

KETAHANAN KOROSI LAPISAN TIPIS ALUMINIUM-BESI DENGAN TEKNIK UNBALANCED MAGNETRON SPUTTERING PADA CAIRAN PB-BI TEMPERATUR TINGGI

Abu Khalid Rivai

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-BATAN, Kawasan PUSPIPTEK, Tangerang Selatan, 15314

Telp: 021-756-2860 ext. 4024; Fax: 021-756-0926

E-mail: rivai.abukhalid@batan.go.id

ABSTRAK

KETAHANAN KOROSI LAPISAN TIPIS ALUMINIUM-BESI DENGAN TEKNIK UNBALANCED MAGNETRON SPUTTERING PADA CAIRAN PB-BI TEMPERATUR TINGGI. Reaktor cepat berpendingin timbal alloy merupakan salah satu kandidat reaktor nuklir masa depan di dunia (reaktor generasi IV). Salah satu permasalahan kunci dalam pengembangan LFR di dunia adalah pengembangan bahan yang tahan korosi dalam lingkungan timbal alloy pada temperatur tinggi. Telah dilakukan uji korosi lapisan tipis aluminium-besi pada permukaan baja dalam cairan Pb-Bi eutectic pada temperatur tinggi 700°C. Lapisan tipis ini dibentuk di atas permukaan baja martensitik STBA26 dan austenitik SS316FR dengan menggunakan teknik UBMS-Unbalanced Magnetron Sputtering. Uji korosi dilakukan selama 1,000 jam untuk masing-masing konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat dan 5×10^{-6} %berat. Sebagai bahan perbandingan, diuji juga baja tanpa pelapisan yaitu tipe STBA26, SS430, Recloy10 dan NTK04L. Hasil uji korosi menunjukkan bahwa tidak ada penetrasi Pb-Bi ke dalam matriks lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik UBMS ini untuk semua uji korosi. Sebaliknya, penetrasi Pb-Bi yang cukup dalam ditemukan pada semua spesimen baja tanpa pelapisan. Hasil ini menunjukkan bahwa lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik UBMS memiliki ketahanan korosi yang tinggi dalam lingkungan Pb-Bi eutectic pada temperatur 700°C.

Kata kunci: Pb-Bi, korosi, sputtering, lapisan tipis, baja

ABSTRACT

CORROSION RESISTANCE OF ALUMINUM-IRON THIN FILM USING UNBALANCED MAGNETRON SPUTTERING TECHNIQUE IN LIQUID PB-BI AT HIGH TEMPERATURE. Lead alloy-cooled Fast Reactor (LFR) is one of the candidates for the future nuclear reactor in the world (Generation IV reactors). One of the key issues for the development of LFR is the development of high corrosion resistance materials in lead alloy at high temperature. Corrosion tests of aluminium-iron thin film in high temperature Pb-Bi eutectic at 700°C were carried out. The thin film was coated on the surface of martensitic stainless steel STBA26 and austenitic stainless steel SS316FR using UBMS-Unbalanced Magnetron Sputtering technique. Corrosion tests were carried out for two oxygen concentrations i.e., 6.8×10^{-7} wt.% dan 5×10^{-6} wt.%. For comparison analysis, corrosion tests of uncoated stainless steels STBA26, SS430, Recloy10 and NTK04L were also carried out. The results showed that there was no penetration of Pb-Bi into the matrix of the thin film for all corrosion tests. On the other hand, deep penetration of Pb-Bi into all uncoated stainless steel specimens matrix was observed. These results showed that aluminum-iron thin film using UBMS technique exhibited high corrosion resistance in liquid Pb-Bi eutectic at 700°C.

Keywords: Pb-Bi, corrosion, sputtering, thin film, stainless steels

PENDAHULUAN

Reaktor cepat berpendingin timbal alloy (LFR: Lead alloy-cooled Fast Reactor) merupakan salah satu kandidat reaktor masa depan di dunia (reaktor generasi IV) [1,2]. LFR memiliki keunggulan dalam memanfaatkan uranium alam serta membakar limbah radioaktif secara optimal karena penggunaan neutron cepat (*fast neutrons*) dalam operasinya. Cairan logam berat timbal alloy (Pb/Pb-Bi) sebagai pendingin reaktor memiliki keunggulan dari sisi neutronik, termal hidrolik dan tidak bersifat eksplosif jika berinteraksi dengan udara dan air.

Di dunia, Rusia merupakan negara yang memiliki pengalaman yang banyak dalam instalasi dan mengoperasikan reaktor berpendingin cairan Pb-Bi eutectic karena pernah mengoperasikan reaktor dengan menggunakan cairan Pb-Bi eutectic sebagai pendingin dengan nama "Project 645" dan "Alpha submarines" [3-5]. Namun, operasi reaktor tersebut terpaksa dihentikan setelah beberapa tahun beroperasi diakibatkan penyumbatan pada celah-celah reaktor oleh metal-metal bahan baja kelongsong dan bahan struktur reaktor yang terdisolusi, dan oksida timbal padat (PbO). Pengalaman ini menjadi pijakan untuk penelitian

yang sangat luas di dunia dalam bidang teknologi Pb-Bi *eutectic* cair. Ketertarikan negara-negara di dunia terhadap reaktor LFR semakin meningkat setelah banyak permasalahan ditemukan pada jenis reaktor berpendingin logam berat sodium khususnya setelah kejadian kebakaran sodium karena kebocoran sistem pendingin sekunder reaktor Monju Jepang pada Desember 1995^[6]. Ketertarikan pada teknologi Pb-Bi *eutectic* juga semakin bertambah di dunia dengan semakin gencarnya pengembangan teknologi ADS (*Accelerator Driven Transmutation System*) dengan target spalasi menggunakan Pb-Bi *eutectic* pada dasawarsa akhir abad 20 sampai sekarang^[1].

