

KEKERASAN DAN TAHANAN LISTRIK ZIRCALOY-2 SETELAH DIANIL PADA SUHU 650 DAN 750 °C

Harini Sosiati
Pusat Elemen Bakar Nuklir

ABSTRAK

KEKERASAN DAN TAHANAN LISTRIK ZIRCALOY-2 SETELAH DIANIL PADA SUHU 650 DAN 750 °C. Uji kekerasan dan tahanan listrik telah dilakukan pada zircaloy-2 yang mempunyai komposisi Zr - 1,6% berat Sn; - 0,2% berat Fe; - 0,1% berat Cr; - 0,05% berat Ni setelah perlakuan panas. Tujuan pengujian ini adalah untuk mempelajari pengaruh temperatur dan waktu anil terhadap kekerasan dan tahanan listrik serta korelasinya dengan perubahan mikrostruktur. Selain itu juga membandingkan kekerasan dari cuplikan yang terdeformasi dan yang tidak terdeformasi. Zircaloy-2 dianil di daerah fasa β pada suhu 1050°C dengan waktu anil yang berlainan, kemudian didinginkan dengan cepat di dalam air. Cuplikan yang telah didinginkan cepat dari fasa β selanjutnya di anil di daerah fasa α pada suhu 650 dan 750 °C dan didinginkan cepat di dalam air. Beberapa cuplikan di rol dingin dengan reduksi area sebesar 60% sebelum di anil di daerah fasa β . Pengaruh naiknya temperatur anil terhadap kekerasan lebih berperan dibandingkan dengan pengaruh pertambahan waktu anil. Pada penelitian ini, zircaloy-2 yang terdeformasi mempunyai kekerasan yang memenuhi persyaratan zircaloy berderajat nuklir. Setelah terjadinya presipitasi sempurna, kurva tahanan listrik mencapai titik minimum dan mengalami kenaikan selama pertumbuhan presipitat.

ABSTRACT

HARDNESS AND ELECTRICAL RESISTIVITY OF HEAT TREATED ZIRCALOY-2 AT 650 AND 750 °C. Measurements of hardness and electrical resistivity were performed on the heat treated zircaloy-2 having composition of Zr - 1.6wt% Sn; - 0.2wt% Fe; - 0.1wt% Cr; - 0.05wt% Ni. Their purposes are to understand the corresponding effect of annealing time and temperature on the hardness and electrical resistivity associated with changes in microstructures, and to compare the hardness of deformed and undeformed specimens. Zircaloy-2 was annealed in the β -phase region at 1050 °C for various durations, followed by water quenching. The β -quenched specimens were then annealed isothermally in the α -phase field at 650 and 750 °C, followed by water quenching. By the same way, some specimens were cold rolled with 60% reduction area before β -quenching. The effect of an increased annealing temperature on the hardness was more pronounced than that of increased annealing time. Hardness of deformed zircaloy-2 produced in this experiment was in the range of hardness of nuclear grade zircaloy. The curve of electrical resistivity reached a minimum value after complete precipitation, then it went up during growth of precipitates.

PENDAHULUAN

Kekerasan dan tahanan listrik suatu logam ataupun logam paduan merupakan salah satu faktor penting dalam perancangan bahan yang akan digunakan untuk memenuhi kebutuhan yang spesifik. Perubahan sifat-sifat tersebut sangat dipengaruhi oleh kondisi proses fabrikasi pada proses pembuatan bahan. Perubahan kondisi perlakuan panas ataupun pengerjaan panas dan dingin pada umumnya memberikan perubahan harga kekerasan dan tahanan listrik. Zircaloy-2 sebagai kelongsong bahan bakar dan bahan struktur pada reaktor daya harus mempunyai sifat kekerasan dan ketahanan listrik optimum sesuai dengan syarat material berderajat nuklir.

Kekerasan zircaloy dapat ditingkatkan dengan pendinginan cepat dari fasa β atau deformasi¹. Ketahanan listrik dapat disebabkan oleh pancaran gelombang elektron dari susunan kisi yang tidak

beraturan yang berupa cacat kisi seperti kekosongan, ion interstisi, dislokasi, salah tumpuk, dan batas butir. Cacat-cacat tersebut terjadi diantaranya akibat dari perubahan fase, perlakuan panas, dan deformasi².

