

PENGARUH PERLAKUAN HOMOGENISASI TERHADAP KEKERASAN, LAJU KOROSI DAN MIKROSTRUKTUR PADUAN Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr

Sungkono dan Isfandi

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

Kawasan Puspitek, Serpong, Tangerang

ABSTRAK

PENGARUH PERLAKUAN HOMOGENISASI TERHADAP KEKERASAN, LAJU KOROSI, DAN MIKROSTRUKTUR PADUAN Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr *as melt* belum mempunyai mikrostruktur yang homogen, sehingga perlu dihomogenisasi terlebih dahulu agar diperoleh mikrostruktur yang homogen. Tujuan penelitian adalah mendapatkan pengaruh perlakuan panas terhadap kekerasan, laju korosi, dan mikrostruktur paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Metoda yang digunakan adalah perlakuan homogenisasi terhadap ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pada temperatur 650 dan 750 °C dengan waktu penahanan 30 menit, uji kekerasan menggunakan microhardness Vickers, uji korosi menggunakan metoda gravimetri tidak kontinyu, dan pengamatan mikrostruktur menggunakan mikroskop optik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kekerasan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr turun seiring dengan naiknya temperatur homogenisasi. Mikrograp paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) mempunyai lapisan oksida tipis di permukaan logam paduan pada waktu uji 32 jam (T = 250°C) dan 24-32 jam (T = 300°C). Mikrograp paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) mempunyai lapisan oksida tipis di permukaan logam paduan pada waktu uji 28-32 jam (T = 250°C) dan 24-32 jam (T = 300°C). Laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 dan 300 °C mengikuti aturan kubik. Kekerasan, laju korosi, dan mikrostruktur dipengaruhi oleh perlakuan homogenisasi terhadap ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

Kata kunci : Homogenisasi, kekerasan, mikrostruktur, laju korosi, ingot, paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF HOMOGENIZATION TREATMENT TO HARDNESS, CORROSION RATE, AND MICROSTRUCTURE OF Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr ALLOY. The ingot of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr *as melt* not yet had homogeneous microstructure, so that need homogenized to be obtained by homogeneous microstructure. The objective of this research is to get influence of homogenization treatment to hardness, corrosion rate, and microstructure of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy. The used method is homogenization treatment to ingot of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy at temperature 650 and 750 °C with soaking time 30 minutes, the hardness testing use Vickers micro hardness, the corrosion rate testing use method of discontinue gravimetric, and the microstructure testing use optical microscope. The result of this research indicate that hardness of

Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy are decreasing with increasingly of homogenization temperature. Micrograph of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy (650 °C, 30 minute) having thin oxide layer on the surface of alloy at time 32 hours (T = 250 C) and 24-32 hours (T = 300 C). Micrograph of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy (750 °C, 30 minute) having thin oxide layer on the surface of alloy at time 28-32 hours (T = 250 °C) and 24-32 hours (T = 300 °C). Micrograph of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy (750 °C, 30 minute) having thin oxide layer on the surface of alloy at time 28-32 hours (T = 250 °C) and 24-32 hours (T = 300 °C). The rate corrosion of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy in saturated steam medium at temperature 250 and 300 °C follow cubic law. The hardness, microstructure, and rate corrosion influenced by homogenization treatment to previous ingot of Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy.

Keyword : homogenization, hardness, corrosion rate, microstructure, ingot, Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr alloy.

PENDAHULUAN

Logam paduan Zr-Mo-Fe-Cr merupakan salah satu kandidat bahan struktur elemen bakar nuklir di masa mendatang. Logam paduan tersebut harus memenuhi persyaratan sifat mekanik, fisis, kimia, dan neutronik^[1]. Ingot paduan Zr-Mo-Fe-Cr dibuat dari campuran serbuk Zr, Mo, Fe, dan Cr dengan persentase berat tertentu, kemudian dilebur dalam tungku peleburan vakum.

Ingot as *melt* belum mempunyai mikrostruktur yang homogen, sehingga perlu dihomogenisasi terlebih dahulu agar diperoleh mikrostruktur yang homogen. Pada prinsipnya proses homogenisasi terhadap ingot paduan adalah proses pemanasan ingot pada temperatur setinggi mungkin dengan syarat tidak terjadi pencairan atau tidak terjadi pertumbuhan butir yang berlebihan. Oleh karena itu proses homogenisasi ingot paduan biasanya dilakukan pada temperatur di sekitar temperatur rekristalisasi, ditahan beberapa lama pada temperatur tersebut, kemudian didinginkan lambat^[2].

