

EFEK HYDROGEN EMBRITTLEMENT PADA KELONGSONG ZRY-4 AKIBAT PERLAKUAN PANAS

Hadijaya

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir Kawasan Puspiptek, Serpong

E-mail : galihway@batan.go.id

ABSTRAK

EFEK HYDROGEN EMBRITTLEMENT PADA KELONGSONG ZRY-4 AKIBAT PERLAKUAN PANAS. Telah dilakukan eksperimen perlakuan panas pada kelongsong Zry-4. Perlakuan panas dilakukan untuk mengetahui perubahan yang terjadi sebagai pengaruh perapuhan oleh hidrogen (*Hydrogen Embrittlement*). Pada eksperimen ini kelongsong Zry-4 dipanaskan pada suhu 200-600 °C selama 3-5 Jam. Berdasarkan eksperimen diketahui bahwa perlakuan panas pada suhu tertinggi yaitu 600 °C menyebabkan densitas Zry-4 meningkat dari 6,0983 g/cc hingga mencapai 7,3217 g/cc dengan makin lamanya waktu pemanasan. Hal ini terjadi karena perubahan kisi pada Zry-4 akibat pengaruh panas. Semakin tinggi suhu pemanasan, maka distribusi partikel submikron makin besar. Pemanasan pada suhu 200 °C menghasilkan lapisan oksida setebal 0,005 mm dan kekerasan Zry-4 meningkat dari 220,66 HVN menjadi 247,66 HVN, namun setelah waktu pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0,0066 mm) tetapi menyebabkan kekerasan turun menjadi 229,66 HVN. Pemanasan pada suhu 400 °C menghasilkan lapisan oksida setebal 0.0104 mm dan kekerasan meningkat menjadi 258,66 HVN, namun setelah waktu pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0.0176 mm) tetapi menyebabkan kekerasan turun menjadi 247 HVN. Sedangkan pemanasan pada suhu 600 °C menghasilkan lapisan oksida setebal 0.0466 mm namun kekerasan mengalami sedikit penurunan yaitu menjadi 214,33 HVN, bahkan setelah waktu pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0.0840 mm) tetapi menyebabkan kekerasan terus turun menjadi 197,33 HVN. Fenomena pertumbuhan lapisan oksida sampai ketebalan tertentu disertai peningkatan kekerasan adalah sebagai efek oksidasi. Sedangkan lapisan oksida yang makin tebal karena suhu tinggi dan waktu yang lama disertai penurunan kekerasan adalah sebagai efek hidrogen (*hydrogen embrittlement*) yang menyebabkan perapuhan.

Kata kunci: Kelongsong Zirkaloy-4, Perubahan massa, Kekerasan, Densitas, Perapuhan oleh hidrogen.

PENDAHULUAN

Hydrogen embrittlement adalah perapuhan material akibat pengaruh ion hidrogen baik dari lingkungan pada saat pemakaian maupun pada saat proses pembuatan (pabrikasi). *Hydrogen embrittlement* pada Zirkaloy-4 (Zry-4) harus dapat diatasi atau diantisipasi mulai dari pemilihan unsur pemadu guna membatasi potensi masalah *hydrogen embrittlement* melalui kontrol proses yang ketat dalam rangka menunjang perkembangan elemen bakar nuklir bagi keperluan reaktor daya yang menggunakan air ringan sebagai pendingin.

Penelitian bahan struktur pada umumnya terfokus pada teknologi sintesa Zirkaloy-4. Pada dasarnya fenomena yang terjadi selama bahan struktur berada dalam reaktor cukup erat hubungannya dengan karakteristik struktur mikro logam. Disisi lain telah dimaklumi bahwa karakteristik logam tergantung pada parameter proses selama logam tersebut dibuat. Di dalam industri pembuatan Zirkaloy umumnya dimulai dari peleburan Zirkonium beserta unsur penambah kemudian dilanjutkan dengan pengerjaan mekanik dan variasi pemanasan (anil). Pengenalan fenomena tersebut secara sistematika berkaitan dengan aspek termodinamika dan kinetika unsur penambah seperti batas kelarutan, struktur, pengintian dan pertumbuhan presipitat serta stoikhiometri presipitat yang terbentuk. Beberapa fenomena dapat terjadi pada sebagian tahapan proses pembuatan Zirkaloy setelah mengalami pengerjaan termomekanik misalnya perapuhan oleh hidrogen yang berawal dari proses pembuatan paduan.

Maksud dari eksperimen *hydrogen embrittlement* Zry-4 adalah untuk mengetahui langsung efek parameter suhu dan pengaruh lingkungan terhadap kerapuhan material Zry-4. Tujuannya adalah untuk mendapatkan *data base* eksperimen *hydrogen embrittlement* melalui perlakuan panas sebagai informasi penting bagi pengembangan material kelongsong berbasis Zirkonium paduan. Untuk membuat paduan Zry-4 diperlukan pemahaman terhadap termodinamika *hydrogen embrittlement* melalui suatu kajian perlakuan panas material pada kondisi atmosferik atau pemanasan dalam kondisi non vakum dan tanpa pengaruh gas *inert*.

