

PENGARUH ATMOSFER TUNGKU PADA PELEBURAN SKRAP ZIRKALOY-4 TERHADAP PERUBAHAN KOMPOSISI DAN STRUKTUR MIKRO HASIL PELEBURAN

Saeful Hidayat, Guntur Daru Sambodo
Pusat Penelitian Teknik Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

PENGARUH ATMOSFER TUNGKU PADA PELEBURAN SKRAP ZIRKALOY-4 TERHADAP PERUBAHAN KOMPOSISI DAN STRUKTUR MIKRO HASIL PELEBURAN. Pada peleburan skrap zirkaloy-4 menggunakan tungku Remelt frekuensi tinggi Lifumat - Met 3,3 Vac untuk mendapatkan zirkaloy-4 berbentuk ingot, dicoba berbagai kondisi atmosfer tungku. Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan, peleburan dapat dilakukan dengan kondisi atmosfer tungku menggunakan gas pelindung argon dan helium. Bahan hasil peleburan mengalami perubahan komposisi, struktur mikro dan kekerasan dibandingkan dengan bahan awal. Pada peleburan menggunakan gas argon terjadi perubahan dari struktur mikro alpha dengan butir equiaxial menjadi acicular alpha, sedangkan pada peleburan menggunakan gas helium menjadi struktur basket wave, dan kenaikan angka kekerasan sebesar 36 % untuk kedua kondisi peleburan. Penurunan komposisi unsur pepadu pada bahan hasil peleburan menggunakan gas argon dan helium masing-masing sebesar 23,8 % dan 13,3 % untuk unsur Sn 23,3 % dan 26,6 % untuk unsur Fe dan 100 % untuk unsur Cr.

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF THE FURNACE ATMOSPHERE FOR ZIRKALOY-4 SCRAPS MELTING ON THE COMPOSITION AND MICRO STRUCTURE CHANGES OF MELTING RESULT. On the melting zirkaloy-4 scraps by using High Frequency Remelt Furnace Lifumat - Met 3.3 Vac to get ingot zirkaloy-4, is done by varying the furnace atmosphere conditions. Based on the experiment result, the melting process can be proceed by conditioning the furnace atmosphere using helium or argon gas. The material melting result has a new composition in percentation, micro structure and hardness are compared with the raw material. The micro structure alpha with equiaxial grain on the raw material changes to acicular alpha for material melting result using argon gas and basket wave for melting using helium, and the number hardness increased of 36 % for boths two condition. The composition of the alloying element for melting result using argon dan helium gas decreased of 23.8 % and 13.3 % for Sn element, 23.3 % and 26.6 % decreased for Fe element and 100 % for Cr element.

PENDAHULUAN

Zirkaloy-4 sebagai bahan struktur elemen bakar nuklir reaktor daya berpendingin air seperti PWR, BWR dan PHWR adalah bahan strategis yang harganya mahal dan sukar didapat. Untuk itu diperlukan penelitian yang mengarah pada pembuatan bahan tersebut, sehingga diharapkan bahan tersebut dapat dibuat sendiri tanpa bergantung pada luar negeri.

Zirkaloy-4 adalah logam paduan antara unsur dasar zirkonium dengan beberapa unsur pepadu, seperti Sn, Fe dan Cr dalam jumlah kecil. Zirkonium merupakan bahan yang tidak mudah untuk dilebur dengan hasil yang memuaskan, karena sifatnya yang sangat reaktif, mempunyai titik lebur yang tinggi (1850 °C) dan sangat sensitif terhadap kontaminan-kontaminan pada saat peleburan [1].

Spesifikasi yang disyaratkan untuk bahan struktur reaktor sangat ketat, terutama terhadap kandungan unsur pengotor yang akan mempengaruhi sifat logam tersebut pada perlakuan selanjutnya dan pada saat pemakaian di reaktor. Untuk mengetahui sejauh mana pengaruh proses peleburan terhadap hasil peleburan dikarenakan sifat zirkaloy tersebut, dilakukan peleburan skrap zirkaloy-4 dengan memvariasikan atmosfer tungku pada saat peleburan.

Untuk menghindari melelehnya krusibel pada saat peleburan akibat temperatur lebur zirkonium yang tinggi, diperlukan krusibel yang tahan temperatur tinggi, sedangkan untuk mengkondisikan tungku peleburan diperlukan tungku yang kedap udara dan dapat dialiri gas

pelindung. Pada penelitian ini, digunakan krusibel alumina dan grafit sedangkan peleburan dilakukan pada tungku induksi bertemperatur tinggi yang dapat divakum dan dapat dialiri gas pelindung selama proses peleburan berlangsung.

