

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Zirkonium

Zirkonium merupakan material yang banyak digunakan dalam pembuatan kelongsong bahan bakar reaktor nuklir, terutama dalam bentuk *zircaloy* (Nielsen, 2005). Hal ini dikarenakan paduan zirkonium memiliki penampang serap neutron yang rendah, sekitar 0,18 barn ($1 \text{ barn} = 10^{-28} \text{ m}^2$), tahan terhadap korosi, memiliki kekerasan yang tinggi, tahan terhadap kerusakan radiasi, dan mudah dalam perawatan (Lide, 2007; Sabol *et al.*, 1989; Mardon *et al.*, 2000; Nikulina *et al.*, 1996; Garde, 1991; Isobe dan Matsuo, 1991; Jeong *et al.*, 2006; Lustman dan Kerze, 1995; Millier, 1953).

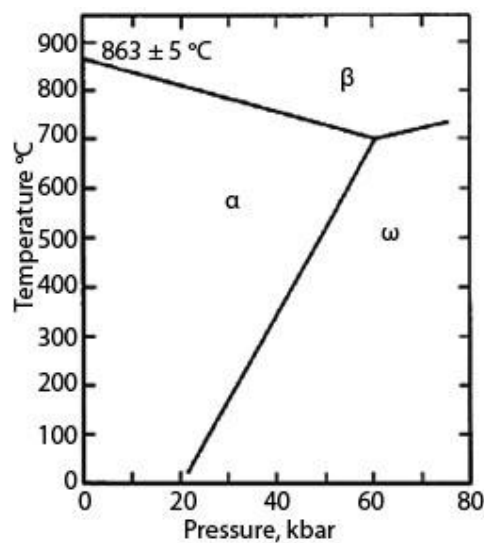
Zirkonium memiliki nomor atom 40, nomor massa 91,244, dan densitas $(6,490 \pm 0,001) \text{ g/cm}^3$. Bahan ini mempunyai warna putih keabu-abuan, dan berkilau seperti pada Gambar 2.1. Selain itu zirkonium juga bersifat ulet, lunak, padat pada temperatur kamar, serta kekerasannya akan meningkat ketika kemurniannya lebih rendah (Emsley, 2001; Haley dan Danley, 1994; Becker, 1935). Dalam bentuk bubuk, zirkonium merupakan material yang sangat mudah terbakar. Zirkonium tahan terhadap korosi ketika bertemu dengan material alkali, asam, air garam, dan penyebab korosi lainnya, kecuali asam klorida dan asam sulfat, terlebih ketika tercampur fluor di dalamnya

(Lide, 2007; Considine, 2005; Jaffee dan Campbell, 1952; Gee *et al.*, 1949; Golden *et al.*, 1953). Zirkonium akan meleleh pada temperatur $(1855 \pm 15)^\circ\text{C}$ (Lide, 2007; Deardorff dan Hanges, 1956; Adenstedt, 1952) dan akan mendidih pada temperatur 3577°C (Rapperpart, 1955).



Gambar 2.1. Bentuk fisik zirkonium (Wikipedia A, 2012)

Zirkonium memiliki 2 jenis fasa utama yaitu fasa- α dengan struktur kristal heksagonal-padat (HCP) dan fasa- β dengan struktur *body center cubic* (BCC). Namun pada kondisi tekanan di atas 2 GPa, zirkonium berkemungkinan membentuk fasa- ω dengan struktur kristal HCP. Diagram fasa zirkonium dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Diagram fasa terhadap temperatur-tekanan zirkonium (Abriata dan Bolcich, 1982)

Pada Gambar 2.2 tampak bahwa fasa- α terbentuk sejak zirkonium berada pada temperatur kamar. Transformasi fasa menjadi fasa- β mulai terjadi ketika zirkonium dipanaskan sekitar temperatur $(863 \pm 5)^\circ\text{C}$ hingga zirkonium mencapai titik lelehnya (ATI Wah Chang, 2003; Sugondo, 2009). Fasa- α dengan struktur kristal HCP memiliki parameter kisi $a = (3,230 \pm 0,002) \text{ \AA}$ dan $c = (5,133 \pm 0,003) \text{ \AA}$ (Arkel, 1927) sedangkan fasa- β dengan struktur kristal BCC memiliki parameter kisi $a = 3,620 \text{ \AA}$ (Burgers, 1932).

