

## EFEK PARAMETER PROSES ANIL TERHADAP PERTUMBUHAN BUTIR, KEKERASAN DAN PRESIPITAT PADA INGOT ZIRCALOY-4 TERDEFORMASI

Eric Johneri, Muchlis Badruzzaman, Sigit, Widjaksana, R.A. Suryana.  
Pusat Elemen Bakar Nuklir

### ABSTRAK

EFEK PARAMETER PROSES ANIL TERHADAP PERTUMBUHAN BUTIR, KEKERASAN DAN PRESIPITAT PADA INGOT ZIRCALOY-4 TERDEFORMASI. Dalam rangka mempelajari sebagian fenomena yang mungkin terjadi selama proses pembuatan paduan logam zirkonium (*zircaloy*) melalui metoda peleburan, telah dilakukan percobaan *casting* terhadap bahan dasar dilanjutkan dengan perlakuan termomekanik pada ingot yang terjadi. Percobaan ini dimulai dengan melebur skrap *zircaloy-4* dalam tungku busur listrik (*arc furnace*), kemudian dilanjutkan dengan pengerolan ingot sampai mencapai reduksi 60 %. Pelat ingot terdeformasi ini dianil pada temperatur 740 - 930 °C selama 1 - 12 jam. Pengamatan struktur mikro dari proses anil pada temperatur 930 °C selama 1 - 9 jam menunjukkan tahapan pemulihan rekristalisasi dan pembesaran butir serta pembesaran presipitat. Perlakuan anil pada 930 °C selama 9 jam yang didinginkan beberapa waktu kemudian dilanjutkan dengan perlakuan panas pada 725 °C selama 30 menit diduga memberikan efek penghalusan dan homogenisasi presipitat. Tanpa melihat efek presipitat secara keseluruhan, pada temperatur 850 °C selama 7 - 12 jam tercapai kondisi tahapan pemulihan dan rekristalisasi, sedangkan pada temperatur 740 °C selama 7 - 12 jam hanya mencapai tahapan pemulihan saja.

### ABSTRACT

*EFFECTS OF ANNEALING PROCESS PARAMETERS ON GRAIN COARSENING, HARDNESS AND PRECIPITATE IN DEFORMED ZIRCALOY-4 INGOT.* In the study of several phenomenon in the manufacturing of zirconium metal alloy (*zircaloy*) by melting method, casting on base material with successive thermomechanical treatment on produced ingot has been performed. The experiment is commenced by melting of *zircaloy-4* scrap in arc furnace, then the produced ingot is rolled until 60 % reduction. The as rolled ingot (deformed ingot plate) is subjected to annealing at the the temperature of 740 to 930 °C for 1 to 12 hours. Microstructural observation on the annealed sample at 930 °C for 1 to 9 hours shows the stages of recovery, recrystallization grain growth and precipitate growth. The annealing process at temperature of 930 °C for 9 hours with successive cooling for a while followed by the heat treatment on temperature of 725 °C for 30 minutes is considered to give refining effect and precipitate homogenization. Ignoring precipitate effect as a whole. The condition of recovery and recrystallization stage was reached at temperature of 850 °C for 7 to 12 hours, whereas at temperature of 740 °C only that of recovery stage is observed.

### PENDAHULUAN

Dalam rangka menyongsong era kontribusi teknologi nuklir di bidang energi yang mungkin akan diwujudkan melalui pengoperasian Pusat Listrik Tenaga Nuklir (PLTN), maka pada saat ini telah mulai diantisipasi swasembada pembuatan bahan struktur reaktor daya demi keandalan dan kesinambungan pasokan produksi lokal elemen bakar nuklir melalui kegiatan penelitian dan pengembangan secara terpadu.

Salah satu bahan struktur yang bernilai strategis dan digunakan sebagai bahan kelongsong elemen bakar nuklir adalah paduan logam zirkonium (*zircaloy*). Bahan ini telah lama digunakan pada industri kimia karena memiliki ketahanan korosi yang sangat baik terhadap media asam dan basa kuat pada temperatur tinggi.