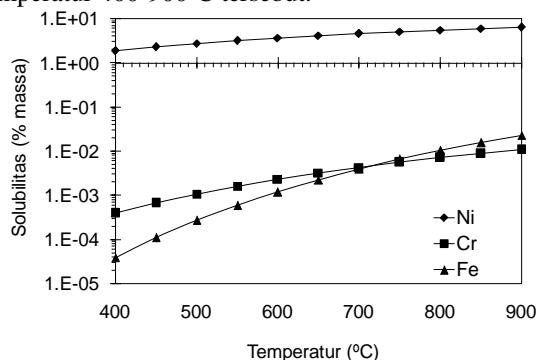
Salah satu permasalahan kunci dalam pengembangan LFR di dunia sampai saat ini adalah pengembangan bahan yang tahan korosi di lingkungan timbal *alloy* (Pb/Pb-Bi)^[7]. Pb-Bi memiliki karakteristik bersifat korosif terhadap baja karena menyebabkan unsur-unsur metal terutama nikel, kromium dan besi mengalami disolusi ke dalam cairan Pb-Bi^[3-5,7]. Solubilitas metal penyusun dasar baja Fe, Cr, dan Ni dalam cairan Pb-Bi *eutectic* pada temperatur 400-900°C adalah^[4]:

$$\log C_{Ni} = 1.53 - \frac{843}{T} \quad (1)$$

$$\log C_{Cr} = -0.02 - \frac{2280}{T} \quad (2)$$

$$\log C_{Ni} = 2.1 - \frac{4380}{T} \quad (3)$$

dengan C adalah konsentrasi dalam %massa, dan T adalah temperatur dalam Kelvin. Gambar 1 menunjukkan profil solubilitas nikel, kromium dan besi dalam Pb-Bi *eutectic* cair dalam rentang temperatur 400-900°C tersebut.



Gambar 1. Profil solubilitas metal nikel, kromium dan besi dalam Pb-Bi *eutectic*

Dapat dianalisis bahwa tingkat korosif Pb-Bi terhadap baja semakin tinggi dengan bertambah tinggi temperatur Pb-Bi. Hal ini karena disolusi unsur-unsur metal khususnya nikel, kromium dan besi semakin tinggi dengan bertambah temperatur Pb-Bi. Di sisi lain, bahan *cladding* untuk LFR

diharapkan memiliki kemampuan menahan korosi Pb-Bi pada suhu di atas 650°C. Hal ini agar diperoleh temperatur operasi reaktor cukup tinggi untuk mendapatkan efisiensi reaktor yang tinggi sehingga dapat kompetitif secara ekonomi dengan jenis reaktor lainnya.

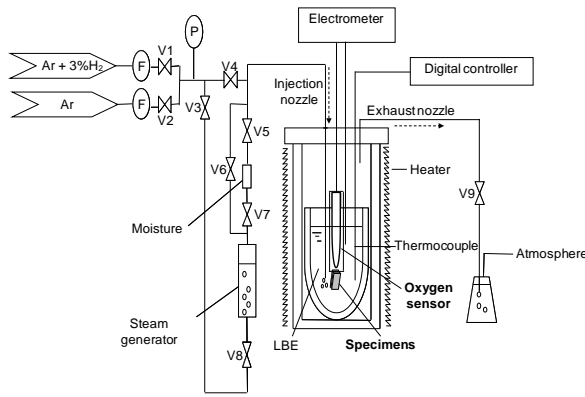
Salah satu teknik yang dikembangkan sebagai kandidat untuk bahan *cladding* LFR yang tahan terhadap serangan korosi Pb-Bi adalah teknik pelapisan permukaan baja dengan lapisan tipis aluminium *alloy*. Pelapisan permukaan baja dengan lapisan tipis aluminium *alloy* banyak dikembangkan di dunia untuk melindungi baja dari serangan korosi Pb-Bi. Telah dilaporkan bahwa pelapisan baja dengan lapisan tipis aluminium *alloy* menggunakan teknik pemanasan balutan *foil* aluminium, pelelehan aluminium pada permukaan baja menggunakan *pulsed electron beam*, gas difusi, dan *pack cementation* menunjukkan ketahanan korosi yang baik di dalam cairan timbal *alloy*^[8-13].

Terkait dengan teknologi lapisan tipis untuk aplikasi pada LFR, penyelidikan dan penelitian perilaku korosi baja dengan dilapisi aluminium *alloy* di dalam cairan Pb-Bi pada temperatur di atas 650°C sampai saat ini masih jarang dilakukan. Dalam penelitian ini dilakukan penyelidikan perilaku korosi lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik *UBMS-Unbalanced Magnetron Sputtering* di atas permukaan baja di dalam cairan Pb-Bi *eutectic* pada temperatur 700°C. Teknik pelapisan menggunakan UBMS ini memiliki karakteristik dapat membentuk lapisan tipis dengan densitas yang tinggi serta kualitas ikatan yang baik pada substrat metal murni maupun metal *alloy* serta baja dan telah digunakan secara luas untuk aplikasi mekanik, elektrik, dan optik^[14-16]. Namun penyelidikan ketahanan korosi lapisan tipis dengan teknik UBMS untuk melindungi baja dari serangan korosi Pb-Bi masih sangat jarang dilakukan di dunia^[17,18]. Terkait hal tersebut, tujuan penelitian ini adalah untuk menyelidiki ketahanan korosi lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik UBMS dalam cairan Pb-Bi *eutectic* pada temperatur 700°C. Lapisan tipis ini dilapiskan pada dua jenis baja yaitu austenitik dan martensitik. Sebagai bahan perbandingan, dilakukan juga uji korosi baja yang tanpa dilapisi (*uncoated*) lapisan tipis aluminium-besi di dalam cairan Pb-Bi *eutectic* pada saat dan kondisi yang sama dengan baja yang dilapisi lapisan tipis aluminium-besi.