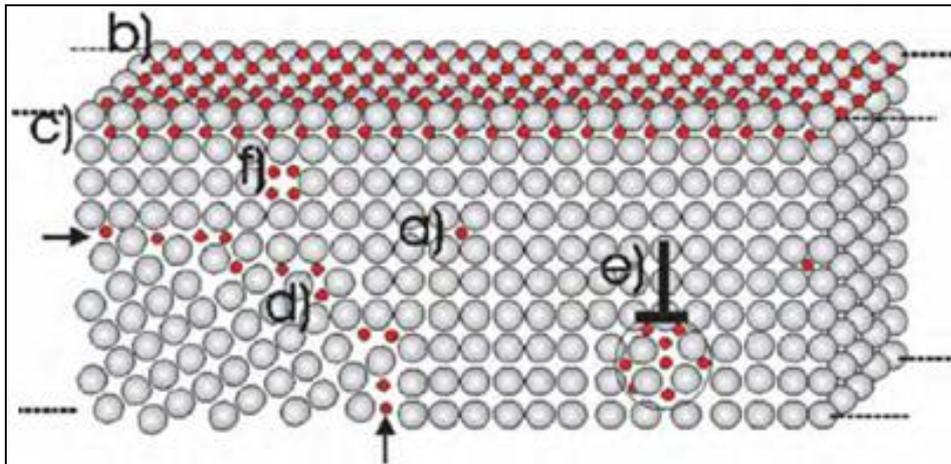
Melalui hasil penelitian ini diharapkan akan diperoleh suatu asupan untuk memahami sebagian aspek teknis maupun teoritis yang dapat dijadikan dasar bagi penelaahan proses pembuatan Zirkaloy-4.

TEORI

Zirkaloy-4 merupakan logam paduan antara logam zirkonium dengan logam-logam lainnya, yang digunakan sebagai bahan konstruksi pipa pendingin pada reaktor nuklir, meskipun zirkonium sangat elektronegatif ($E^\circ = -1,529$ V) namun memiliki ketahanan yang cukup baik dalam lingkungan air dengan terbentuknya lapisan pasif pada permukaan logam. Diagram fasa adalah alat visualisasi utama dalam ilmu material karena dapat menyediakan prediksi dan intepretasi perubahan suatu komposisi material dari fasa ke fasa. Diagram fasa menyediakan pemahaman yang luas mengenai bagaimana suatu material membentuk mikrostruktur sehingga membawa kepada pemahaman sifat-sifat kimia dan fisika. Kegagalan material karena

tidak dapat mencapai kemampuan seperti yang diramalkan dapat dikaji ulang dengan mengacu diagram fasanya, apa saja kemungkinan penyebab yang dapat terjadi terhadap material pada saat dibuat sehingga menyebabkan kegagalan itu. Dalam hal ini, kita dapat menggunakan hubungan-hubungan termodinamik untuk masuk ke diagram fasa dan mengekstrapolasi data yang sebelumnya tidak tersedia. Oleh sebab itu pemahaman mendalam tentang termodinamika dapat membentangkan suatu fondasi dalam menentukan proses kinetik yang berlangsung selama pembuatan diagram fasa^[1].

Unjuk kerja mekanik secara mendasar adalah kunci bagi optimasi kelangsungan efektifitas bahan. Demikian juga bagi keperluan ramalan unjuk kerja bahan secara *in-pile*. Pada dasarnya fenomena yang terjadi selama bahan struktur berada dalam reaktor cukup erat hubungannya dengan karakteristik struktur mikronya. Disisi lain bahwa karakteristik bahan tergantung pada parameter proses selama paduan logam tersebut dibuat. Dalam bidang industri pembuatan Zirkaloy umumnya dimulai dari peleburan Zirkonium beserta unsur penambah kemudian dilanjutkan dengan variasi pengerjaan mekanik dan panas. Ketika atom hidrogen memasuki logam dan paduan tertentu lainnya, maka dapat menyebabkan kerugian pada duktilitas atau retak (biasanya dalam skala mikro), atau kegagalan getas di bawah kekuatan luluh. Fenomena ini sering terjadi pada paduan yang menunjukkan tidak ada kerugian yang signifikan dalam duktilitas ketika diuji kekuatan tariknya namun terdapat suatu induksi yang merapuhkan, hidrogen retak stres atau hidrogen perapuhan. Hidrogen adalah atom terkecil yang mungkin dan merupakan elemen yang paling melimpah di alam semesta. Dua atom hidrogen bergabung membentuk molekul H₂ yang stabil. Hidrogen dalam bentuk atom melakukan kerusakan pada logam yang baru saja diproduksi. Sebagaimana skema pada Gambar 1, bahwa H₂ bisa masuk struktur logam selama perlakuan panas, karena *carbonising*, pembersihan, pengawetan, adanya ion posfat, elektro-plating, proses *autocatalytic* dan sebagai akibat dari reaksi perlindungan katodik atau reaksi korosi. Hidrogen juga masuk selama pabrikasi, misalnya selama pengerolan, mesin dan pengeboran kerusakan karena pelumas serta selama pengelasan atau operasi mematri^[2].



Gambar 1. Skema cacat dan akumulasi atom hidrogen pada logam^[3].

Seiring dengan kelarutan hidrogen yang digambarkan dalam matriks (a); atom hidrogen terperangkap pada permukaan (b); dan atom hidrogen terperangkap di bawah permukaan (c); atom hidrogen terperangkap pada dislokasi/ posisi yang ditunjukkan tanda \perp (e); wilayah berbentuk silinder pemisah hidrogen yang diharapkan. Juga pada batas butir (d) dan pada *grain boundary* (f).

Kerentanan bahan untuk *hydrogen embrittlement* dalam tes yang diberikan secara langsung berkaitan dengan kadar hidrogen yang terperangkap tersebut. Dalam hal ini, kadar hidrogen yang terperangkap berkaitan dengan mikro material, dislokasi, karbida dan unsur lainnya yang hadir dalam struktur, hal itu merupakan efek interaksi yang dapat menjadi sumber reversibel atau ireversibel.

Stress corrosion cracking, stress embrittlement, hydrogen embrittlement, dan hidrogen akibat stress korosi adalah mekanisme kegagalan yang sering dipandang sebagai kesamaan, karena efeknya memiliki kesamaan yang melebihi jumlah perbedaan yang teridentifikasi padahal kenyataannya adalah korosi retak tegang dan stress korosi oleh hidrogen. Dapat dimaklumi bahwa ketika kegagalan oleh kelelahan terjadi maka *hydrogen embrittlement* adalah penyebabnya^[4].