Pada saat peleburan dengan menggunakan tungku induksi, akan terjadi gaya pengadukan pada logam cair akibat adanya arus medan magnet [2]. Pengadukan ini akan menghomogenkan unsur-unsur pepadu pada logam cair, dan sekaligus akan mengoksidasi logam cair dan meningkatkan pengikisan pada dinding krusibel bila logam cair dibiarkan lama dalam tungku, sehingga akan membentuk kontaminan dalam logam cair [2]. Dengan demikian, pada saat peleburan parameter waktu peleburan perlu diperhatikan untuk menghindari pengikisan pada dinding krusibel.

BAHAN, ALAT DAN TATA KERJA

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah skrap zirkaloy-4; krusibel alumina dan grafit; gas argon dan helium; bahan-bahan kimia untuk metalografi; film negatif; kertas film dan film polaroid.

Alat-alat yang digunakan adalah tungku Remelt frekuensi tinggi Lifumat - Met 3,3 Vac; bejana pembersih ultrasonik; tungku vakum; timbangan mikro; peralatan metalografi; mikroskop optik; XRF; carbon determinator dan alat uji kekerasan merk Vickers.

Tata kerja

Skrap zirkonium-4 berbentuk batang dan kelongsong dengan diameter 10,75 mm dipotong-potong sepanjang 5 mm, kemudian dicuci menggunakan bejana pembersih ultrasonik dengan alkohol, untuk menghilangkan kotoran dan lemak. Skrap zirkonium-4 yang telah dicuci dimasukkan ke dalam tungku vakum untuk dikeringkan pada temperatur 100 °C selama 1 jam. Banyaknya skrap zirkonium-4 yang akan dilebur untuk setiap kali peleburan ditimbang dengan timbangan mikro. Sesuai dengan kapasitas tungku, setiap kali peleburan hanya dapat dilakukan sebanyak 40 sampai dengan 50 gram dengan menggunakan krusibel grafit dan alumina.

Peleburan dilakukan di dalam tungku induksi dengan mengubah-ubah keadaan atmosfer dalam tungku. Perubahan dilakukan de-

ngan empat cara, yaitu dengan kondisi atmosfer tungku berpelindung gas argon, helium, divakum dan tanpa vakum atau gas pelindung. Peleburan dilakukan tiga kali untuk setiap kondisi atmosfer tungku. Gas argon dan helium yang digunakan adalah gas dengan kemurnian tinggi. Pada saat peleburan dengan menggunakan gas pelindung, terlebih dahulu dilakukan pemvakuman ruang tungku, dengan maksud untuk membersihkan ruangan tungku dari atmosfer luar. Kemudian dialirkan gas pelindung dengan laju alir sebesar 1,5 liter per menit.

Komposisi kimia bahan hasil peleburan untuk setiap kondisi dianalisis dengan menggunakan XRF dan carbon determinator. Kemudian dimetalografi untuk melihat struktur mikro. Untuk melihat kekuatan mekanis pada bahan hasil peleburan dilakukan pengujian kekerasan dengan uji kekerasan vickers.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada peleburan dengan menggunakan krusibel alumina, pada saat pemanasan untuk mencapai temperatur lebur zirkaloy, yaitu sekitar 1850 °C, terjadi keretakan pada krusibel sebelum bahan yang dilebur meleleh, sedangkan menurut spesifikasi, temperatur untuk bahan alumina bisa mencapai 1950 °C. Hal ini diduga tidak tahannya bahan krusibel terhadap panas kejutan pada saat pemanasan. Dengan demikian peleburan dengan menggunakan krusibel alumina tidak dilanjutkan untuk menghindari lelehan logam cair keluar dari krusibel.

Dengan menggunakan krusibel grafit, keretakan pada saat pemanasan maupun setelah peleburan tidak terjadi, tapi timbul masalah dengan melelehnya krusibel kuarsa sebagai tempat kedudukan krusibel untuk peleburan. Hal ini disebabkan panas logam cair bertemperatur tinggi tidak terserap oleh dinding krusibel grafit, sehingga melelehkan krusibel kuarsa tersebut.

Untuk menanggulangi hal tersebut diatas dilakukan peleburan dengan menggunakan dua lapis krusibel, yaitu dengan cara memasukkan krusibel grafit sebagai tempat peleburan pada krusibel alumina sebagai penahan panas. Dengan cara ini panas dari logam cair tertahan oleh dinding grafit dan alumina. Hasil percobaan dengan cara ini, untuk berbagai kondisi atmosfer tungku, terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil percobaan peleburan dengan berbagai kondisi atmosfer tungku.