B. *Zircaloy* dan Zirlo

Paduan zirkonium yang dikenal dengan *zircaloy* adalah suatu paduan zirkonium yang mempunyai komposisi sekitar 95% zirkonium dan 5%-nya merupakan logam padatan seperti timah, niobium, besi, kromium, serta logam lainnya yang ditambahkan untuk meningkatkan sifat mekanik serta ketahanan korosinya (Eagleson, 1994; Matsuo, 1991). Karena tingginya jumlah zirkonium pada *zircaloy*, yaitu, sekitar 95% maka penampang serap neutronnya pun tidak berubah secara signifikan yaitu sekitar 0,18-0,2 barn. Nilai ini merupakan suatu nilai yang jauh lebih rendah jika dibandingkan dengan logam pada umumnya, seperti besi dengan penampang serap neutron 2,4 barn dan nikel yang memiliki penampang serap neutron 4,5 barn (Brady *et al.*, 2002).

Beberapa contoh dari *zircaloy* yang digunakan sebagai kelongsong bahan bakar nuklir dan sesuai dengan ASTM B 811 adalah *zircaloy-2* dan *zircaloy-4* (Indarto dan Futichah, 2010; Herdiyanti dan Pribadi, 2010). *Zircaloy-2*

merupakan paduan zirkonium yang memiliki komposisi Zr, 1,2-1,7% Sn, 0,07-0,20% Fe, 0,05-0,15% Cr, dan 0,03-0,08% Ni. Unsur pepadu Sn, Fe, Cr, dan Ni yang ditambahkan pada paduan tersebut sangat berfungsi untuk meningkatkan ketahanan korosi dari pengotor seperti nitrogen, aluminium, dan karbon, serta untuk menambah kekuatannya (Zima, 1959). Paduan *zircaloy* ini banyak digunakan sebagai kelongsong bahan bakar pada reaktor air mendidih (BWR) dan sebagai tabung kalandria dalam reaktor *Canada Deuterium Uranium* (CANDU) karena tahan terhadap korosi hingga temperatur 349°C (ATI Wah Cang, 2003; Lambert dan Strain, 1994).

Zircaloy-4 merupakan paduan zirkonium hasil pengembangan *zircaloy-2* yang dibuat dengan tujuan utama untuk mereduksi penyerapan hidrogen. Komposisi dari *zircaloy-4* sama dengan *zircaloy-2*, kecuali jumlah nikel yang dibatasi sampai 0,007% dan besi dengan jumlah berkisar 0,12-0,18% (Whitmarsh, 1962). *Zircaloy-4* memiliki temperatur ketahanan korosi yang lebih tinggi mencapai 360-390°C sehingga dapat digunakan untuk reaktor PWR (Lambert dan Strain, 1994; Craig, 1995).

Zircaloy-2 dan *zircaloy-4* memiliki struktur kristal berbentuk HCP pada temperatur kamar sebagai fasa- α . Sedangkan fasa- β akan mulai terbentuk ketika terjadi pemanasan sekitar temperatur rekristalisasi zirkonium dan fraksinya akan terus meningkat hingga seluruhnya pada temperatur 980°C (ATI Wah Cang, 2003).

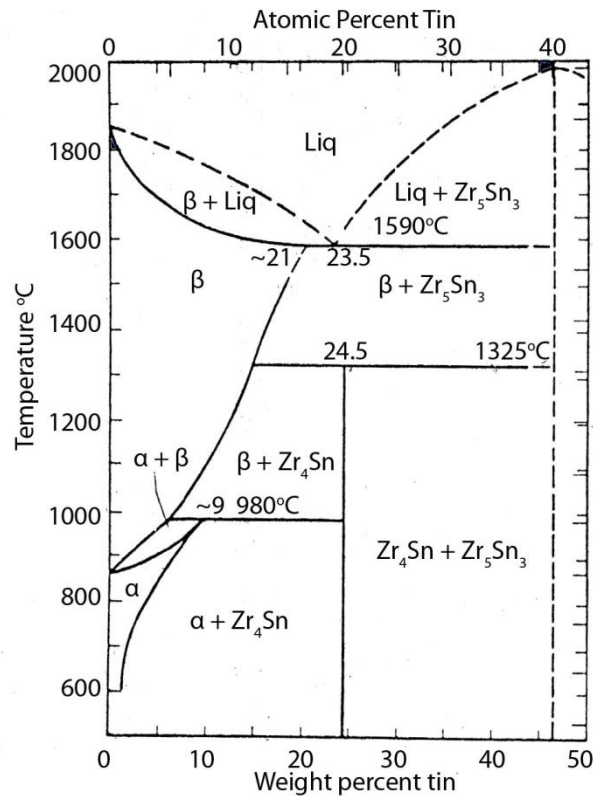
Zirlo merupakan *zircaloy* generasi baru yang banyak diteliti untuk proses pengembangan (Sabol *et al.*, 1989). *Zircaloy* ini memiliki unsur pepadu