Semakin besar konsentrasi hidrogen maka akan menurunkan tegangan kritis, atau semakin sedikit konsentrasi hidrogen, maka semakin tinggi tegangan kritis di mana kegagalan dapat terjadi. *Hydrogen embrittlement* non-korosi terkait dengan nilai-nilai kekerasan tinggi dari bagian komponen. Material dengan kekerasan *Vickers* melebihi 320 HV memerlukan prosedur perawatan khusus untuk mengurangi risiko. Sejumlah ahli mengakui bahwa kekerasan diatas 390 HV adalah merupakan ambang batas luar yang diperlukan untuk mengatasi risiko *hydrogen embrittlement*^[5].

TATA KERJA

1. Bahan:

Bahan yang digunakan adalah kelongsong atau tabung Zry-4.

2. Alat:

Alat yang digunakan adalah mesin potong logam *Accutom*, mesin *Grinder/Polisher*, *Heat treatment Furnace*, Neraca analitik, *Auto Pycnometer*, Mikroskop optik dan *Leitz Micro Hardness Tester* tipe *Vicker's*.

3. Cara kerja

Penelitian dilakukan untuk mengamati pengaruh perlakuan panas terhadap kerapuhan Zry-4. Sebagai langkah awal, objek studi *hydrogen embrittlement* adalah diskripsi termodinamik melalui perlakuan panas pada parameter tertentu. Kelongsong Zry-4 dipreparasi dengan cara dibelah menggunakan mesin potong *Accutom* sehingga diperoleh 10 cuplikan berukuran kecil kira-kira 0,5 Cm. Masing-masing cuplikan tersebut dikenai perlakuan panas dalam *Heat Treatment Furnace* pada kondisi atmosferik dengan variabel sebagai berikut :

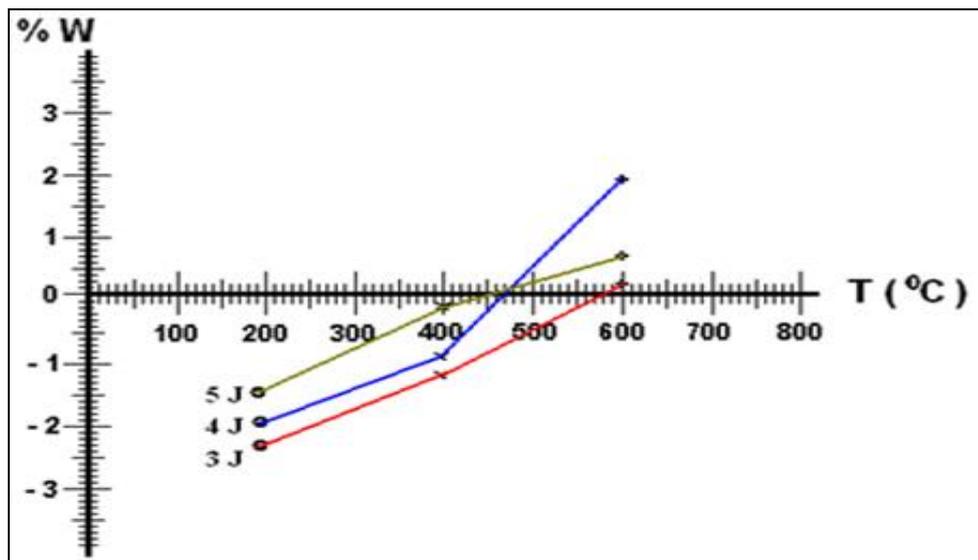
- a. Pemanasan selama 3 jam masing-masing pada suhu konstan 200 °C, 400 °C dan 600 °C;
- b. Pemanasan selama 4 jam masing-masing pada suhu konstan 200 °C, 400 °C dan 600 °C;
- c. Pemanasan selama 5 jam masing-masing pada suhu konstan 200 °C, 400 °C dan 600 °C.

Dalam penelitian tersebut dilakukan pengukuran antara lain menimbang beratnya, mengukur densitasnya, mengukur kekerasan mikronya serta menganalisis struktur mikro masing-masing baik sebelum maupun sesudah perlakuan panas. Perubahan berat dianalisis menggunakan neraca massa; perubahan densitas dianalisis menggunakan *Ultra Pycnometer*; perubahan kekerasan dianalisis menggunakan *micro hardness tester*; dan pembentukan lapisan oksida dianalisis dengan mikroskop optik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil percobaan pengukuran massa maka diperoleh data perubahan berat Zry-4 sebelum dan sesudah perlakuan panas seperti pada Tabel 1 terlampir.

Data pada Tabel 1 menunjukkan terjadinya penurunan masa Zry-4 akibat pemanasan baik pada suhu 200 °C maupun 400 °C hanya peristiwa reduksi. Pada Gambar 2 tampak bahwa pemanasan Zry-4 pada kisaran suhu tersebut merupakan awal terjadinya peristiwa reduksi dimana hidrogen menginfiltrasi beberapa *impurities* dalam paduan dan menguapkannya sehingga masa Zry-4 menurun dalam kisaran 0,12%W sampai 2,25%W.