TATAKERJA PERCOBAAN

Aparatus Uji Korosi

Aparatus uji korosi cairan Pb-Bi yang digunakan adalah tipe non-dinamik (*stagnant*) dengan dilakukan injeksi gas Ar dan 3% H_2 secara berkesinambungan selama uji korosi berlangsung. Diagram aparatus uji korosi ini dapat dilihat pada Gambar 2 di bawah ini.



Gambar 2. Diagram aparatus uji korosi cairan Pb-Bi

Aparatus uji korosi ini terdiri dari pembangkit uap, sensor pengukur kelembaban, sistem pemanas gas injeksi, sensor oksigen, tabung uji, dan sistem pelepasan gas. Keramik alumina berbentuk tabung digunakan sebagai wadah untuk meleburkan logam Pb-Bi sekaligus tempat uji korosi. Di dalam tabung tersebut ditempatkan sebuah sensor oksigen, sebatang kawat molibdenum untuk mendeteksi sinyal keluaran sensor oksigen, pipa keramik untuk injeksi gas, dan sebuah termokopel untuk mendeteksi temperatur Pb-Bi. Wadah tabung keramik tempat uji korosi ini memiliki dimensi panjang 180 mm, diameter luar 60 mm, dan ketebalan 5 mm. Jumlah Pb-Bi yang digunakan dalam percobaan ini adalah 1,650 gram dan 1,950 dalam dua eksperimen. Gas injeksi mengalir melalui pipa baja dan memasuki wadah uji korosi melalui pipa keramik. Konsentrasi oksigen diukur menggunakan sensor yang terbuat dari elektrolit YSZ- *yttria-stabilized zirconia*. Sebagai referensi internal digunakan fluida Bi/Bi₂O₃ dengan perbandingan komposisi Bi:Bi₂O₃ adalah 95:5. Sinyal keluaran sensor dideteksi oleh dua batang kawat molibdenum, satu dimasukkan ke dalam referensi internal pada sensor dan yang satu lagi ke dalam Pb-Bi pada wadah uji korosi. Sinyal *electromotive force* (EMF) dideteksi menggunakan sebuah elektrometer.

Bahan Uji

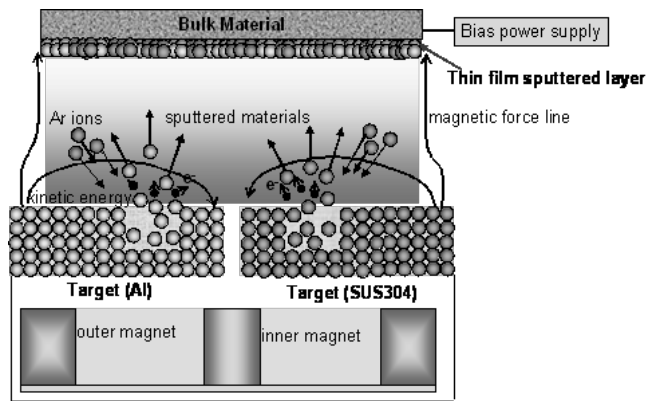
Bahan yang diuji korosi dalam percobaan ini adalah lapisan tipis aluminium-besi pada permukaan baja STBA26 (martensitik) dan SS316FR (austenitik). Sebagai bahan perbandingan baja

STBA26, SS430, Recloy10 dan NTK04L tanpa pelapisan (*uncoated*) juga diuji pada waktu dan kondisi yang sama dengan bahan lapisan tipis aluminium-besi. Komposisi kimia bahan baja uji korosi ini dapat dilihat pada Tabel 1 di bawah ini.

Baja STBA26 dan SS316FR dilapisi Al-Fe dengan teknik *Physical Vapor Deposition* (PVD) menggunakan teknik *Unbalanced Magnetron Sputtering* (UBMS). Pelapisan lapisan tipis ini dilakukan di perusahaan Kobe Steel Hyogo Jepang. Pada teknik UBMS ini digunakan *vacuum chamber* yang di dalamnya dialirkan gas *inert* yang dalam penelitian ini digunakan gas Ar (argon). Bahan target berbentuk padat digunakan sebagai katoda, kemudian diberikan tegangan tinggi untuk memproduksi gas Argon dalam bentuk plasma (*glow discharge*). Ion-ion plasma Ar kemudian menghantam bahan target yang menyebabkan atom-atom bahan target memercik (*sputter*) keluar. Percikan evaporasi atom-atom bahan target kemudian mengendap pada permukaan bahan substrat dan membentuk lapisan tipis (*thin film*). Pada teknik UBMS, tidak seperti pada teknik *magnetron sputtering* yang konvensional, digunakan medan magnet tidak seimbang (*unbalanced magnetic field*). Ketidakeimbangan medan magnet ini dihasilkan dari perbedaan intensitas kutub magnetik bagian luar (*outer magnetic*) yang memiliki intensitas lebih kuat dengan kutub magnetik bagian dalam. Dalam medan magnet tidak seimbang ini, sebagian garis-garis medan magnet dari kutub magnet luar menjangkau substrat yang menyebabkan sebagian ion-ion plasma argon dekat bahan target terdifusi sepanjang garis-garis medan magnet mendekati substrat sehingga jumlah ion-ion Ar yang menghantam substrat selama proses pelapisan menjadi meningkat. Pengarahan ion-ion Ar dengan teknik *unbalanced magnetron source* ini digunakan untuk mengatur lapisan tipis pada permukaan substrat yang diinginkan dengan mengatur tegangan yang diberikan. Bahan target *sputtering* dalam percobaan ini adalah aluminium dan SS304. Temperatur teras UBMS adalah 330-349°C selama operasi dengan tegangan 400-500 V dan arus 10A. Diagram teknik UBMS serta alat UBMS yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3 di bawah ini.