berupa 0,5-2,0% Nb, 0,9-1,5% Sn, dan 0,09-0,11% Fe (Foster *et al.*, 1993). Keunggulan zirlo dibandingkan dengan *zircaloy* lain adalah nilai ketahanan korosinya yang sangat tinggi mencapai 58% lebih tinggi dibandingkan *zircaloy-4* dan tahan terhadap korosi di dalam air yang bercampur lithium. Selain itu zirlo juga mampu bertahan hingga derajat bakar 60000 MWD/MTU. MWD/MTU adalah ukuran derajat bakar yang merupakan akronim dari *mega watt-days per metric ton of uranium* (Harbottle dan Strasser, 1994; Kim *et al.*, 2010; Teodoro *et al.*, 2007; Westinghouse, 2004; Delgado, 1999).

Melalui sifat-sifat unggulan tersebut maka zirlo sangat berpotensi untuk dijadikan kelongsong bahan bakar nuklir generasi baru. Beberapa reaktor yang mulai menggunakan zirlo sebagai kelongsong bahan bakar adalah Westinghouse, reaktor PWR di Spanyol (Quecedo *et al.*, 2009), dan beberapa reaktor PWR yang pada awalnya menggunakan *zircaloy-4* demi peningkatan efisiensi daya.

Sifat baik zirlo yang dapat dicapai tersebut tidak terlepas dari peranan unsur pemadu yang ditambahkan di dalam zirkonium, yaitu Sn, Nb, dan Fe. Unsur pemadu Sn dalam zirlo berperan sebagai unsur yang dapat menstabilkan fasa- α dalam zirkonium. Sn dapat membentuk larutan padat substitusi (IAEA, 1998) sehingga dapat memperbaiki sifat mekanik melalui pengerasan larutan padat (Pérez, 2006). Namun, apabila kadar Sn terlalu tinggi akan menyebabkan *zircaloy* mudah terkorosi dalam media air panas (Mardon,

1993; Thomas, 1955). Berdasarkan penelitian McPherson dan Hansen (1953) serta Okamoto (2010), diagram fasa Zr-Sn adalah seperti pada Gambar 2.3.