No.	Kondisi atmosfer tungku	Peleburan	Keterangan
1.	Tanpa vakum dan gas pelindung	Tidak berhasil	Krusibel grafit terbakar
2.	Divakum	Tidak berhasil	Krusibel grafit terbakar pada temperatur lebih tinggi
3.	Dengan pelindung gas argon	Berhasil	
4.	Dengan pelindung gas helium	Berhasil	

Pada Tabel 1 terlihat bahwa peleburan hanya dapat dilakukan dengan dua kondisi atmosfer tungku, yaitu peleburan dengan pelindung gas argon dan helium, pada peleburan selanjutnya dilakukan dengan kedua kondisi tersebut.

Hasil analisis komposisi kimia pada skrap zirkaloy-4 dan bahan hasil peleburan diikhtisarkan dalam Tabel 2, 3 dan 4.

Tabel 2. Komposisi kimia skrap zirkaloy-4

Unsur pepadu	% berat	Pengotor	ppm
Sn	1,80	Mo	9,88
Fe	0,15	Mn	9,79
Cr	0,10	Hf	42,50
		Si	25,30
		Al	49,30
		W	30,30
		C	85,05

Tabel 3. Komposisi bahan hasil peleburan dengan kondisi atmosfer tungku menggunakan gas argon

Unsur pepadu	% berat	Pengotor	ppm
Sn	1,37	Mo	21,39
Fe	0,13	Mn	11,68
Cr	0,00	Hf	60,49
		Si	10,50
		Al	7,50
		C	2650,05

Tabel 4. Komposisi bahan hasil peleburan dengan kondisi atmosfer tungku menggunakan has helium

Unsur pepadu	% berat	Pengotor	ppm
Sn	1,38	Mo	20,80
Fe	0,11	Mn	12,50
Cr	0,00	Hf	60,49
		Si	23,10
		Al	75,60
		C	2705,05

Dengan membandingkan Tabel 3 dan 4 terhadap Tabel 2, maka dapat disimpulkan bahwa unsur pepadu pada bahan hasil peleburan kadarnya mengalami penurunan. Adapun penurunan kadar pepadu pada bahan hasil peleburan tersebut relatif terhadap kadar pepadu pada bahan awal adalah:

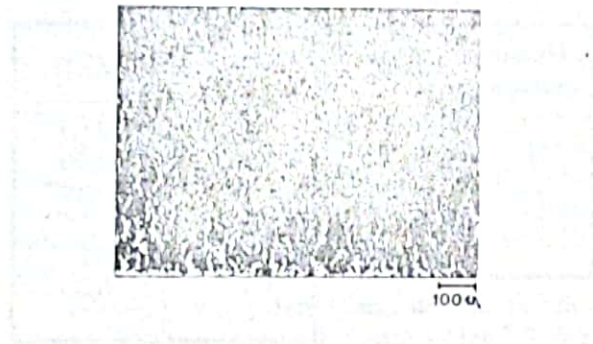
- 23,8 % untuk unsur Sn, 13,3 % untuk unsur Fe dan 100 % untuk unsur Cr pada peleburan menggunakan pelindung gas argon.
- 23,3 % untuk unsur Sn, 26,6 % untuk unsur Fe dan 100 % untuk unsur Cr pada peleburan menggunakan pelindung gas helium

Turunnya kadar unsur pepadu pada bahan hasil peleburan diduga disebabkan tingginya temperatur yang digunakan pada saat peleburan, melebihi temperatur leleh unsur-unsur pepadu, sehingga mengurangi kadar unsur-unsur tersebut. Besarnya kadar unsur pepadu pada bahan hasil peleburan untuk Sn dan Fe masih dalam batas spesifikasi yang disyaratkan untuk bahan zirkaloy-4, yaitu sebesar 1,20 - 1,70 % berat untuk unsur Sn dan 0,18 - 0,24 % berat untuk unsur Fe [3]. Dengan demikian

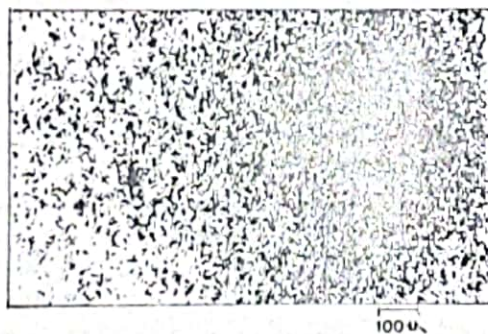
pada peleburan ini yang perlu diperhatikan adalah penurunan kadar unsur Cr.

