

# Studi Tentang Pengaruh Nitrocarburing DC-Plasma Terhadap Perubahan Kekerasan Dan Struktur Mikro Pada Material Zr-2

Usman Sudjadi,

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

**ABSTRAK - STUDI TENTANG PENGARUH NITROCARBURIZING DC-PLASMA TERHADAP PERUBAHAN KEKERASAN DAN STRUKTUR MIKRO PADA MATERIAL ZR-2.** Pengaruh nitrocarburing terhadap perubahan kekerasan dan struktur mikro pada bahan Zr-2 (bahan untuk cladding bahan bakar nuklir PWR) dengan alat nitrocarburing DC plasma telah dipelajari. Beberapa samples telah di nitrocarburing pada temperatur (550 – 700) °C selama 1 jam. Hasilnya menunjukkan bahwa, pada sample awal kekerasan Zr-2 adalah 177,3 HV, setelah di nitrocarburing pada temperatur 700 °C selama 1 jam, kekerasannya menurun menjadi 151,5 HV, sedangkan kedalaman atom-atom nitrogen dan carbon yang terdifusi ke dalam bahan Zr-2 ialah 42,1 micrometer. Pengamatan mikrostruktur menunjukkan bahwa pada sample yang telah di nitrocarburing pada T = 700 °C (t = 1 jam) terlihat jelas adanya lapisan atom-atom N dan C di dalam bahan Zr-2. Hasil uji komposisi kimia menunjukkan bahwa pada sampel awal bahan Zr-2 terdapat atom-atom Zr, O, dan C.

**Kata kunci :** nitrocarburing, DC plasma, Zr-2, kekerasan, struktur mikro

**ABSTRACT - STUDY ON INFLUENCE OF NITROCARBURIZING DC-PLASMA TO HARDNESS AND MICROSTRUCTURE CHANGE ON Zr-2 MATERIAL.** Influence of nitrocarburing to hardness and microstructure change on Zr-2 material (material for cladding nuclear fuel element PWR) with nitrocarburing DC-plasma apparatus were studied. Some samples were nitrocarbured at temperature (550-700) °C for 1 hour. The results shows that the hardness untreated sample of Zr-2 material was 177.3 HV, after the sample nitrocarbured at temperature 700 °C for 1 hour, the hardness decreasing to be 151.5 HV, furthermore depth of carbon and nitrogen atoms that difused in Zr-2 material was 42.1 micrometer. Microstructure observation shows that the sample after nitrocarbured at temperature 700 °C for 1 hour to be seen very clear that there are layer of N and C atoms in Zr-2 material. The results of chemical composition shows that untreated sample consist of Zr, O, and C.

**Keywords :** nitrocarburing, DC plasma, Zr-2, hardness, microstructure

## I. PENDAHULUAN

Teknologi pengerasan permukaan (*surface hardening*) pada bahan telah dilakukan beberapa peneliti dengan mempergunakan beberapa *technologies* [1-7]. *Technologies* tersebut melingkupi *plasma nitriding* dan *nitrocarburing*, *plasma immersion implantation*, *ECR ion nitriding*, *rf plasma nitriding* dan *nitrocarburing*, *low pressure plasma assisted nitriding* dan *high current density ion beam nitriding* [8]. Di Indonesia telah dibuat beberapa alat *plasma nitriding* seperti *DC plasma nitriding* di PTAPB-BATAN Yogyakarta dan alat *nitrocarburing* di Fakultas Teknik metalurgi Universitas Indonesia. *RF-plasma nitriding* di Indonesia belum ada. Saat ini *research group* kami telah mengembangkan *RF-plasma nitriding*. Alat nya telah selesai dibuat dan berfungsi dengan baik, hasil penelitian akan dipublikasikan kemudian [9].

Zirconium (*zircaloy*) yang paling utama digunakan dalam industri nuklir. Dalam reaktor nuklir, *zircaloy* diperlukan sebagai pelindung bahan bakar dari pendingin, pengungkung hasil fisi, pemindah panas, dan bahan struktur. Dengan demikian maka *zircaloy* harus mempunyai sifat mekanik yang baik, tahan korosi, dan serapan *neutron* rendah. Sebagai contoh *zircaloy-2* untuk reaktor air didih (BWR) dan *zircaloy-4* digunakan untuk reaktor air bertekanan (PWR) dengan suhu kelongsong 349°C untuk BWR [10]. Selain itu *zircaloy* dapat digunakan juga pada *nosle rocket* karena bahan *zircaloy* tahan panas.

