

## KARAKTER PADUAN Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr PASCA PERLAKUAN PANAS DAN Pengerolan DINGIN

Sungkono, Siti Aidah

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, 15314

e-mail: sungkhana@gmail.com

(Naskah diterima : 19-08-2014, Naskah disetujui: 18-09-2014)

### ABSTRAK

**KARAKTER PADUAN Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr PASCA PERLAKUAN PANAS DAN Pengerolan DINGIN.** Penelitian dan pengembangan paduan Zr-Mo-Fe-Cr ditujukan untuk mendapatkan bahan struktur elemen bakar reaktor PWR *burn up* tinggi. Pada penelitian ini telah dibuat paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dari bahan baku *sponge* zirkonium, serbuk molibdenum, besi dan khrom. Paduan mendapat perlakuan panas dengan variasi temperatur 650 dan 750°C serta waktu penahanan 1, 1,5 dan 2 jam. Tujuan penelitian adalah mendapatkan pengaruh reduksi ketebalan terhadap karakter paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Hasil penelitian menunjukkan bahwa mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin memperlihatkan apabila semakin tinggi reduksi ketebalan yang diterapkan pada paduan menyebabkan terjadinya perubahan struktur butir dari ekuiaksial terdeformasi menjadi batang pipih dan selanjutnya batang pipih terdeformasi. Namun, semakin tinggi temperatur dan waktu penahanan maka struktur butirnya bertambah besar sehingga dengan pengerolan dingin bentuk struktur butirnya menjadi batang pipih dengan ukuran relatif besar yang berdampak kekerasannya lebih rendah. Paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650-750°C; 1,5-2 jam) mampu menerima deformasi dengan reduksi ketebalan 5 - 15% tanpa mengalami keretakan.

**Kata kunci:** paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr, perlakuan panas, pengerolan dingin, mikrostruktur, kekerasan.

### ABSTRACT

**CHARACTERS OF ALLOY Zr-0.4%Mo-0.5%Fe-0.5%Cr POST HEAT TREATMENT AND COLD ROLLING.** Research and development of Zr-Mo-Fe-Cr alloys aimed to obtain PWR fuel element structure material with high burn up. In this study of the Zr-0.4%Mo-0.5%Fe-0.5%Cr alloys was prepared from zirconium sponge, molybdenum, iron and chromium powder. The alloy were heat treated at varying temperatures of 650 and 750 °C and retention time of 1, 1.5 and 2 hours. The objectives of this research was to obtain effect of thickness reduction on the character of Zr-0.4%Mo-0.5%Fe-0.5%Cr alloy. The results of this experiment showed that the microstructures of Zr-0.4%Mo-0.5%Fe-0.5%Cr alloy after heat treatment and cold rolling exhibits that the higher of the thickness reduction has applied on the alloy caused the microstructure to evolve from deformed equiaxial grains into flat bar grains and then into deformed flat bar grains. However, the higher of the temperature and the retention time then the larger grain structures so that the cold rolling causes the shape of the grains structure into a flat bar with a relatively larger size which affects the lower hardness. The Zr-0.4%Mo-0.5%Fe-0.5%Cr alloy after heat treatment (650-750°C; 1.5-2 hours) can undergo cold deformation without cracking at a thickness reduction between 5 to 15%.

**Keywords:** Zr-0.4%Mo-0.5%Fe-0.5%Cr alloy, heat treatment, cold rolling, microstructure, hardness.

## PENDAHULUAN

Pada umumnya dalam penelitian dan pengembangan (litbang) bahan, baik itu bahan struktur reaktor nuklir, bahan bakar nuklir atau bahan-bahan industri yang lain, kegiatan dimulai dengan sintesis bahan. Sebelum dilakukan karakterisasi sifat-sifat bahan, yang meliputi sifat mekanik, listrik, magnet, fisika, kimia, dan lain-lain, hasil sintesis harus diidentifikasi (dikonfirmasi) dahulu apakah bahan (cuplikan) yang dibuat sudah membentuk senyawa atau fasa bahan yang diinginkan. Oleh karena itu, identifikasi fasa bahan pada bahan hasil litbang merupakan suatu tahapan litbang yang pertama dan utama yang tidak bisa dilewatkan. Metode yang sangat tepat, cepat, mudah dan murah untuk maksud dan tujuan tersebut adalah dengan memanfaatkan teknik difraksi, baik itu difraksi sinar-x maupun difraksi neutron.

Pada sintesis baja carbon, jika cuplikan itu dianalisis dengan metoda analisis kimia, maka hanya akan diperoleh informasi tentang unsur-unsur dan jumlah kandungan Fe, C, Mn, dan seterusnya di dalam cuplikan tersebut. Analisis kimia tidak dapat memberikan informasi tentang fasa-fasa baja carbon di dalam cuplikan, apakah baja carbon itu seluruhnya martensit atau terdiri dari fasa martensit dan austenit atau tersusun dari fasa ferrite dan cementit. Dengan metoda difraksi, keberadaan fasa-fasa tersebut dapat diketahui.

Metoda difraksi dipakai secara luas untuk menganalisis bahan-bahan seperti biji besi, tanah lempung, logam, logam paduan, *refractories*, *corrosion product*, *wear product*, debu industri dan seterusnya. Dibandingkan dengan analisis kimia, metode difraksi memiliki beberapa keuntungan, yakni, lebih cepat membutuhkan cuplikan yang sangat kecil (sedikit), dan tidak merusak.

Selain digunakan untuk analisis kualitatif, teknik difraksi juga dimanfaatkan

untuk analisis kuantitatif fasa bahan di dalam bahan kristalin; disamping itu pula teknik difraksi dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristalit, regangan dan tegangan sisa pada bahan industri, bahan struktur reaktor nuklir dan bahan bakar nuklir.