Tabel 1. Komposisi kimia bahan uji

Elemen/ Bahan	Fe	Cr	Mo	W	Si	Lainnya
STBA26	Sebagian besar	9	1	-	0,2	-
SUS430	Sebagian besar	16,1	-	-	0,63	0,2 Mn
Recloy10	Sebagian besar	17,7	-	-	1	0,9Al
NTK04L	Sebagian besar	17,8	0,1	-	0,4	3,34Al



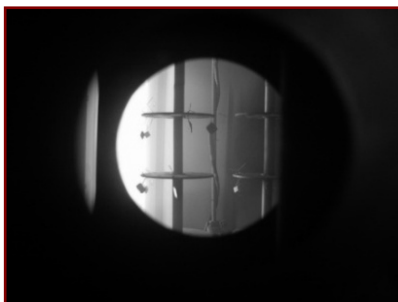
(a)



(b)



(c)

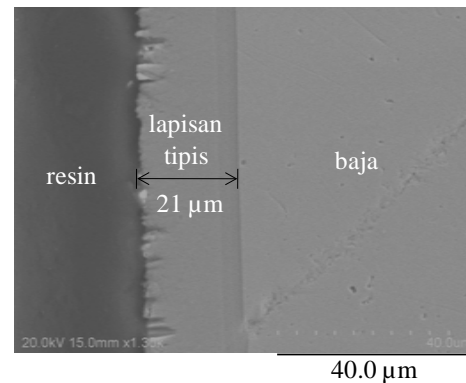


(d)

Gambar 3. UBMS (a) Diagram, (b) Aparatus (c) Teras Aparatus (d) Penempatan specimen

Lapisan aluminium-besi dengan teknik UBMS beserta area permukaan baja yang diuji dalam percobaan ini ditunjukkan pada Gambar 4.

Hasil mikrograf SEM menunjukkan lapisan tipis aluminium-besi yang dihasilkan menempel dengan baik serta homogen di atas permukaan baja serta tampak lapisan ini memiliki densitas yang cukup tinggi. Lapisan tipis ini memiliki ketebalan homogen $\sim 21\mu\text{m}$.



Gambar 4. Mikrograf SEM lapisan tipis Al-Fe pada permukaan baja sebelum uji korosi

Prosedur Percobaan

Konsentrasi oksigen dalam percobaan ini adalah $6,8 \times 10^{-7}$ %berat untuk bahan uji lapisan tipis aluminium-besi pada permukaan baja STBA26 dan baja STBA26 tanpa pelapisan (*uncoated*), dan 5×10^{-6} %berat untuk bahan uji lapisan tipis aluminium-besi pada permukaan baja SS316FR dan baja SS430, Recloy10 dan NTK04L tanpa pelapisan (*uncoated*). Nilai konsentrasi oksigen yang pertama hampir sama dengan nilai potensial oksigen pembentukan besi oksida (Fe_3O_4), dan nilai konsentrasi oksigen yang kedua di atas nilai potensial oksigen pembentukan besi oksida (Fe_3O_4). Konsentrasi oksigen ini diestimasi dari nilai EMF yang terukur dan persamaan Gromov [4] untuk solubilitas oksigen dalam cairan Pb-Bi *eutectic*. Uji korosi ini dilakukan selama 1,000 jam untuk masing-masing nilai konsentrasi oksigen.

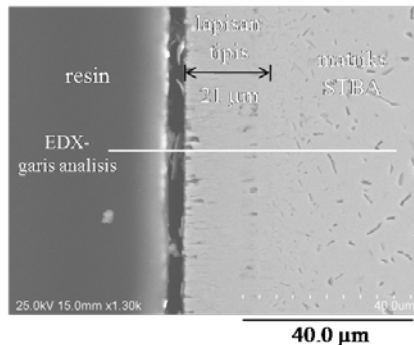
Tabel 2. Kondisi percobaan uji korosi

Parameter	Keterangan
Jenis Logam Cair	Pb-Bi <i>eutectic</i>
Temperatur Cairan (°C)	700°C
Konsentrasi Oksigen (%berat)	$6,8 \times 10^{-7}$ 5×10^{-6}
Waktu Uji Korosi (jam)	1,000
Bahan Uji	Lapisan tipis Al-Fe pada baja SBA26 dan baja STBA26 tanpa pelapisan ($6,8 \times 10^{-7}$ %berat). Lapisan tipis Al-Fe pada baja SS316FR dan baja SS430, Recloy10, NTK04L tanpa pelapisan (5×10^{-6} %berat).