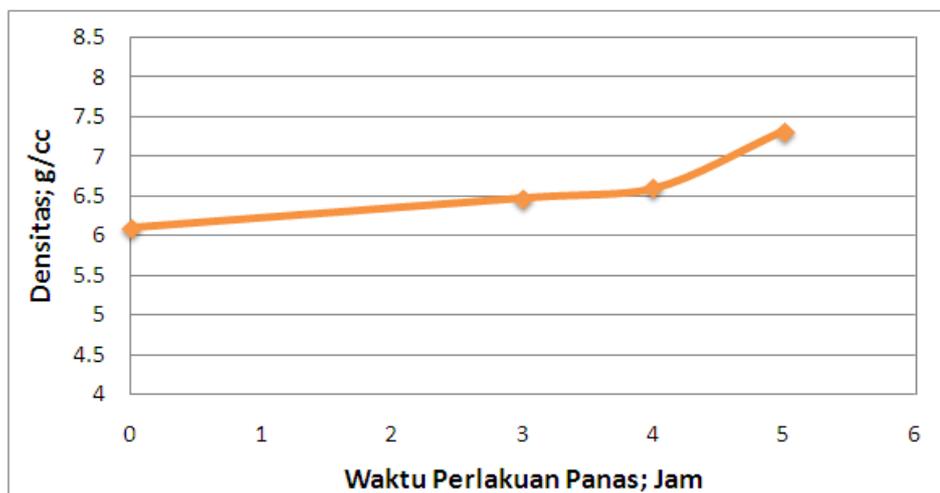


Gambar 2. Hubungan suhu dan waktu perlakuan panas terhadap perubahan masa Zry-4.

Namun pemanasan pada suhu lebih tinggi yaitu 600 °C disertai oksidasi sehingga terjadinya peningkatan masa Zry-4. Efek pemanasan terhadap masa Zry-4 pada suhu tinggi mengakibatkan oksida yang terbentuk semakin tebal sehingga masa Zry-4 bertambah dalam kisaran 0,35%W sampai 2,16%W. Hal tersebut juga dapat diketahui dari Tabel 2 dimana perlakuan panas pada suhu tertinggi yaitu 600 °C menyebabkan densitas Zry-4 meningkat dengan makin lamanya waktu pemanasan dari 6,0983 g/cc hingga hingga mencapai 7,3217 g/cc.

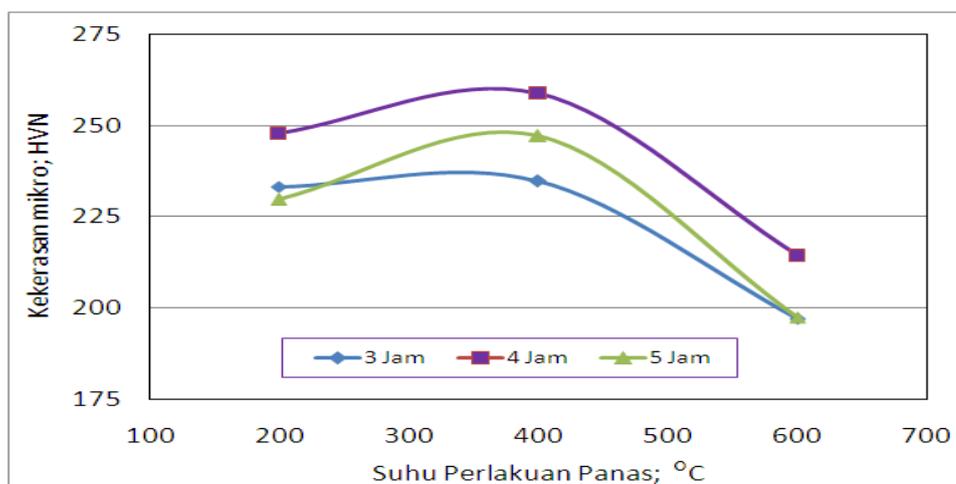
Peningkatan densitas seperti pada Gambar 3 terjadi karena perubahan kisi pada Zry-4 akibat pengaruh panas, makin tinggi suhu pemanasan maka makin besar distribusi partikel submikron. Pada pemanasan suhu 300 °C sampai 400 °C mengalami perubahan distribusi partikel akibat oksidasi dan reduksi dari udara mengakibatkan terjadi interstisi dan membatasi pertumbuhan butir sehingga terjadi penambahan berat dari oksigen. Namun pemanasan pada suhu 600 °C partikel-partikel itu menukleasikan rongga-rongga kecil melalui dekohesi pada antarmuka dengan matriks yang dapat

menghasilkan pembentukan lapisan rongga-rongga kecil diantara rongga-rongga yang lebih besar kemudian bergabung dengan senyawa-senyawa intermetalik kasar dan terjadi penambahan berat lebih banyak.



Gambar 3. Hubungan perlakuan panas pada suhu 600 °C terhadap Densitas Zry-4.

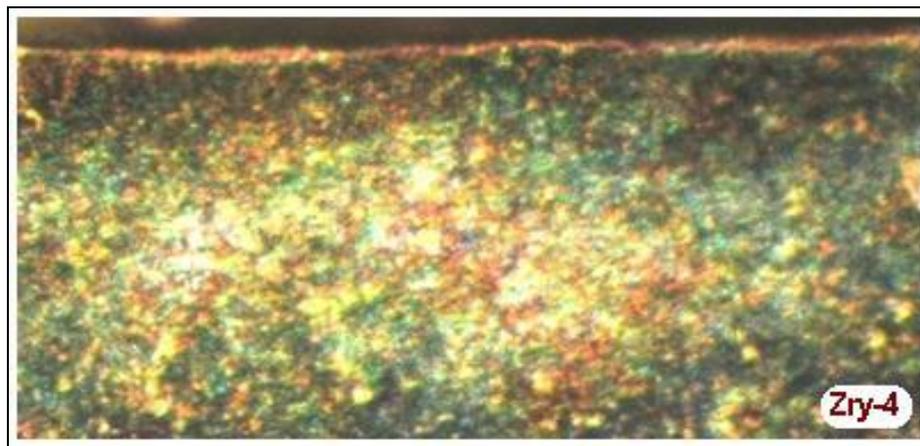
Pada Tabel 3 dapat diketahui kekerasan mikro Zry-4 sebelum dikenai perlakuan panas yaitu 220,66 HVN. Kekerasan Zry-4 standar tanpa perlakuan panas adalah sebagai pembanding guna mengetahui perubahan kekerasan yang terjadi pasca perlakuan panas. Sedangkan Tabel 4 merupakan data kekerasan mikro Zry-4 pasca perlakuan panas. Berdasarkan grafik pada Gambar 4 dapat diketahui terjadinya kenaikan kekerasan Zry-4 mulai pemanasan pada suhu 200 °C sampai 400 °C.