Pada umumnya untuk menghomogenkan larutan padat pada fasa β , zircaloy dipanaskan pada suhu antara 950 sampai dengan 1050 °C kemudian didinginkan pada suhu kamar dengan berbagai media pendingin³. Apabila zircaloy dipanaskan kembali pada suhu di daerah fasa α , maka kekerasannya akan mengalami penurunan sesuai dengan penambahan waktu anil. Sifat tahanan listriknya akan mengalami fluktuasi.

Tujuan dari penelitian ini adalah¹ untuk mempelajari pengaruh kondisi anil terhadap perubahan sifat kekerasan dan sifat tahanan listrik, dan¹ untuk membandingkan sifat kekerasan bahan yang terdeformasi (dirol dingin)

dan bahan yang tidak terdeformasi (tanpa perolan)². Di samping itu dampak perubahan mikrostrukturnya juga dibandingkan.

PROSEDUR PENELITIAN

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah *zircaloy-2* hasil tempa yang berbentuk batang pejal dengan komposisi : Zr - 1,6% berat; Sn - 0,2% berat; Fe - 0,1% berat; Cr - 0,05% berat Ni. Bahan dipotong menjadi balok-balok kecil berukuran (4 x 14 x 3) mm³. Masing-masing cuplikan divakumkan di dalam tabung kwarsa dengan tekanan $1,33 \times 10^{-4}$ Pa, kemudian dianil di daerah fasa β pada suhu 1050 °C selama 15 menit dan didinginkan cepat dengan pemecahan tabung kwarsa di dalam air. Kecepatan pendinginan dari fasa β adalah sekitar 400 °C/detik. Selanjutnya cuplikan dianil di daerah fasa α pada suhu 650 dan 750 °C dengan waktu anil yang berlainan dan didinginkan di dalam air tanpa pemecahan tabung kwarsa. Beberapa cuplikan di rol dingin dengan reduksi area sebesar 60% sebelum dianil di daerah fasa β , untuk mempelajari lebih jelas dampak proses anil terhadap sifat kekerasan. Kondisi perlakuan panas pada masing-masing cuplikan ditunjukkan pada Tabel 1

Mikrostruktur diamati dengan mikroskop elektron transmisi (JEM-200 EX). Preparasi cuplikan untuk elektron mikroskop dilakukan dengan menggunakan *twin-jet electropolisher* dengan larutan elektrolit yang terdiri dari 90% metanol (99,8%) dan 10% HClO₄ (60%).

Kekerasan diukur pada semua cuplikan baik yang terdeformasi maupun yang tidak terdeformasi dengan metode Vicker's yang menggunakan beban sebesar 200 g. Tahanan listrik hanya diukur pada cuplikan yang tidak terdeformasi dengan menggunakan satu rangkaian yang diset dengan voltmeter dan ampermeter. Tahanan listrik (ρ) dihitung dengan persamaan , dengan ρ (Ω mm) adalah tahanan listrik, l (mm) adalah jarak antara dua titik pada daerah pengukuran tegangan V (Volt), dan A (mm²) adalah luas penampang yang tegak lurus pada arah pengukuran arus I (Amper).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kekerasan

Gambar 1 menunjukkan perubahan sifat kekerasan selama penganilan pada cuplikan yang tidak terdeformasi. Gambar 1 memperlihatkan bahwa kenaikan temperatur dan penambahan

waktu anil mengakibatkan penurunan harga kekerasan, tetapi kenaikan temperatur menunjukkan perubahan kekerasan yang lebih jelas dibandingkan dengan penambahan waktu anil. Dari korelasi tersebut terlihat bahwa cuplikan yang dianil pada suhu 650 °C selama 0,5 jam mempunyai harga kekerasan paling tinggi. Secara mikrostruktur hal ini dapat diinterpretasikan , bahwa presipitat yang terbentuk pada cuplikan tersebut berukuran kecil dan sebagian besar terdistribusi di batas butir dengan jarak antar partikel relatif kecil. Akibatnya, pergerakan atom-atom dan dislokasi yang tersusun di batas butir akan terhalang, sehingga penurunan kekerasanpun cenderung akan terhambat.