Dalam industri nuklir, *zircaloy* digunakan sebagai bahan struktur, khususnya pada elemen bakar reaktor daya. Hal ini disebabkan *zircaloy* mempunyai sifat trans paransi yang besar terhadap neutron termal serta ketahanan mekanik dan korosi pada temperatur tinggi. Dengan demikian *Know How* dan *Know Why* bagi desain dan pabrikasi komponen bahan struktur merupakan teknologi kunci bagi konstruksi dan operasi suatu reaktor daya yang menggunakan air ringan sebagai pendingin serta uranium oksida sebagai bahan bakar<sup>1</sup>.

Melalui penelitian ini akan dicoba suatu usaha untuk mengenal secara global beberapa aspek teknis dan fenomena terkait selama proses peleburan serta sebagian pengerjaan termomekanik yang mungkin terjadi pada pembuatan *zircaloy* baik dalam memperoleh produk antara maupun produk akhir.

Pada makalah ini akan diuraikan tentang pembahasan awal mengenai pengaruh temperatur dan waktu anil terhadap struktur mikro pada pelat paduan logam yang dibuat dari ingot hasil peleburan skrap *zircaloy-4*. Tinjauan masalah akan dititik beratkan pada ukuran dan morfologi butir, fasa yang mungkin terjadi serta besaran lain yang dianggap perlu bagi interpretasi data hasil percobaan.

Diharapkan melalui hasil penelitian ini akan diperoleh suatu asupan untuk memahami sebagian aspek teknis maupun teoritis yang akan dijadikan dasar bagi penelaahan proses pembuatan *zircaloy* kelak.

## TEORI

Dalam rangka menunjang perkembangan elemen bakar nuklir bagi keperluan reaktor daya yang meng-gunakan air ringan sebagai pendingin, sampai saat ini penelitian bahan struktur banyak difokuskan terhadap teknologi *zircaloy-2* dan *zircaloy-4*<sup>2</sup>.

Sebagai salah satu contoh dapat dikemukakan bahwa mekanisme korosi dan 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<sup>2</sup>. Di sisi lain telah diketahui orang bahwa sifat yang terakhir ini tergantung pada parameter proses selama paduan logam tersebut dibuat. Di dalam industri pembuatan *zircaloy* umumnya dimulai dari peleburan zirkonium beserta unsur penambah, kemudian dilanjutkan dengan variasi pengerjaan mekanik dan panas.

Pengenalan fenomena di atas secara sistematika dan mendalam tak terlepas pula dari aspek termodinamika dan kinetika unsur penambah seperti batas kelarutan, struktur dan stoikhiometri presipitat yang terbentuk serta pengintian dan pertumbuhan presipitat itu sendiri.

Berikut ini secara singkat dibicarakan tentang beberapa fenomena yang terjadi pada sebagian tahapan proses pembuatan *zircaloy* setelah mengalami pengerjaan termomekanik.

### Batas kelarutan unsur, fasa dan presipitat

Jumlah terbanyak unsur penambah didalam *zircaloy* adalah Sn kemudian diikuti oleh Fe dan

Cr untuk *zircaloy-4* dan Fe, Cr, Ni untuk *zircaloy-2*<sup>2</sup>.

Pada Gambar 1 diperlihatkan kelarutan Fe dan Cr dalam matriks zirkonium yang mengandung 1,4% Sn dan 0,1% oksigen. Komposisi *zircaloy* ini dibuat melalui peleburan dengan menambahkan unsur Fe dan Cr antara 80 - 3000 ppm dimana perbandingan Fe/Cr adalah 2:1. Pelat *zircaloy* yang dibuat dengan cara diatas kemudian dikenai perlakuan panas dan dianalisis<sup>3</sup>.

Dari diagram hasil percobaan dapat diungkapkan bahwa pada daerah kandungan (Fe + Cr) sekitar 80 ppm tak ada presipitat yang teramati, namun pada daerah konsentrasi  $\geq 400$  ppm presipitat mulai timbul dibawah temperatur 840 °C.

Pada publikasi lain ditemukan bahwa batas kelarutan Fe dan Cr dalam matrik zirkonium yang mengandung Sn dan oksigen adalah sekitar 100 ppm, sedangkan tiga fasa secara simultan ( $\alpha + \beta +$  presipitat) ditemukan pada daerah temperatur antara 800 - 840 °C<sup>2</sup>.

