

## ANALISIS PENGARUH KARBON TERHADAP SEGREGASI FOSFOR PADA BATAS BUTIR PADUAN FERITIK DENGAN AES

S. Nitiswati

Pusat Teknologi Reaktor dan Keselamatan Nuklir – BATAN  
Puspiptek, Gedung No. 80, Setu - Tangerang Selatan 15314  
e-mail: nitisbatan@gmail.com

### ABSTRAK

**ANALISIS PENGARUH KARBON TERHADAP SEGREGASI FOSFOR PADA BATAS BUTIR PADUAN FERITIK DENGAN AES.** Elemen fosfor (P) di dalam paduan feritik sebagai bahan bejana tekan PLTN dibatasi jumlahnya karena atom P tersegregasi pada batas butir, yang menyebabkan penggetasan. Sifat P dapat diperbaiki dengan penambahan elemen karbon (C) ke dalam paduan feritik. Karbon menaikkan kekuatan kohesi batas butir dan menekan terjadinya penggetasan. Investigasi pengaruh P dan C di dalam paduan feritik perlu dilakukan, karena kedua elemen tersebut selalu ada di dalam paduan feritik. Tujuan studi ini adalah mengetahui pengaruh C terhadap segregasi P pada batas butir paduan feritik. Metode yang digunakan adalah dengan melakukan analisis unsur kimia bidang patahan paduan feritik yang mengandung elemen P dan C dengan menggunakan spektroskopi elektron Auger. Untuk studi ini digunakan dua jenis paduan feritik yang dinotasikan sebagai MA dengan kandungan P yang dominan dan MAC yang mengandung C dominan. Analisis diamati terhadap munculnya spektrum P pada material MA dan spektrum C pada material MAC. Disimpulkan bahwa adanya C yang dominan pada material MAC mempengaruhi segregasi P pada batas butir material MA. Atom-atom C mendesak atom-atom P dari batas butir paduan feritik sehingga atom-atom C tersegregasi pada batas butir dan menaikkan kekuatan kohesi batas butir material.

*Katakunci: fosfor, karbon, bejana tekan reaktor, spektroskopi elektron auger.*

### ABSTRACT

**ANALYSIS OF CARBON EFFECT TOWARD PHOSPHORUS SEGREGATION ON FERRITIC ALLOY GRAIN BOUNDARY USING AES.** Phosphorus (P) element in ferritic alloy for pressure vessel material in nuclear power plant must be limited, since P atoms segregated in grain boundary and can causes material embrittlement. Addition of carbon (C) into ferritic alloy can improve P character. Carbon increases grain boundaries cohesion strength and suppresses the occurrence of embrittlement. Investigation of P and C effects in ferritic alloy needs to be done, since both of these elements are always available in ferritic alloy. Aim of this study is to obtain effect of C toward phosphorus segregation in grain boundaries of ferritic alloy. The method used chemical analysis of fracture facet of ferritic alloy contained P and C elements used Auger Electron Spectroscopy (AES). The two ferritic alloys notation by MA and MAC that contains of P and C dominance respectively. Analysis has been observed toward the occurrence of P and C spectrums in MA and MAC materials respectively. As the conclusion that C dominance in material MAC affected to phosphorus segregation in grain boundary of MA material. C atoms displace P atoms from grain boundaries of ferritic alloy therefore C atoms segregated to grain boundary and increased cohesion strength of material grain boundaries.

*Keywords: phosphorus, carbon, reactor pressure vessel, auger electron spectroscopy.*

### 1. PENDAHULUAN

Sudah dikenal secara umum bahwa keberadaan elemen fosfor (P) di dalam paduan feritik dapat mengakibatkan penggetasan batas butir[1,2].

Disatu sisi keberadaan P di dalam suatu material tidak dapat dihilangkan, namun hanya bisa dibatasi. Paduan feritik adalah jenis baja karbon rendah yang digunakan sebagai bahan bejana tekan PLTN. Oleh karena itu keberadaan P di dalam

paduan feritik yang digunakan sebagai bahan bejana tekan PLTN harus dibatasi pula karena P di dalam paduan feritik dapat tersegregasi pada batas butir dan akan menurunkan kekuatan kohesi batas butir, sehingga menyebabkan penggetasan dan terjadi patah rapuh antar butir atau *intergranular fracture (IGF)* pada paduan feritik khususnya pada suhu rendah [1,2,3,4]. Penggetasan material bejana tekan harus diminimalisasi.