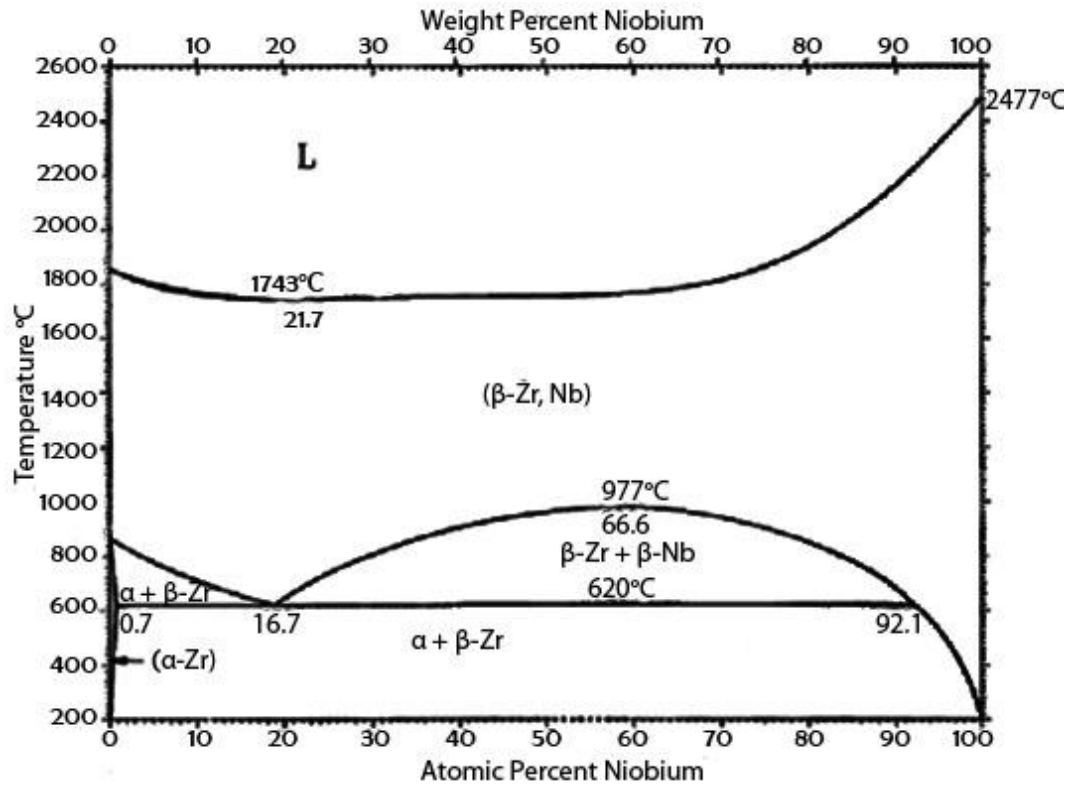


Gambar 2.3. Diagram fasa Zr-Sn (McPherson dan Hansen, 1953)

Melalui Gambar 2.3, senyawa yang kemungkinan terbentuk dalam paduan Zr-Sn adalah Zr₄Sn. Zr₄Sn adalah senyawa yang memiliki struktur tetragonal dengan parameter kisi $a = 6,90 \text{ \AA}$ dan $c = 11,10 \text{ \AA}$.

Penambahan paduan Nb dalam *zircaloy* dapat meningkatkan ketahanan terhadap korosi (Nikulina *et al.*, 1996; Sabol *et al.*, 1994; Etoh *et al.*, 1996; Matsuo *et al.*, 1990; Park *et al.*, 2005), kekerasan, dan ketahanan mulur pada temperatur tinggi (Lemaignan *et al.*, 1994). Namun, apabila penambahan Nb terlalu besar dapat membuat *zircaloy* menurunkan ketahanan korosi *zircaloy*.

(Isobe dan Matsuo, 1991). Diagram fasa dari Zr-Nb tampak seperti pada Gambar 2.4 (Okamoto, 1992; Rodgers dan Atkíns, 1995).

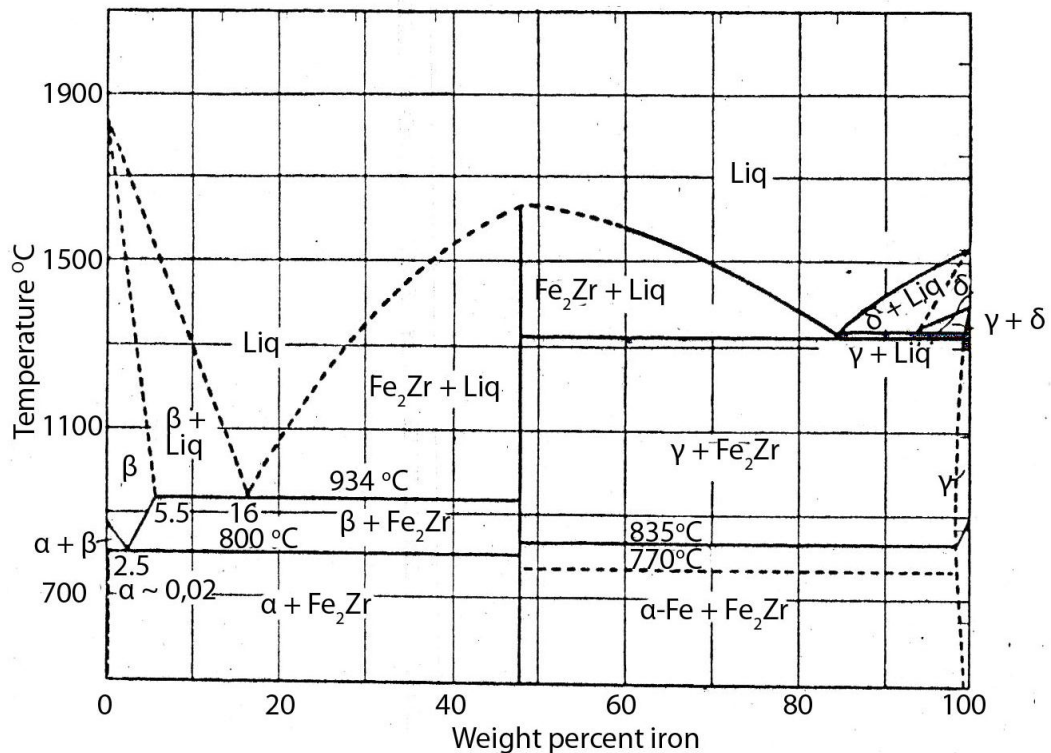


Gambar 2.4. Diagram fasa Zr-Nb (Rodgers dan Atkins, 1995)