### Pengintian dan pertumbuhan presipitat

Kinetika transformasi fasa, pengintian dan pembesaran presipitat intermetalik pada *zircaloy* merupakan peristiwa penting. Komposisi fasa ini adalah fungsi dari temperatur dan waktu sebagaimana terlihat pada diagram transformasi isothermal untuk *zircaloy-2* dan *zircaloy-4* menurut Ostberg (Gambar 2)<sup>2</sup>.

Pengerjaan panas bagi kedua paduan logam (*zircaloy-2* dan *zircaloy-4*) pada daerah  $\beta$  atau daerah ( $\alpha + \beta$ ) dapat menyebabkan pelarutan fasa inter-metalik<sup>2,4</sup>.

Terlihat jelas bahwa batas fasa berubah sesuai dengan waktu anil, di mana Gambar 2 memperlihatkan awal pembentukan presipitat pada daerah  $\beta$  dan ( $\alpha + \beta$ ). Namun kapan gejala pembentukan presipitat berakhir tidaklah cukup dengan menggunakan data hanya dari diagram transformasi isothermal.

Dalam rangka menunjang hal ini, kinetika proses pertumbuhan presipitat dalam *zircaloy-2* dan *zircaloy-4* telah dipelajari oleh Johnson - Mehl - Avrami yang diungkapkan sebagai berikut<sup>5,6</sup>:

$$W(t) = 1 - \exp(-t/\tau)^n \quad (1)$$

dengan :

$$\tau = k \cdot \exp(-Q/RT).$$

W(t) = bagian yang terpresipitasi pada waktu t.  
n = eksponen numerik yang menggambarkan informasi tentang mekanisme presipitasi  
k = konstanta  
Q = energi pengaktifan  
T = temperatur absolut

Dengan mengambil harga Q = -925 kJ/mol, n=2 dan k = 2,67 x 10<sup>-6</sup> j<sup>7</sup>, persamaan (1) memberikan pendekatan yang cukup memuaskan dengan data pada Gambar 2. Persamaan ini dapat digunakan untuk menaksir derajat presipitasi pada temperatur dan waktu tertentu.

Selanjutnya fenomena lain yang sering ditemui dalam *zircaloy* seiring dengan *grain coarsening* adalah pembesaran presipitat. Mekanisme fenomena ini diungkapkan oleh Ostwald melalui persamaan<sup>7</sup>:

$$d^3 - d_0^3 = k'(D/T).t = k'(D_0/T).t. \exp(-Q/RT) \quad (2)$$

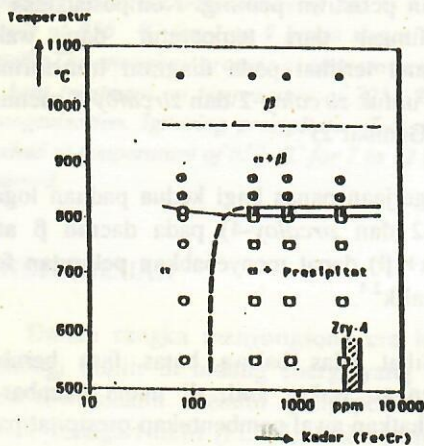
dengan :

do, d = ukuran partikel presipitat pada waktu to dan t

D = konstanta difusi

Do = faktor preeksponensial konstanta difusi

k' = konstanta



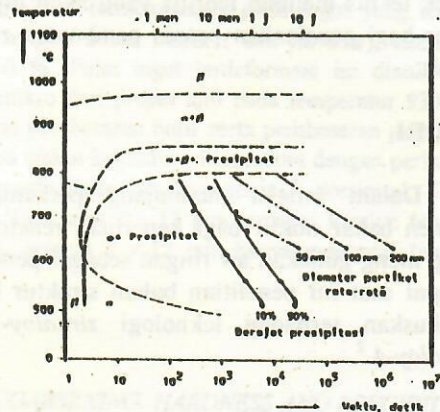
Simbol	Identifikasi fase	Perlakuan panas
○	β	Proses anil (1 menit) + pendinginan kejut dengan air
○	α + β	Proses anil (4 jam) + pendinginan kejut dengan air
○	α + β + Presipitat	Proses anil (1030 °C/1 menit) + pendinginan kejut dengan air
○	α + β + Presipitat	Proses anil (100 jam)

Gambar 1. Diagram fasa sistem Zr 1,4 % Sn 0,1 % O - (Fe+Cr)

Dengan memasukkan harga besaran fisis diatas kiranya persamaan (2) dapat digunakan untuk mengestimasi ukuran geometris presipitat pada kondisi tertentu.