Sifat P ini dapat diperbaiki dengan penambahan elemen karbon (C) ke dalam paduan feritik. Penambahan C akan menaikkan kekuatan kohesi batas butir dan menekan terjadinya *IGF* [1,5,6,7]. Untuk mengetahui segregasi P dan C yang dapat menyebabkan pelemahan dan penguatan batas butir, maka perlu dilakukan investigasi mengenai pengaruh P dan C di dalam paduan feritik. Tujuan studi ini adalah mengetahui pengaruh C terhadap segregasi P pada batas butir paduan feritik. Metode yang digunakan adalah dengan melakukan analisis kimia bidang patahan (*fracture facet*) paduan feritik yang mengandung unsur P dan C dengan menggunakan *Auger Electron Spectroscopy (AES)*. *AES* ini banyak digunakan oleh para peneliti di dunia terkait dengan penelitian dalam bidang material atau metalurgi, misalnya untuk mempelajari segregasi atau mendeteksi elemen-elemen yang tidak diketahui yang berada di bawah lapisan tunggal (*submonolayer*) suatu permukaan bidang patahan, mempelajari penggetasan material karena hidrogen dan logam cair, penggetasan karena proses *temper*, retak mulur antar butir (*intergranular creep cracking*), korosi antar butir (*intergranular corrosion*), *stress corrosion cracking*, dan lain-lain [1,2,3,5,8]. Diharapkan dengan melakukan analisis unsur kimia bidang patahan paduan feritik menggunakan *AES* dapat diketahui pengaruh C terhadap segregasi P pada batas butir.

## 2. TEORI

*Auger Electron Spectroscopy* adalah sebuah teknik untuk analisis permukaan bidang patahan suatu material dan banyak digunakan untuk studi segregasi batas butir yang ada pada sub permukaan bidang patahan. *AES* mempunyai kemampuan untuk analisis kimia segregasi batas butir pada kedalaman 1  $\mu\text{m}$  dari permukaan bidang patahan suatu material [8]. Terkait dengan teori segregasi batas butir dapat dijelaskan berdasarkan model transfer elektron yang akan menurunkan kekuatan kohesi batas butir. Mekanisme segregasi C terjadi karena atom-atom P menarik elektron-elektron yang ada disekitarnya sehingga kekuatan kohesi batas butir menurun dan mengakibatkan C masuk ke batas butir secara intertisi [5,6,7].

Teknik ini memerlukan penanganan benda uji yang ekstra hati-hati karena sangat sensitif terhadap kontaminasi permukaan, artinya permukaan benda uji harus benar-benar bersih. Oleh karena itu penanganan benda uji harus dilakukan di dalam ruang vakum tinggi (*ultra high vacuum chamber*) untuk menjaga agar benda uji maupun permukaan bidang patahan material tidak terkontaminasi.

## 3. TATA KERJA

### Material:

Dua jenis paduan feritik yang dinotasikan sebagai material MA dengan kandungan P yang dominan dan material MAC yang mengandung C dominan digunakan untuk studi ini. Komposisi kimia kedua material tersebut diperlihatkan pada Tabel 1.

### Benda uji:

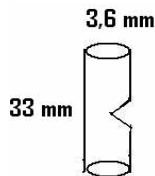
Benda uji yang akan digunakan untuk analisis dengan *AES* berbentuk impak silinder dengan *notch* di tengahnya berukuran  $\varnothing$  3,6 mm, panjang 33 mm diperlihatkan pada Gambar 1. Sebelum dilakukan analisis terlebih dahulu benda ujinya diberikan perlakuan panas sebagai berikut: benda uji dimasukkan ke dalam tungku pemanas untuk dinormalisasi pada suhu 1100<sup>0</sup>C selama 2 jam, kemudian didinginkan perlahan-lahan sampai dicapai suhu 500<sup>0</sup>C dan dibiarkan tetap terjaga pada kondisi tersebut selama 3 hari dengan maksud agar terjadi segregasi P (material MA) dan segregasi C (material MAC) pada batas butir. Selanjutnya benda uji dibiarkan mendingin di dalam tungku pemanas sampai suhu ruang tercapai.