Selama ini litbang bahan struktur reaktor nuklir dan bahan bakar nuklir di Indonesia pada umumnya memanfaatkan data difraksi sinar-X sebagai data pendukung. Husna Al Hasa dan kawan-kawan<sup>[1]</sup>, melakukan sintesis paduan AlFeNi sebagai bahan struktur *cladding* elemen bakar nuklir. Karakterisasi fasa-fasa yang terbentuk dilakukan dengan teknik difraksi sinar-x, terungkap adanya fasa FeAl (fasa  $\theta$ ). Kadarjono dan Supardjo<sup>[2]</sup> membuat logam U dari campuran  $UF_4$  dan Ca. Hasil analisis dengan teknik difraksi sinar-X menunjukkan bahwa uranium didominasi oleh 96,42 % berat  $\alpha$ -U yang tercampur dengan 3,58 % berat  $UO_2$ . Juga pada penelitian terdahulu<sup>[3]</sup> dilakukan proses konversi uranium dari *yellow cake* yang berasal dari limbah pupuk fosfat. Analisis kualitatif dan kuantitatif dilakukan dengan metode Rietveld menggunakan perangkat lunak GSAS (*General Structure Analysis System*) berdasarkan data difraksi sinar-x. Hasil analisis menunjukkan bahwa cuplikan terdiri dari 95% berat  $UO_2$  dan 5 % berat  $U_3O_8$  dan  $UO_3$ .

Dalam litbang bahan, selain data difraksi sinar-X, dapat juga digunakan data difraksi neutron sebagai data dukung. Hal ini akan menguntungkan, mengingat interaksi neutron dengan bahan berbeda dengan berkas sinar-X atau elektron.

Sinar-X berinteraksi dengan distribusi elektron di dalam bahan kristalin, oleh karena itu sinar-X selain tidak mudah menentukan lokasi unsur-unsur yang memiliki jumlah elektron sedikit (yakni, unsur-unsur ringan), juga tidak dapat membedakan unsur-unsur yang memiliki jumlah elektron yang hampir sama (yakni, unsur-unsur yang berdekatan di dalam tabel

periodik). Karena ukuran atom sepadan dengan panjang gelombang sinar-x, maka interaksi sinar-x dengan bahan bergantung pada faktor bentuk. Amplitudo hamburan sinar-x meningkat secara monoton terhadap nomor atom. Intensitas hamburan sinar-x menyusut cepat dengan bertambahnya sudut hamburan, sedangkan intensitas hamburan neutron tetap tinggi pada sudut hamburan yang besar. Penyusutan intensitas difraksi sinar-x, selain diakibatkan oleh vibrasi termal, juga faktor bentuk, sedangkan penyusutan intensitas hamburan neutron hanya akibat vibrasi termal.

Neutron berinteraksi dengan inti atom. Karena ukuran inti-inti atom jauh lebih kecil dibandingkan panjang gelombang neutron, penampang lintang hamburan koheren neutron oleh sebuah inti tidak bergantung sudut. Hamburan neutron ditentukan oleh panjang hamburan yang besarnya berubah-ubah secara tidak beraturan terhadap nomor atom, bahkan panjang hamburan dari unsur yang sama akan berbeda jika isotopnya berbeda. Sehingga dengan substitusi isotop, daya hamburan neutron dapat dimanipulasi. Panjang hamburan neutron adalah sedemikian sehingga unsur ringan dapat ditentukan, demikian pula unsur-unsur yang berdekatan di dalam tabel periodik dapat dibedakan.

Panjang gelombang neutron termal ( $\lambda \approx 0,1$  nm) sebanding dengan jarak antar atom dalam zat padat, sehingga efek interferensi dari radiasi yang dihamburkan sangat kuat. Dengan demikian keteraturan atom-atom dalam padatan kristalin dapat ditentukan secara lebih akurat. Berkas neutron dapat mengungkap informasi *structural* dari setiap fasa yang mana informasi ini sangat berharga untuk meneliti bahan-bahan yang mengandung banyak fasa.

Neutron memiliki momen magnetik,  $\mu_n = -1,913$  nuclear magneton, dan spin  $S = 1/2$ . Neutron berinteraksi dengan elektron melalui momen magnetiknya. Oleh

karenanya, neutron dapat menjadi *probe* yang ideal bagi penelitian bahan-bahan magnetik, antara lain menentukan struktur kristal magnetik dan dinamika sistem atom magnetik. Neutron termal memiliki energi,  $E \approx 70$  meV, setara dengan energi eksitasi (vibrasi, rotasi dan gerak difusi) di dalam bahan, sehingga dapat dimanfaatkan untuk mempelajari vibrasi-vibrasi skala atom. Dengan demikian, *probe* neutron dapat memberikan informasi yang komplementer dengan teknik hamburan sinar-X dan elektron<sup>[4,5]</sup>.

Tujuan penelitian ini adalah melakukan analisis keberadaan fasa-fasa minor dalam suatu cuplikan dengan teknik difraksi neutron. Dalam penelitian ini dipilih cuplikan partikel nano Fe (PNF) sebagai objek studi kasus. Hal ini karena pada cuplikan PNF terdapat atom-atom ringan, O (nomor atom,  $Z=16$ ) ditengah-tengah atom berat, Fe (nomor atom,  $Z=56$ ).

## TATA KERJA

### Bahan dan peralatan

Bahan yang digunakan adalah *sponge* Zr, serbuk Mo, serbuk Fe, serbuk Cr untuk membuat ingot paduan; resin acryfic dan pengeras, kertas ampelas, kain poles, pasta intan, larutan etsa untuk preparasi metalografi.

Peralatan yang digunakan adalah nesin press untuk membuat kompakan campuran Zr, Mo, Fe dan Cr; tungku peleburan untuk membuat ingot paduan; tungku pemanasan untuk perlakuan panas sampe uji; mesin potong, mesin gerinda dan poles untuk preparasi metalografi; mesin rol untuk pengerolan sampel uji; mikroskop optik untuk pengamatan mikrostruktur; micro hardness Vickers tester untuk penentuan kekerasan, dan *X-ray Fluorescence* (XRF) untuk penentuan komposisi kimia guna mengetahui tingkat homogenitas paduan Zr-Mo-Fe-Cr.

## CARA KERJA

### Pembuatan sampel

Ingot paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dibuat dari campuran sponge Zr sebagai matrik, serbuk Mo sebanyak 0,4% berat, serta serbuk Fe dan Cr masing-masing 0,5% berat. Campuran tersebut dikompaksi menggunakan mesin pres. Produk kompaksi kemudian dilebur dalam tungku peleburan vakum untuk menghasilkan ingot leburan (as melt).

Ingot paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr mendapat perlakuan panas pada temperatur 650 dan 750 °C dengan waktu penahanan masing-masing 1; 1,5; dan 2 jam, kemudian sampel didinginkan dalam tungku pemanasan.

