

## PENGARUH SUHU PEMANASAN DAN TINGKAT PEROLAN TERHADAP KECEPATAN PERTUMBUHAN BUTIR DAN PENGINTIAN ZIRKALOY-4

Dani Gustaman S, Saeful Hidayat, Deni Juanda AS, Efrizon U.  
Pusat Penelitian Teknik Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

### ABSTRAK

PENGARUH SUHU PEMANASAN DAN TINGKAT PEROLAN TERHADAP PERTUMBUHAN BUTIR DAN PENGINTIAN ZIRKALOY-4. Bahan struktur Elemen Bakar Nuklir (EBN), khususnya yang terbuat dari zirkaloy-4 harus memiliki sifat-sifat tertentu yang disyaratkan [1,2]. Sifat-sifat tersebut dapat diprediksi dengan mengetahui perilaku pengintian dan pertumbuhan butirnya. Pada penelitian ini perilaku pengintian dan pertumbuhan butir telah dipelajari dengan mengetahui kecepatan pengintian dan pertumbuhan butir pada berbagai suhu pemanasan dan tingkat perolan. Diketahui bahwa penambahan kecepatan pengintian dan pertumbuhan butir eksponensial terhadap penambahan suhu dan diketahui pula bahwa pada tingkat perolan yang lebih besar, kecepatan pengintian dan pertumbuhan butir mempunyai harga yang lebih besar dengan waktu inkubasi yang lebih singkat. Aspek teknis yang diperoleh adalah bahwa zirkaloy-4 dengan tingkat perolan 19-48 % efektif dianil pada selang suhu 500-900°C untuk mendapatkan butir baru.

### ABSTRACT

THE INFLUENCE OF HEATING TIME AND DEGREE OF COLD ROLLING ON THE RATES OF THE NUCLEATION AND GRAIN GROWTH OF ZIRKALOY-4. The structure material of the Nuclear fuel element, especially made of zirkaloy-4, has to have particular properties as specification [1,2]. The properties can be predicted by knowing behavior of the nucleation and grain growth. In this research, the behavior of nucleation and grain growth of zirkaloy-4 had been studied by knowing the rates of nucleation and grain growth in various heating temperature and degree of cold rolling. It had been known that the increasing of the rates of nucleation and grain growth is exponential to the increasing of temperature and in the higher of cold rolling, the rates of the nucleation and grain growth is higher with shorter incubation time. Technically aspect is that zirkaloy-4 with degree of cold rolling 19-48 % is effective annealed at the temperature range 700-900°C for getting new grains.

### PENDAHULUAN

Dalam rangka alih teknologi pembuatan Elemen Bakar Nuklir (EBN) diperlukan berbagai pengetahuan mengenai EBN. Salah satu pengetahuan yang perlu diketahui ialah mengenai zirkaloy sebagai bahan struktur EBN. Sifat-sifat zirkaloy dalam berbagai perlakuan perlu diketahui karena sifat-sifat ini mendasari teknik pembentukan bahan struktur. Salah satu sifat zirkaloy yang perlu diketahui adalah perilaku pengintian dan pertumbuhan butirnya pada saat perlakuan panas (Heat treatment).

Perilaku pengintian dan pertumbuhan butir dapat digunakan sebagai pengontrol sifat-sifat bahan struktur EBN. Pengontrolan ini harus dilakukan karena sifat-sifat bahan struktur EBN harus memenuhi persyaratan tertentu [1, 2]. Sebagai contoh, bahan struktur EBN yang terbuat dari zirkaloy-4 dalam bentuk batang, pelat dan kelongsong salah satu persyaratannya

adalah harus memiliki ukuran butir lebih besar dari pada ASTM no 6 [1]. Diduga perilaku pengintian dan pertumbuhan butir dipengaruhi oleh suhu dan tingkat deformasi (perolan). Karena itu di dalam makalah ini akan dibahas mengenai perilaku pengintian dan pertumbuhan butir zirkaloy-4 dan sejauh mana suhu pemanasan dan tingkat perolan berpengaruh terhadap kecepatan pengintian dan pertumbuhan butir.