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya, diketahui bahwa paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr merupakan paduan relatif paling homogen dibandingkan paduan Zr-0,5%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dan Zr-0,8%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dengan perlakuan homogenisasi yang sama. Disamping itu,

paduan Zr-Mo-Fe-Cr yang telah mengalami homogenisasi (850 °C, 3 jam) mengalami *overheating*, sehingga terjadi proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir. Hal ini berdampak pada penurunan kekerasan dan laju korosi Zr-Mo-Fe-Cr^[3,4]. Untuk itu, parameter proses homogenisasi terhadap paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr perlu diubah, agar diperoleh paduan yang tangguh dan laju korosinya rendah.

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan pengaruh perlakuan panas terhadap karakter kekerasan, laju korosi, dan mikrostruktur paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Perlakuan panas diduga mempengaruhi kekerasan, laju korosi, dan mikrostruktur paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

TATA KERJA

• Bahan

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian adalah ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr; air bebas mineral; kertas ampelas; resin acryfic dan pengeras; pasta intan, bahan etsa, dan film ASA 200.

• Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah tungku anil, gergaji accutom, *autoclave*, peralatan metalografi,

neraca sartorius, termokopel tipe J, *microhardness Vickers*, dan mikroskop optik.

• **Metoda**

Metoda yang digunakan dalam penelitian adalah perlakuan homogenisasi terhadap ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr menggunakan tungku anil. Metoda uji kekerasan paduan pra dan pasca homogenisasi menggunakan *microhardness vickers*. Uji korosi paduan pasca homogenisasi menggunakan metoda gravimetri tidak kontinyu, sedangkan pengamatan mikrostruktur spesimen pasca uji korosi menggunakan mikroskop optik^[5].

• **Cara kerja**

- ◆ Perlakuan homogenisasi ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr :
 - Temperatur, T = 650 dan 750 °C.
 - Waktu penahanan, t = 30 menit
- ◆ Uji kekerasan ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pra dan pasca homogenisasi, menggunakan *microhardness Vickers*.
- ◆ Permukaan spesimen uji di *degreasing*, dikeringkan, kemudian berat spesimen awal ditimbang, W_0 .
- ◆ Uji korosi spesimen uji menggunakan *autoclave* :
 - Media korosi : Air bebas mineral (pH = 7,15; $k_L = 0,6 \mu\text{S/cm}$)
 - T = 250 dan 300 °C.
 - t = 4 - 32 jam.
- ◆ Spesimen uji korosi dikeringkan, dan ditimbang, W_1 .

- ◆ Grafik hubungan antara ($\Delta W/A$) vs t^[6].
- ◆ Pengamatan metalografi spesimen uji korosi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

• **Kekerasan**

Tabel 1 memperlihatkan bahwa kekerasan ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr *as melt* (= 790 VHN) menurun seiring dengan bertambah tingginya temperatur homogenisasi, yaitu 742 VHN (650°C) dan 668 VHN (750°C). Hal ini disebabkan, dengan meningkatnya temperatur homogenisasi akan mengubah bentuk butir dari *dendrite (as melt)* mengarah ke bentuk ekuiaksial (650°C dan 750°C). Oleh karena terjadinya perubahan bentuk butir tersebut maka kekerasan paduan menurun, sehingga terjadi pelunakan. Mikrostruktur paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr yang telah dihomogenisasi pada temperatur 750°C mempunyai ukuran butir lebih besar dibandingkan ukuran butir paduan yang telah dihomogenisasi pada 650°C. Hal ini menunjukkan semakin tinggi temperatur homogenisasi akan memperbesar ukuran butir, dan berdampak pada penurunan kekerasan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Dengan demikian dapat diketahui bahwa semakin besar ukuran butir dalam mikrostruktur paduan maka kekuatan atau kekerasan paduan semakin rendah. Hal ini sesuai dengan persamaan Hall-Petch^[2] : $\sigma_Y = \sigma_{0Y} + k / \sqrt{d}$ dimana σ_Y : kekuatan luluh (N/mm²), σ_{0Y} : konstanta tegangan (N/mm²), k : konstanta (N/mm^{3/2}), dan d : diameter ukuran butir (mm).