Sampel Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas masing-masing dirol pada temperatur kamar. Proses pengerolan sampel uji dilakukan secara bertahap dengan reduksi ketebalan divariasi 5, 10 dan 15%.

### Pengamatan metalografi

Preparasi metalografi terhadap sampel ingot leburan, pasca perlakuan panas, serta pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin dilaksanakan melalui proses pemotongan untuk mendapatkan sampel metalografi, pembersihan, penggerindaan, pemolesan, dan pengetsaan<sup>[9]</sup>. Pembersihan berfungsi untuk memegang sampel agar mudah dipreparasi metalografi dan menggunakan bahan resin acryfic dan pengeras dengan komposisi campuran tertentu. Penggerindaan sampel menggunakan mesin gerinda dengan kertas ampelas *grit* kekasaran 240 sampai dengan 2.000 guna memperoleh sampel datar, rata, dan bebas goresan. Selanjutnya sampel dipoles menggunakan mesin poles dengan pasta intan *grit* 0,1 µm. Proses pemolesan dilakukan hingga diperoleh sampel yang datar, rata, licin, bebas goresan, dan mengkilap seperti cermin. Sampel pasca

poles kemudian dietsa dengan metoda usap menggunakan bahan etsa berupa larutan campuran HNO<sub>3</sub>, HF, HCl, dan aquades. Selanjutnya dilakukan pengamatan mikrostruktur sampel paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr menggunakan mikroskop optik yang dilengkapi perangkat lunak untuk mengukur struktur butirnya.

### Uji kekerasan

Uji kekerasan mikro terhadap sampel ingot leburan, pasca perlakuan panas, serta pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin dari paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dilakukan dengan menggunakan microhardness Vickers tester<sup>[9]</sup>. Pengujian kekerasan menggunakan beban 200 lb dan dilakukan pada 10 titik berbeda pada sampel uji.

### Uji komposisi kimia

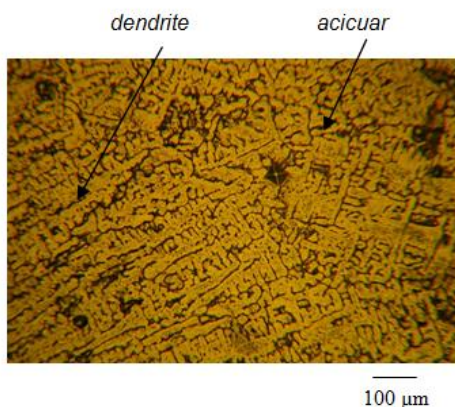
Uji komposisi kimia dilakukan pada sampel standar berupa pelat Zr, pelat Mo, pelat Fe, dan pelat Cr sehingga dihasilkan puncak karakteristik K $\alpha$  masing-masing untuk Zr, Mo, Fe, dan Cr[14]. Selanjutnya uji komposisi kimia terhadap sampel ingot leburan, pasca perlakuan panas, serta pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin dari paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Uji komposisi kimia terhadap paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr menggunakan peralatan X-Ray *Fluorescence* (XRF). Berdasarkan data spektrum sampel standar Zr, Mo, Fe, dan Cr serta sampel paduan Zr-Mo-Fe-Cr maka dapat dihitung persentase berat unsur Zr, Mo, Fe, dan Cr yang ada di dalam paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Mikrostruktur

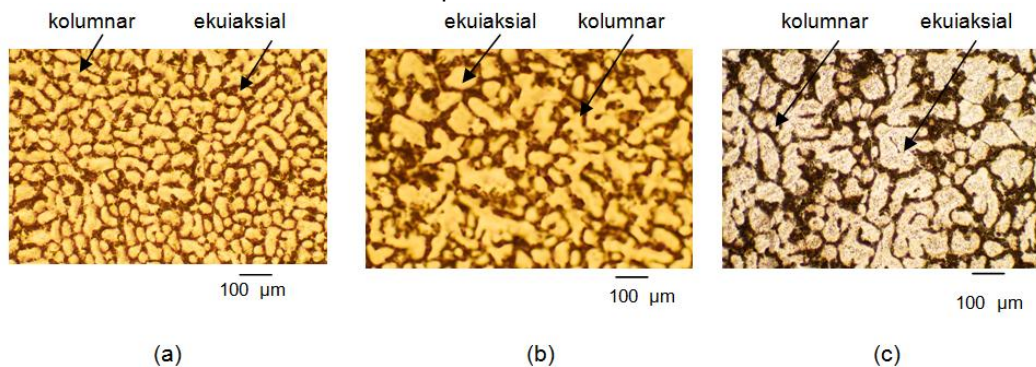
Pada Gambar 1 terlihat bahwa mikrostruktur ingot leburan paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr mempunyai

struktur campuran dendrite dan acicular dengan ukuran tidak seragam. Ukuran butir dendrite dan acicular pada ingot leburan paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr relatif kecil. Oleh karena mikrostruktur ingot Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr mempunyai 2 (dua) bentuk butir berbeda ditambah dengan adanya segregasi dalam struktur, maka tegangan sisa dalam paduan tinggi sehingga berdampak pada perilaku ingot paduan yang keras dan getas.



Gambar 1. Mikrostruktur ingot leburan paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr

Sementara itu mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650C, 1 jam) mempunyai struktur berupa kolumnar dan ekuiaksial (Gambar 2a). Kondisi tersebut menunjukkan telah terjadi perubahan bentuk dan ukuran butiran dari dendrite dan acicular ke bentuk kolumnar dan ekuiaksial. Oleh karena mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr masih mempuny-



Gambar 2. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada temperatur 650 °C.