### LATAR BELAKANG TEORI

Pada peristiwa penganilan logam yang dihasilkan dari pengerjaan dingin, pengintian butir akan terjadi setelah melewati waktu tertentu yang disebut waktu inkubasi [3,4]. Setelah itu terjadi pertumbuhan butir. Pertumbuhan butir akan berlangsung dengan kecepatan konstan hingga butir menekan (impinge) butir di sekitar-

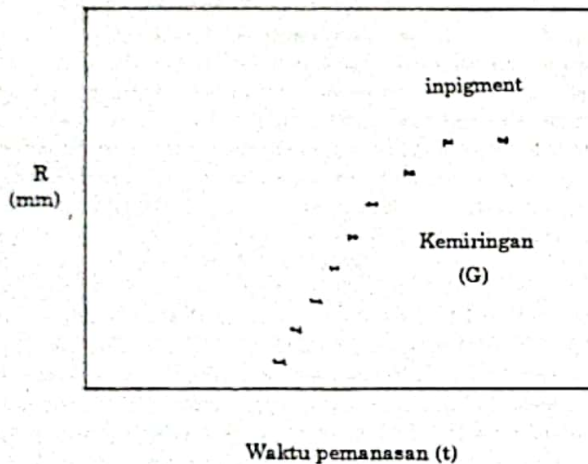


nya. Secara matematis peristiwa ini digambarkan oleh persamaan (1) [3,4].

$$R = G (t - \sigma) \quad (1)$$

R = diameter butir; G = kecepatan pertumbuhan butir; t = waktu pemanasan;  $\sigma$  = waktu inkubasi.

Dengan mendapatkan data-data R pada berbagai waktu pemanasan t seperti Gambar 1, maka harga G dapat diketahui.



Gambar 1. Hubungan antara diameter butir dan waktu pemanasan [3,4].

Kecepatan pertumbuhan butir dan pengintian dipengaruhi oleh regangan. Bila tingkat perolan dinaikkan, maka regangan akan bertambah. Akibatnya energi tersimpan akan bertambah pula. Pertambahan energi tersimpan akhirnya menyebabkan pertambahan kecepatan pertumbuhan butir (G) dan pengintian (N).

Dilain pihak, kecepatan pertumbuhan butir dan pengintian dipengaruhi oleh suhu sesuai persamaan (2) dan (3) berikut ini [3,4].

$$G = G_0 \cdot \text{Exp.}(-Q/RT) \quad (2)$$

G = kecepatan pertumbuhan;  $G_0$  = kecepatan pertumbuhan butir mula-mula, Q = energi aktivasi pertumbuhan butir; R = konstanta gas; T = suhu kelvin.

$$\bar{N} = \bar{N}_0 \cdot \text{Exp.}(-Q/RT) \quad (3)$$

$\bar{N}$  = kecepatan pengintian;  $\bar{N}_0$  = kecepatan pengintian mula-mula; Q = energi aktivasi pengintian; R = konstanta gas; T = Suhu Kelvin.

## PERCOBAAN

Bahan yang dipakai dalam penelitian ini adalah zirkaloy-4 (dengan komposisi kimia seperti Tabel 1), media pendinginan cepat (air), film polaroid, film hitam putih, kertas film hitam putih dan larutan etsa (campuran 10 ml HF, 30 ml HNO<sub>3</sub> dan 50 ml H<sub>2</sub>O). Sedangkan alat yang digunakan adalah mikroskop elektron (SEM 505), mikroskop optik, tungku pemanas Heraeus M 110, alat rol dingin perangkat alat metalografi, penjepit cuplikan dan wadah media pendinginan cepat (air).

Tabel 1. Komposisi kimia zirkaloy-4 [5,6].