Sebagai contoh untuk memperoleh garis yang memiliki ukuran presipitat yang sama dengan diameter rata-rata sebesar 50, 100 dan 200 nm dilakukan perhitungan dengan menggunakan harga :

$$Q = 250 \text{ kJ/mol dan } k'D = 3,34.10^9 \mu\text{m}^3/\text{j.}$$



Gambar 2. Diagram transformasi isothermal *Zircaloy-2* menurut G. Ostberg. Presipitasi dan pembesaran partikel intermetalik dalam kisaran fasa-α pada *zircaloy-2* dan 4

## BAHAN DAN METODA

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini adalah skrap *zircaloy-4*. Bahan tersebut dilebur dengan menggunakan *Arc-Furnace*. Ingot hasil peleburan dipotong-potong dan dideformasi melalui proses pengerolan yang sebelumnya dipanaskan pada temperatur 800 °C selama 30 menit. Deformasi dilakukan sampai tingkat reduksi mencapai 60 % dari ketebalan awal.

Pelat yang terdeformasi 60 % dianil di dalam tungku yang dialiri gas argon pada temperatur 930 °C dengan waktu anil 1 - 9 jam. Proses anil berikutnya dilakukan pada temperatur 850 °C dan 740 °C dengan waktu anil masing-masing 7 - 12 jam. Khusus untuk bahan yang dianil pada 930 °C selama 9 jam, setelah proses anil selesai, kemudian didinginkan dan dipanaskan lagi pada temperatur 725 °C selama 30 menit.

Setelah proses anil selesai, pelat didinginkan sampai temperatur kamar. Selama pendinginan berlangsung, pelat tetap berada didalam tungku yang teraliri gas argon.

Pelat yang telah dianil kemudian dilakukan pengujian secara metalografi dengan menggunakan bahan etsa untuk Zry-4, selanjutnya dilihat struktur mikronya menggunakan mikroskop optik. Setelah diperoleh Gambar struktur mikronya, kemudian dilakukan penghitungan butir, ukuran presipitat dan uji kekerasan.

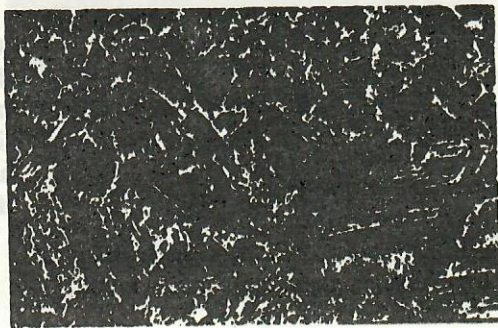
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Proses Anil pada 930 °C.

Pada Gambar 3a, b, c dan d disajikan hasil foto mikrostruktur ingot zirkaloy-4 yang telah terdeformasi 60 % dan dianil pada 930 °C selama 3, 5, 7 dan 9 jam. Terlihat jelas perubahan morfologi dan ukuran butir dengan bertambahnya waktu anil.

Dari data pengukuran kekerasan, ukuran dan morfologi butir sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 3a-d dan 4 dapat diperkirakan bahwa secara garis besar fenomena yang terjadi berturut-turut adalah pemulihan (*recovery*), rekristalisasi (*recrystallization*) dan pembesaran butir (*grain coarsening*), yang masing-masing ditandai dengan daerah I, II, dan III<sup>[4]</sup> dimana bentuk kurva secara global analog dengan hasil percobaan rekristalisasi Zry-4 melalui pengukuran tahanan jenis listrik<sup>7</sup>.