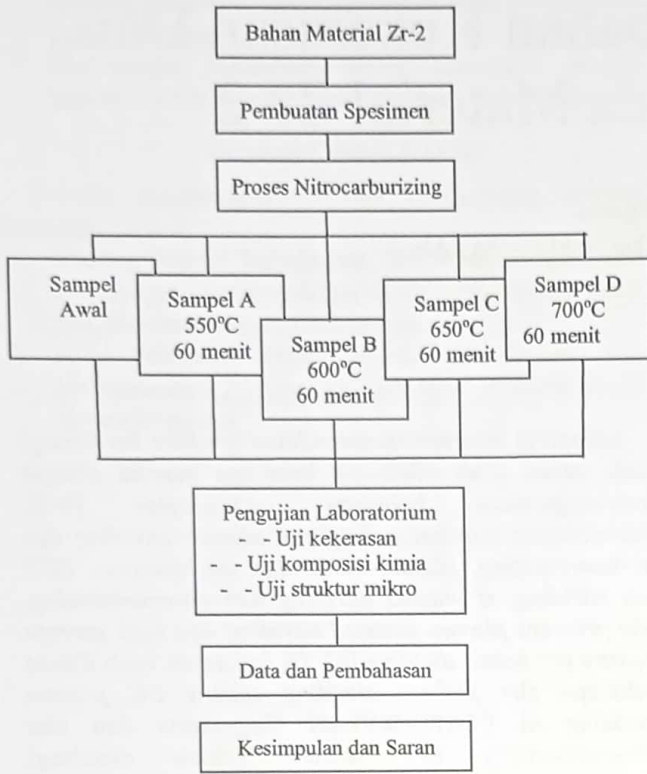
Meskipun bahan bakar nuklir yang memakai bahan Zr-2 sebagai *cladding* tidak banyak mengalami gesekan ataupun *impack* di dalam reaktor, namun tidak ada salahnya jika di pelajari pengaruh kekerasan dan struktur mikro dari proses *nitrocarburing* pada bahan Zr-2 sebagai *basic research*. Tidak semua bahan jika di nitrocarburing akan bertambah kekerasannya. Dalam studi ini akan di pelajari perubahan kekerasan dan struktur mikro dari proses *nitrocarburing* pada bahan *zircaloy-2* (Zr-2) [1-10].

## II. METODOLOGI

Dalam melakukan penelitian ini, skema penelitian yang digunakan seperti ditunjukkan pada Gambar 1.



nitrocarburizing pada temperatur 550°C, 600°C, 650°C



Gambar 1. Flowchart Prosedur Penelitian

A. Persiapan Sampel Penelitian

Material yang akan di teliti dipotong- potong menjadi 5 buah, penandaan diberikan pada tiap sampel sesuai dengan temperatur proses nitrocarburizing. Penandaan terdiri dari awal, A, B, C dan D yang menyatakan temperatur proses nitrocarburizing pada 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

TABEL 1. TABEL 1. SAMPEL YANG DIGUNAKAN

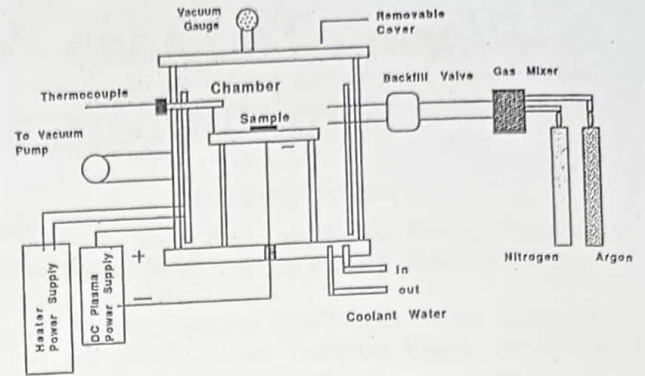
Tanda Sampel	Jumlah Sampel	Temperatur Proses Nitrocarburizing (°C)	Holding Time (menit)
Awal	1	-	-
A	1	550	60
B	1	600	60
C	1	650	60
D	1	700	60