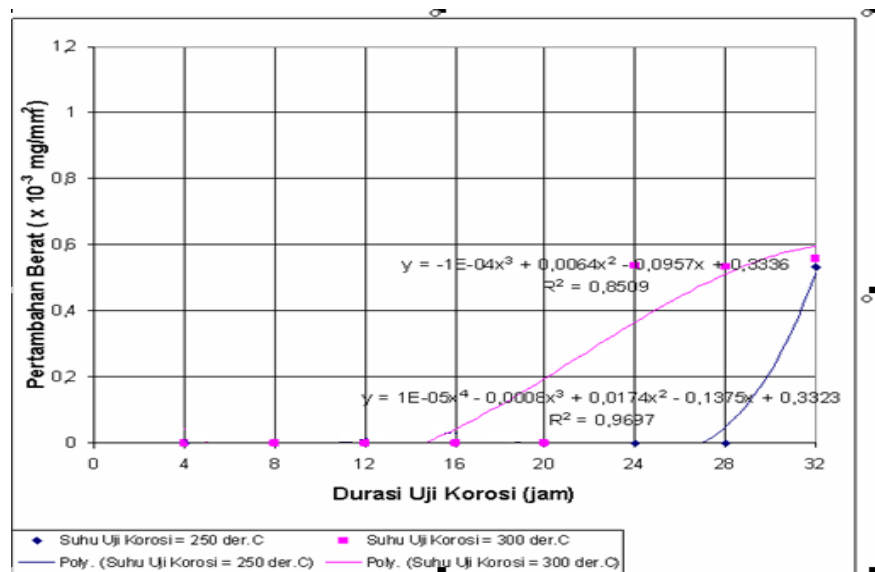
Tabel 1. Kekerasan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

No.	Proses Perlakuan Panas	Angka Kekerasan Vickers (VHN)
1.	<i>As melt</i>	790
2.	Homogenisasi (650°C, 30 menit)	742
3.	Homogenisasi (750°C, 30 menit)	668

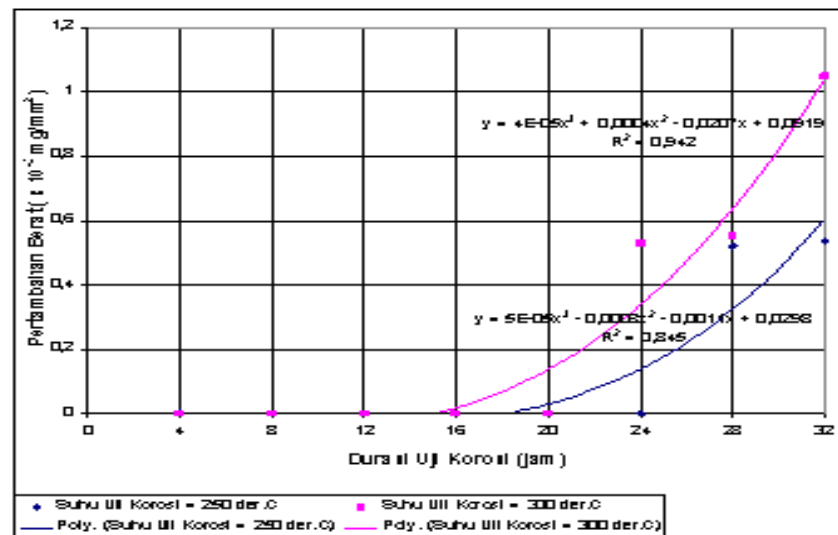
• Laju Korosi

Gambar 1 memperlihatkan laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 °C mengikuti persamaan $\Delta W/A = 10^{-5} x^4 - 0,0008 x^3 + 0,0174 x^2 - 0,1375 x + 0,3323$. Sementara itu, laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) pada temperatur 300 °C mengikuti persamaan $\Delta W/A = -10^{-4} x^3 + 0,0064 x^2 -$

$0,0957 x + 0,3336$. Gambar 2 memperlihatkan laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 °C mengikuti persamaan $\Delta W/A = 5.10^{-6} x^3 - 0,0008 x^2 - 0,0011 x + 0,0298$. Sementara itu, laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) pada temperatur 300 °C mengikuti persamaan $\Delta W/A = -4.10^{-5} x^3 + 0,0004 x^2 - 0,0207 x + 0,0919$.