Berdasarkan pembagian ini dapat digambarkan bahwa proses anil selama 1-4 jam diperkirakan berada pada daerah I, selama 4 - 7 jam berada pada daerah II, dimana setelah 5 jam derajat rekristalisasi masih relatif rendah, sedangkan setelah 7 jam rekristalisasi sudah mendekati sempurna<sup>8</sup>.



a



b

Pada waktu proses anil melebihi 7 jam diduga rekristalisasi secara penuh sudah hampir tercapai, kemudian dilanjutkan dengan pembesaran butir sebagaimana terlihat pada Gambar 4, yaitu setelah proses anil di atas 7 jam yang ditunjukkan oleh kenaikan ukuran butir pada tahap III.

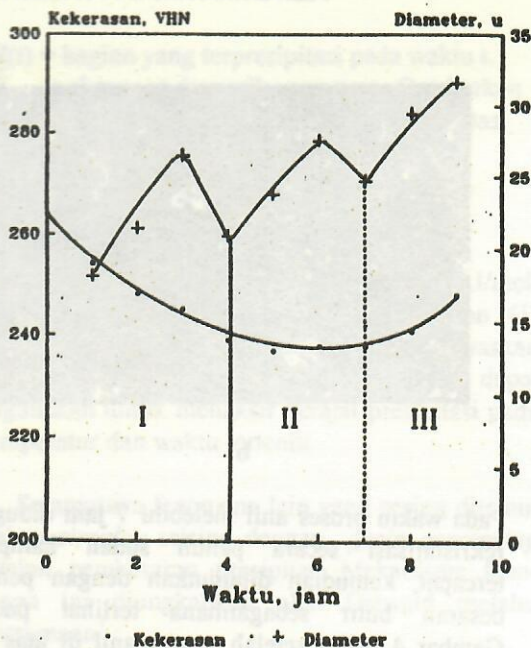


c



d

Gambar 3. Struktur mikro zirkaloy-4 yang dianil pada temperatur 930 °C, waktu anil : a. 3 jam; b. 5 jam; c. 7 jam; d. 9 jam. pembesaran 100 x.

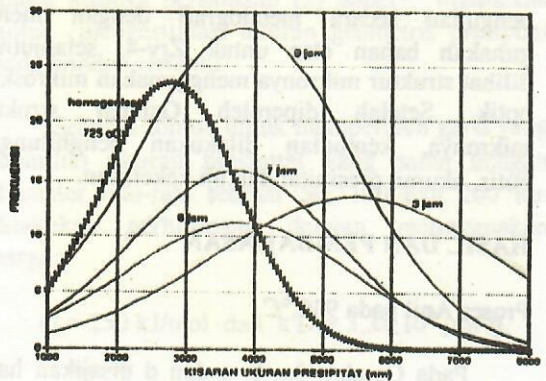


Gambar 4. Hubungan antara waktu dengan kekerasan dan diameter butir pada temperatur anil 930 °C.

Berdasarkan perhitungan dengan menggunakan persamaan (1) dapat dilihat bahwa proses presipitasi setelah waktu penganilan selama 1 jam telah cukup sempurna, bahkan kemungkinan sudah dimulai dengan pembesaran ukuran presipitat itu sendiri. Namun kondisi presipitat itu diduga dalam keadaan kurang stabil karena mungkin selalu dihaluskan oleh gerakan dislokasi<sup>9</sup> sebagaimana ditunjukkan oleh penurunan kekerasan pada interval waktu 1 - 4 jam.

Pada tahap kenaikan butir berikutnya (antara 4 - 7 jam) keadaan diameter presipitat sedemikian hingga mengakibatkan perubahan kekerasan yang tidak berarti dan setelah 7 jam terjadi kenaikan kekerasan yang mungkin disebabkan oleh pembesaran presipitat bersamaan dengan pembesaran butir secara simultan<sup>9</sup> di mana pada kondisi terakhir ini pertumbuhan presipitat (*precipitate coarsening*) kemungkinan kurang mengalami hambatan. Guna memperoleh gambaran variasi dan distribusi ukuran presipitat secara kuantitatif selama proses anil berlangsung dapat dilihat pada Gambar 5. Dengan memperhatikan kurva distribusi-frekuensi tersebut terlihat jelas perubahan homogenitas dari ukuran presipitat untuk masing-masing tahapan proses anil.

Pada umumnya presipitat adalah senyawa intermetalik  $Zr(Fe,Cr)_2$ <sup>2,4</sup> dan biasanya tersegregasi pada batas butir dengan distribusi homogenitas yang tergantung pada laju pendinginan.