B. Preparasi Permukaan

Dalam melakukan proses nitrocarburizing sampel terlebih dahulu dibersihkan dan diratakan seluruh permukaannya agar kotoran-kotoran tidak melekat, terutama dari pelumas- pelumas atau oli, karena apabila sampel tidak bebas dari pelumas- pelumas atau oli akan terjadi letupan atau ledakan pada saat dimasukkan kedalam dapur nitrocarburizing

C. Proses Nitrocarburizing

Sampel dimasukan ke dalam dapur fluidized bed dengan program pada controllernya untuk proses



Gambar 2. Siklus Proses Nitrocarburizing

dan 700°C dengan lama waktu tahan sampai 60 menit. Skema dari peralatan yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 2. Setelah dilakukan proses nitrocarburizing, maka pada sampel dilakukan pendinginan kembali dengan cara didiamkan dengan suhu ruang (Quenching). Setelah di quenching sampel diuji kekerasan dengan alat O.M.A.G MIKROHARDNESS HV.MHX.10 dengan waktu penjejakan 15 detik, beban penjejakan 300 gram. Kemudian sampel diamati struktur mikro serta ketebalan lapisan atom-atom carbon dan nitrogen yang telah terdifusi ke dalam bahan Zr-4 dengan alat optical microscope dengan perbesaran 100 x dan 500x, namun sebelumnya sampel mengalami proses preparasi yaitu grinding, polishing, mounting dan etching. Pengujian komposisi kimia menggunakan alat Spektrometer merk LEO 420i.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Uji Kekerasan

TABEL 2. TABEL 2. DIAGONAL PENJEJAKAN

Sampel	Titik 1 d <sub>1</sub> (µm)	Titik 2 d <sub>2</sub> (µm)	Titik 3 d <sub>3</sub> (µm)	Titik 4 d <sub>4</sub> (µm)	Titik 5 d <sub>5</sub> (mm)
Awal	56	56	56	56	56
550 A	56,5	57	57	57	57
600 B	57,5	58,5	58,5	59	59
650 C	58	58,5	59	59,5	60
700 D	59	60	61	61	62

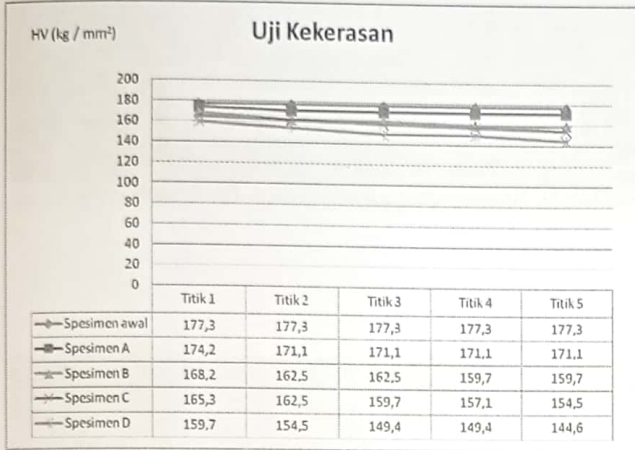
Tabel 2 menyajikan data hasil dari uji kekerasan. Uji kekerasan yang digunakan adalah uji kekerasan vickers (HV). Hasil dari uji kekerasan ini adalah hasil uji dari sampel awal dan sampel-sampel setelah mengalami proses nitrocarburizing pada temperatur 550°C, 600°C, 650°C, 700°C dengan waktu penahanan yang sama yaitu 60 menit, dengan beban penjejakan 300 gram dan waktu penjejakan 15 detik. Dari data diatas dapat diketahui nilai kekerasan yang ada pada specimen menggunakan persamaan (1):