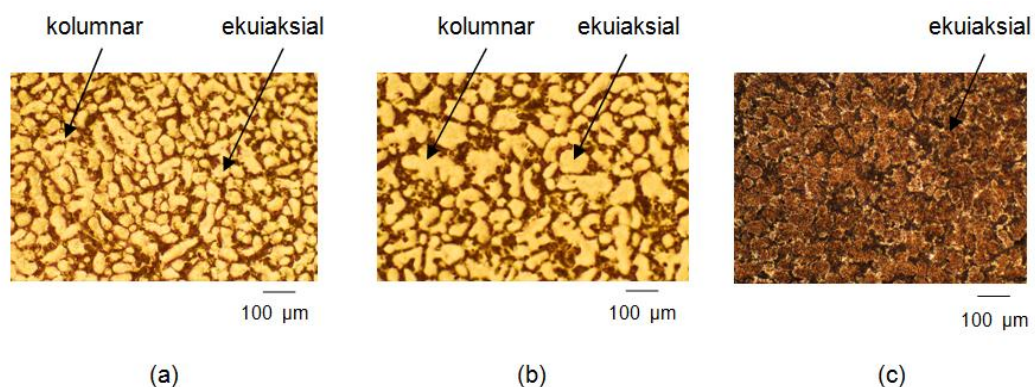
(a).penahanan 1 jam , (b). penahanan 1,5 jam, dan (c). penahanan 2 jam

nyai 2 (dua) bentuk butir berbeda, maka proses perlakuan panas terhadap paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr belum sempurna. Sasaran yang ingin dicapai pada proses perlakuan panas terhadap paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr adalah mendapatkan mikrostruktur berupa butir ekuiaksial relatif besar dan tidak seragam. Hal ini dimaksudkan agar paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr bersifat lunak, sehingga gaya pembentukannya rendah dan deformasi yang diterapkan terhadap paduan tanpa retak relatif besar. Karakteristik paduan tersebut dibutuhkan untuk memudahkan proses pengerjaan berikutnya, seperti pengerolan. Untuk mengatasi permasalahan tersebut maka ingot paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr *as melt* dipanaskan pada 650°C dengan waktu penahanan 1,5 jam (Gambar 2b) dan waktu penahanan 2 jam (Gambar 2c). Sementara itu mikrograf pada Gambar 2c berupa butir ekuiaksial dan kolumnar dengan ukuran lebih besar dan relatif seragam dibandingkan mikrostruktur pada Gambar 2b dan 2a. Kondisi tersebut menunjukkan bahwa dengan bertambah lama waktu penahanan pada 650°C, atom-atom mampu menata diri dan bergabung menjadi butir kolumnar lebih besar dan ekuiaksial tidak seragam (Gambar 2b) serta butir ekuiaksial dan kolumnar relatif besar yang tidak seragam (Gambar 2c).

Hal ini disebabkan pada temperatur 650°C gaya dorongnya rendah sehingga kebolehdjian pengintian dan pertumbuhan butir relatif setimbang. Oleh karena itu, semakin lama waktu penahanan pada 650°C akan terjadi pertumbuhan butir kolumnar dan ekuiaksial. Kondisi tersebut memungkinkan atom-atom mampu menata diri dan butir ekuiaksial kecil bergabung satu sama lain dan membentuk butir baru ekuiaksial dengan ukuran lebih besar dan tidak seragam. Proses pertumbuhan butir ekuiaksial belum sempurna sehingga paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr perlu dipanaskan pada temperatur lebih tinggi, 750°C, dengan waktu penahanan tetap yaitu 1; 1,5; dan 2 jam.

Gambar 3 menunjukkan mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas 750°C, yang terlihat adanya perubahan struktur *dendrit* dan *acicular* (Gambar 1) menjadi struktur butir campuran kolumnar dan ekuiaksial kecil

(Gambar 3a). Sementara itu, terjadi pertumbuhan butir kolumnar dan ekuiaksial (Gambar 3b) yang selanjutnya mengarah ke bentuk butir ekuiaksial relatif besar (Gambar 3c). Gaya dorong pada temperatur 750 °C lebih tinggi dibandingkan pada 650 °C, sehingga kebolehdjian terjadinya proses pengintian lebih rendah dibandingkan proses pertumbuhan butir. Kondisi ini mengakibatkan terjadinya pengintian butir-butir ekuiaksial kecil yang relatif lambat tersebut bergabung menjadi butir kolumnar. Sementara itu butir-butir ekuiaksial kecil lainnya bergabung satu sama lain membentuk butir baru yang relatif besar. Dengan demikian mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas 750°C mempunyai butir ekuiaksial dan kolumnar (Gambar 3a).



Gambar 3. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada temperatur 750 °C.

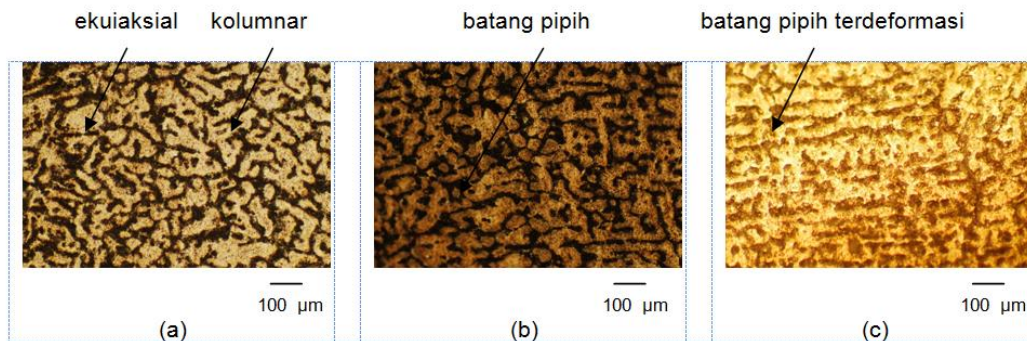
(a).penahanan 1 jam , (b). penahanan 1,5 jam, dan (c). penahanan 2 jam

Sementara itu, dengan bertambahnya waktu penahanan pada 750°C akan terjadi penggabungan butir kolumnar menjadi butir kolumnar lebih besar serta penggabungan butir ekuiaksial membentuk butir baru ekuiaksial yang lebih besar (Gambar 3b). Selanjutnya dengan semakin bertambahnya waktu penahanan pada

750°C akan terjadi pertumbuhan dan penggabungan butir kolumnar dan ekuiaksial yang mengarah ke bentuk butir kolumnar dan ekuiaksial baru dengan ukuran relatif besar (Gambar 3c). Oleh karena itu paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas menjadi lebih lunak sehingga

memungkinkan terjadinya proses deformasi cukup besar tanpa retak. Dilain pihak, untuk meningkatkan kekuatan mekanik dan penyelesaian permukaan lebih baik, maka

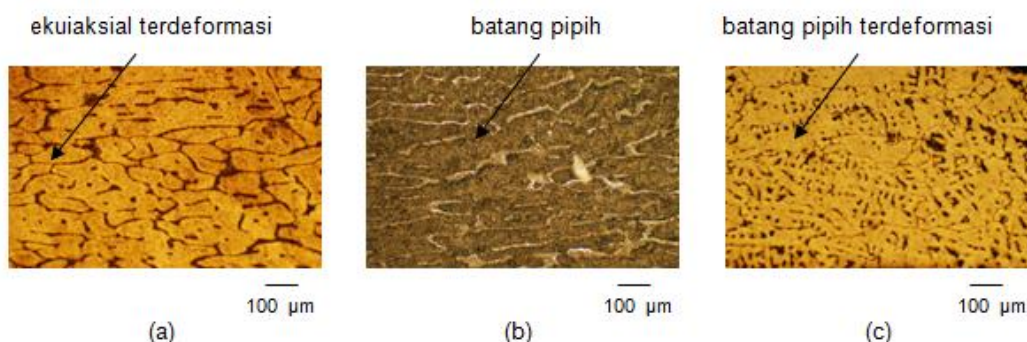
dilakukan pengerolan dingin terhadap paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas.