Gambar 5. Kurva distribusi ukuran presipitat hasil proses anil pada temperatur 930 °C

#### Proses anil pada 850 °C

Proses anil pada 850°C selama 7 - 12 jam memberikan sebagian mikrostruktur seperti terlihat pada Gambar 6a, b, c, dan d, sedangkan korelasi kekerasan dan diameter butir terhadap waktu anil ditampilkan pada Gambar 7.

Dari pengamatan morfologi butir dapat diketahui bahwa selama periode sampai 10 jam, dapat dikategorikan berada pada daerah tahap I, sedangkan tahap II meliputi waktu anil 11 dan 12 jam di mana rekristalisasi baru tercapai secara parsial.

Tanpa melihat efek presipitat secara keseluruhan pada waktu anil 8 - 12 jam terlihat bahwa penurunan ukuran butir dapat mengakibatkan kenaikan kekerasan, sebaliknya kenaikan ukuran butir dapat mengakibatkan penurunan kekerasan sebagaimana ditunjukkan oleh korelasi pada Gambar 7.

Namun apabila perubahan variasi kekerasan diperhatikan, maka pada saat waktu anil lebih besar dari 12 jam diperkirakan akan terjadi penurunan dan kenaikan kekerasan sedemikian hingga bentuk kurva pada Gambar 4 akan terulang kembali sesuai dengan pola umum efek termomekanik pada *zircaloy*<sup>4</sup>.

#### Proses Anil pada 740 °C

Struktur mikro hasil proses anil pada 740 °C selama 9 - 12 jam dapat terlihat pada Gambar 8a, b, c dan d, sedangkan hubungan kekerasan dan ukuran butir dengan waktu anil dapat dilihat pada Gambar 9.



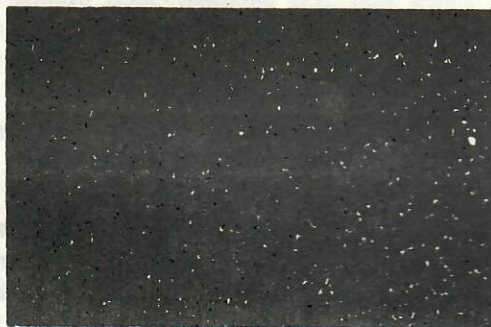
a



b

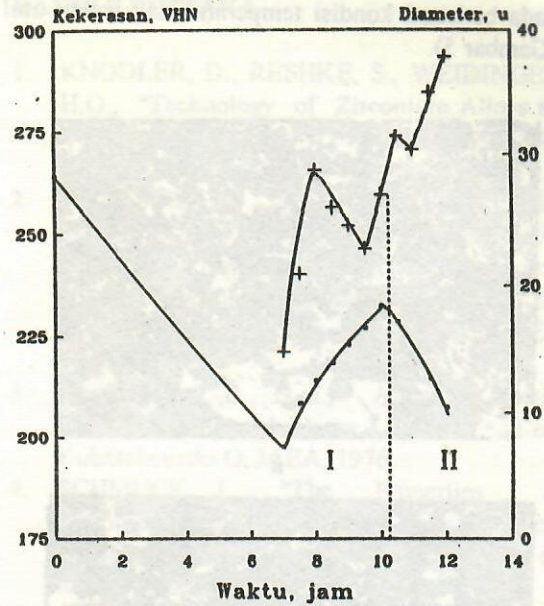


c



d

Gambar 6. Struktur mikro *zircaloy-4* yang dianil pada temperatur 850°C, waktu anil : a. 9 jam; b. 10 jam; c. 11 jam; d. 12 jam. perbesaran 100 x.



Gambar 7. Hubungan antara waktu dengan kekerasan dan diameter butir pada temperatur anil 850 °C

Dengan memperhatikan variasi tingkat kekerasan dan morfologi mikrostruktur, maka dapat diduga bahwa kondisi ini berada pada tahap I, sedangkan kondisi pada tahap berikutnya belum tercapai atau pembentukan struktur yang ada hanya mencapai tahap *recovery*.