Perilaku korosi dari bahan uji dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)-Energy Dispersive X-Ray Microanalysis (EDX)*. Sebelum analisis menggunakan SEM-EDX, spesimen-spesimen yang sudah diuji di dalam cairan Pb-Bi pada temperatur 700°C selama 1,000 jam tersebut dibersihkan menggunakan gliserin panas pada temperatur 160-180°C untuk melepaskan sisa Pb-Bi yang masih menempel di permukaan. Setelah itu gliserin yang menempel pada permukaan spesimen dibersihkan menggunakan air pada temperatur 70-80°C. Setelah itu spesimen-spesimen tersebut dipotong di tengah, dimasukkan kedalam resin plastik cair hingga resin tersebut membeku dan mengeras kemudian di haluskan permukaannya (*polish*) menggunakan mesin grinda dengan butiran permata polikristal.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Korosi Lapisan Tipis Aluminium-Besi Dalam Pb-Bi 700°C



Gambar 5. Mikrograf SEM lapisan tipis Al-Fe pada permukaan baja STBA setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi *eutectic* (700°C; $6,8 \times 10^{-7}$ %berat)

Gambar 5 menunjukkan mikrograf SEM penampang lintang dari lapisan tipis aluminium-besi pada permukaan baja STBA26 setelah uji korosi dalam Pb-Bi *eutectic* dengan temperatur 700°C selama 1,000 jam dan konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat. Dapat dianalisis dari mikrograf SEM ini bahwa lapisan tipis aluminium-besi masih menempel dan memiliki ikatan dengan baik pada permukaan

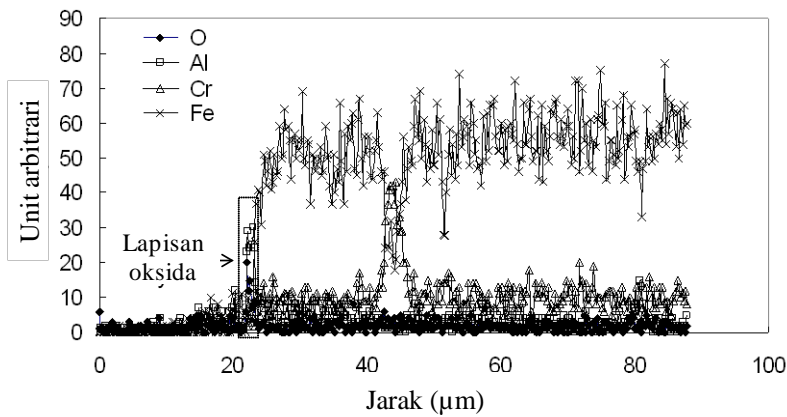
substrat baja STBA26. Ketebalan lapisan tipis ini tetap sama dengan ketebalan sebelum pengujian korosi yaitu $\sim 21 \mu\text{m}$. Hasil mikrograf SEM ini juga menunjukkan bahwa tidak ditemukan jejak penetrasi Pb-Bi ke dalam matriks lapisan tipis maupun keretakan pada lapisan tipis ini.

Hasil analisis atomik ini menunjukkan bahwa setelah dibenamkan dalam cairan Pb-Bi *eutectic* pada permukaan lapisan tipis aluminium-besi terbentuk lapisan oksida sangat tipis. Lapisan oksida sangat tipis ini tersusun utamanya dari aluminium oksida. Lapisan oksida ini stabil dan mampu menahan serangan korosi dari Pb-Bi sehingga melindungi disolusi atom-atom metal lapisan tipis aluminium-besi maupun substrat baja STBA26 yang dilapisinya.

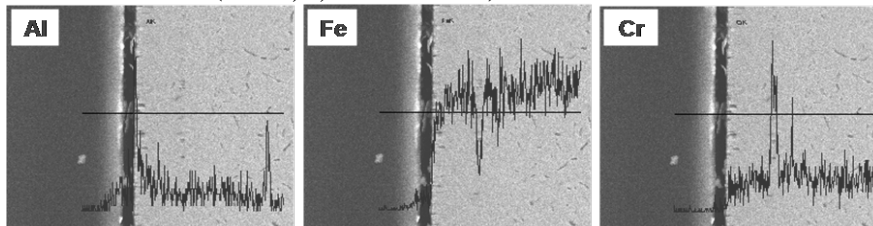
Gambar 8 menunjukkan mikrograf SEM penampang lintang dari lapisan tipis aluminium-besi pada permukaan baja SS316FR setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi dengan temperatur 700°C selama 1,000 jam dan konsentrasi oksigen 5×10^{-6} %berat. Mikrograf SEM ini menunjukkan bahwa lapisan tipis aluminium-besi masih menempel dengan baik pada permukaan substrat baja SS316FR tanpa ada penetrasi Pb-Bi maupun keretakan.

Gambar 9 menunjukkan analisis atomik EDX dengan garis analisis ditunjukkan pada Gambar 8. Seperti halnya pada permukaan lapisan tipis setelah uji korosi yang pertama, analisis atomik EDX menunjukkan pada permukaan lapisan tipis ini terbentuk lapisan oksida sangat tipis. Lapisan oksida ini utamanya terbentuk dari besi dan aluminium oksida. Kadar konsentrasi oksigen pada percobaan ini berada di atas potensial oksigen pembentukan besi oksida sehingga memungkinkan terbentuknya besi oksida di atas permukaan lapisan aluminium-besi. Hasil analisis menunjukkan bahwa tidak ditemukan jejak korosi Pb-Bi pada permukaan lapisan tipis ini. Hal ini berarti lapisan oksida yang sangat tipis dan stabil yang terbentuk di atas permukaan lapisan tipis aluminium-besi ini telah melindungi disolusi atom-atom metal dalam lapisan tipis aluminium besi maupun substrat baja SS316FR ke dalam cairan Pb-Bi *eutectic*.