Gambar 4. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650 °C, 1 jam) dan pengerolan dingin. (a)  $r = 5\%$  ; (b)  $r = 10\%$  ; (c)  $r = 15\%$

Gambar 4 memperlihatkan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) dan pengerolan dingin dengan deformasi 5%, 10%, dan 15%. Mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) mempunyai struktur butir berupa campuran ekuiaksial dan kolumnar kecil. Oleh karena mempunyai dua struktur berbeda dalam mikrostrukturnya maka paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650 °C, 1 jam) mempunyai tegangan sisa tinggi sehingga kekerasannya tinggi dan bersifat getas. Paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) yang dirol dingin

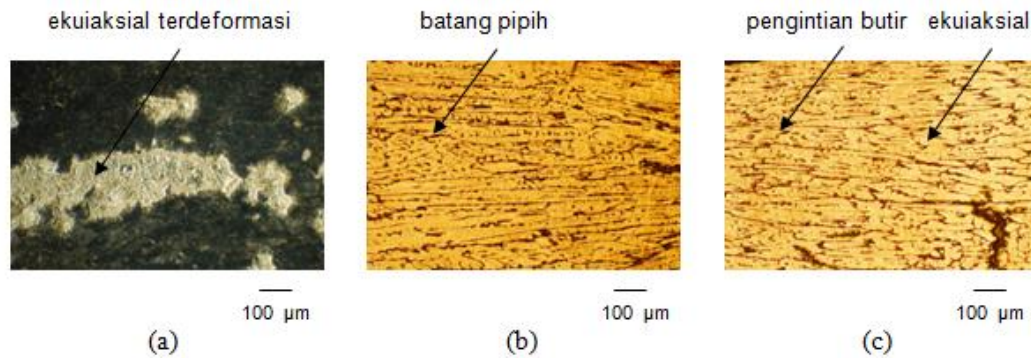
dengan reduksi ketebalan 5%, gaya ikat antar atom-atomnya tidak mampu menahan beban tekanan dari dua buah rol kerja sehingga permukaan sampel retak. Sampel paduan yang retak tersebut bila dilihat mikrostrukturnya berupa campuran butir ekuiaksial dan kolumnar terdeformasi (Gambar 4a), batang pipih pasca reduksi ketebalan 10% (Gambar 4b), dan batang pipih terdeformasi pasca reduksi ketebalan 15% (Gambar 4c). Dengan demikian diketahui bahwa paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) tidak memenuhi syarat untuk menerima perlakuan mekanik berupa pengerolan dingin dengan reduksi tebal 5 – 15%.



Gambar 5. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650 °C; 1,5 jam) dan pengerolan dingin. (a)  $r = 5\%$  ; (b)  $r = 10\%$  ; (c)  $r = 15\%$

Gambar 5 memperlihatkan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C; 1,5 jam) dan pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5%, 10%, dan 15%. Pada reduksi ketebalan

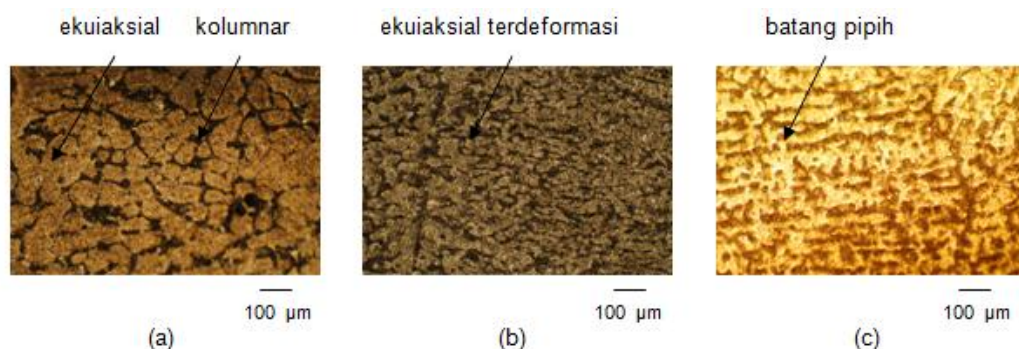
5% terlihat bahwa mikrostrukturnya berupa butir ekuiaksial terdeformasi (Gambar 5 a), batang pipih pasca reduksi ketebalan 10% (Gambar 5 b), dan batang pipih terdeformasi pasca reduksi ketebalan 15% (Gambar 5 c).



Gambar 6. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650 °C, 2 jam) dan pengerolan dingin. (a)  $r = 5\%$  ; (b)  $r = 10\%$  ; (c)  $r = 15\%$

Gambar 6 memperlihatkan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C; 2 jam) dan pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5%, 10%, dan 15%. Pada reduksi ketebalan 5%, mikrostrukturnya berupa butir ekuiaksial terdeformasi (Gambar 6a), batang pipih pasca reduksi ketebalan 10% (Gambar 6b), dan terjadi pengintian butir-butir baru pada batang pipih terdeformasi yang mengarah ke bentuk ekuiaksial kecil pasca reduksi ketebalan 15% (Gambar 6c).

Perubahan bentuk butir yang terjadi pada paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 650°C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam akibat beban tekanan dari dua buah rol kerja yang diterima paduan saat proses pengerolan dingin. Paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas 650 °C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam relatif lunak sehingga mampu menerima reduksi ketebalan 5 – 15% tanpa mengalami keretakan.