Unsur	Kandungan
Sn	1,1 - 1,5
Fe	0,20 - 0,24
Cr	0,06 - 0,14
Ni	-
N	0,01
O	0,01 - 0,16
Zr	sisanya

Beberapa cuplikan dibuat dari pelat Zirkaloy-4 (tebal awal 2,7 mm) hasil perolan dingin 19%, 37% dan 48% dengan ukuran masing-masing 2x1 cm<sup>2</sup>. Pemanasan dilakukan terhadap enam cuplikan pertama dari tingkat perolan yang berbeda pada suhu 500°C dengan waktu pemanasan 10 menit. Enam cuplikan berikutnya pada suhu yang sama dengan waktu 20 menit. Demikian seterusnya dengan waktu 30, 40,50 dan 60 menit. Langkah pemanasan seperti tadi kemudian diulangi pada suhu 600, 700, 800 dan 900°C. Setiap kali selesai pemanasan, dilakukan pendinginan cepat (quenching) pada media air.

Langkah metalografi cuplikan lalu dilakukan dengan langkah-langkah pengampelasan, pemolesan dan pengetsaan memakai larutan etsa (campuran 30 ml HF, 30 ml HCl dan 15 ml HNO<sub>3</sub>). Untuk mendapatkan gambar mikro, pemotretan dilakukan menggunakan mikroskop optik metalurgi. Dari gambar-gambar mikro yang dihasilkan dan dengan metode Heyn [7] dapat diketahui ukuran diameter butir rata-rata. Penghitungan diameter butir dilakukan di empat daerah perhatian berbeda pada gambar-gambar mikro dari setiap cuplikan yang kemudian dirata-ratakan. Dengan memplot data



diameter butir versus waktu pemanasan dan dengan metode *least square*, maka diperoleh kecepatan pertumbuhan butir.

Untuk mengetahui kecepatan pengintian, dilakukan penghitungan jumlah butir persatuan luas (N). Penghitungan jumlah butir persatuan luas ini dilakukan di empat daerah perhatian sama seperti di atas. Kemudian harga-harga N yang diperoleh diplotkan ke dalam grafik N versus waktu pemanasan.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

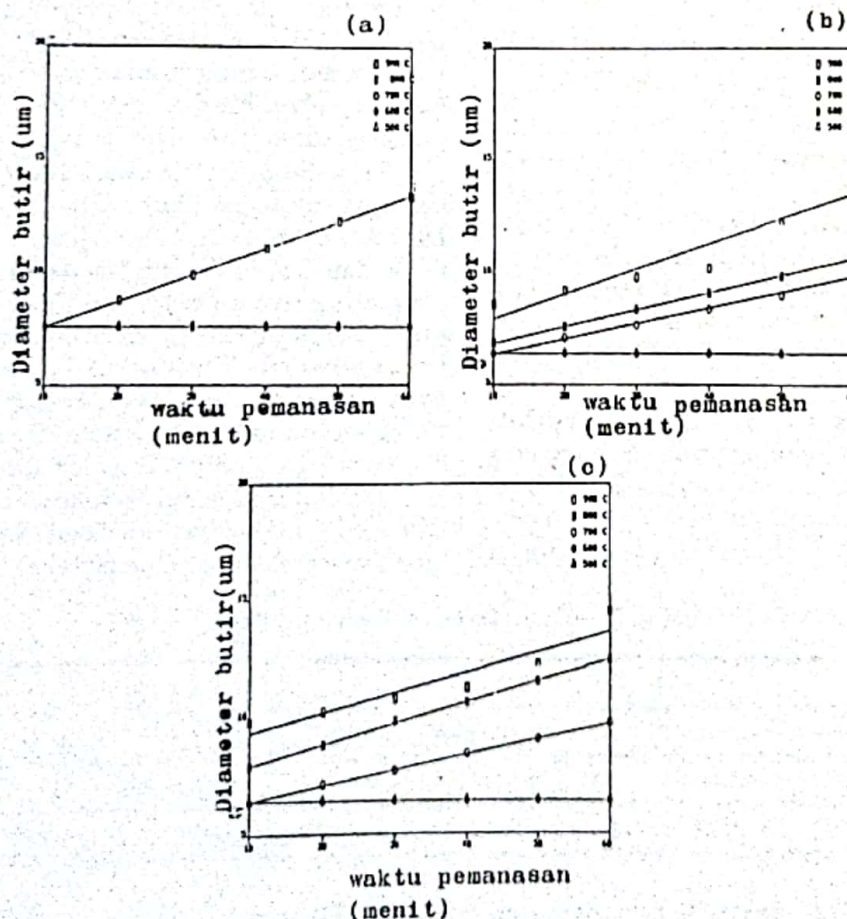
Gambar 2 berikut ini memperlihatkan hubungan antara diameter butir dan waktu pemanasan pada berbagai suhu dan tingkat perolan (TP).