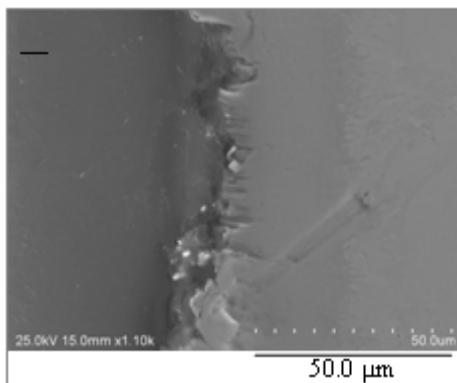
Gambar 6 dan 7 menunjukkan analisis atomik EDX dengan garis analisis ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 6. Analisis atomik EDX lapisan tipis Al-Fe pada permukaan baja STBA setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi *eutectic* (700°C; $6,8 \times 10^{-7}$ %berat)



Gambar 7. Analisis atomik Al, Fe dan Cr lapisan tipis Al-Fe pada permukaan baja STBA setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi *eutectic* (700°C; $6,8 \times 10^{-7}$ %berat)

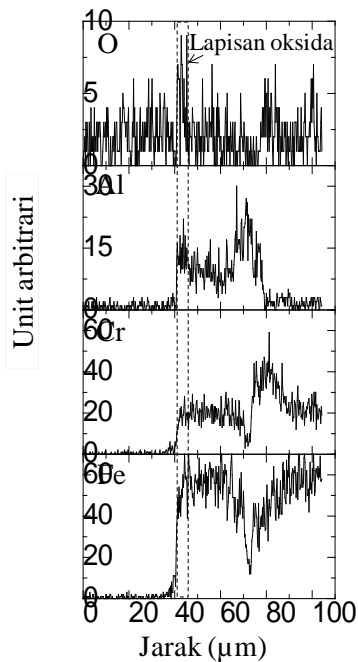


Gambar 8. Mikrograf SEM lapisan tipis Al-Fe pada permukaan baja SS316FR setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi *eutectic* (700°C; 5×10^{-6} %berat)

Uji korosi dalam penelitian ini telah dilakukan pada dua nilai kadar konsentrasi oksigen yang berbeda satu orde. Tingkat konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat dalam percobaan pertama mendekati nilai potensial oksigen untuk pembentukan besi oksida (*magnetite*, Fe_3O_4). Adapun tingkat konsentrasi oksigen 5×10^{-6} %berat dalam percobaan kedua di atas nilai potensial oksigen untuk pembentukan besi oksida (*magnetite*, Fe_3O_4). Hasil percobaan menunjukkan dengan konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat terbentuk lapisan sangat tipis aluminium oksida diatas permukaan lapisan tipis aluminium-besi tanpa disertai pembentukan besi oksida. Hal ini berarti pada tingkat konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat tidak memadai untuk

pembentukan besi oksida (*magnetite*, Fe_3O_4). Namun hal ini cukup menguntungkan karena *magnetite* (Fe_3O_4) memiliki karakteristik porositas yang cukup tinggi yang tidak baik untuk menahan penetrasi Pb-Bi khususnya jika ketebalan lapisan *magnetite* ini lebih dari beberapa mikron. Pada tingkat konsentrasi oksigen 5×10^{-6} %berat yang berada di atas potensial oksigen untuk pembentukan *magnetite* (Fe_3O_4) terbentuk lapisan besi oksida di atas permukaan lapisan tipis aluminium-besi. Namun hasil percobaan menunjukkan bahwa penetrasi Pb-Bi tidak terjadi pada percobaan dengan tingkat konsentrasi oksigen 5×10^{-6} %berat. Hal ini terjadi karena lapisan oksida yang terbentuk sangat tipis, dan pada permukaan lapisan aluminium-besi juga terbentuk lapisan aluminium oksida yang sangat efektif melindungi permukaan lapisan aluminium-besi dari serangan korosi Pb-Bi. Hasil percobaan uji korosi lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik UBMS menunjukkan ketahanan korosi yang baik dari lapisan ini di dalam cairan Pb-Bi pada temperatur 700°C selama 1,000 jam baik pada konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat maupun pada konsentrasi oksigen 5×10^{-6} %berat. Dari sisi struktur mekanik, hasil percobaan menunjukkan bahwa lapisan tipis dengan teknik UBMS memiliki ikatan yang kuat dengan permukaan substrat baja serta memiliki ketahanan dari keretakan pada suhu tinggi. Kompatibilitas lapisan tipis ini cukup tinggi baik dengan baja martensitik (STBA26) maupun austenitik (SS316FR). Hal ini menunjukkan bahwa lapisan tipis dengan teknik UBMS ini dapat

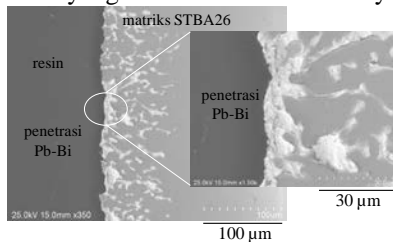
diaplikasikan secara luas untuk melapisi bahan *cladding* LFR yang terbuat dari baja austenitik maupun martensitik.



Gambar 9. Analisis atomik EDX lapisan tipis Al-Fe pada permukaan baja SS316FR setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi eutectic (700°C; 5×10^{-6} %berat)

Karakteristik Korosi Baja Tanpa Pelapisan Dalam Cairan Pb-Bi 700°C

Gambar 10 menunjukkan mikrograf SEM penampang lintang dari baja STBA26 tanpa pelapisan (*uncoated*) setelah uji korosi dalam Pb-Bi dengan temperatur 700°C selama 1,000 jam dan konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat. Spesimen ini diuji korosi bersama dengan baja STBA26 yang dilapisi dengan lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik UBMS yang telah dibahas sebelumnya.