$$HV_n = \frac{1,854 \times P \times 1000}{(d_n)^2} \tag{1}$$

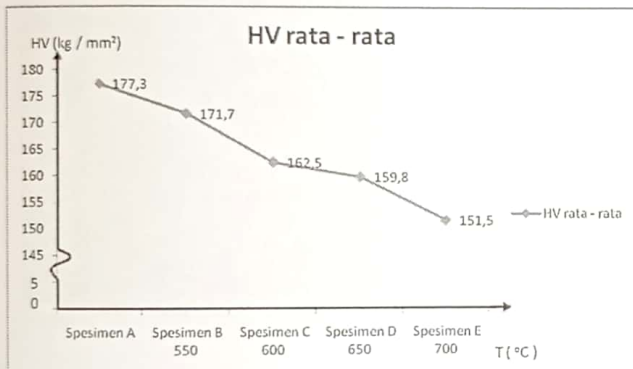
dimana  $P = 300 \text{ g}$  adalah beban penjejakan yang digunakan pada percobaan ini. Berikut adalah contoh untuk perhitungan kekerasan spesimen awal menggunakan persamaan (1) :

$$HV_1 = \frac{1,854 \times P \times 1000}{(d_1)^2} = \frac{1,854 \times 300 \times 1000}{56^2} = 177,3 \text{ kg/mm}^2$$

Hasil-hasil perhitungan uji kekerasan Vickers disajikan pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 3. Grafik Uji Kekerasan



Gambar 4. Grafik uji Kekerasan Rata-rata

**B. Hasil Uji Komposisi Kimia**

Hasil-hasil uji komposisi kimia ditunjukkan pada Gambar 5 dan 6.

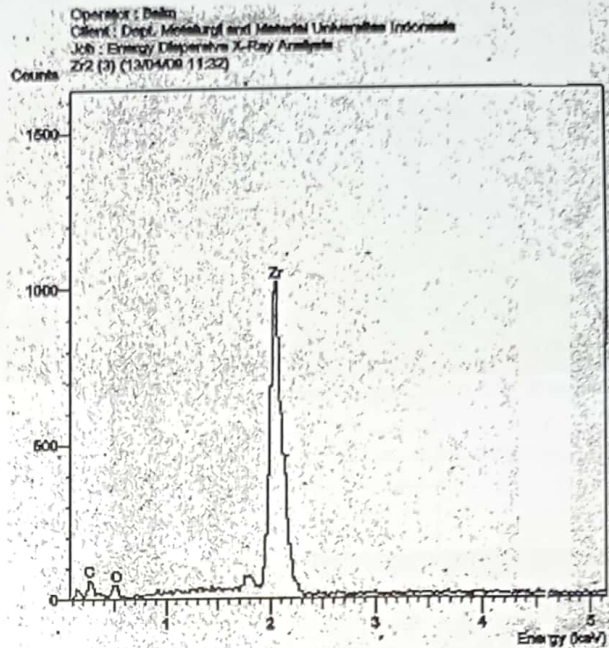
**C. Hasil Uji Struktur Mikro**

Pengamatan struktur mikro dilakukan dengan menggunakan alat mikroskop optik, kemudian hasil struktur mikro di foto dengan perbesaran 100x dan 500x setelah mengalami proses *nitrocarburizing* pada suhu 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C dengan waktu penahanan masing- masing 60 menit. Hasil dari pengamatan ini dapat dilihat pada gambar 7 s.d. 16.

**D. Hasil Kedalaman Nitrogen dan Carbon Dalam Proses Nitrocarburizing**

Pada penelitian ini hanya di fokuskan pada kedalaman nitrogen dan carbon pada permukaan sampel Zr-2 setelah mengalami proses *nitrocarburizing*. Hasil dari kedalaman

nitrogen dan carbon pada permukaan sampel Zr-2 dapat dilihat pada Tabel 3 dan Gambar 17.