Penurunan kekerasan baik pada suhu 650 °C maupun 750 °C disebabkan oleh pertumbuhan butir dan presipitat, tetapi selama rekristalisasi dislokasi-dislokasi yang terbentuk akibat pendinginan cepat juga membentuk sub-sub butir baru yang cenderung akan menaikkan kekerasan. Efek tersebut juga tampak pada cuplikan B15-750/48H, yang ditandai dengan naiknya kurva kekerasan pada waktu-anil 48 jam. Selanjutnya, setelah cuplikan dipanaskan selama 120 jam tentunya sub-sub butir yang terbentuk sudah bertambah besar dan mengakibatkan penurunan harga kekerasan. Ditinjau dari segi pertumbuhan presipitat, hal ini dapat dijelaskan menurut prinsip pengintian dan pertumbuhan presipitat dari *Ostwald ripening*. Presipitat yang berukuran lebih besar dari ukuran kritis akan bertambah besar, sedangkan presipitat yang berukuran lebih kecil dari pada ukuran kritis akan menjadi lebih kecil dan bahkan beberapa saat kemudian akan menghilang⁴.

Gambar 2 menunjukkan perubahan sifat kekerasan selama penganilan pada cuplikan yang terdeformasi dan yang tidak terdeformasi yang dianil pada suhu 750 °C. Terbentuknya dislokasi selama pengerjaan dingin (rol dingin) mengakibatkan cuplikan yang terdeformasi mempunyai kekerasan jauh lebih tinggi dibandingkan dengan cuplikan yang tidak terdeformasi. Perubahan kurva kekerasan pada cuplikan yang terdeformasi tampaknya merefleksikan proses anil yang meliputi 2 tahap, yaitu tahap I dan tahap II. Turunnya kurva kekerasan pada tahap I diasumsikan akan mengikuti proses *recovery*, rekristalisasi, dan pertumbuhan butir, sedangkan kenaikan kekerasan pada tahap II mengikuti tahap II dari pertumbuhan presipitat yang diawali dari waktu-anil 5 jam. Pengamatan mikrostruktur, waktu-anil 48 dan 120 jam

menunjukkan adanya presipitat kecil yang terdistribusi pada butir. Akibat lamanya waktu anil, presipitat yang berukuran besar cenderung bergerak ke arah batas butir dan terdistribusi di batas butir bersama dengan dislokasi. Hal ini mengakibatkan kenaikan kurva kekerasan pada tahap II. Jadi pada temperatur anil yang sama (750 °C) rekristalisasi yang terjadi pada bahan yang terdeformasi lebih cepat dibandingkan dengan bahan yang tidak terdeformasi.

Diameter rata-rata dari presipitat pada cuplikan yang terdeformasi dan yang tidak terdeformasi dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasar ukuran presipitat, kurva d jauh lebih rendah dari pada kurva t_2 . Jadi, disamping densitas dislokasi, ukuran presipitat juga dapat dijadikan pedoman untuk memperkirakan harga kekerasan.

Kekerasan *zircaloy* berderajat nuklir terletak pada kisaran antara 180 sampai 240 HV. Kekerasan *zircaloy-2* yang diperoleh dari hasil penelitian ini terletak pada kisaran 178 sampai 213 HV untuk cuplikan yang dianil pada 650 °C, 170 sampai 191 HV untuk cuplikan yang dianil pada 750°C dan 203 sampai 238 HV untuk cuplikan yang terdeformasi yang dianil pada 750 °C. Dibandingkan dengan kekerasan *zircaloy* berderajat nuklir, kekerasan *zircaloy-2* yang terdeformasi adalah yang paling mendekati.

Tahanan Listrik

Gambar 4 menunjukkan perubahan sifat tahanan listrik selama penganilan. Kurva tahanan listrik baik pada suhu 650 maupun 750 °C menurun dengan drastis pada waktu-anil 0,5 sampai dengan 5 jam, tetapi kurva tersebut naik setelah mencapai waktu-anil 5 jam. Dalam hal ini waktu-anil 120 jam tampaknya belum menunjukkan harga maksimum. Apabila pengukuran tahanan listrik dilanjutkan dengan waktu anil yang lebih lama, ada kecenderungan untuk mencapai harga maksimum. Seperti halnya kurva kekerasan pada cuplikan yang terdeformasi, waktu-anil 5 jam juga merupakan batas dari tahap I dan II dan mempunyai harga minimum.