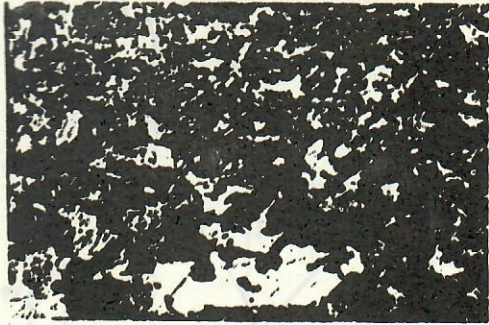
Proses Anil pada 930 °C dan dilanjutkan pada 725 °C setelah pendinginan.

Perlakuan anil pada temperatur 930 °C selama 9 jam yang kemudian didinginkan, dan dilanjutkan lagi dengan pemanasan pada 725 °C selama 30 menit, menghasilkan struktur mikro yang dapat dilihat pada Gambar 10 serta memberikan data pengukuran diameter butir rata-rata 46  $\mu\text{m}$  dan tingkat kekerasan 242 VHN. Harga kekerasan ini berada di antara daerah terdeformasi dan kondisi terekristalisasi sempurna untuk standar *zircaloy-4* yang dideformasi 75 % dan dianil pada temperatur 500 °C selama 2 jam<sup>10</sup>.

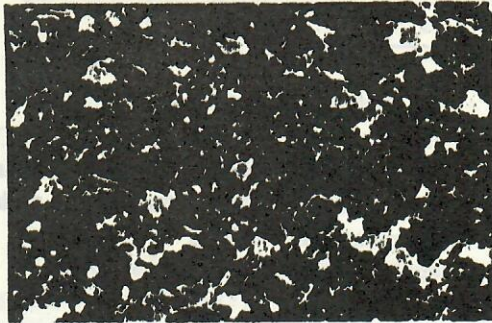
Selain itu apabila struktur mikro pada Gambar 10 dan Gambar 3d dibandingkan terutama pada fasa yang terlokasi pada batas butir, ternyata proses anil pada 725 °C selama 30 menit dapat menyebabkan penghalusan dan homogenisasi presipitat.

Untuk memperjelas ungkapan terakhir ini dapat dilihat kurva distribusi ukuran presipitat

pada berbagai kondisi temperatur dan waktu anil (Gambar 5).



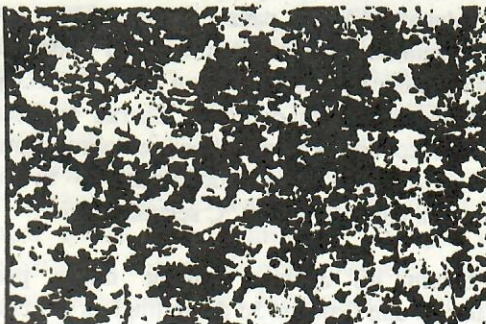
a



b

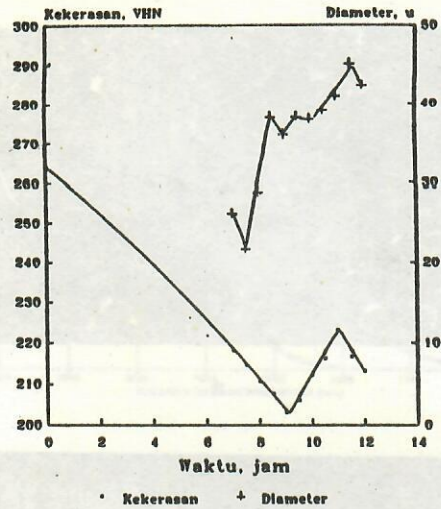


c



d

Gambar 8. Struktur mikro *zircaloy-4* yang dianil pada temperatur 740 °C, waktu anil : a. 9 jam; b. 10 jam; c. 11 jam; d. 12 jam. perbesaran 100 x.



Gambar 9. Hubungan antara waktu dengan kekerasan dan diameter butir pada temperatur anil 740 °C



Gambar 10. Struktur mikro *zircaloy-4* yang dianil pada temperatur 930 °C dan dilanjutkan pada 725 °C setelah pendinginan, perbesaran 50 x.