Gambar 4. Hubungan suhu perlakuan panas terhadap kekerasan Zry-4.

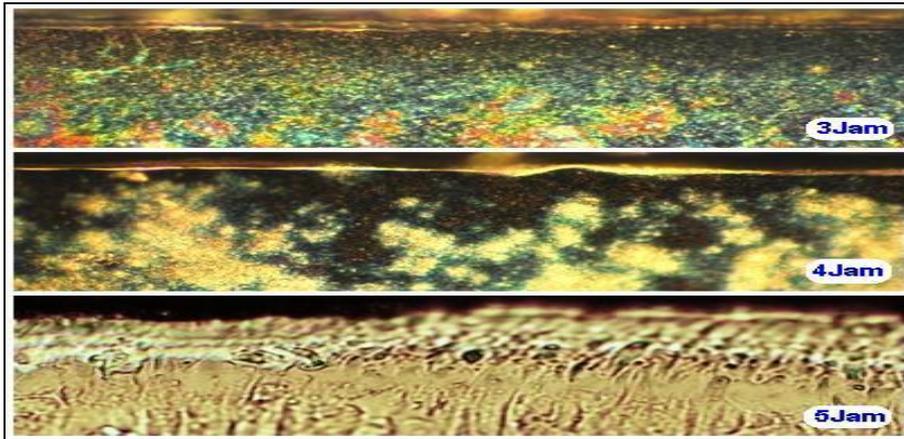
Peningkatan kekerasan Zry-4 pada pemanasan 400 °C karena terjadi interstisi. Namun pada pemanasan yang lebih tinggi yaitu 500 °C, kekerasan Zry-4 cenderung menurun karena pada suhu tersebut terjadi pembesaran butir dimana ketika ukuran butir makin besar maka kekerasan Zry-4 menurun. Penurunan kekerasan pada suhu 500 °C terjadi untuk pemanasan selama 3 Jam, pemanasan 4 Jam maupun pemanasan selama 5 Jam. Hal tersebut merupakan indikasi bahwa semakin besar konsentrasi hidrogen maka akan menurunkan tegangan kritis dimana kegagalan dapat terjadi.

Difusi mempengaruhi laju pelepasan hidrogen yang terperangkap, semakin besar konsentrasi hidrogen maka tegangan kritis akan menurun, hal tersebut menjadi faktor penyebab kegagalan. Material dengan nilai kekerasan yang tingginya melebihi 320 HVN memerlukan prosedur perawatan khusus untuk mengurangi risiko. Kekerasan material yang melebihi 390 HVN adalah ambang batas luar untuk mencegah risiko perapuhan oleh hidrogen^[6].

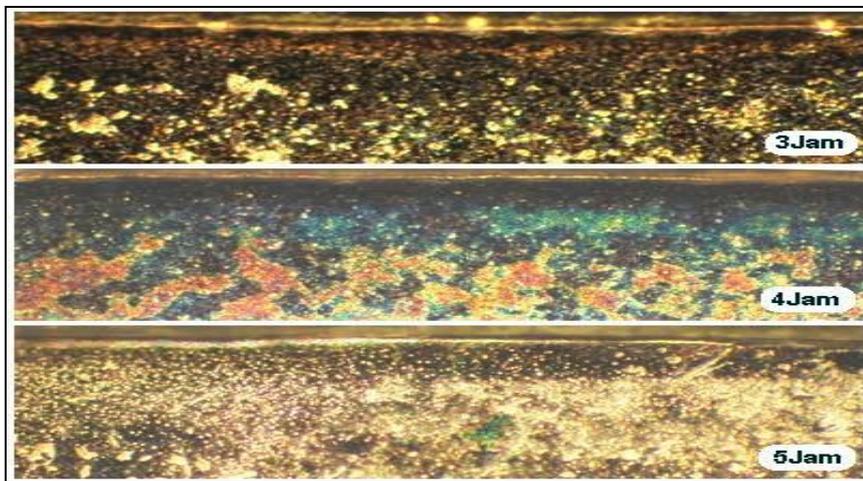


Gambar 5. Struktur mikro Zry-4 original (tanpa perlakuan panas).

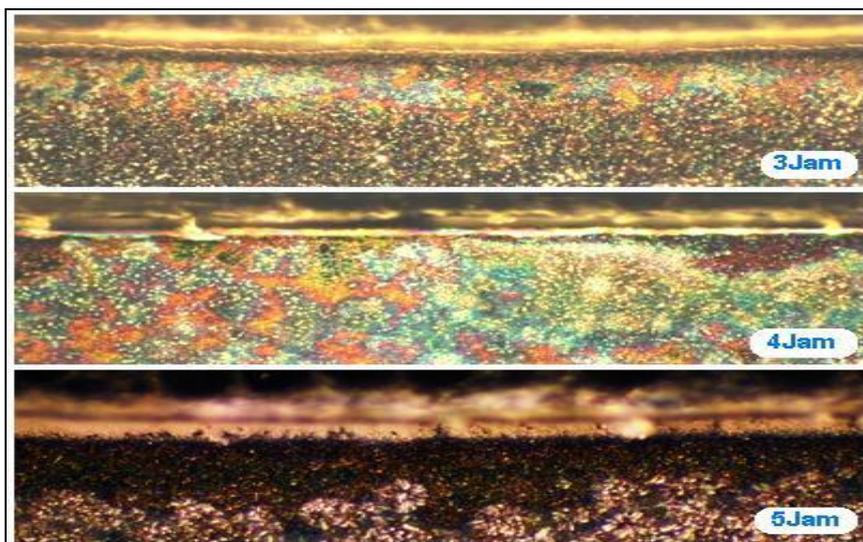
Tabung Zirkaloy-4 sebelum dikenai perlakuan panas telah memiliki lapisan oksida dengan ketebalan 0.0022 mm seperti pada Gambar 5. Lapisan oksida tersebut terbentuk sebagai efek proses pabrikan.