### Prosedur:

Analisis dengan *AES* model PHI 590 dilakukan di laboratorium milik Hitachi, di Jepang. Setelah perlakuan panas selesai, selanjutnya benda uji tersebut dipatahkan *in situ* di dalam ruang vakum tinggi sekitar  $8 \times 10^{-9}$  Pa yang merupakan rangkaian dari *AES*. Analisis unsur kimia batas butir bidang patahannya yang merupakan representasi segregasi batas butir bidang patahan paduan feritik ditentukan dengan menggunakan *AES*, yang diambil/ditentukan dari beberapa titik (8 titik) pada bidang patahannya.

**Tabel 1. Komposisi kimia paduan feritik [9].**

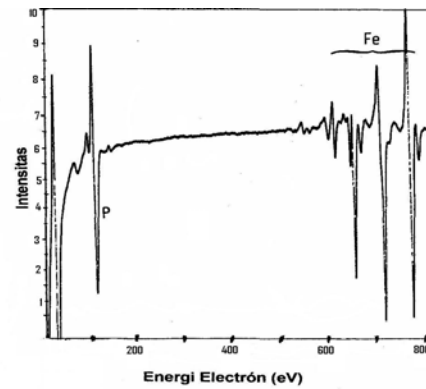
% berat	Material	
	MA	MAC
C	0,0011	0,1979
P	0,0464	0,0229
Mn	1,18	1,16
S	0,002	0,007
O	0,0037	0,0104
N	0,0002	0,001



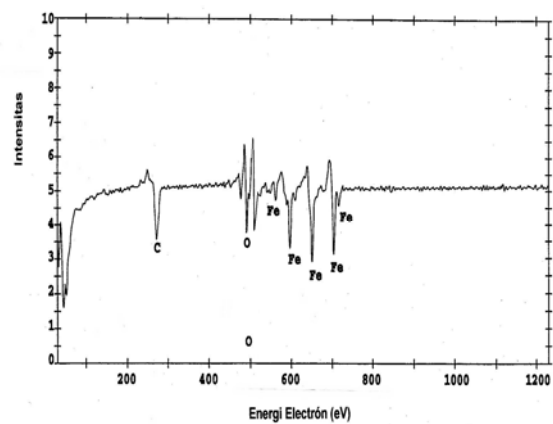
**Gambar 1. Benda uji AES**

#### 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis kimia dengan AES bidang patahan material MA diperlihatkan pada Gambar 2, yang merupakan representasi dari segregasi P pada batas butir material MA. Terlihat bahwa segregasi P pada material MA sangat signifikan yang ditunjukkan dengan munculnya *peak* spektrum atom P pada energi sekitar 120 eV, sedangkan *peak* spektrum atom C tidak muncul. Hal ini menunjukkan bahwa atom-atom C pada material MA yang mengandung dominan P tidak dapat mendesak atom-atom P, atau dapat dikatakan kandungan C di dalam material MA terlalu sedikit/rendah sehingga tidak cukup kuat untuk mencegah terjadinya segregasi P di dalam material MA. Akibatnya atom-atom P tersegregasi pada batas butir material MA sehingga kekuatan kohesi batas butir menurun dan mengakibatkan penggetasan material. Hasil analisis kimia dengan AES bidang patahan material MAC yang mengandung C dominan diperlihatkan pada Gambar 3, yang merupakan representasi dari segregasi C pada batas butir material MAC. Terlihat bahwa segregasi atom-atom C pada material MAC sangat signifikan yang ditunjukkan dengan munculnya *peak* spektrum atom C pada energi sekitar 290 eV, sedangkan *peak* spektrum atom P tidak muncul. Dapat dijelaskan bahwa atom-atom C mendesak atom-atom P dari batas butir paduan feritik sehingga atom-atom C tersegregasi pada batas butir. Akibatnya kekuatan kohesi batas butir material akan naik dan menekan terjadinya IGF[5,6].