Gambar 5. Grafik Pengamatan Komposisi Kimia

```

SEMQuant results. Listed at 13:34:36 on 13/04/09
Operator: Baim
Client: Dept. Metalurgi and Material Universitas Indonesia
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
Spectrum label: Zr4 (3)

System resolution = 61 eV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations) .
Analyzed all elements and normalized results.

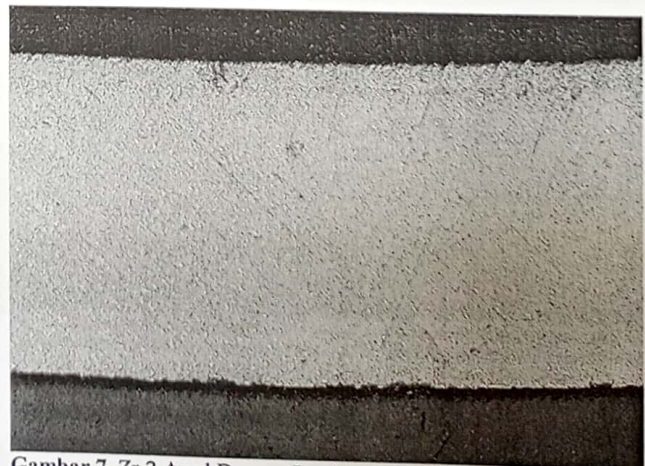
2 peaks possibly omitted: -0.02, 3.42 keV

Standards :
C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 22/03/06
P K GAP 22/03/06
Zr L Zirconium 01/04/05

Slnt Spect. Element Atomic
Type % %
C K ED 1.75 8.96
O K ED 4.89 18.79
P K ED 7.12 14.14
Zr L ED 86.24 58.11
Total 100.00 100.00

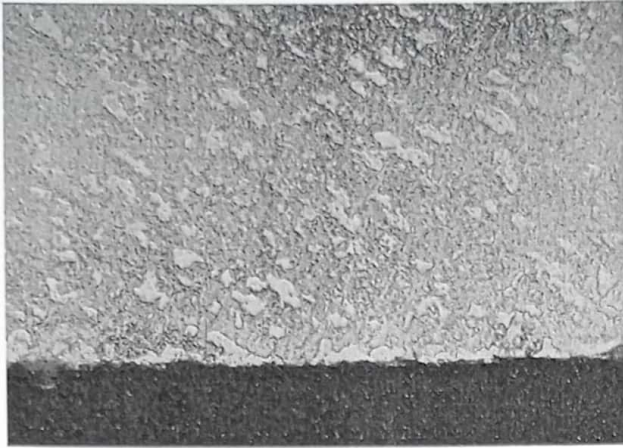
* = <2 Sigma
    
```