Gambar 7. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C, 1 jam) dan pengerolan dingin. (a)  $r = 5\%$  ; (b)  $r = 10\%$  ; (c)  $r = 15\%$

Gambar 7 memperlihatkan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perla-

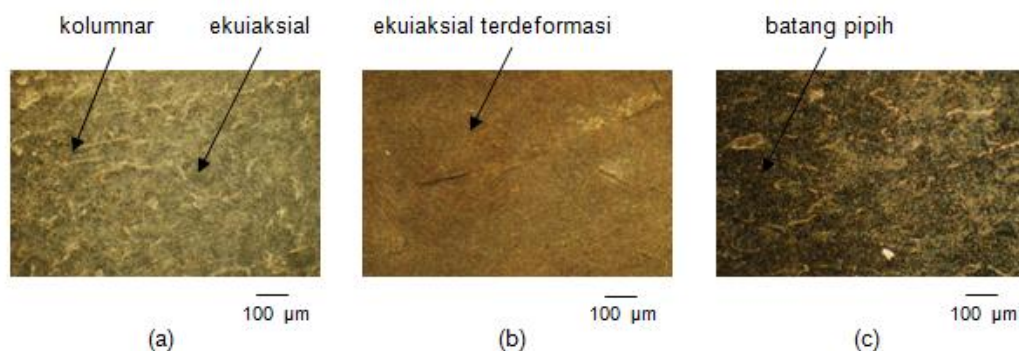
kuan panas (750°C; 1 jam) dan pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5%, 10%, dan 15%. Paduan



Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C, 1 jam) mempunyai mikrostruktur berupa campuran butir ekuiaksial dan kolumnar sehingga mempunyai tegangan sisa tinggi yang berdampak pada sifat paduan yaitu keras dan getas. Pada proses pengerolan dingin, paduan mendapat beban tekanan yang besar dari dua buah rol kerja dengan reduksi ketebalan 5%. Tekanan tersebut tidak mampu ditahan oleh gaya ikat antar atom paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C, 1 jam) yang keras dan getas, sehingga permukaan sampel retak. Sampel yang retak tersebut apabila dilihat mikrostrukturnya berupa butir campuran ekuiaksial dan kolumnar terdeformasi dalam mikrostruktur paduan pasca reduksi ketebalan 5% (Gambar 7a), butir ekuiaksial terdeformasi dengan ukuran

relatif besar pasca reduksi ketebalan 10% (Gambar 7b), dan batang pipih pasca reduksi ketebalan 15% (Gambar 7c). Dengan demikian paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C, 1 jam) tidak dapat dirol dingin dengan reduksi ketebalan 5 – 15%.

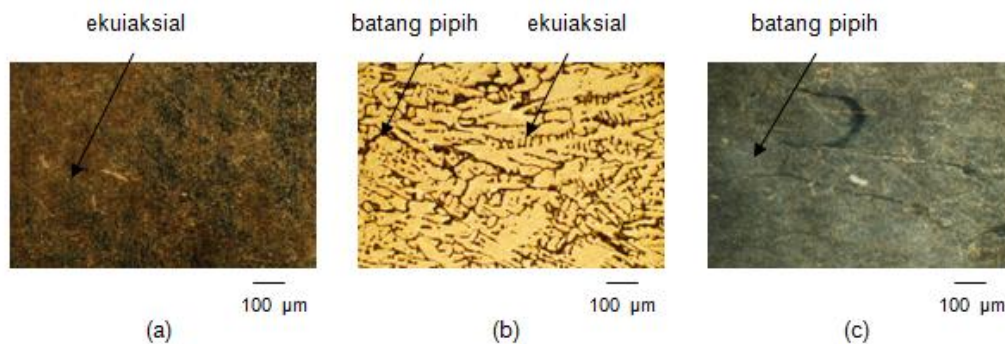
Gambar 8 memperlihatkan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C; 1,5 jam) dan pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5%, 10%, dan 15%. Mikrostrukturnya berupa campuran butir ekuiaksial dan kolumnar terdeformasi relatif besar pasca reduksi ketebalan 5% (Gambar 8a), butir ekuiaksial terdeformasi pasca reduksi ketebalan 10% (Gambar 8b), dan batang pipih pasca reduksi ketebalan 15% (Gambar 8c).



Gambar 8. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C; 1,5 jam) dan pengerolan dingin. (a) r = 5% ; (b) r = 10% ; (c) r = 15%

Gambar 9 memperlihatkan mikrostruktur paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C, 2 jam) dan pengerolan dingin dengan reduksi ketebalan 5%, 10%, dan 15%. Perubahan bentuk butir yang terjadi sebagai fungsi deformasi adalah butir

ekuiaksial terdeformasi pasca reduksi ketebalan 5% (Gambar 9a), campuran butir ekuiaksial dan batang pipih terdeformasi pasca reduksi ketebalan 10% (Gambar 9b), dan batang pipih dengan ukuran relatif lebih kecil dan panjang pasca reduksi ketebalan 15% (Gambar 9c).

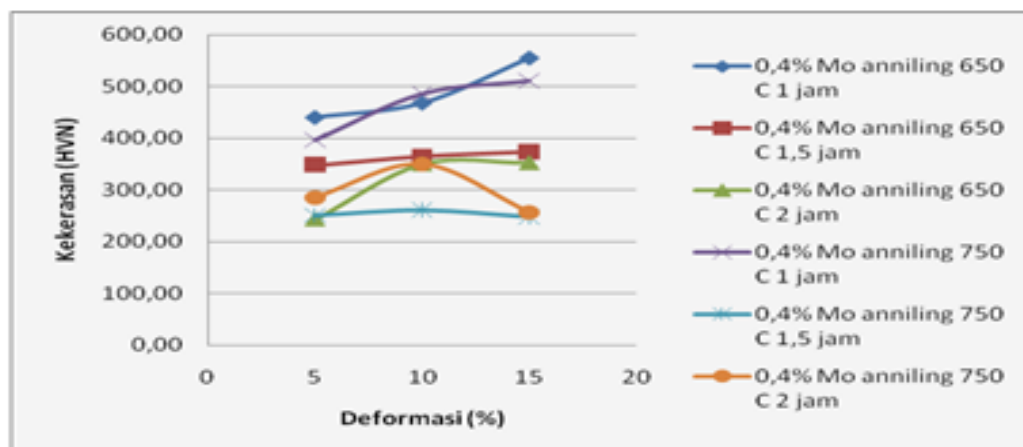


Gambar 9. Mikrograf paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (750 °C, 2 jam) dan pengerolan dingin. (a)  $r = 5\%$  ; (b)  $r = 10\%$  ; (c)  $r = 15\%$

Berdasarkan Gambar 8 dan 9 diketahui bahwa perubahan bentuk butir yang terjadi pada ingot paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 750°C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam akibat beban tekanan dari dua buah rol kerja yang diterima paduan saat menerima deformasi dari proses pengerolan dingin. Ingot paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas 750 °C dengan waktu penahanan 1,5 dan 2 jam relatif lunak sehingga mampu menerima reduksi ketebalan 5 – 15% tanpa mengalami keretakan.