Gambar 1. Laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 dan 300 °C.



Gambar 2. Laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 dan 300 °C.

Laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 °C sedikit lebih rendah dibandingkan pada 300 °C. Demikian pula laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 °C sedikit lebih rendah dibandingkan pada 300 °C.

Dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 dan 300 °C, laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) mempunyai kecenderungan serupa dengan laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) yaitu mengikuti aturan kubik (Gambar 1 dan 2). Kinetika korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr yang mengikuti aturan kubik dikendalikan oleh laju difusi ion-ion logam (kation) dari paduan atau ion-ion oksigen (anion) dari uap air jenuh melalui lapisan oksida^[7]. Kekosongan anion dan elektron bebas dihasilkan pada antar muka logam-oksida yang kemudian berdifusi ke arah antar muka oksida-air. Proses pembentukan kekosongan anion merupakan fungsi temperatur, sehingga semakin tinggi temperatur pemanasan maka kebolehdjian terbentuknya kekosongan anion dalam lapisan oksida meningkat pula. Laju difusi kekosongan anion menentukan laju proses pembentukan ZrO₂ di permukaan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Mekanisme korosi yang dikendalikan oleh difusi kekosongan anion mengikuti model Pilling-Bedworth^[8].

Dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 dan 300 °C, laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) sedikit lebih tinggi dibandingkan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit). Hal ini disebabkan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr yang dihomogenisasi pada 650°C relatif lebih homogen dibandingkan bila dihomogenisasi pada 750°C dengan waktu

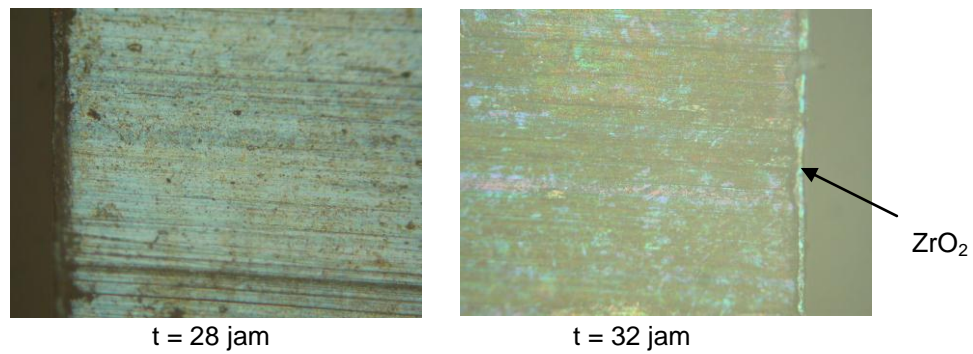
penahanan yang sama. Ketidakhomogenan paduan akan menentukan beda potensial antara satu titik dengan titik lainnya dalam paduan. Beda potensial tersebut akan menimbulkan proses korosi dalam logam atau logam paduan^[6]. Dengan demikian temperatur homogenisasi yang menentukan tingkat homogenitas suatu paduan akan mempengaruhi laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr.