Gambar 6. Hasil Pengamatan Komposisi Kimia

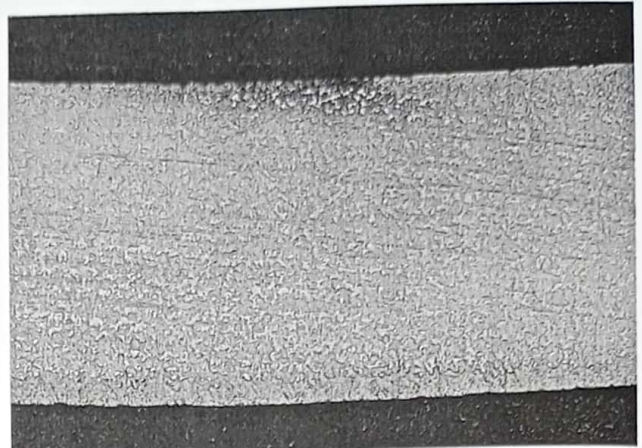


Gambar 7. Zr-2 Awal Dengan Pembesaran 100x

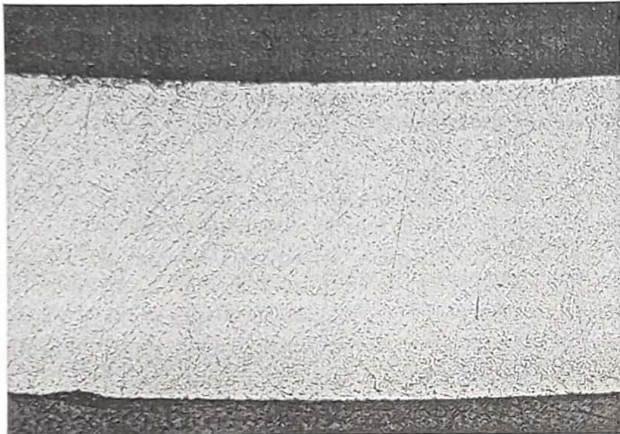




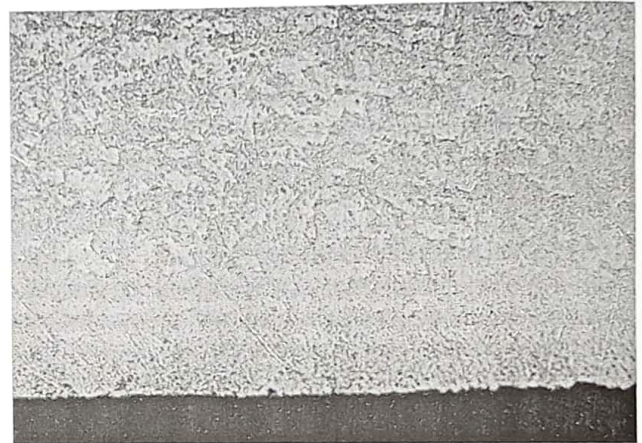
Gambar 8. Zr-2 Awal Dengan Pembesaran 500x



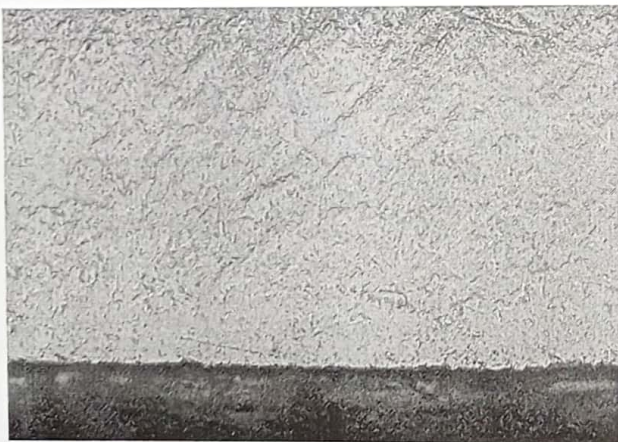
Gambar 11. Nitrocarburizing 600°C Dengan Pembesaran 100x



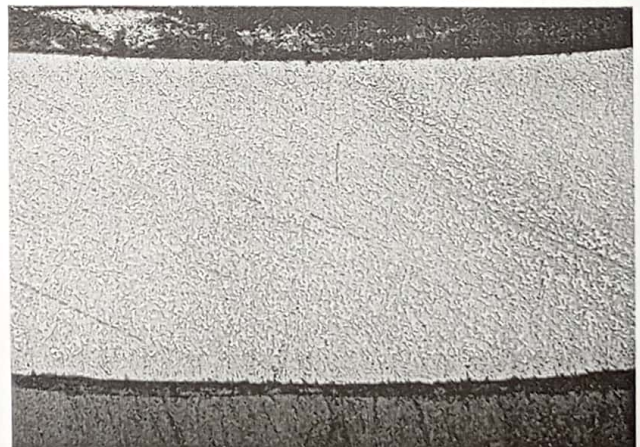
Gambar 9. Nitrocarburizing 550°C Dengan Pembesaran 100x .