Perubahan tahanan listrik tampaknya juga merefleksikan proses anil yang paling sedikit meliputi 2 tahap. Tahap I meliputi *recovery*, rekristalisasi dan nukleasi dari presipitat. Tahap II meliputi pertumbuhan butir dari matriks dan pertumbuhan presipitat. Tercapainya harga tahanan listrik minimum pada batas tahap I dan II diperkirakan karena penurunan derajat kejenuhan pada matriks.

Namun demikian, alasan tentang kenaikan kurva setelah waktu-anil 5 jam belum dapat dijelaskan dengan pasti, karena banyak sekali faktor-faktor yang mempengaruhi perubahan tahanan listrik pada logam atau logam paduan. Pada prinsipnya kurva hasil pengukuran tahanan listrik yang diperoleh pada penelitian ini sama dengan hasil penelitian Maussner dkk⁵.

Ada satu publikasi⁶ yang menjelaskan bahwa kenaikan harga tahanan listrik dapat disebabkan oleh turunnya jumlah elemen paduan (Fe,Cr) yang ada di dalam larutan padat pada matriks zirkonium. Sayangnya sekali pernyataan tersebut tidak dapat dikonfirmasi dengan hasil penelitian ini. Hasil analisa dengan EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectrometer*) menunjukkan bahwa matriks hanya mengandung Zr dan sedikit Sn, sedangkan Fe dan Cr yang terkandung di dalam presipitat hampir konstan.

SIMPULAN

Sifat kekerasan dan tahanan listrik berkaitan erat dengan perubahan mikrostruktur selama proses penganilan. Selama terjadinya *recovery* dan rekristalisasi, harga kekerasan mengalami penurunan dan naik kembali pada tahap pertumbuhan presipitat. Naiknya temperatur anil dan penambahan waktu anil mengakibatkan penurunan harga kekerasan, tetapi naiknya temperatur anil cenderung memberikan perubahan yang lebih jelas dibandingkan dengan penambahan waktu anil. Pada temperatur anil yang sama rekristalisasi yang terjadi pada bahan yang terdeformasi lebih cepat dibandingkan dengan bahan yang tidak terdeformasi. Pada penelitian ini *zircaloy-2* yang terdeformasi mempunyai harga kekerasan yang memenuhi persyaratan *zircaloy* berderajat nuklir. Kurva tahanan listrik mencapai harga minimum setelah terjadinya presipitasi sempurna dan meningkat kembali selama pertumbuhan presipitat.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kobe Steel Co., Jepang atas material yang telah diberikan, sehingga penelitian ini berhasil dengan baik. Ucapan terima kasih juga penulis sampaikan kepada Prof. Kensuke Oki dan Dr. Noriyuki Kuwano di Laboratorium Sains Materi dan Teknologi, Universitas Kyushu, Jepang atas bimbingan dan fasilitas yang telah diberikan selama penelitian ini berlangsung.

PUSTAKA

- [1]. Lustman, B. and Kerze, F., Jr., "The Metallurgy of Zirconium", Mc. Graw-Hill Book Company, Inc., USA, 1st ed., 1955, pp.440, 540.
- [2]. Chalmers, B. and Quarrell, A.G., "The Physical Examination of Metals", Edward Arnal Publishers Ltd., London, 2nd ed., 1960, pp. 134 - 150.
- [3]. Fizzoti, C., "Principle of Nuclear Fuel Production", Fuel Cycle Dept., ENEA, Roma, Vol. 2, 1984, pp. 41 - 59.
- [4]. Loucif, K., Borrelly, R., and Merle, R.J., Nucl. Mater. 189 (1992) 34 - 45.
- [5]. Smallman, R.E., "Modern Physical Metallurgy", Butterworths, London, 4th ed., pp. 363 - 373.
- [6]. Maussner, G., Stainberg, E. and Tenckhoff, E., "Zirconium in the Nuclear Industry", 7 th Int. Symp, ASTM STP 939, ASTM, Philadelphia, 1987, pp. 307 - 320.

TANYA JAWAB

1. FRANSISCA A.E.T

- Presipitat apa yang terbentuk pada batas butir/pada butir ?
- Bagaimana hubungan antara presipitat yang lebih besar diameternya terhadap kekerasan dibandingkan presipitat yang lebih kecil diameternya !

- Persyaratan kekerasan zircaloy yang berderajat nuklir itu berapa ?

