

PENGARUH PERLAKUAN PANAS PADA SIFAT KEULETAN DAN MIKROSTRUKTUR ZIRCALOY-2

Budi Briyatmoko dan Asli Purba

P2TBUDU-BATAN, Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314

ABSTRAK

PENGARUH PERLAKUAN PANAS PADA SIFAT KEULETAN DAN MIKROSTRUKTUR ZIRCALOY-2.

Pengaruh perlakuan panas pada sifat mekanik dan mikrostruktur Zircaloy-2 telah dipelajari pada kisaran suhu antara 250 sampai 650 °C. Sampel zircaloy-2 diperlakukan β -quenching pada suhu 1030 °C selama 30 menit dalam atmosfer gas argon, kemudian didinginkan mendadak dengan air. Setelah β -quenching, beberapa sampel zircaloy-2 diperlakukan *thermal aging* pada suhu 250, 450 dan 650 °C masing-masing selama 1-2 jam yang kemudian didinginkan didalam tungku pemanas. Uji takik dan pemeriksaan mikrostruktur dilakukan pada sampel standar zircaloy-2 (sampel asli) dan sampel zircaloy-2 yang mengalami *thermal ageing*. Data dari uji takik menunjukkan bahwa sifat keuletan dari sampel berubah. Sampel standar masih menunjukkan sifat keuletannya sampai dengan suhu mendekati -60 °C, sedangkan sampel hasil β -quenching hanya mampu menunjukkan keuletannya pada suhu diatas 80 °C. Pada sampel yang telah mengalami *thermal ageing* setelah β -quenching, sifat keuletannya baru mulai nampak pada suhu sekitar 145 °C. Sampai dengan *thermal ageing* 450 °C, makin besar suhu *ageing* suhu keuletannya menjadi makin tinggi. Tetapi pada sampel yang di-*ageing* pada 650 °C selama 1 jam, sifat keuletannya mulai nampak pada suhu 107 °C. Data yang diperoleh dari hasil pengamatan fraktografi dengan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscope) secara umum menunjukkan bahwa bentuk patahannya adalah *transgranular dimple fracture*. *Thermal ageing* yang dilakukan setelah *quenching* tidak merubah bentuk patahan tetapi hanya merubah ukuran dan kedalaman *dimple*. Pada suhu uji rendah, bentuk patahannya adalah campuran *dimple* dan *cleavage*, sedangkan pada suhu uji tinggi bentuk patahannya adalah lebih dominan *dimple*. Pada pemeriksaan mikrostruktur sampel hasil uji takik dengan menggunakan TEM (Transmission Electron Microscope) menunjukkan bahwa presipitat diduga sangat mempengaruhi sifat keuletan bahan. Makin tinggi suhu *aging* makin besar diameter presipitat. Oleh karena itu, pergerakan dislokasi selama berlangsungnya uji impak dihambat oleh presipitat, dan fenomena ini dapat menyebabkan material menjadi getas.

ABSTRACT

EFFECT OF HEAT TREATMENT ON DUCTILITY PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF ZIRCALOY-2.

Effect of heat treatment on ductility properties and microstructure of zircaloy-2 have been studied at temperature between 250 °C and 650 °C. Zircaloy-2 samples were heat treated at 1030 °C for 30 minutes in argon atmosphere then quenched in the water. Some of the samples were aged at 250 °C, 450 °C and 650 °C for one up to two hours and cooled in the furnace. Impact test and microstructure examination were conducted on zircaloy-2 standard sample (original sample) and thermal aged sample. The results of impact test and microstructure examination for standard samples and the thermal aged samples showed that ductility properties changed during the treatments. Standard zircaloy-2 appeared to remain ductile up to around -60 °C, while β -quenched zircaloy-2 remained ductile only at temperature above 80 °C. The ductility of samples of thermal aging (at 250 °C for 1 hour) after β -quenching was observed at 145 °C. Up to aging temperature of 450 °C, increasing ageing temperature resulted in higher ductility temperature. However, sample of thermal ageing at 650 °C for one hour began to appear their ductility at 107 °C. Fracture surface examination using Scanning Electron Microscope indicated that the fractures surface was generally transgranular dimple fracture. Thermal ageing after quenching did not change fracture surface property only indicated changes in the size and the depth of the dimple. Fracture surface of low temperature test was a mixture of dimple and cleavage, but at higher temperature it was dominated by dimple. Microstructure examination of the samples after impact test using TEM (Transmission Electron Microscope) indicated that precipitate might influence the ductility of the materials. Increasing aging temperature resulted in bigger precipitate. Therefore, dislocation movements during impact test were blocked by the precipitate, and this phenomena may cause the materials become brittle.