### Kekerasan

Pengujian kekerasan merupakan salah satu bentuk pengujian mekanik yang diterapkan pada suatu material. Kekerasan diartikan sebagai ketahanan material terhadap deformasi. Pengamatan sifat mekanik berupa kekerasan mikro paduan Zr-Mo-Fe-Cr dengan variasi penambahan Mo (Molybdenum), dan variasi perlakuan panas yaitu temperatur dan waktu penahanan, dilakukan dengan menggunakan metode Vickers. Hasil uji kekerasan mikro paduan Zr-Mo-Fe-Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin diperlihatkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Hubungan antara nilai kekerasan sebagai fungsi deformasi (reduksi tebal) pada paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas 650°C dan 750°C.

Gambar 10 memperlihatkan bahwa kekerasan rata-rata paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 650°C yang mengalami reduksi ketebalan dalam rentang 5–15% menurun

seiring dengan bertambah besarnya waktu penahanan. Pada reduksi ketebalan 5%, kekerasan rata-rata paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 650°C adalah 440 HVN ( $t =$

1 jam), 348 HVN (t = 1,5 jam) dan 243 HVN (t = 2 jam). Pada reduksi tebal 10%, kekerasan rata-rata paduan adalah 468 HVN (t = 1 jam), 365 HVN (t = 1,5 jam) dan 350 HVN (t = 2 jam). Pada reduksi tebal 15%, kekerasan rata-rata paduan adalah 554 HVN (t = 1 jam), 373 HVN (t = 1,5 jam) dan 353 HVN (t = 2 jam). Selain itu, kekerasan rata-rata paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 750 °C yang mengalami reduksi ketebalan dalam rentang 5 – 15% menurun seiring dengan bertambah besarnya waktu penahanan dalam rentang 1 – 1,5 jam kemudian naik pada waktu penahanan 2 jam. Pada reduksi ketebalan 5%, kekerasan rata-rata paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 750 °C adalah 397 HVN (t = 1 jam), 250 HVN (t = 1,5 jam) dan 285 HVN (t = 2 jam). Pada reduksi tebal 10%, kekerasan rata-rata paduan adalah 486 HVN (t = 1 jam), 261 HVN (t = 1,5 jam) dan 350 HVN (t = 2 jam). Pada reduksi tebal 15%, kekerasan rata-rata paduan adalah 511 HVN (t = 1 jam), 248 HVN (t = 1,5 jam) dan 257 HVN (t = 2 jam).

Dari Gambar 10 diketahui bahwa semakin besar reduksi ketebalan yang diterapkan pada paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan 650°C dengan waktu penahanan sama maka kekerasannya semakin tinggi. Namun semakin besar waktu penahanan pada reduksi ketebalan yang sama maka kekerasan paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan 650°C semakin rendah. Hal ini disebabkan semakin besar reduksi ketebalan yang diterapkan akan mengubah bentuk butir menjadi lebih pipih sehingga terjadi pengerasan regangan yang berdampak pada meningkatnya kekerasan paduan. Sementara itu, semakin besar waktu penahanan maka terjadi pertumbuhan butir sehingga butir strukturnya bertambah besar, dan dengan pengerolan dingin bentuk struktur butirnya berubah menjadi pipih

dengan ukuran relatif besar sehingga kekerasannya lebih rendah dibandingkan kekerasan paduan yang mendapat perlakuan panas dengan waktu penahanan lebih singkat. Dari Gambar 10 juga diketahui bahwa semakin besar reduksi tebal yang diterapkan pada paduan Zr-0,4% Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan 750 °C dengan waktu penahanan sama maka kekerasannya semakin tinggi, tetapi terdapat anomali untuk waktu penahanan 1,5–2 jam dengan reduksi ketebalan 15% dimana kekerasan paduan menurun. Hal ini disebabkan struktur butir-butir berukuran besar belum seluruhnya berubah bentuk menjadi batang pipih dengan reduksi ketebalan 15% yang diterapkan pada paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan 750 °C. Dengan demikian semakin besar ukuran butir dalam mikrostruktur paduan maka kekuatan atau kekerasan paduan semakin rendah. Hal ini sesuai dengan persamaan Hall-Petch<sup>[11]</sup> :  $\sigma_Y = \sigma_{0Y} + k/\sqrt{d}$ , yang mana  $\sigma_Y$  menyatakan kekuatan luluh sedangkan  $\sigma_{0Y}$  adalah konstanta tegangan awal pergerakan dislokasi, k adalah konstanta penguatan regangan dan d adalah diameter rerata butir suatu logam paduan.

Kekerasan paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 750°C lebih rendah dibandingkan kekerasan paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada 650°C. Hal ini menunjukkan bahwa paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr kekerasannya cenderung menurun bila dipanaskan pada temperatur lebih tinggi. Fakta kekerasan paduan tersebut sebagai fungsi temperatur sesuai dengan persamaan  $H = A \cdot e^{-B.T}$ , yang mana H menyatakan kekerasan Vickers sedangkan T adalah temperatur pemanasan (K) serta A adalah nilai kekerasan pada 0 K dan B adalah tetapan termal kekerasan yang bergantung pada jenis material<sup>[11-12]</sup>.

### Komposisi Kimia

Salah satu pengujian kendali kualitas yang dilakukan adalah pengukuran persentase unsur pemuatan yang terkandung dalam paduan Zr-Mo-Fe-Cr. Metode yang digunakan untuk menentukan kandungan unsur dalam paduan adalah *X-Ray Fluorescence (XRF)*. Tabel 1 memperlihatkan bahwa komposisi Mo pasca

perlakuan panas (750 °C, 2 jam) dalam paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr adalah 0,2940 % berat atau 73,50 % dari teoritis. Tabel 1 juga menunjukkan bahwa komposisi Mo pasca perlakuan panas (750 °C, 2 jam) dan pengerolan dingin ( $r = 15\%$ ) dalam paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr adalah 0,3140 % berat atau 78,50 % dari teoritis.