Penambahan Fe dalam zirlo dilakukan karena Fe mampu meningkatkan ketahanan korosi dan kekuatan *zircaloy* (Sugondo, 2005). Hal ini dapat dibuktikan melalui penelitian Gerge (1987) dimana teramati bahwa laju hidrasi dan penebalan oksida akan lebih rendah ketika unsur Fe ditambahkan dalam *zircaloy*. Adapun diagram fasa paduan Zr-Fe dapat dilihat pada Gambar 2.5 (Hayes *et al.*, 1951; Okamoto, 2006).

Melalui Gambar 2.5, dapat dilihat bahwa apabila terjadi senyawa antara Zr-Fe kemungkinan akan terbentuk $ZrFe_2$ atau $ZrFe_3$. $ZrFe_2$ adalah suatu senyawa yang memiliki struktur *face center cubic* (FCC) dengan parameter kisi

$a = 7,040 \text{ \AA}$ sedangkan ZrFe_3 merupakan senyawa FCC dengan parameter kisi $a = 11,69 \text{ \AA}$ (Hayes *et al.*, 1951; Aubertin, 1987).



Gambar 2.5. Diagram fasa Zr-Fe (Hayes *et al.*, 1951)

Pada dasarnya proses fabrikasi zirlo sama dengan proses fabrikasi *zircaloy* lain yaitu meliputi proses peleburan, β -*quenching*, pengerolan panas, anil pertengahan, pengerolan dingin, dan anil akhir (Peréz, 2006; Foster, 1993). Proses fabrikasi itulah yang akan digunakan dalam pembuatan plat zirlo-Mo dalam penelitian ini.

C. Molibdenum

Molibdenum (Mo) adalah elemen yang memiliki nomor atom 42 dan nomor massa 95,96. Nama molibdenum sesungguhnya diambil dari bahasa Yunani, *molybdos*, yang artinya timbal karena molibdenum memiliki rupa yang

hampir sama dengan timbal seperti pada Gambar 2.6 (Craig, 2011; Lide, 1994).



Gambar 2.6. Molibdenum (Wikipedia B, 2012)

Pada saat molibdenum berada dalam keadaan elemen bebas, molibdenum berwarna keperakan dengan titik leleh yang sangat tinggi mencapai 2896 K dan merupakan titik leleh tertinggi keenam dari seluruh elemen, dibawah tantalum, osmium, rhenium, tungsten, serta karbon (Lide, 1994). Secara fisik molibdenum merupakan logam yang kuat dan stabil. Sehingga karena alasan inilah molibdenum banyak digunakan sebagai campuran baja kekuatan tinggi. Selain itu, karena molibdenum mampu bertahan pada temperatur ekstrim tanpa mengalami pemuaian dan pelunakan yang signifikan maka molibdenum banyak digunakan sebagai bahan yang bekerja dalam keadaan panas seperti pada armor, bagian-bagian pesawat, penghubung alat elektronik, industri motor, dan filamen (Emsley, 2001).

Molibdenum juga banyak digunakan sebagai campuran dalam paduan dengan ketahanan korosi tinggi dan memiliki kemampuan pengelasan yang baik (Considine, 2005). Sebagai contoh dari penggunaan ini adalah material TZM (99%Mo-0,5%Ti-0,08%Zr) yang tahan terhadap korosi di dalam cairan