Dari Gambar 2, dengan metode *least square* dapat diperoleh kecepatan pertumbuhan

butir zirkaloy-4, yaitu harga dari gradiennya. Harga-harganya dapat dilihat pada Tabel 2 di bawah ini.

Tabel 2. Kecepatan pertumbuhan butir zirkaloy-4 pada berbagai suhu dan tingkat perolan (TP).

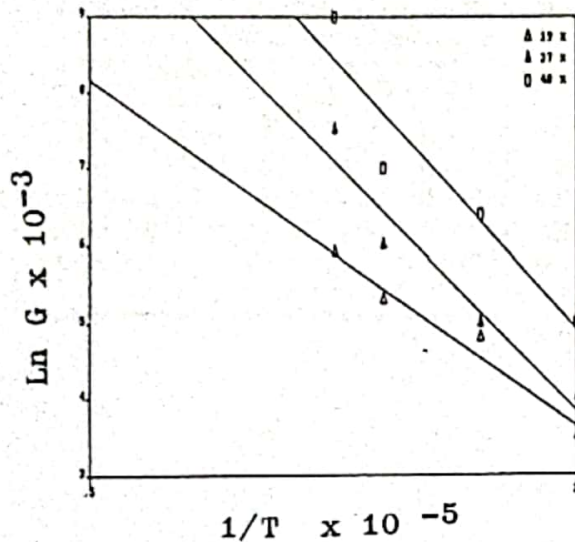
Suhu (°C)	Kecepatan pertumbuhan butir (G) (mm/menit)		
	TP 19 %	TP 37 %	TP 48 %
500	0	0	0
600	0	0	0
700	0	$7,0 \times 10^{-2}$	$8,5 \times 10^{-2}$
800	0	$7,5 \times 10^{-2}$	$9,0 \times 10^{-2}$
900	$1,16 \times 10^{-1}$	$2,1 \times 10^{-1}$	$3,5 \times 10^{-1}$



Gambar 2. Hubungan diameter butir Zirkaloy-4 dengan waktu pemanasan; (a) pada Tingkat Perolan 19 %, (b) pada Tingkat Perolan 37 %, (c) pada Tingkat Perolan 48 %.



Dari Tabel 2 terlihat bahwa makin besar suhu dan tingkat perolan, makin besar kecepatan pertumbuhan butir (G). Untuk melihat bentuk hubungan antara G dan suhu dan apakah hubungannya eksponensial seperti dikatakan Verhoeven dan Cotterill [3,4], maka data Tabel 2 ditampilkan dalam bentuk Gambar 3.



Gambar 3. Ln G versus 1/T pada berbagai TP

Berdasarkan harga-harga koefisien kurva Gambar 3 yang mendekati 1(satu), maka dapat dikatakan bahwa hubungan G eksponensial terhadap suhu. Hasil ini sesuai dengan teori yang diusulkan Verhoeven dan Cotterill [3,4] yang digambarkan dalam persamaan (2).

Menggunakan Gambar 2, maka apabila dibuat ekstrapolasi sehingga garis memotong sumbu t akan didapat perpotongan yaitu harga, waktu inkubasi. Gradien garis merupakan harga kecepatan pertumbuhan butir, sehingga

Tabel 3. Waktu inkubasi zirkaloy-4 pada berbagai suhu dan TP.

Suhu (°C)	Waktu inkubasi, z (menit)		
	TP 19 %	TP 37 %	TP 48 %
500	-	-	-
600	-	-	-
700	-	67,00	55,00
800	-	81,00	78,10
900	95,58	83,00	79,52

sebut pertumbuhan butir belum dimulai. Untuk berbagai TP awal terjadinya pertumbuhan butir berbeda-beda. Perbedaan ini diperlihatkan oleh perbedaan waktu inkubasi seperti terlihat pada Tabel 3.