Tabel 1. Komposisi kimia paduan Zr-Mo-Fe-Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin

No	Paduan	Komposisi paduan (% berat)							
		Teoritis				Pasca perlakuan panas			
		Zr	M	Fe	Cr	Zr	Mo	Fe	Cr
1	Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 2 jam)	98,60	0,40	0,50	0,50	98,9860	0,2940	0,3540	0,3660
2	Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 2 jam) dan pengerolan dingin ( $r = 15\%$ )	98,60	0,40	0,50	0,50	98,8590	0,3140	0,4205	0,4065

Selain itu komposisi Fe adalah 0,4205 % berat atau 84,1% teoritis dan Cr adalah 0,4065 % berat atau 81,3 % teoritis. Hal ini menunjukkan bahwa paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin belum homogen. Tabel 1 juga membuktikan bahwa proses pengerolan dingin dapat membantu meningkatkan homogenisasi unsur pemuatan dalam paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr yang terlihat dari kenaikan persentase aktual dari Mo sebesar 0,0200 %, Fe sebesar 0,0665% dan Cr sebesar 0,0405 apabila dibandingkan dengan paduan pasca perlakuan panas. Adanya kenaikan homogenitas paduan ini disebabkan oleh pengerolan dingin dapat memecah dan mendistribusikan inklusi serta memperkecil ukuran butir sehingga dapat menghomogenkan unsur pemuatan dalam paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

### SIMPULAN

Paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas pada temperatur 650 dan 750 C dengan waktu penahanan 1–2 jam mempunyai kecenderungan terjadinya perubahan mikrostruktur dari struktur campuran dendrit dan *acicular* menjadi campuran struktur kolumnar dan ekuiaksial dan selanjutnya ekuiaksial. Semakin tinggi temperatur pemanasan dan semakin lama waktu penahanan maka ukuran butirnya bertambah besar yang berdampak pada penurunan kekerasan paduan Zr-0,4% Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

Paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas dan pengerolan dingin menunjukkan bahwa semakin tinggi reduksi ketebalan yang diterapkan pada paduan menyebabkan terjadinya perubahan mikrostruktur dari struktur butir ekuiaksial terdeformasi menjadi batang pipih dan selanjutnya batang pipih terdeformasi.

Selain itu, semakin tinggi temperatur dan waktu penahanan maka struktur butirnya bertambah besar sehingga dengan pengerolan dingin bentuk strukturnya berubah menjadi batang pipih dengan ukuran relatif besar yang berdampak kekerasannya lebih rendah.

Paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650°C, 1 jam) dan (750°C, 1 jam) tidak dapat dirol dingin dengan reduksi ketebalan 5 – 15%. Namun paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas (650-750°C; 1,5-2 jam) mampu menerima deformasi dingin dengan reduksi ketebalan 5 - 15% tanpa mengalami keretakan.

Semakin besar reduksi ketebalan yang diterapkan pada paduan Zr-0,4% Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan 650 dan 750 °C dengan waktu penahanan sama maka kekerasannya semakin tinggi. Selain itu, semakin lama waktu penahanan pada reduksi ketebalan yang sama maka kekerasan paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca pemanasan 650 dan 750 °C semakin rendah. Namun terdapat anomali untuk paduan pasca pemanasan 750 °C dengan waktu penahanan 1,5 – 2 jam dengan reduksi ketebalan 15% dimana kekerasan paduan menurun.

Pengerolan dingin yang diterapkan pada paduan Zr-0,4%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca perlakuan panas dapat meningkatkan homogenitas paduan.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Rudling, P., R. et al. (2008). *High Burnup Fuel Issues*, Nuclear Engineering and Technology, Vol. 40, 1, Hal. 1-8.
- [2] Barrett, K., S. Bragg-Sitton, D. Galicki. (2012). *Advanced LWR Nuclear Fuel Cladding System Development Trade-off Study*, Idaho National Laboratory, Hal. 17-20.
- [3] Sabol, G. P. and R. J. Comstock. (2002). *Effect Dilute Alloy Additions of Molybdenum, Niobium, and Vanadium on Zirconium Corrosion*, Zirconium In The Nuclear Industry, ASTM International STP 1354, Hal. 525 – 544.
- [4] Sungkono. (2004). Studi Pengaruh Penambahan Kandungan Mo Terhadap Kekuatan Tarik, Kekerasan, dan Ketahanan Korosi Paduan Zr-Mo-Fe-Cr, URANIA, 40, Hal. 15-19.
- [5] Suyalatu, N. Nomura, K. Oya, Y. Tanaka, R. Kondo, H. Doi, Y. Tsutsumil and T. Hanawa. (2010). *Microstructure and Magnetic Susceptibility of As-cast Zr–Mo Alloys*, Acta Biomaterialia 6, Hal. 1033–1038.
- [6] Sungkono. (2004). Pengaruh Parameter Proses Homogenisasi Terhadap Mikrostruktur dan Kekerasan Paduan Zr-Mo-Fe-Cr. Jurnal Ilmiah Konduktor Padat, Vol. 5, Edisi Khusus, Hal. 33-37.
- [7] Wang J., et al. (2011)., *Effect of Fe and Cr on Corrosion Behaviour of Zr-Fe-Cr Alloys in 500°C Steam*, Nuclear Engineering and Design 241, Hal. 471-475.
- [8] Heritier, B. and J. J. Jonas. (1979). *High Temperature Deformation of Oxidized β Zr-Mo Alloys*, Metallurgical Transactions, Vol. 10A, Hal. 557-567.
- [9] Vander Voort, G. F. (editor). (2004). *ASM Handbook Vol. 9 : Metallography and Microstructures*, ASM International, Materials Park, Ohio, Hal. 3 - 20
- [10] Kalpakjian, S. (1995). *Manufacturing Engineering and Technology*, Addison-Wesley Pub. Co, Massachusetts..
- [11] Dieter, G.E. (1988). *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill Book Co., New York.
- [12] Agrawal, B. K. (2000)., *Intro. to Engineering Materials*, Tata McGraw-Hill, New Delhi,.