## SIMPULAN/SARAN

Dari penelitian ini dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Perlakuan terhadap ingot paduan logam zirkonium yang berasal dari peleburan skrap *zircaloy-4* setelah dideformasi 60%, kemudian dianil dengan variasi temperatur 740-930 °C dan waktu anil 1 - 12 jam memberikan hasil sebagai berikut :
  - pada temperatur 930 °C selama 1 - 9 jam terjadi tiga tahap proses mulai dari pemulihan, rekristalisasi dan pembesaran butir

- pada temperatur 850 °C selama 7 - 12 jam hanya terjadi dua tahap proses yaitu pemulihan dan rekristalisasi
  - pada temperatur 740 °C selama 7 - 12 jam hanya terjadi proses pemulihan.
2. Perlakuan anil pada  $T = 930$  °C selama 9 jam kemudian dianil kembali pada 725 °C selama 30 menit dapat menyebabkan penghalusan dan homogenisasi presipitat.
  3. Ditinjau dari aspek teknologi, di dalam pustaka 1 dan 2 telah dikemukakan bahwa karakteristik unjuk kerja *zircaloy* pada berbagai bidang tergantung pada parameter proses teknologi pembuatannya. Melalui perlakuan proses peleburan dan termomekanik terhadap skrap *zircaloy* dalam penelitian ini terdapat beberapa proses penting yang analog dengan alur proses pembuatannya. Pada saat ini jenis *zircaloy* yang biasa di-pergunakan bagi keperluan elemen bakar nuklir dikembangkan cenderung ke arah yang memiliki butir lebih halus dan dalam keadaan terekristalisasi secara parsial<sup>11</sup>. Sementara itu dalam penelitian ini, ada beberapa faktor yang harus diperhatikan sehubungan dengan teknologi pembuatan *zircaloy* melalui metoda peleburan yaitu : derajat deformasi, temperatur dan waktu anil. Dengan mengatur ketiga parameter proses di atas, maka karakteristik struktur mikro *zircaloy* yang diinginkan dapat dibuat sesuai dengan kebutuhan. Dari data dan interpretasi penelitian ini harga derajat rekristalisasi yang diinginkan dapat diatur melalui pengerjaan termomekanik yang melibatkan ketiga parameter proses di atas.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Saudara Isfandi, Martoyo, Asep Sirnagan, Hadijaya BSc., Sardjono B.E. dan semua pihak yang telah membantu penelitian hingga penulisan laporan.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. KNODLER, D., RESHKE, S., WEIDINGER, H.G., "Technology of Zirconium Alloys for Cladding Tubes of Water Cooled Fuel Assemblies", *Kerntechnik*, 50, no. 4, 1987.
2. MAUSSNER, G., ORTLIEB, E., WEIDINGER, H.G., "Basic properties of Zirconium Alloys with Respect to Mechanical and Corrosion Behaviour, Materials for Nuclear Reactor Core Application, BNES, London, 1987
3. ALCOCK, C.,B., et.al., *Atomic Energy Review, Special Issue, No. 6*, ed. Kubaschewski O, IAEA, 1976.
4. SCHMUCK, J., "The Properties of Zirconium and its Alloys for Chemical Engineering Applications, CEZUS, Centre de Recherches, Uginge, France.
5. JOHNSON, W.A., MEHL, R.R., *Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng.*, Vol. 125, p. 416.
6. AVRAMI, M.J., *Chem. Phys.*, Vol. 7, 1939, p. 1103.
7. MAUSSNER, G., STEINBERG. E., TENKOFF, E., *ASTM-7th Int. Conf., on Zirconium in the Nuclear Industry*, 24-27 June, 1985, Strasbourg, France.
8. MUCHLIS, B., HARINI, S., HARI, W., "Grain Coarsening Study of Fully Recrystallized *Zircaloy-4*", First Report of IAEA-RC No. INS 17 328/6024 RB, 1991.
9. DIETER, G.E., DJAPRI, S., "Metalurgi Mekanik", jilid 1, edisi ke-3, Penerbit Erlangga, Jakarta, 1987.
10. PAN, D., "Influence of Annealing Temperature on Grain Size of *zircaloy-4*-Tube", IAEA Research Contract No. 6022/RB., 1991.
11. STRATTON, R.W., "Grain Size Determination in Zirconium Alloys", IAEA-IWGFPT Coordinated Research Programme, Notes on a Meeting at Siemens, Erlangen, 4-6 July, 1990.