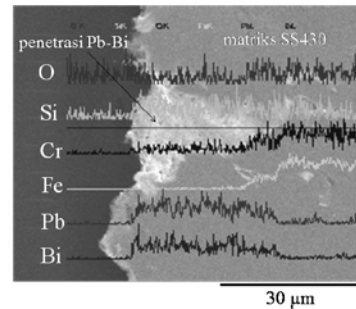


Gambar 10. Mikrograf SEM baja STBA tanpa pelapisan (*uncoated*) setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi eutectic (700°C; $6,8 \times 10^{-7}$ %berat)

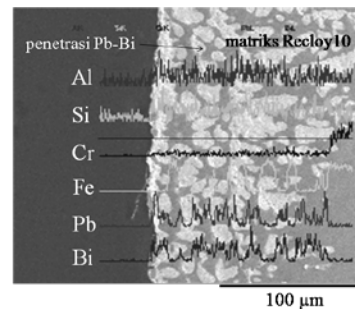
Hasil analisis mikrograf SEM menunjukkan bahwa Pb-Bi dapat penetrasi ke dalam matriks baja STBA. Penetrasi Pb-Bi tersebar merata secara vertikal dengan jangkauan cukup dalam sekitar 100 µm. Tidak ditemukan lapisan oksida pada permukaan

baja STBA yang dapat melindungi permukaan baja dari serangan korosi-disolusi Pb-Bi.

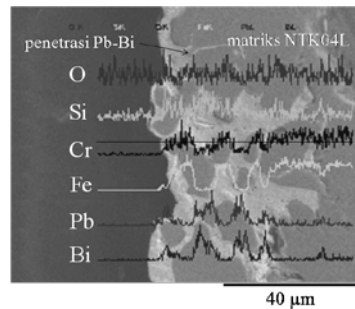
Gambar 11 menunjukkan mikrograf SEM penampang lintang dari baja (a) SS430, (b) Recloy10, dan (c) NTK04L tanpa pelapisan (*uncoated*) setelah uji korosi dalam Pb-Bi dengan temperatur 700°C selama 1,000 jam dan konsentrasi oksigen 5×10^{-6} %berat. Spesimen-spesimen ini diuji korosi bersama dengan baja SS316FR yang dilapisi dengan lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik UBMS yang telah dibahas sebelumnya.



(a)



(b)



(c)

Gambar 11. Mikrograf SEM-EDX baja tanpa pelapisan (*uncoated*) setelah uji korosi dalam cairan Pb-Bi eutectic (700°C; 5×10^{-6} %berat): (a) SS430, (b) Recloy10, (c) NTK04L

Mikrograf SEM-EDX menunjukkan bahwa serangan korosi dengan penetrasi Pb-Bi ke dalam matriks baja SS430, Recloy10 dan NTK04L telah terjadi. Penetrasi Pb-Bi berturut-turut ke dalam matriks SS430, Recloy10 dan NTK04L adalah >30, >100 dan >40 µm. Seperti halnya pada bahan baja

STBA26 pada percobaan pertama, tidak ditemukan lapisan oksida pada permukaan baja SS430, Recloy10 dan NTK04L yang dapat melindungi permukaan baja dari serangan korosi-disolusi Pb-Bi.

Di dalam cairan Pb-Bi *eutectic* temperatur tinggi dengan konsentrasi oksigen yang cukup, bahan baja yang berinteraksi akan mengalami potensi dua hal yaitu pembentukan lapisan oksida dan serangan korosi-disolusi Pb-Bi. Lapisan oksida yang terbentuk di atas permukaan baja dapat berfungsi untuk melindungi permukaan baja dari serangan korosi-disolusi Pb-Bi. Namun, di dalam cairan Pb-Bi temperatur 700°C pada percobaan ini menunjukkan tidak terbentuknya lapisan oksida pada permukaan baja yang dapat melindungi matriks baja dari serangan korosi-disolusi Pb-Bi baik pada kadar konsentrasi oksigen $6,8 \times 10^{-7}$ %berat maupun 5×10^{-6} %berat. Hal ini menunjukkan bahwa di dalam Pb-Bi *eutectic* 700°C secara umum baja konvensional tidak dapat menahan serangan korosi Pb-Bi sehingga diperlukan teknik khusus jika baja konvensional akan digunakan untuk bahan *cladding* LFR temperatur tinggi.

KESIMPULAN

Uji ketahanan korosi lapisan tipis aluminium-besi menggunakan teknik UBMS-*Unbalanced Magnetron Sputtering* pada baja jenis martensitik dan austenitik dengan dibenamkan dalam cairan Pb-Bi *eutectic* pada temperatur 700°C selama 1,000 jam dengan dua tingkat konsentrasi oksigen yang berbeda telah dilakukan. Lapisan tipis aluminium-besi yang dihasilkan dengan teknik UBMS ini memiliki kemampuan menahan serangan korosi dari Pb-Bi dan mencegah terjadinya disolusi atom-atom metal pada bahan lapisan tipis tersebut maupun substrat baja yang dilapisinya. Lapisan tipis yang dihasilkan dengan teknik UBMS ini memiliki kualitas yang baik dengan ikatan yang kuat dengan permukaan substrat baja bahkan setelah diuji dalam cairan logam berat Pb-Bi temperatur tinggi 700°C selama 1,000 jam. Sebaliknya, baja-baja tanpa pelapisan tidak mampu menahan serangan disolusi dan penetrasi Pb-Bi. Hal ini menunjukkan bahwa lapisan tipis aluminium-besi dengan teknik UBMS memiliki potensi yang tinggi untuk melapisi bahan baja *cladding* Pb-Bi *eutectic-cooled Fast Reactor (LFR)*.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Profesor Minoru Takahashi dari RLNR-Research Laboratory for Nuclear Reactors TIT-Tokyo Institute of Technology yang telah memberikan kesempatan dan membimbing penulis untuk melakukan penelitian korosi cairan Pb-Bi *eutectic* temperatur tinggi di laboratorium beliau di RLNR-TIT.