1. PENDAHULUAN

Zircaloy-2 merupakan material yang dipakai sebagai kelongsong bahan bakar reaktor air mendidih BWR [1]. Sebagai material kelongsong, zircaloy-2 harus mampu menahan beban mekanik yang datang dari luar maupun dari dalam kelongsong dalam kondisi panas

sehingga kebocoran kelongsong sebagai pembungkus bahan bakar dapat dicegah. Unsur pepadu yang terkandung didalam zircaloy-2 diantaranya adalah Cr, Ni, Fe, dan Sn. Unsur-unsur tersebut dapat membentuk senyawa intermetalik dengan zirconium [2]. Karena

rendahnya daya kelarutan unsur pepadu dalam α -zirconium maka senyawa tersebut dapat terbentuk pada suhu operasi reaktor [3]. Timbulnya senyawa atau presipitat pada zircaloy-2 dapat mempengaruhi sifat mekanik bahan. Pada penelitian sebelumnya telah dipelajari pengaruh perlakuan panas pada perubahan suhu transisi ulet-getas [4]. Sebagai kelanjutan dari penelitian sebelumnya, pada penelitian ini dipelajari pengaruh perlakuan panas pada perubahan sifat keuletan zircaloy-2 dan mikrostruktur. Sampel hasil uji impak pada penelitian sebelumnya dipotong dan dilakukan preparasi untuk pemeriksaan mikrostruktur dengan menggunakan *transmission electron microscope* (TEM).

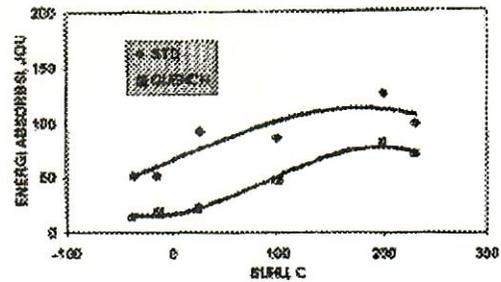
2. TATA KERJA

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah zircaloy-2 komersial bentuk bulat panjang berdiameter 80 mm. Pemotongan bahan dilakukan dengan menggunakan alat pemotong sehingga diperoleh sampel standar *charpy v-notch specimen* dengan ukuran 10 mm x 10 mm x 55 mm. Kemudian sampel diperlakukan panas melalui tahapan β -quenching dan *thermal ageing*. β -quenching dilakukan setelah bahan mengalami pemanasan pada suhu 1030 °C selama 30 menit kemudian didinginkan mendadak dengan air. *Thermal ageing* dilakukan pada suhu 250 °C, 450 °C, dan 650 °C selama 1 - 2 jam kemudian didinginkan didalam tungku pemanas. Setelah sampel mengalami perlakuan panas, dilakukan uji takik pada suhu -37 °C, -15 °C, 25 °C, 100 °C, 200 °C, dan 230 °C. Dimensi sampel dan metode pengujian mengacu pada ASTM E23 [5]. Permukaan patahan sampel hasil uji takik diamati dengan *scanning electron microscope*. Sampel hasil uji impak pada ujung pinggir jauh dari permukaan patahan dipotong dan diampelas hingga tipis sampai sekitar 250 μ m. Sampel tipis tersebut di-punch menjadi bentuk *disc* diameter 3 mm. Sampel tersebut kemudian ditipiskan hingga lobang tepat ditengahnya dengan menggunakan Jet Thinning dan larutan elektrolit yang berupa campuran antara 20 % asam perchlorat dan 80 % ethanol.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

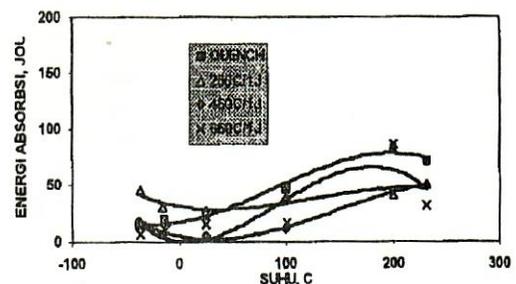
3.1 Pengaruh perlakuan panas pada perubahan sifat keuletan

Gambar 1 menunjukkan kurva hubungan antara energi absorpsi dan suhu uji takik dari sampel zircaloy-2 standar dan β -quenching[4]. Dari Gambar 1 tersebut dapat diketahui bahwa sifat keuletan zircaloy-2 hasil β -quenching menurun dibandingkan dengan standar. Dengan mengacu pada energi absorpsi sebesar 41 J maka dapat diketahui batas suhu keuletan bahan tersebut [6]. Sampel standar masih menunjukkan sifat keuletannya sampai dengan suhu sekitar -60 °C, sedangkan sampel hasil β -quenching hanya mampu menunjukkan sifat