Pada TP yang tinggi pertumbuhan butir terjadi lebih awal dibandingkan dengan TP yang lebih rendah. Hal ini tidak bertentangan dengan pendapat peneliti terdahulu (3,4,8,9,10) yang menyatakan bahwa terjadinya pertumbuhan butir adalah akhir dari peristiwa rekristalisasi dan gejala ini dipengaruhi oleh TP.

Perilaku pengintian pada berbagai TP dan berbagai suhu diperlihatkan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 diketahui, jika makin besar suhu dan TP, maka makin besar kecepatan pengintian namun harganya tidak sama pada setiap harga t (waktu), melainkan dengan kecepatan pertumbuhan butir (G) yang konstan pada setiap waktu (lihat Gambar 2). Pada t tertentu, hubungan N dengan T (suhu) pada berbagai TP diperlihatkan oleh Gambar 5.

Tingkat hubungan N dengan T digambarkan oleh harga-harga koefisien korelasi dari kurva-kurva Gambar 5 pada Tabel 4 berikut.

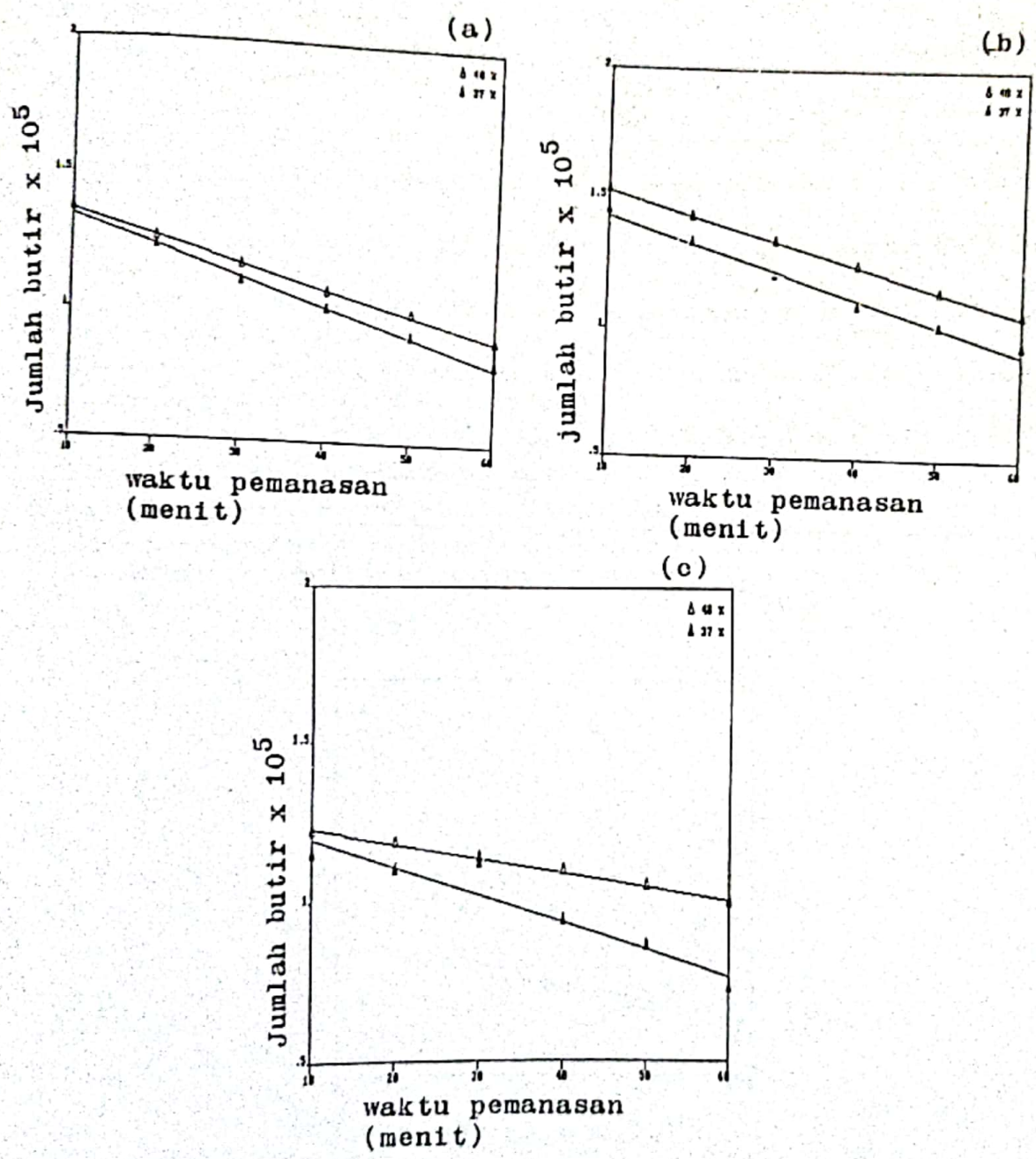
Tabel 4. Koefisien korelasi kurva gambar