Gambar 12. Nitrocarburizing 600°C Dengan Pembesaran 500x



Gambar 10. Nitrocarburizing 550°C Dengan Pembesaran 500x

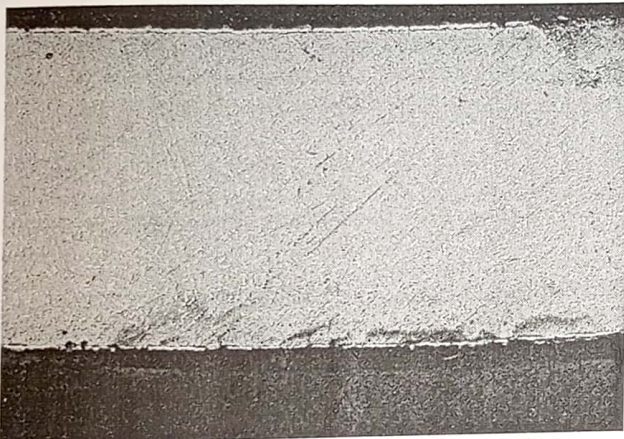


Gambar 13. Nitrocarburizing 650°C Dengan Pembesaran 100x

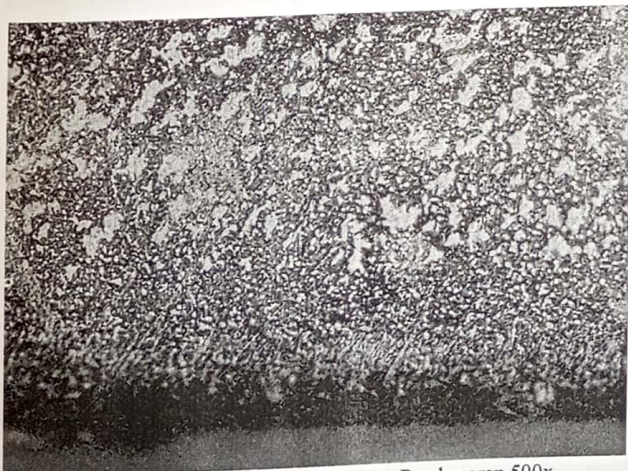




Gambar 14. Nitrocarburizing 650°C Dengan Pembesaran 500x



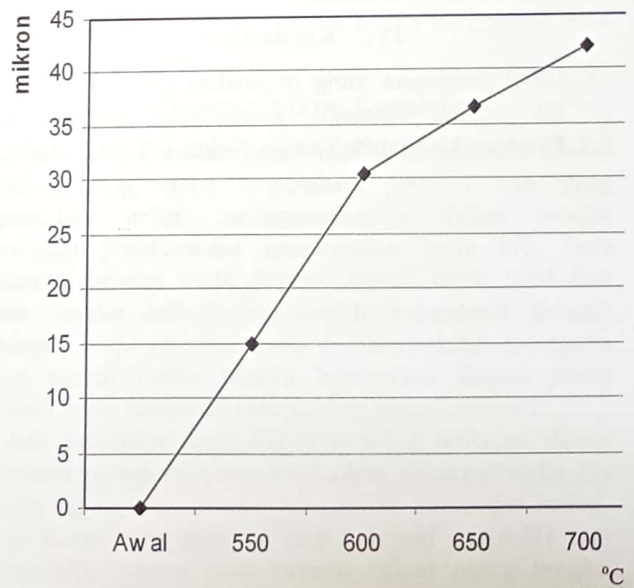
Gambar 15. Nitrocarburizing 700°C Dengan Pembesaran 100x



Gambar 16. Nitrocarburizing 700°C Dengan Pembesaran 500x

TABEL 3. DATA HASIL KEDALAMAN NITROGEN DAN CARBON PADA SUHU 550°C, 600°C, 650°C DAN 700°C DENGAN WAKTU TAHAN 60 MENIT.

Kode Sampel	No	Kedalaman Nitrocarburizing (µm)	Kedalaman Rata-rata (µm)
Awal	1	0	0
	2	0	
	3	0	
	4	0	
	5	0	
	6	0	
550°C	1	12,8	15,0
	2	16,7	
	3	18,0	
	4	13,4	
	5	14,0	
	6	15,2	
600°C	1	31,4	30,4
	2	30,2	
	3	29,8	
	4	29,1	
	5	30,8	
	6	31,3	
650°C	1	37,1	36,6
	2	38,0	
	3	36,4	
	4	34,8	
	5	36,6	
	6	36,8	
700°C	1	41,2	42,1
	2	42,0	
	3	40,5	
	4	43,2	
	5	43,4	
	6	42,6	