Gambar 1. Hubungan antara energi absorpsi dan suhu uji takik dari sampel zircaloy-2 standar dan β -quenching.[4]

keuletannya pada suhu diatas 80 °C. Pada sampel β -quenching yang dikenakan *thermal ageing* pada suhu 250 °C selama 1 jam, sifat keuletannya baru mulai nampak pada suhu sekitar 145 °C (Gambar 2)[4]. Makin besar suhu *ageing* sifat keuletan bahan menjadi berkurang. Pada sampel β -quenching yang dikenakan *thermal ageing* pada suhu 450 °C selama 1 jam, sifat keuletan bahan baru nampak pada suhu 190 °C. Hal ini berarti bahwa sampel tersebut menjadi getas. Terjadinya kegetasan tersebut diduga akibat terjadinya pembesaran presipitat pada suhu tinggi. Karena presipitat tersebut dapat menghalangi pergerakan dislokasi saat terjadinya patah maka patahnya bersifat getas[7]. Pada sampel yang di-*ageing* pada suhu 650 °C selama 1 jam, bahan menjadi ulet kembali. Sifat keuletannya sudah nampak pada suhu 107 °C. Lamanya waktu *ageing* dalam pemanasan juga dapat mempengaruhi perubahan keuletan bahan. Pada sampel yang di *ageing* pada suhu 250 °C selama 2 jam menghasilkan sampel yang lebih getas dari pada sampel yang di *ageing* pada suhu yang sama dengan waktu yang lebih pendek. Dengan suhu tinggi dengan waktu tertentu dapat memberikan kesempatan pada presipitat bergerak ke tempat dislokasi atau batas butir dan akhirnya presipitat dapat larut padat. Demikian halnya untuk dislokasi pada suhu tinggi dapat memudar kembali.

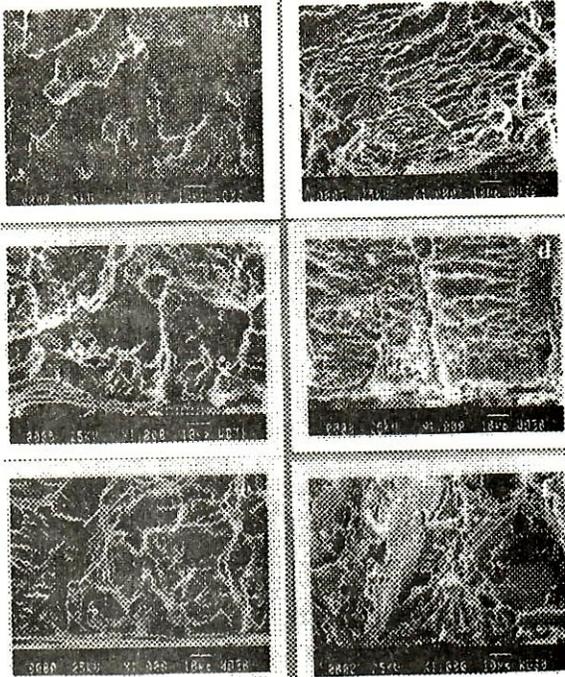


Gambar 2. Hubungan antara energi absorpsi dan suhu uji takik dari sampel Zry-2 quench, age 250C/1J, age 450C/1J dan age 650C/1J.[4]

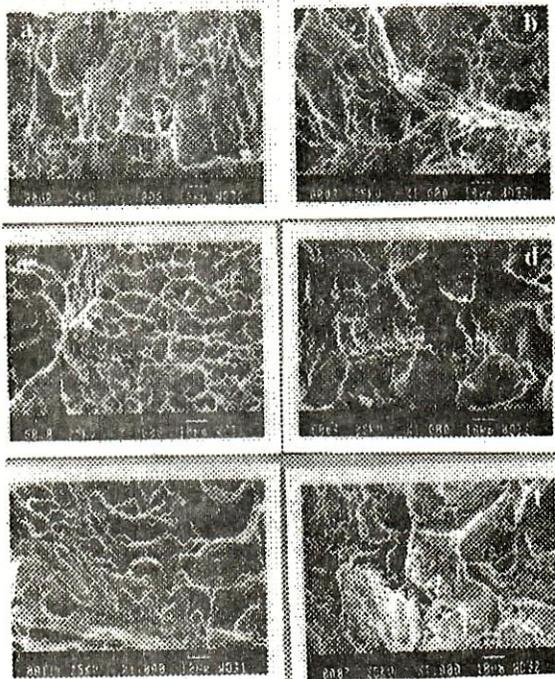
3.2 Pengaruh perlakuan panas pada perubahan mikrostruktur