r								
20 menit			40 menit			60 menit		
19	37	48	19	37	48	19	37	48
0,999	0,999	0,999	0,998	0,999	0,999	0,998	0,999	0,998

dapat kita lihat juga adanya harga kecepatan pertumbuhan butir, G nol. Harga G = 0 untuk TP 19% terjadi pada selang suhu 500 sampai dengan 800°C, untuk 37% dan 48% pada selang suhu 500 sampai dengan 600°C. Hal ini menggambarkan bahwa pada selang-selang suhu ter-

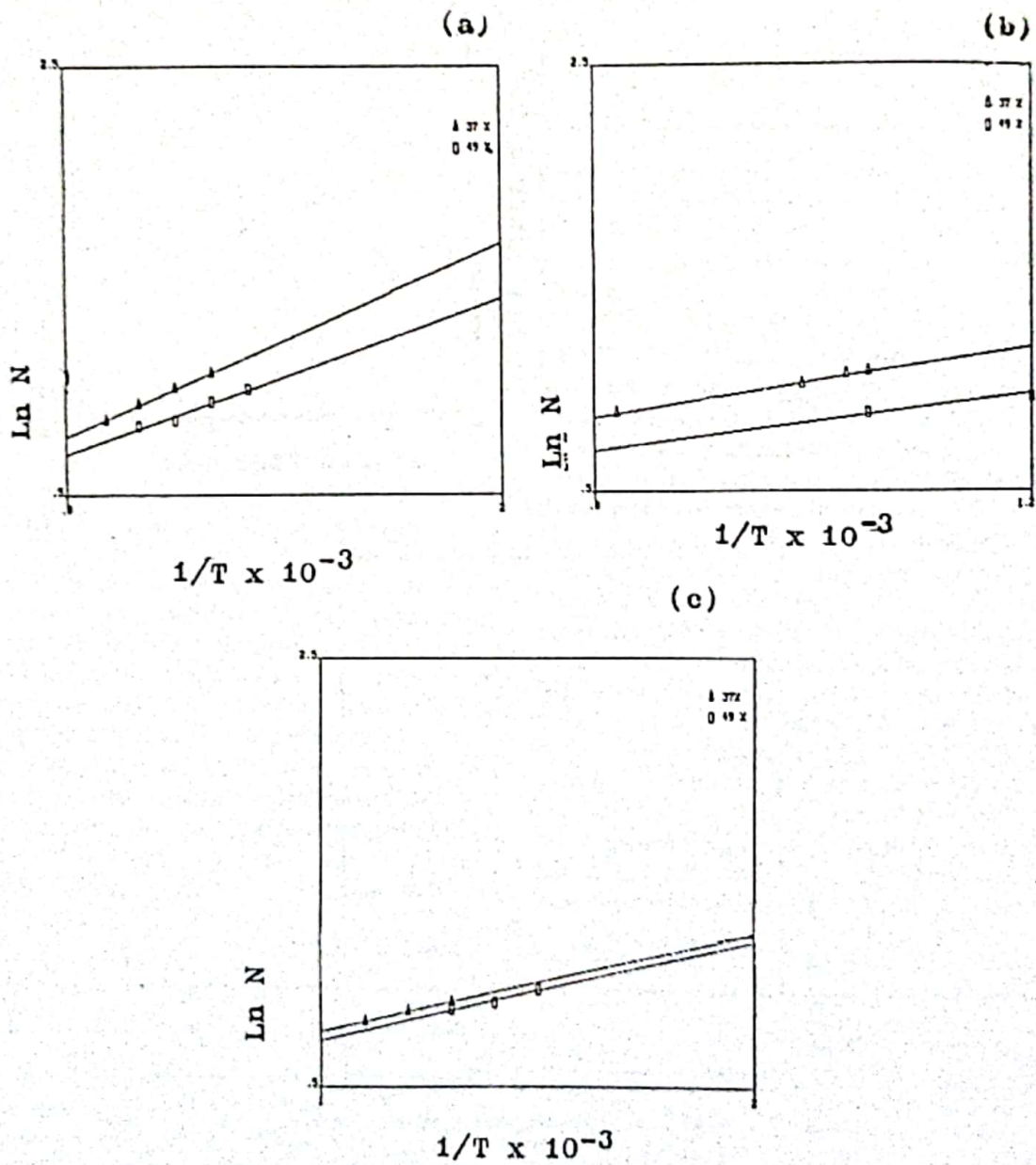
#### KESIMPULAN

1. Seperti logam pada umumnya, Zirkaloy-4 mempunyai kecepatan pengintian dan pertumbuhan butir yang eksponensial terhadap suhu. Makin tinggi suhu, makin besar kecepatan pengintian dan pertumbuhan butir.



Gambar 4. Hubungan antara jumlah butir per cm<sup>2</sup> dengan waktu pemanasan pada berbagai suhu dan TP. (a) pada suhu 600°C, (b) pada suhu 700°C, (c) pada suhu 800°C





Gambar 5.  $\ln N$  vs  $1/T$  pada berbagai  $T$  dan waktu; (a) pada waktu 20 menit, (b) pada waktu 40 menit, (c) pada waktu 60 menit.

2. Makin tinggi tingkat perolan, makin cepat terjadinya pertumbuhan butir.
3. Pada penelitian ini Zirkaloy-4 dengan tingkat perolan 19-48 % efektif dianil pada se-