Unsur pengotor yang ada pada bahan hasil peleburan masih di bawah batas spesifikasi yang diizinkan, kecuali kadar karbon yang terlalu tinggi melebihi batas spesifikasi yang diizinkan. Tingginya kadar karbon pada hasil peleburan diduga disebabkan adanya unsur karbon dari dinding krusibel grafit yang terkikis dan larut pada saat proses peleburan.

Hasil metalografi pada bahan skrap zirkaloy-4 dan bahan hasil peleburan terlihat pada Gambar 1 sampai dengan 7.



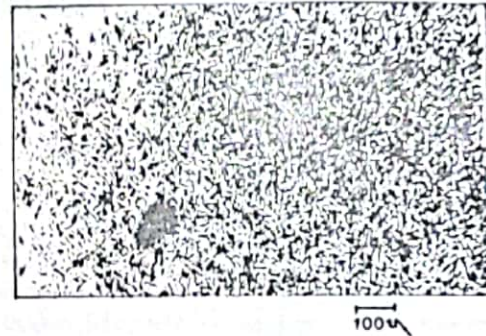
Gambar 1. Struktur mikro alpha [3] bahan skrap zirkaloy-4.



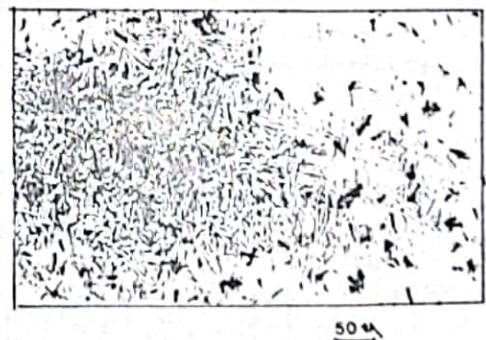
Gambar 2. Struktur mikro bahan hasil peleburan dengan pelindung gas argon pada bagian tengah depan.



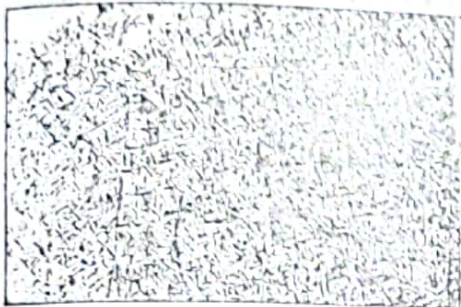
Gambar 3. Struktur mikro bahan hasil peleburan dengan pelindung gas argon pada bagian lain dari Gambar 2.



Gambar 4. Struktur mikro bahan hasil peleburan dengan pelindung gas helium.



Gambar 5. Struktur mikro bahan hasil peleburan dengan pelindung gas helium pada Gambar 4 dengan pembesaran berbeda.



Gambar 6. Struktur mikro bahan hasil peleburan dengan pelindung gas helium dari cuplikan yang lainnya.

Pada Gambar 1, struktur mikro skrap zirkaloy-4 mempunyai struktur alpha dengan butir equiaxial [3], sedangkan pada Gambar 2 struktur mikro bagian tengah bahan hasil peleburan menggunakan gas pelindung argon terlihat banyak porositas, ini diduga disebabkan adanya gas yang terperangkap pada saat peleburan. Pada Gambar 3 pada bagian lain dari bahan yang sama pada Gambar 2 terlihat bentuk struktur mikro yang berbeda. Disini terbentuk butir *acicular alpha* [3], dan porositas yang tidak begitu dominan dibanding Gambar 2. Keadaan ini menunjukkan ketidak homogenan bahan pada saat peleburan dan pendinginan, sehingga pada bagian yang laju pendinginannya lebih cepat terbentuk butir *acicular alpha* [3].

Gambar 4 merupakan struktur mikro pada bahan hasil peleburan menggunakan gas helium. Disini terlihat bentuk struktur *basket wave* [4], dengan butir *acicular alpha* lebih halus membentuk anyaman dan terdapat struktur yang berwarna hitam yang belum dapat diidentifikasi. Struktur ini terbentuk karena laju pendinginan yang cepat dan tingginya kandungan karbon pada bahan tersebut [3,4]. Pada Gambar 5 terlihat bentuk struktur mikro *basket wave* dari cuplikan yang sama pada bagian lain dari Gambar 4, dengan struktur warna hitam yang hampir tidak ada.