**Gambar 2. Analisis kimia bidang patahan material MA**



**Gambar 3. Analisis kimia bidang patahan material MAC**

Hasil analisis segregasi P dan C di dalam paduan feritik dengan AES dibandingkan dengan hasil penelitian mengenai pengaruh P dan C terhadap temperatur transisi dari ulet ke rapuh atau *ductile to brittle transition temperature (DBTT)* untuk material yang sama yang telah dilakukan sebelumnya[10]. Untuk mendapatkan *DBTT* dilakukan dengan pengujian *small punch* pada berbagai variasi suhu dalam rentang suhu dari  $-150^{\circ}\text{C}$  sampai dengan  $+150^{\circ}\text{C}$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa *DBTT* material MA adalah  $-130^{\circ}\text{C}$  dan *DBTT* material MAC adalah  $-140^{\circ}\text{C}$ [10]. Hal ini konsisten bahwa temperatur transisi meningkat dengan konsentrasi P. Dalam hal ini segregasi P antar butir terjadi pada batas butir dan menurunkan kekuatan kohesi batas butir. Mekanisme menurunnya kekuatan kohesi dapat dijelaskan sebagai berikut : atom-atom P menyerang elektron-elektron dari atom-atom besi yang ada di sekelilingnya dan selanjutnya ikatan antara atom-atom besi ini melemah. Meningkatnya kandungan C (material MAC) menekan terjadinya IGF dan menurunkan temperatur transisi, hal ini

dianggap bahwa penambahan C mencegah segregasi P pada batas butir.

[10] S. NITISWATI, "Data Hasil Penelitian Program MEXT", Juli 2003 – Juni 2004

## 5. KESIMPULAN

Disimpulkan bahwa adanya C yang dominan pada material MAC mempengaruhi segregasi P pada batas butir material MA. Atom-atom C mendesak atom-atom P dari batas butir paduan feritik sehingga atom-atom C tersegregasi pada batas butir dan menaikkan kekuatan kohesi batas butir material dan akan menekan terjadinya *IGF*.

## 6. UCAPAN TERIMA KASIH

Ditujukan kepada Sekino, dari JAEA, Jepang yang telah berbaik hati melakukan pengambilan data AES ketika penulis melaksanakan penelitian di JAEA, Jepang.

## 7. DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. KAMEDA, et. al., "Intergranular Segregation of Phosphorus and Sulfur In Neutron Irradiated Iron Alloys", Scripta Metallurgica, Vol. 42 (1999).
- [2] H.J. GRABKE, et.al., Effects of Manganese on the Grain Boundary Segregation, Bulk and Grain Boundary Diffusivity of P in Ferrite", Scripta Metallurgica, Vol. 1, (1990)
- [3] C.L. BRIANT, "Competitive Grain Boundary Segregation in Fe-P-S and Fe-P-Sb Alloys," Scripta Metallurgica, Vol. 36, No. 7 (1999).
- [4] M. BRICK, et. all., "Structure and Properties of Engineering Materials", 4<sup>th</sup> Edition, (1977)
- [5] SHIN, et.all., "Effect of Carbon on Grain Boundary Segregation of Sulfur in Iron", Scripta Metallurgica, Volume 22 (1988).
- [6] S. SUZUKI, et.al., "Site Competition Between Sulfur and Carbon at Grain Boundaries and Their Effects on the Grain Boundary Cohesion in Iron", Metallurgical Transactions A, Volume 18A (1987).
- [7] H. KIMURA, " Overview Intergranular Fracture in BCC Metals", Transaction of the Japan Institute of Metals, Vol 29, No. 7 (1988).
- [8] D.BRIGGS, et.all., "Practical Surface Analysis-Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy", Vol. 1, 2<sup>nd</sup> Edition (1990)
- [9] Y. NISHIYAMA, "Data for American Ferritic Alloys" (2003).

**TANYA JAWAB**