Gambar 6. Struktur mikro Zry-4 fenomena pasca anil 200 °C.

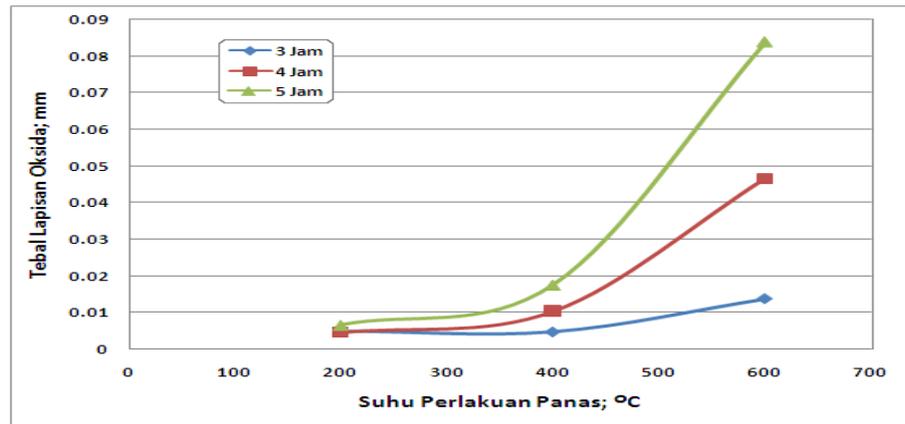


Gambar 7. Struktur mikro Zry-4 fenomena pasca anil 400 °C.



Gambar 8. Struktur mikro Zry-4 fenomena pasca anil 600 °C.

Berdasarkan data pada Tabel 4 dan topografi mikrostruktur pada Gambar 6, Gambar 7 dan Gambar 8 secara jelas diketahui bahwa terjadi peningkatan tebal lapisan oksida sebanding dengan kenaikan suhu pemanasan. Mulai pemanasan pada suhu 200 °C selama 3 Jam sudah terjadi pertambahan tebal lapisan oksida yaitu dari 0.0022 mm menjadi 0.0045 mm, semakin lama pemanasan dilakukan (5 Jam) maka semakin meningkat ketebalan lapisan oksida yaitu 0,0066 mm.



Gambar 9. Hubungan suhu pemanasan Zry-4 terhadap pembentukan lapisan oksida.

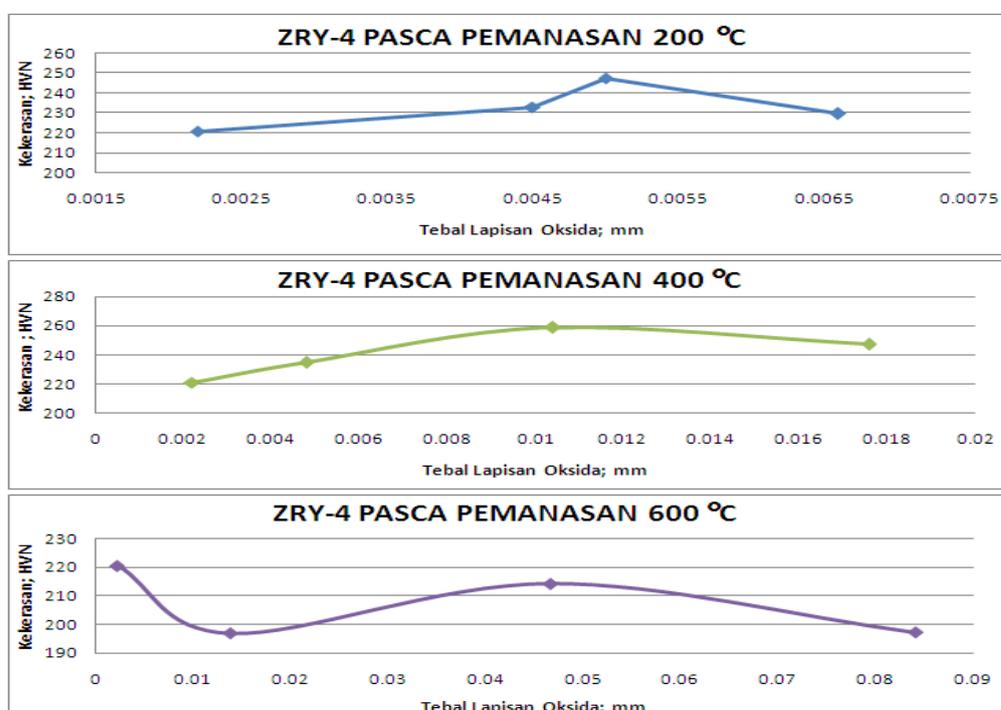
Peningkatan tebal lapisan oksida terjadi lagi pada suhu pemanasan yang lebih tinggi yaitu 300 °C dan 600 °C bahkan makin menebal pula dengan lamanya waktu pemanasan lihat Gambar 9. Pemanasan Zry-4 selama 5 Jam pada suhu 600 °C menghasilkan lapisan oksida dengan ketebalan 0,084 mm. Pertumbuhan *oxide layer* (lapisan oksida) itu terjadi dari dalam ke arah luar, yaitu bagian *meat* (daging) yang berubah menjadi kulit yang disebabkan suatu reaksi oksidasi. Kristal oksida mengandung cacat titik pada temperatur diatas nol mutlak, bila terdapat konsentrasi tinggi maka terjadi perubahan komposisi yang mengarah ke deviasi stoikiometri berupa kelebihan logam akibat kation interstisi : $Zr^{4+} + 4 O^{2-} \rightarrow 4 ZrO_2$ (lapisan oksida). Interstisi lebih mudah terbentuk pada oksida dengan struktur kristal terbuka dan bila salah satu atom jauh lebih kecil dari pada atom lainnya. Konsentrasi interstisi Zirkonium pada antarmuka logam/ oksida dipertahankan oleh reaksi : $4 Zr_{(logam)} \rightarrow Zr^{4+} + 4e$ dan terbentuk kekosongan didalam kisi Zirkonium. Migrasi cacat interstisi bermuatan diiringi oleh migrasi elektron dan untuk selaput oksida yang tebal dapat dianggap bahwa konsentrasi objek yang bermigrasi pada kedua permukaan oksida (yaitu oksida/gas dan oksida/logam) adalah konstan dan dikendalikan oleh keseimbangan termodinamika^[6]. Selaput oksida bertambah tebal secara parabolik mengikuti persamaan : $[X^2 = kt]$. Oleh sebab itu akibat dari pertumbuhan oksida maka