Gambar 17. Grafik Kedalam Nitrogen dan Carbon



#### E. Pembahasan Hasil Pengujian

Dari hasil pengamatan dan perhitungan uji kekerasan pada gambar 3 dan 4 dapat dilihat bahwa hasil kekerasan sampel awal adalah sebesar 177,3 kg/mm<sup>2</sup>, kekerasan sampel pada suhu 550°C adalah sebesar 171,7 kg/mm<sup>2</sup>, kekerasan sampel pada suhu 600°C adalah sebesar 162,52 kg/mm<sup>2</sup>, kekerasan sampel pada suhu 650°C adalah sebesar 159,82 kg/mm<sup>2</sup>, dan kekerasan sampel pada suhu 700°C adalah sebesar 151,52 kg/mm<sup>2</sup>. Dari penjelasan di atas dapat diketahui bahwa kekerasan terendah terdapat pada sampel dengan suhu 700°C yang telah mengalami proses *nitrocarburizing*, sedangkan kekerasan tertinggi terdapat pada sampel awal yang belum mengalami proses *nitrocarburizing*.

Dari hasil pengamatan dan pengujian uji komposisi kimia pada sampel awal kandungan komposisi kimia yang terdapat pada sampel awal terdiri dari : carbon sebesar 7,94 %, oksigen sebesar 26,95 %, zirconium sebesar 65,10 % (lihat Gambar 5 dan 6).

Dari hasil pengujian dan pengamatan struktur mikro pada Tabel 3 dan gambar 7-17 dapat diketahui kedalaman *nitrocarburizing* pada sampel awal, 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C dengan waktu tahan 60 menit adalah sebagai berikut: Sampel awal tidak mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* sebab belum mengalami proses *nitrocarburizing*. Pada sampel suhu 550°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 15,0 µm atau 0,015 mm. Pada sampel suhu 600°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 30,4 µm atau 0,0304 mm. Pada sampel suhu 650°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 36,6 µm atau 0,0366 mm. Pada sampel suhu 700°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 42,1 µm atau 0,0421 mm. Jadi semakin tinggi temperatur *nitrocarburizing* maka semakin dalam nitrogen dan carbon yang terdifusi.

#### IV. KESIMPULAN

1. Hasil pengujian yang digunakan dalam penelitian ini adalah material kelongsong nuklir pada Pembangkit Listrik Tenaga Nuklir (PLTN). Dari uji

komposisi kimia ternyata material tersebut mempunyai kadar unsur carbon 7,94 %, oksigen 26,95 % dan zirconium 65,10 %

2. Dari hasil uji kekerasan dapat diketahui bahwa semakin tinggi suhu pemanasan *nitrocarburizing* maka nilai kekerasannya (HV) semakin kecil/semakin rendah
3. Hasil pengukuran dan pengamatan struktur mikro dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu pemanasan *nitrocarburizing* maka semakin dalam nitrogen dan carbon yang terdifusi pada zirconium, begitu juga sebaliknya
4. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan di laboratorium, ternyata proses *nitrocarburizing* tidak dapat meningkatkan daya tahan pada material *zirconium*

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. RAMCHANDANI, JK. DENNIS, "Heat Treat". Met.2,34, 1988.
- [2] A.M. KLIAUGE, M.POHL, Coat Technol. 98, 1205, 1998.
- [3] G.A. Collins, R. Hutchinga, Surf. Coat. Technol, 74-75, 417, 1995
- [4] W. ENSINGER, Surf. Coat. Technol, 100-101, 341, 1998
- [5] SPALVINS, T AND KOVACS, W, *Ion Nitriding Aand Ion Carburizing*, ASM International, Ohio, 1990.
- [6] ANONIM, "The Metallographic Laboratory Its Purpose, Function And Design Buehler, AB Apparatus For Microstructural Analysis" Waukegan Road - Lake Bluff, Illindis USA 60044, 1991.
- [7] I. KAMENICHNY, "Heat Treatment", Moscow, 1990.
- [8] WANG LIANG, Applied Surface Science, 211, 308-314, 2003.
- [9] U. SUDJADI et al., *Pengerasan Permukaan (surface Hardening) Material Dengan Teknologi Plasma Diskrit Aplikasi Pada Komponen Fasilitas Nuklir Dan PLTN, research report I*, Program Block Grant Bidang Iptek Nuklir, DIKTI-BATAN, No; 06545/KS 00 01/2009.
- [10] LAMBERT J, et al. "Oxide Fuels", Vol. 10 A, in Mat. Science and Tech. p.121, 1994.