Fraktografi dari hasil uji takik pada suhu rendah (-37 °C) dan suhu tinggi (230 °C) masing-masing ditunjukkan dalam Gambar 3 dan 4. Pada suhu rendah

terlihat bahwa bentuk patahannya nampak seperti campuran antara dimpel dan *cleavage*. Khususnya untuk sampel standar dengan ciri khusus adanya lobang-lobang kecil dan garis luncur (*slip line*), garis-garis tersebut menunjukkan bahwa sampel bersifat ulet.



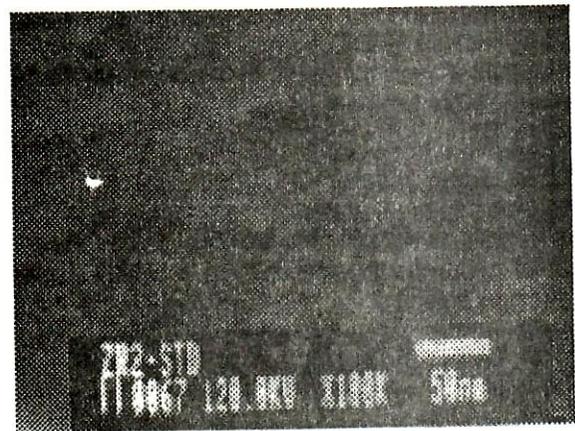
Gambar 3. Gambar permukaan patahan hasil uji takik pada suhu -37 C untuk sampel (a) standar, (b) quench, (c) age 250 °C/1 J, (d) 250 °C/2 J, (e) 450 °C/1 J, (f) 650 °C/1 J.



Gambar 4. Gambar permukaan patahan hasil uji takik pada suhu 230 C untuk sampel (a) standar, (b) quench, (c) age 250 °C/1 J, (d) 250 °C/2 J, (e) 450 °C/1 J, (f) 650 °C/1 J.

Sedangkan untuk sampel *quenching* lebih didominasi patah *cleavage* yang mempunyai karakteristik permukaan patahan tidak dalam. Hal ini menunjukkan benda tersebut bersifat getas. Sedangkan pada suhu uji takik tinggi umumnya menunjukkan permukaan yang lebih dalam dan bentuk *dimple* lebih dominan. Artinya pada kondisi ini sampel menjadi lebih ulet. Namun khusus untuk sampel yang dipanaskan pada suhu 250 °C selama 2 jam, pada suhu uji takik tinggi menunjukkan bentuk patahannya lebih dominan *intergranular cleavage* (Gambar 4d). Itu berarti bahwa sampelnya lebih bersifat getas. Pada sampel tersebut diduga bahwa pada suhu tinggi telah terjadi pergerakan presipitat ke arah batas butir sehingga menyebabkan terjadinya patah getas.

Pada Gambar 5 ditunjukkan hasil pengamatan mikrostruktur dengan TEM untuk sampel *quench* hasil uji takik pada suhu rendah -37 °C. Dari hasil tersebut ditunjukkan bahwa pada sampel *quench*, jumlah dislokasi relatif lebih banyak bila dibandingkan dengan sampel standar. Sedangkan jumlah presipitatnya relatif lebih sedikit. Dari data ini dapat diduga bahwa terjadinya penurunan energi takik dari sampel *quench* (Tabel 1) disebabkan karena banyaknya dislokasi yang membuat bahan menjadi bersifat getas (Gambar 5). Karakteristik patah getas yang berupa *cleavage fracture* ditunjukkan dalam Gambar 3b. Pada sampel *quench*, presipitatnya masih kecil dan kurang nampak karena banyaknya dislokasi yang terdapat dalam sampel. Presipitat yang timbul akibat β -*quenching* dapat berupa $Zr(Cr,Fe)_2$, $Zr(Fe,Ni)_2$ dan $Zr_2(Ni,Fe)$ [8]. Pada sampel *ageing*, presipitat mulai nampak dan diameternya makin besar

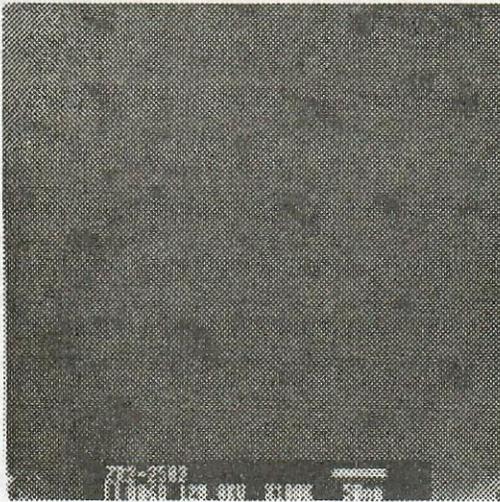


Gambar 5. Dislokasi nampak dominan pada sampel *quench*.