• Pengamatan metalografi

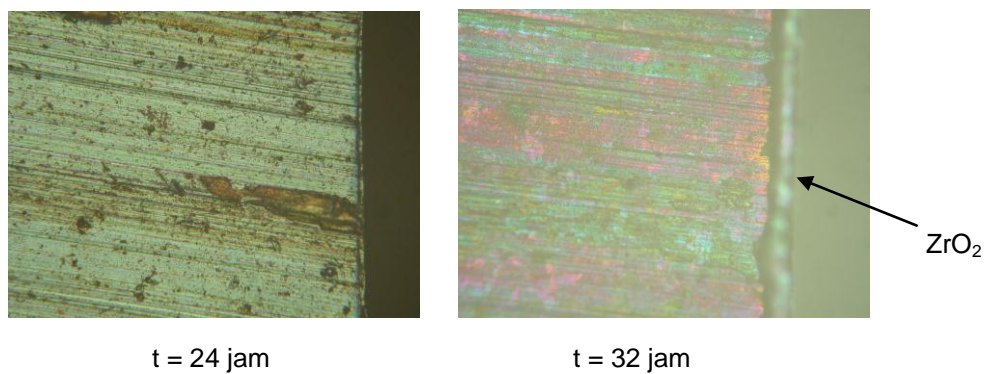
Gambar 3 dan 4 memperlihatkan mikrograp Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) mempunyai lapisan oksida tipis di permukaan logam paduan pasca uji korosi selama 32 jam (T = 250°C) dan 24 - 32 jam (T = 300°C). Gambar 5 dan 6 memperlihatkan mikrograp Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) mempunyai lapisan oksida tipis di permukaan logam paduan pasca uji korosi selama 28 - 32 jam (T = 250°C) dan 24 - 32 jam (T = 300°C).

Berdasarkan gambar 3, 4, 5, dan 6 diketahui telah terjadi pertumbuhan oksida sebagai fungsi temperatur medium korosif. Laju pertumbuhan oksida (δ) sebagai fungsi temperatur dinyatakan oleh : $\delta = A' \cdot \exp(-E/R.T)$ ^[1]. Selain itu, pertumbuhan oksida paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr juga dipengaruhi oleh perlakuan homogenisasi terhadap ingot paduan.

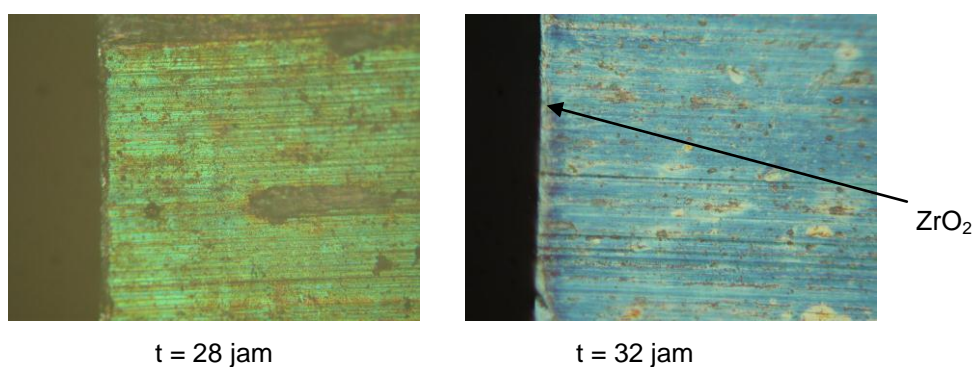
Senyawa oksida yang terbentuk di permukaan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr adalah ZrO₂^[8,9]. Dalam media uap air jenuh, senyawa ZrO₂ yang terbentuk merupakan tipe oksida non-stoikiometri yang kekurangan oksigen. Laju proses pembentukan ZrO₂ ditentukan oleh difusi kekosongan anion. Kekosongan anion terjadi akibat proses difusi ion oksigen dari kedudukannya dalam kisi oksida ke kedudukan interstisi logam dasar.



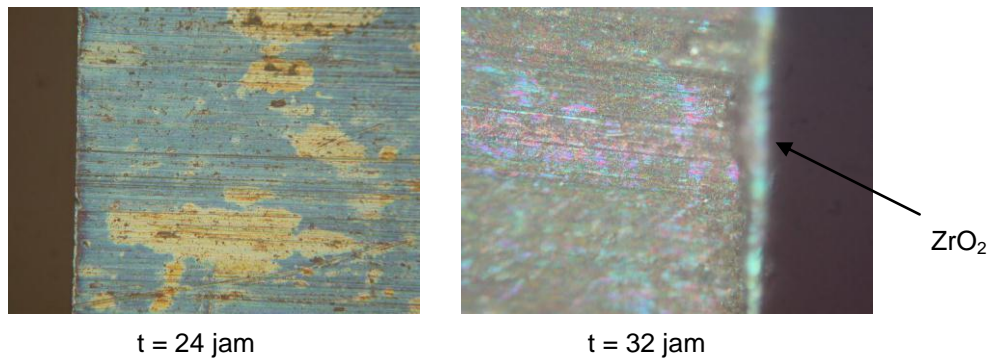
Gambar 3. Mikrograp paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 °C. (Perbesaran 1.000 x).