densitas akan menurun sedangkan volumenya naik, ketika lapisan oksida menebal energi kohesi menurun dan ketika oksida makin tebal maka akan lepas dan terbentuk lapisan oksida baru demikian dan seterusnya.

Efek perapuhan akibat pemanasan dalam kondisi atmosferik belum diketahui lebih jauh karena penurunan kekerasan akibat pemanasan pada suhu 500 °C belum mengindikasikan terjadinya perapuhan. Ada kemungkinan pengaruh pemanasan pada suhu tersebut masih merupakan tahapan interstisi dan akan mengalami peningkatan kekerasan sampai suhu pemanasan 800 °C. Oleh sebab itu percobaan pemanasan Zry-4 nantinya perlu dilakukan pula terhadap suhu ekstrim (800-1000 °C) pada penelitian lanjut yang akan datang.

Guna mengetahui lebih lanjut mengenai pengaruh tebal lapisan oksida terhadap kekerasan mikro Zry-4 maka data pada Tabel 5 diproyeksikan dengan data pada Tabel 6 sehingga diperoleh grafik hubungan tebal lapisan oksida terhadap kekerasan Zry-4 seperti pada Gambar 11. Pada Gambar 11 tampak bahwa lapisan oksida yang terbentuk karena pemanasan pada ketebalan tertentu menunjukkan pengaruh yang baik yaitu meningkatkan kekerasan mikro.

Pemanasan pada suhu 200 °C menghasilkan lapisan oksida setebal 0,005 mm dan kekerasan Zry-4 meningkat dari 220,66 HVN menjadi 247,66 HVN.



Gambar 11. Hubungan tebal lapisan oksida terhadap kekerasan Zry-4.

Namun setelah waktu pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0,0066 mm) tetapi menyebabkan kekerasan turun menjadi 229,66 HVN.

Pemanasan pada suhu 400 °C menghasilkan lapisan oksida setebal 0.0104 mm dan kekerasan meningkat menjadi 258,66 HVN, namun setelah waktu pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0.0176 mm) tetapi menyebabkan kekerasan turun menjadi 247 HVN. Sedangkan pemanasan pada suhu 600 °C menghasilkan lapisan oksida setebal 0.0466 mm namun kekerasan mengalami sedikit penurunan yaitu menjadi 214,33 HVN, bahkan setelah waktu pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0.0840 mm) tetapi menyebabkan kekerasan terus turun menjadi 197,33 HVN. Fenomena pertumbuhan lapisan oksida sampai ketebalan tertentu disertai peningkatan kekerasan adalah sebagai efek oksidasi. Sedangkan lapisan oksida yang makin tebal karena suhu tinggi dan waktu yang lama disertai penurunan kekerasan adalah sebagai efek hidrogen (*hydrogen embrittlement*) yang menyebabkan perapuhan.

KESIMPULAN

Perlakuan panas pada suhu tertinggi yaitu 600 °C menyebabkan densitas Zry-4 meningkat dari 6,0983 g/cc hingga mencapai 7,3217 g/cc dengan makin lamanya waktu pemanasan, hal ini terjadi karena perubahan kisi pada Zry-4 akibat pengaruh panas, makin tinggi suhu pemanasan maka makin besar distribusi partikel submikron. Penurunan kekerasan terjadi baik pada pemanasan selama 3 hingga 5 Jam merupakan indikasi bahwa semakin besar konsentrasi hidrogen maka akan menurunkan tegangan kritis dimana kegagalan dapat terjadi. Kekerasan Zry-4 cenderung menurun pada suhu tinggi karena terjadi pembesaran butir dimana ketika ukuran butir makin besar maka kekerasan Zry-4 menurun. Pemanasan Zry-4 selama 5 Jam pada suhu 600 °C menghasilkan lapisan oksida dengan ketebalan 0,084 mm. pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0.0176 mm) tetapi menyebabkan kekerasan turun menjadi 247 HVN. Sedangkan pemanasan pada suhu 600 °C menghasilkan lapisan oksida setebal 0.0466 mm namun kekerasan mengalami sedikit penurunan yaitu menjadi 214,33 HVN, bahkan setelah waktu pemanasan diperlama hingga 5 Jam lapisan oksida makin tebal (0.0840 mm) tetapi menyebabkan kekerasan terus turun menjadi 197,33 HVN. Fenomena pertumbuhan lapisan oksida sampai ketebalan tertentu disertai peningkatan kekerasan adalah sebagai efek oksidasi. Sedangkan lapisan oksida yang makin tebal karena suhu tinggi dan waktu