HARINI SOSIATI

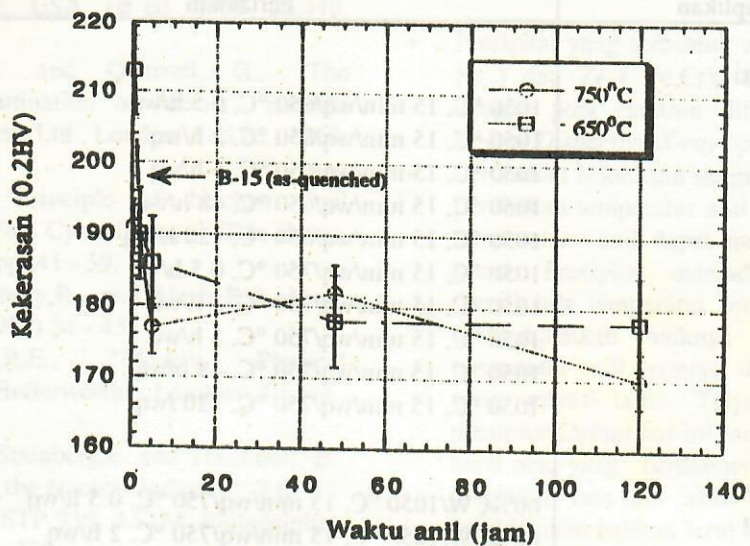
- Presipitat yang terbentuk adalah Zr_2 (Fe, Cr, Ni) dan Zr (Fe, Cr)₂. Dari hasil analisa dengan pola elektron difraksi dan EDS (*Energi Dispersive X-ray Spectrometer*).
- Perubahan kekerasan sangat dipengaruhi oleh perubahan temperatur anil di mana naiknya temperatur anil dapat meningkatkan presipitasi. Presipitat menjadi semakin halus (kecil) bila temperatur presipitasi turun dan mengakibatkan naiknya kekerasan. Pada temperatur anil tertentu dengan waktu anil yang relatif lama. Terjadilah pengasaran presipitat. Dalam hal ini, presipitat yang lebih kecil atau yang berdiameter lebih kecil dari presipitat rata-rata akan menjadi semakin kecil bahkan bahkan larut ke dalam matriks, sedangkan presipitat yang lebih besar dari presipitat rata-rata akan menjadi lebih besar. Kondisi ini akan mengakibatkan jumlah presipitat lebih sedikit dengan jarak antar partikel yang relatif besar. Bila hal ini terjadi bahan (logam paduan) akan semakin lunak.
- *Zircaloy-2* yang berderajat nuklir yaitu mempunyai kekerasan antara 180-240 HV. Dari hasil penelitian ini, kekerasan 178-213 HV dimiliki oleh cuplikan yang dianil pada 750 C. Keberatan 203-238 Hv dimiliki oleh cuplikan yang terdeformasi.

Lampiran I.