DAFTAR PUSTAKA

1. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY (IAEA)-TECDOC-1348, "Power reactors and sub-critical blanket systems with lead and lead-bismuth as coolant and/or target material", (2003).
2. U.S. DOE Nuclear Energy Research Advisory Committee and the Generation IV International Forum, "A technology roadmap for Generation IV nuclear energy systems", U.S. DOE Nuclear Energy Research Advisory Committee and the Generation IV International Forum, (2002).
3. B. F. GROMOV, G.I. TOSHINSKY, V.V. CHEKUNOV, Y.I. ORLOV, et al., "Designing the reactor installation with lead-bismuth coolant for nuclear submarines. The brief story. Summarized Operation Results", Proc. of HLMC1999, Page 14, (1998).
4. B. F. GROMOV, Y. I. ORLOV, P. N. MARTYNOV, V. A. GULEVSKI, "The problems of technology of the heavy liquid metal coolants (lead-bismuth, lead)", Proc. of HLMC1999, Page 87, (1998).
5. S. Z. VERHOVODKO, V. V. ZAMUKOV, "The experience of designing, using and utilising the nuclear power installations with lead-bismuth metal coolant for the "Alpha" type nuclear submarines", Proc. of HLMC1999, Page 18, (1998).
6. International Energy Agency (IAEA)-TECDOC-1569, "Liquid Metal Cooled Reactors: Experience in Design and Operation", (2007).
7. NEA- Nuclear Energy Agency, "Handbook on lead-bismuth eutectic alloy and lead properties, materials compatibility, thermal-hydraulics and technologies", OECD-NEA, 6195, (2007).
8. G. MÜLLER, A. HEINZEL, J. KONYS, G. SCHUMACHER, A. WEISENBURGER, F. ZIMMERMANN, V. ENGELKO, A. RUSANOV, V. MARKOV, Journal of Nuclear Materials, Vol. 301, Page 40, (2002).
9. G. MÜLLER, A. HEINZEL, J. KONYS, G.. SCHUMACHER, A. WEISENBURGER, F. ZIMMERMANN, V. ENGELKO, A. RUSANOV, V. MARKOV, Journal of Nuclear Materials, Vol. 335, Page 163, (2004).
10. G. MÜLLER, G.. SCHUMACHER, F. ZIMMERMANN, Journal of Nuclear Materials, Vol. 278, Page 85, (2000).
11. A. HEINZEL, M. KONDO, M. TAKAHASHI, Journal of Nuclear Materials, Vol. 350, Page 264, (2006).

12. Y. KURATA, M. FUTAKAWA, S. SAITO, Journal of Nuclear Materials, Vol. 335, Page 501, (2004).
13. Ph. DELOFFRE, F. BALBAUD-CE´LE´RIER, A. TERLAIN, Journal of Nuclear Materials, Vol 335, Page 180, (2004).
14. B. WINDOW, N. SAVVIDES, Journal of Vacuum Science and Technology, Vol. A 4 (2), Page 196, (1986).
15. B. WINDOW, N. SAVVIDES, Journal of Vacuum Science and Technology, Vol. A 4 (3) Page 453, (1986).
16. N. SAVVIDES, B. WINDOW, Journal of Vacuum Science and Technology, Vol. A 4 (3), Page 504, (1986).
17. A. K. RIVAI, M. TAKAHASHI, Progress in Nuclear Energy, Vol. 50, Page 560, (2008).
18. A. K. RIVAI, M. TAKAHASHI, Journal of Nuclear Materials, Vol. 398, Page 146, (2010).

TANYA JAWAB

Prof. Syarif

- Apa ari Pb-Bi *eutectic* mengapa dipilih bahan tersebut?

AK Rivai

- *Pb-Bi eutectic* adalah material gabungan antara *Pb* dan *Bi* menjadi material binary *eutectic* yng memiliki titik leleh lebih rendah

dibandingkan material penggabngnya (*eutectic* artinya mudah meleleh). *Pb-Bi eutectic* titik lelehnya $124,5^{\circ}\text{C}$ sedangkan material penggabngnya *Pb* memiliki titik leleh 327°C dan *Bi* memiliki titik leleh 278°C . *Pb-Bi eutectic* dipilih menjadi pendingin reaktor karena keunggulan secara kimia maupun *thermal-fisika*, yaitu tidak bereaksi (*chemical inertness*) terhadap udara dan air, memiliki potensi sirkulasi ilmiah untuk pendinginan (*natural circulation*), *void reactivity* yang *negative*, dan memiliki temoeratur leleh yang *relative rendah* ($124,5^{\circ}\text{C}$) dan titik uap yang tinggi (1674°C) sehingga dalam operasi reaktor dan tingkat keselamatan yang tinggi (*margin temperature titik leleh-uap yang tinggi*).

Epung

- Kenapa substratnya Al dan paduan Fe?
- Maksud dari Larutan Pb-Bi statik?

Ak Rivai

- Lapisan tipis ini menggunakan aluminium sebagai unsur yang diharapkan memiliki kemampuan ketahanan korosi pada suhu tinggi serta Fe (iron) sebagai unsur untuk memperkuat lapisan tersebut secara mekanik.
- Dalam percobaan ini cairan Pb-Bi *eutectic* ini dalam keadaan *static* namun dalam percobaan injeksi gas dilakukan berkesinambungan kedalam cairan tersebut sehingga diharapkan/diasumsikan terjadi sirkulasi lokal pada percobaan ini.