yang lama disertai penurunan kekerasan adalah sebagai efek *hydrogen embrittlement* yang menyebabkan perapuhan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. BASUKI AGUNG PUJANTO, Pembuatan Paduan Zr-Nb-Si: Pemodelan Termodinamik Sistem Zr-Nb-Si, ISSN 0854 – 5561, Hasil Hasil Penelitian EBN Tahun 2005
- [2]. JOE GREENSLADE, Hydrogen Embrittlement Testing Can Prevent Big Losses, Fastener Inspection Products, Greenslade and Company and Tarrant Machinery, Inc.
- [3]. Dr.-Ing. AFROOZ BARNOUSH, Hydrogen Interaction With Defects In Metal, Hydrogen Embrittlement, Saarland University, Department of Materials Science, Saarbruecken, Germany, 2011
- [4]. ANONIM-A, Hydrogen Embrittlement, Article Fastenal Engineering & Design Support,; engineer@fastenal.com.
- [5]. ANONIM-B, Hydrogen Embrittlement - An Overview from a Mechanical Fastenings Aspect, The Fastener Engineering & Research Association, FERA 17 Northwick Crescent Solihull West Midlands B91 3TU.
- [6]. RE. SMALLMAN, Metalurgi Fisik Modern, Alih Bahasa Ir.Sriati Djaprie MMet dkk, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta, 1991

LAMPIRAN

Tabel 1a. Perubahan Massa Zry-4 Pra dan Pasca Perlakuan Panas 3 Jam

Suhu; °C	Waktu 3 Jam			%W
	Pra	Pasca	ΔW	
200	79,8	78,0	- 1,8	- 2,25
400	71,0	70,2	- 0,8	- 1,12
600	56,7	56,9	+ 0,2	+ 0,35

Keterangan: ΔW = perbedaan massa (berat) dalam mgram

Tabel 1b. Perubahan Massa Zry-4 Pra dan Pasca Perlakuan Panas 4 Jam

Suhu; °C	Waktu 4 Jam			%W
	Pra	Pasca	ΔW	
200	65,4	64,1	- 1,3	- 1,98
400	62,0	61,5	- 0,5	- 0,80
600	60,2	61,5	+1,3	+ 2,16

Tabel 1c. Perubahan Massa Zry-4 Pra dan Pasca Perlakuan Panas 5 Jam

Suhu; °C	Waktu 5 Jam			% W
	Pra	Pasca	ΔW	
200	72,3	71,3	- 1,0	- 1,38
400	81,3	81,2	- 0,1	- 0,12
600	70,4	71,0	+ 0,6	+ 0,85

Tabel 2. Densitas Zry-4 Pasca Perlakuan Panas Pada 600 °C

Waktu; Jam	0 Jam	3 Jam	4 Jam	5 Jam
Densitas; g/cc	6,0983	6,4760	6,6017	7,3217

Tabel 3. Kekerasan Zirkaloy 4 tanpa Perlakuan Panas (Zry-4 standar)

d_1	d_2	d_{rerata}	Kekerasan; HVN	HVN rerata
50,5	48,1	49,3	229	220,66
51	52	51,5	210	
50	50	50	223	

Keterangan: d_1 = diagonal indentasi 1; d_2 = diagonal indentasi 2 (dalam μm).

Tabel 4. Kekerasan mikro Zry-4 Pasca Perlakuan Panas

Suhu; °C	Waktu 3 Jam					Waktu 4 Jam					Waktu 5 Jam				
	d ₁	d ₂	d _{rerata}	HVN	HVN rerata	d ₁	d ₂	d _{rerata}	HVN	HVN rerata	d ₁	d ₂	d _{rerata}	HVN	HVN rerata
200	51,5	47,9	49,7	225	233,16	46,4	45,6	46,0	263	247,66	49,4	48,8	49,2	230	229,66
	50,5	46,7	48,6	236		47,2	48,0	47,6	246		49,0	48,6	48,8	234	
	48,6	48,0	48,3	238,5		52,0	45,6	48,8	234		49,4	50,0	49,7	225	
400	26,5	28,1	27,3	249	234,66	26,7	25,3	26,0	274	258,66	26,5	28,5	27,0	254	247
	31,2	27,8	29,5	213		25,5	26,7	26,1	272		27,4	28,8	27,5	245	
	28,4	27,0	27,7	242		28,4	28,4	28,4	230		26,8	28,6	27,7	242	
600	32,0	30,4	31,2	190	197	30,3	27,3	28,8	224	214,33	31,0	29,0	30,0	2006	197,33
	32,2	27,8	30,0	206		30,5	26,1	28,3	232		32,0	30,6	31,3	189	
	31,5	30,1	30,8	195		33,0	30,0	31,5	187		31,4	30,0	30,7	197	

Tabel 5. Tebal lapisan Oksida Zry-4 Pra dan Pasca Perlakuan Panas

Kode sampel	Pengulangan Pengukuran Ketebalan Lapisan Oksida; (mm)					Tebal Oksida Rata-rata; (mm)
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	
Zry4 Original	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.0022
Zry203	0.005	0.005	0.004	0.005	0.005	0.0045
Zry204	0.006	0.005	0.005	0.004	0.004	0.0050
Zry205	0.006	0.007	0.006	0.007	0.007	0.0066
Zry403	0.005	0.005	0.005	0.004	0.005	0.0048
Zry404	0.009	0.012	0.009	0.011	0.011	0.0104
Zry405	0.018	0.014	0.018	0.02	0.018	0.0176
Zry603	0.012	0.017	0.015	0.013	0.012	0.0138
Zry604	0.047	0.048	0.046	0.044	0.048	0.0466
Zry605	0.09	0.079	0.086	0.084	0.081	0.0840

Keterangan:

- Zry203 : Zirkaloy dengan pemanasan 200 °C selama 3 Jam.
- Zry404 : Zirkaloy dengan pemanasan 400 °C selama 4 Jam.
- Zry605 : Zirkaloy dengan pemanasan 600 °C selama 5 Jam.