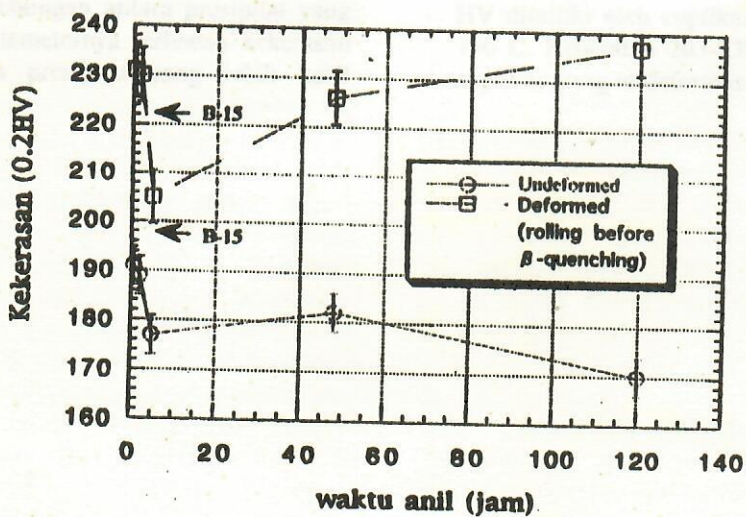
Tabel 1. Kondisi perlakuan panas

Kode cuplikan	Perlakuan
Tidak terdeformasi	
B15-650/0.5H	1050 °C, 15 min/wq/650 °C, 0.5 h/wq
B15-650/2H	1050 °C, 15 min/wq/650 °C, 2 h/wq
B15-650/5H	1050 °C, 15 min/wq/650 °C, 5 h/wq
B15-650/48H	1050 °C, 15 min/wq/650 °C, 48 h/wq
B15-650/120H	1050 °C, 15 min/wq/650 °C, 120 h/wq
B15-750/0.5H	1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 0.5 h/wq
B15-750/2H	1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 2 h/wq
B15-750/5H	1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 5 h/wq
B15-750/48H	1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 48 h/wq
B15-750/120H	1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 120 h/wq
Terdeformasi	
CW(B15)-750/0.5H	60%CW/1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 0.5 h/wq
CW(B15)-750/2H	60%CW/1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 2 h/wq
CW(B15)-750/5H	60%CW/1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 5 h/wq
CW(B15)-750/48H	60%CW/1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 48 h/wq
CW(B15)-750/120H	60%CW/1050 °C, 15 min/wq/750 °C, 120 h/wq

Lampiran 2.

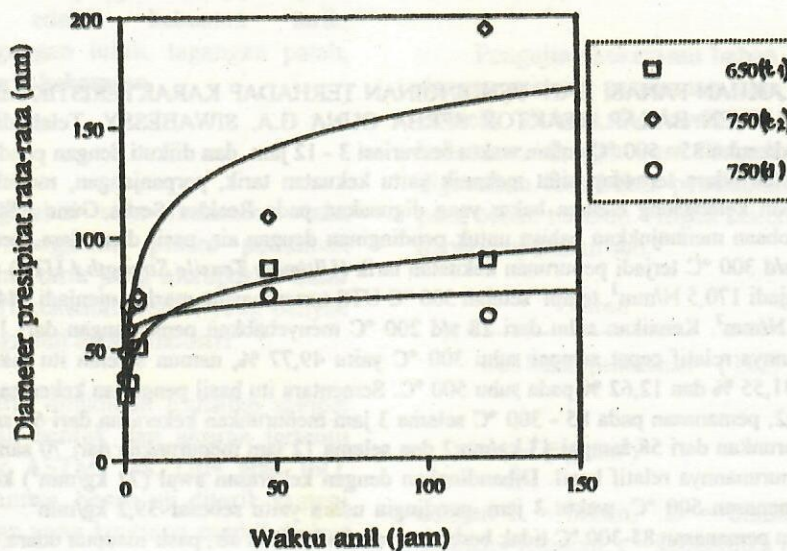


Gambar 1. Perubahan sifat kekerasan *zircaloy-2* selama penganilan

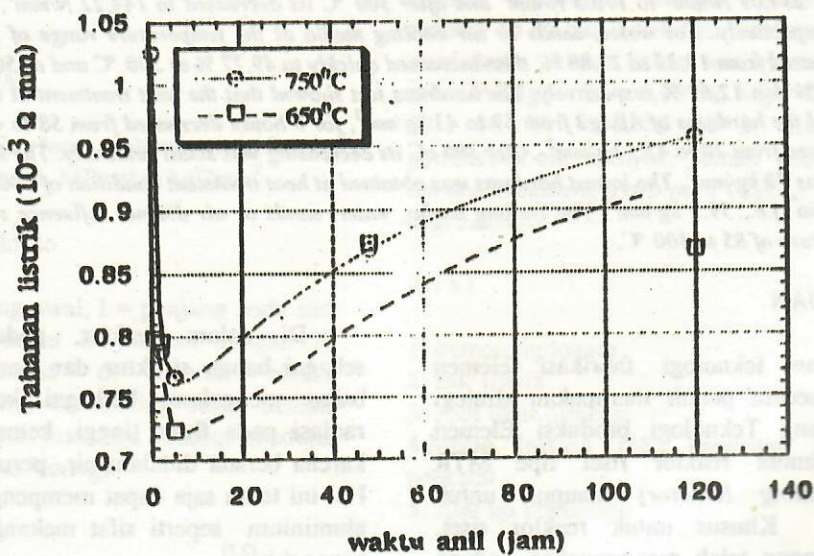


Gambar 2. Perubahan sifat kekerasan *zircaloy-2* yang terdeformasi dan tidak terdeformasi

Lampiran 3.



Gambar 3. Pertumbuhan presipitat selama penganilan



Gambar 4. Perubahan sifat tahanan listrik selama penganilan