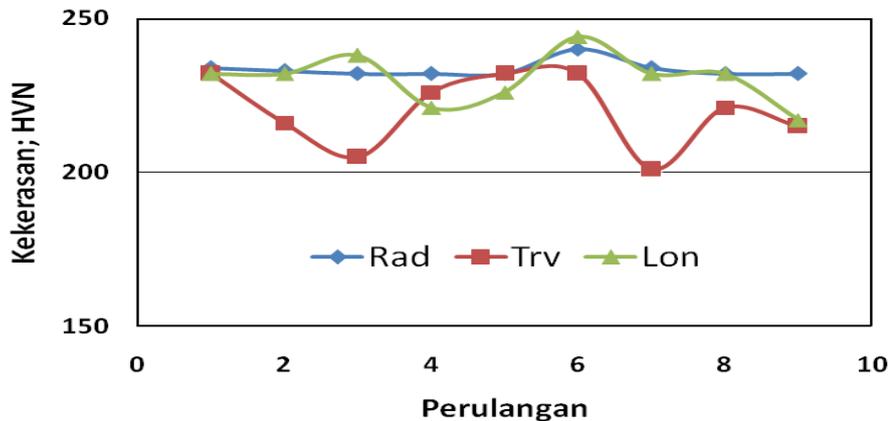
Radial



Gambar 7. Perbedaan diagonal indentasi (d_1 dan d_2) pada area Z

Perbedaan diagonal jejak pada masing-masing area menunjukkan perbedaan nilai kekerasan yang signifikan. Pada Gambar 8 tampak bahwa kekerasan

permukaan cuplikan pada area Radial (Z) lebih linier dibandingkan kekerasan pada permukaan area Transversal (Y) dan Longitudinal (Y). Identasi pada permukaan area Z menghasilkan nilai kekerasan mikro yang lebih seragam.



Gambar 8. Frekwensi penyimpangan pengukuran kekerasan.

Pengujian kekerasan tabung Zirkaloy-4 cukup proporsional pada area Z saja dengan 9x penjejakan.

KESIMPULAN

Hasil pengukuran kekerasan mikro yang valid dari pengujian tabung Zirkaloy-4 dipengaruhi oleh karakteristik material standar. Area indentasi pada permukaan cuplikan memiliki perbedaan kekerasan. Uji kekerasan mikro pada 3 (tiga) area menghasilkan angka kekerasan 233,44 HVN (area Z); 220,00 HVN (area Y) dan 230,44 HVN (area X). Area Z memiliki nilai kekerasan lebih proporsional dibandingkan area X dan Y. Indentasi pada area X dan Y menghasilkan geometri diagonal yang tidak simetri sedangkan indentasi pada area Z menghasilkan geometri diagonal yang simetri. Berdasarkan pengujian yang dilakukan pada material kelongsong Zirkaloy-4 maka metode uji kekerasan mikro yang valid adalah indentasi pada area Z karena menghasilkan diagonal jejakan yang linier.

Jika *user* (atau peneliti) menghendaki data yang lengkap maka penjejakan pada area X dan Y sebaiknya juga dilakukan. Hasil pengujian yang dilaporkan adalah nilai rata-rata dari ketiga area tersebut. Dalam melakukan penjejakan pada material kelongsong Zirkaloy-4, operator harus mempertimbangkan area yang dipilih, bila perlu mengkonfirmasikannya terlebih dahulu dengan *user* agar teknis uji kekerasan sesuai harapan dan tak terjadi kesalahan dalam pengumpulan data uji.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] ZAINUS SALIMIN dan DYAH SULISTYANI, "Unjuk Kerja Penyimpanan Bahan Bakar Nuklir Bekas PLTN Dalam Kaitan Dengan Teknologi Penyimpanan", Prosiding Seminar Nasional ke-16 Teknologi dan Keselamatan PLTN Serta Fasilitas Nuklir, ISSN : 0854-2910, Pusat Teknologi Limbah Radioaktif - BATAN PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang.
- [2] ISO/IEC 17025-2005 : "Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi", bag. 5-9 : Jaminan mutu hasil pengujian dan kalibrasi.
- [3] SRIATI DJAPRIE, "Dasar Metalurgi Untuk Rekayasawan", PT.Gramedia Pustaka Utama, Jakarta, 1991
- [4] HADIJAYA, "Petunjuk Operasi Leitz Hardness Tester", Bidang Bahan Struktur dan Pendukung PEBN-BATAN, 1992, dokumen nomor : EBN.2/002/92.