Tabel 1. Data energi absorpsi sampel hasil uji takik pada suhu -36 °.

No.	Kondisi sampel Zr-2	Energi absorpsi saat patah, J
1	Standar	51,8
2	β - <i>quenching</i>	13,3
3	age 250 °C/ 1 jam	44,1
4	age 250 °C/ 2 jam	14,2
5	age 450 °C/ 1 jam	17,9
6	age 650 °C/ 1 jam	5,9

dengan naiknya suhu *ageing* (Gambar 6). Sedangkan jumlah dislokasi relatif makin berkurang dengan naiknya suhu *ageing* tersebut. Bila hal ini dihubungkan dengan data energi takik seperti terdapat dalam Tabel 1 dapat diketahui bahwa penurunan energi takik pada sampel *ageing* berhubungan dengan besarnya diameter presipitat. Makin tinggi suhu *ageing* makin besar presipitat dan makin turun energi takiknya. Hal ini dapat dimengerti bahwa besarnya presipitat akan mengganggu pergerakan dislokasi yang terjadi saat dilakukan uji takik. Karena terhalangnya pergerakan dislokasi tersebut oleh presipitat maka bahan akan patah dengan karakteristik getas. Perubahan karakteristik patahan pada suhu uji rendah dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 6. Presipitat nampak besar pada sampel *ageing* pada suhu 250 °C selama 2 jam.

4. KESIMPULAN

1. Zr-2 standar masih bersifat ulet sampai dengan suhu rendah, - 60 °C. Sedangkan Zr-2 yang mengalami β -*quenching* mulai bersifat ulet pada suhu 80 °C.
2. Zr-2 yang mengalami perlakuan panas pada 250 °C selama 1 jam setelah dilakukan β -*quenching*, sifat keuletannya baru mulai nampak pada suhu sekitar 145 °C. Makin besar suhu *ageing* sifat keuletannya makin turun dan baru mulai nampak ulet pada suhu yang lebih tinggi. Namun demikian, pada sampel yang di-*ageing* pada suhu 650 °C selama 1 jam sifat keuletannya sudah mulai nampak pada suhu 107 °C.
3. Perubahan suhu keuletan diduga disebabkan karena adanya perubahan diameter dan jumlah presipitat.
4. Makin besar suhu *ageing* makin besar diameter presipitat, dan bahan menjadi bersifat lebih getas.

5. DAFTAR PUSTAKA

- [1]. J.T. ADRIAN ROBERTS, "Structural Materials in Nuclear Power System", 53 - 136, 1981, New York, Plenum Press.
- [2]. P.CHEMELLE, D.B. KNORR, J.B. VANDER SANDE and R.M. PELLOUX, *J. Nucl. Mater.*, 1983, **113**, 58 - 64.
- [3]. YANG, W.J.S., TUCKER, R.P., CHENG, B. and ADAMSON R.B., *J. Nucl. Mater.*, 1986, **138**, 185 - 195.
- [4]. B. BRIYATMOKO, A. PURBA, N. SAMOSIR, ROHYAMAN, dan ISFANDI, "Pengaruh Perlakuan Panas Pada Pergeseran Suhu Transisi Ulet-Getas Zircaloy-2", Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir, Jakarta, 1-2 Desember 1998.
- [5]. ASTM Standards E-23, 1993, 206 - 226.
- [6]. ODETTE, G.R. and GRIESBACH, T.J., "Radiation Embrittlement Trend Curves and the Impact on Nuclear Plant Operating Criteria," ASTM STP 1011, 1989, 174 - 187.
- [7]. D.R. OLANDER, "Fundamental Aspect of Nuclear Reactor Fuel Elements", 418-458, 1976, Berkeley, Department of Nuclear Engineering University of California.
- [8]. INAGAKI, M., TAKASE, I., KUNIYA, J., MASAOKA, I. and MAKI H., "Effect of Precipitation of Second-Phase Particles on Corrosion Resistance of Zircaloy," *Fundamental Aspect of Radiation Effects in Materials*, 225 - 227, 1991.