Gambar 4. Mikrograp paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (650°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 300 °C. (Perbesaran 1.000 x).



Gambar 5. Mikrograp paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 °C. (Perbesaran 1.000 x).



Gambar 6. Mikrograp paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr (750°C, 30 menit) dalam media uap air jenuh pada temperatur 300 °C. (Perbesaran 1.000 x).

Pertumbuhan lapisan oksida pada permukaan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dikendalikan oleh difusi ion-ion logam atau ion-ion oksigen melalui lapisan oksida. Laju difusi ion-ion tersebut merupakan fungsi temperatur, sehingga semakin tinggi temperatur medium korosif, maka laju difusinya semakin tinggi pula. Berdasarkan gambar 3, 4, 5, dan 6 diketahui bahwa proses pembentukan lapisan oksida pada permukaan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr yang dihomogenisasi pada 650°C membutuhkan waktu lebih lama dibandingkan paduan yang dihomogenisasi pada 750°C dengan perlakuan korosi yang sama. Dengan demikian paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr yang dihomogenisasi pada 650°C lebih tahan korosi dibandingkan paduan yang dihomogenisasi pada 750°C.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil pengolahan dan pengkajian data disimpulkan bahwa temperatur homogenisasi menentukan kekerasan paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr. Laju korosi paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dalam media uap air jenuh pada temperatur 250 dan 300 °C mengikuti kinetika korosi aturan kubik. Ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca homogenisasi (650°C, 30 menit) mempunyai lapisan oksida tipis di permukaannya setelah diuji korosi selama 32 jam (T = 250°C) dan 24 - 32 jam (T

= 300°C). Ingot paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr pasca homogenisasi (750°C, 30 menit) mempunyai lapisan oksida tipis di permukaannya setelah diuji korosi selama 28 - 32 jam (T = 250°C) dan 24 - 32 jam (T = 300°C). Kekerasan, laju korosi, dan mikrostruktur paduan Zr-0,3%Mo-0,5%Fe-0,5%Cr dipengaruhi oleh perlakuan homogenisasi terhadap ingot paduan sebelumnya.

DAFTAR PUSTAKA

1. COHEN, P., "Water Coolant Technology of Power Reactors, American Nuclear Society", Illinois, 1985.
2. AGRAWAL, B. K., "Intro. to Engineering Materials", Tata McGraw-Hill, New Delhi, 2000.
3. SUNGKONO, Studi Pengaruh Penambahan Kandungan Mo Terhadap Kekuatan Tarik, Kekerasan, dan Ketahanan Korosi Paduan Zr-Mo-Fe-Cr, Buletin URANIA No. 40, Oktober 2004, hal. 15-19. ISSN : 0852-4777.
4. SUNGKONO, " Pengaruh Parameter Proses Homogenisasi Terhadap Mikrostruktur dan Kekerasan Paduan Zr-Mo-Fe-Cr", Jurnal Ilmiah Konduktor Padat, Vol. 5, No. Edisi Khusus, 2004, hal. 33-37. ISSN : 1411-3112
5. -----, "Aqueous Corrosion Testing of Samples of Zirconium and Zirconium Alloys", ASTM G2M-06.

6. FONTANA, M.G., "*Corrosion Engineering*", McGraw-Hill Book Co., New York, 1987.
7. COX, B., "*Mechanisms of Zirconium Alloys in Nuclear Reactors*", J. of Corrosion Science and Engineering, Vol. 6, Paper 14, July 2003. ISSN : 1466-8858.
8. OSKARSSON, M., "*Study On The Mechanisms for Corrosion and Hydriding of Zircaloy*", Doctoral Thesis, Div. of Mechanical Metallurgy, Dept. of Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology, Stockholm, 2000.
9. WIRTH, B.D. and D.R. OLANDER, "*Waterside Corrosion of Zircaloy and Hydrogen in Zircaloy Cladding*", Nuclear Engineering Dept., University of California, Berkeley, NE221, Sec. 7, 2005.