Berdasarkan spesifikasi bahan paduan zirkonium yang akan dipergunakan sebagai bahan struktur reaktor nuklir, kandungan karbon



Gambar 7. Struktur mikro bahan hasil peleburan dengan pelindung gas helium dari Gambar 6 dengan pembesaran yang lebih tinggi.

yang diperbolehkan mempunyai batas maksimal 300 ppm [3]. Dibatasinya kandungan karbon, erat kaitannya dengan ekonomi neutron, karena unsur karbon merupakan unsur yang sangat besar menyerap neutron pada saat reaksi fisi berlangsung dalam reaktor. Akibatnya, kandungan karbon yang tinggi pada bahan hasil peleburan untuk kedua kondisi peleburan perlu dihindarkan, dengan mengganti krusibel grafit dengan bahan lain yang memungkinkan.

Dari pengujian kekerasan pada bahan hasil peleburan dengan pelindung gas argon didapat angka kekerasan rata-rata 380 HV, sedangkan pada bahan hasil peleburan dengan menggunakan gas pelindung helium didapat angka kekerasan rata-rata 370 HV.

Berdasarkan hasil pengujian kekerasan terlihat adanya kenaikan angka kekerasan sebesar 36 % dibanding dengan angka kekerasan bahan skrap zirkaloy-4 dengan angka kekerasan sebesar 240 HV, dan dalam kenyataannya bahan hasil peleburan tersebut getas. Tingginya kekerasan bahan hasil peleburan diduga karena tingginya kandungan oksigen pada bahan tersebut, karena tingginya kandungan oksigen akan berpengaruh pada kenaikan kekerasan bahan zirkonium [1]. Tingginya kandungan oksigen mungkin disebabkan masih adanya udara luar yang masuk pada ruang peleburan pada saat proses peleburan berlangsung, walaupun ruang peleburan telah diisi gas pelindung.

KESIMPULAN

1. Peleburan skrap zirkaloy-4 pada penelitian ini hanya dapat dilakukan pada dua kondisi atmosfer tungku, yaitu dengan menggunakan gas pelindung argon dan helium.
2. Terjadi penurunan kadar unsur pepadu Sn, Fe dan Cr pada bahan hasil peleburan jika dibandingkan dengan kadar unsur pepadu yang ada pada skrap zirkaloy-4. Pada peleburan menggunakan gas argon terjadi penurunan sebesar 23,8 % untuk unsur Sn, 13,3 % untuk unsur Fe dan 100 % untuk unsur Cr, sedangkan pada peleburan menggunakan gas helium terjadi penurunan sebesar 23,3 % untuk unsur Sn, 26,6 % untuk unsur Fe dan 100 % untuk unsur Cr.
3. Terjadi perubahan struktur mikro alpha dengan butir yang equiaxial pada bahan awal skrap zirkaloy-4 menjadi bentuk *acicular alpha* yang kasar pada bahan hasil peleburan dengan menggunakan pelindung gas argon.
4. Pada bahan hasil peleburan dengan menggunakan pelindung gas helium terbentuk struktur mikro *basket weave* berupa butir *acicular alpha* yang halus membentuk anyaman.
5. Terjadi kenaikan angka kekerasan sebesar 36 % pada bahan hasil peleburan dibandingkan bahan awal skrap zirkaloy-4 untuk kedua kondisi peleburan menggunakan gas pelindung argon maupun helium, keadaan ini menjadikan getasnya bahan hasil peleburan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Reference Material of Atomic Energy, vol. 4, Selected Reference Material United State Atomic Energy Program, Reactor Hand Book: Materials, United States of America, Geneva (August 1955).
2. Tata Surdia, Kenji Chijiwa, Teknik pengecoran logam, Association for International Technical Promotion, Tokyo, Japan (1975).
3. Fizzoti, C., Principles of nuclear fuel production, Vol. 2, Zirconium, ENEA/BATAN, Bilateral Agreement, Specialized Course for Batan Personel Fuel Cycle Departement (October 1984).
4. Romeiser, H., J., TG welding process, Komunikasi di PPTN Bandung (1987).

DISKUSI

Didi Gayani:

Apakah model pemanasan yang digunakan untuk meleburkan bahan mempunyai model-model yang terkontrol dalam hal pemanasan dan pendinginannya ?

Saeful Hidayat:

Pengontrol temperatur untuk pemanasan dan pendinginan pada alat yang dipergunakan tidak ada.