lang suhu 700-900°C untuk memungkinkan pertumbuhan butir untuk memperoleh butir baru.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Anonymous, Technical Report Series No.221, IAEA, Vienna (1983).
2. Muhling, G., Specification, Fabrication and Characterization of Fuel, Project Schneller-Karlsruhe GmbH, Karlsruhe, Germany.
3. John D. Verhoeven, Fundamentals of Physical Metallurgy, John Wiley and Sons Pub., New York (1975).
4. Cotterill, P., Mould, P.R., Recrystallization and Grain growth in Metals, Surrey University Press, London (1976).
5. Fizzoti, C., Principle of Nuclear Fuel Production, Vol II, Fuel Cycle Department, ENEA, Roma (1984).
6. Benyamin M.Ma., Nuclear Reactor Materials and Applications, Van Nostrand Reinhold Company Inc., New York (1983).
7. Arief Basuki, Metalografi kuantitatif, Lokakarya Metalografi; Teknik dan Interpretasi, Lab. Logam, Departemen Mesin ITB, Bandung (1991).
8. Sirvarajan, Introduction to Structure and Metals, V.K. Pub., Bangalore, India (1980).
9. Douglas, D.L., The metallurgy of Zirconium, Atomic Energy Review, IAEA, Vienna (1971).
10. Sriati Djapri, Ilmu dan Teknologi Bahan, Erlangga, Jakarta (1983).
11. Rohim Suratman, Teknik-teknik penyiapan spesimen metalografi, Lokakarya Metalografi; Teknik dan Interpretasi, Lab. Logam, Departemen Mesin, ITB, Bandung (1991).