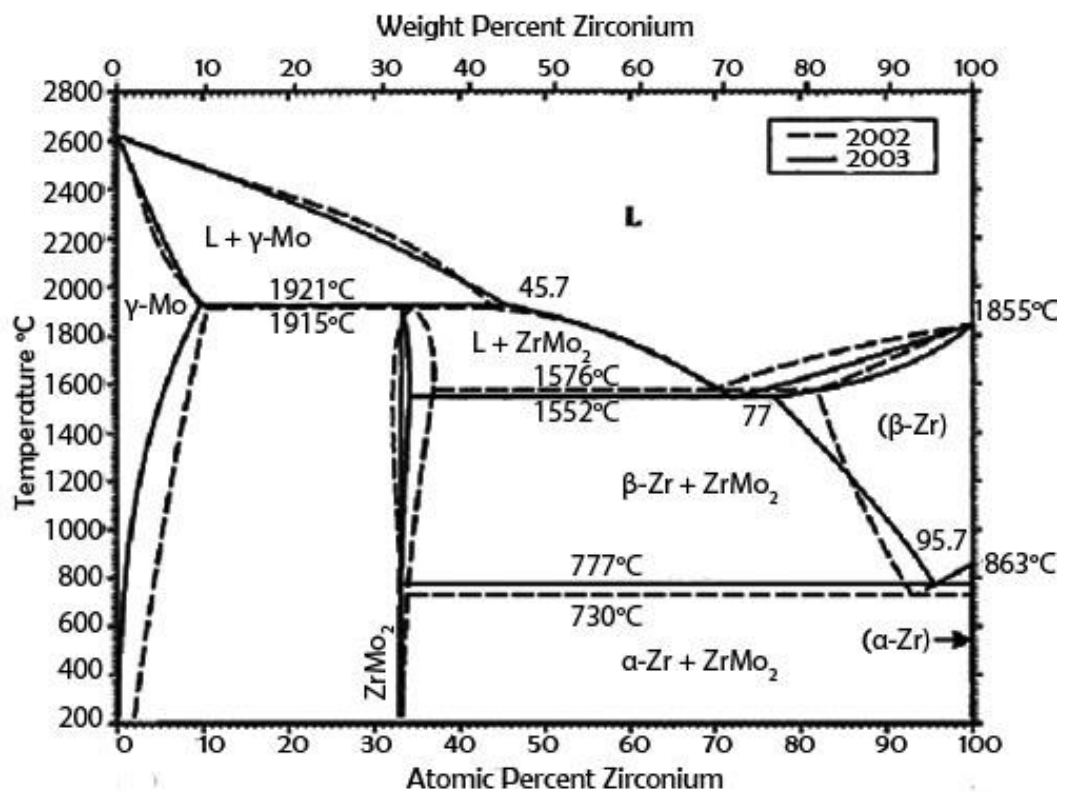
fluorida pada temperatur sekitar 1300°C (Smallwood, 1984). Karakteristik molibdenum dapat dilihat seperti pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Karakteristik molibdenum (Wikipedia B, 2012)

Karakteristik Umum	
Nama, simbol, dan nomor atom	Molibdenum, Mo, 42
Kategori elemen	Logam transisi
Golongan dan periode	VI, 5
Nomor massa	95,96
Konfigurasi elektron	[Kr] 5s ¹ 4d ⁵
Elektron per kulit	2, 8, 18, 13, 1
Karakteristik Fisik dan Mekanik	
Fasa	Padat
Densitas	10,280 gr/cm ³
Densitas cair	9,33 gr/cm ³
Titik leleh	2896 K
Titik didih	4912 K
Kapasitas panas molar	24,06 J/mol K
Struktur kristal	BCC
Resistivitas	53,4 nΩ.m (20°C)
Konduktivitas termal	138 W/mK
Modulus Young	329 GPa
Modulus shear	126 GPa
Modulus bulk	230 GPa
Kekerasan skala Mohs	5,5
Kekerasan skala Vickers	1,53 GPa

Di dalam reaktor nuklir, Mo merupakan unsur pemadu dalam *zircaloy* yang telah cukup banyak diteliti. Hal ini dilakukan berdasarkan sifat-sifat unggulan Mo yaitu memiliki kekerasan yang tinggi dan ketahanan korosi yang tinggi pula (Thomas, 1955; Lee *et al.*, 2001). Seperti diungkapkan oleh Lee dan Hwang (2003) yang menyatakan bahwa dengan melakukan penambahan Mo pada *zircaloy-4* dan *zirlo* maka ketahanan korosi dari kedua *zircaloy* tersebut akan mengalami peningkatan. Sedangkan Sugondo (2005) menyatakan bahwa adanya unsur pemadu Mo akan menyebabkan *zircaloy* memiliki kekuatan

yang lebih tinggi. Hal ini disebabkan oleh Mo yang dapat memperhalus butir dan membentuk senyawa intermetalik (Herdiyanti dan Pribadi, 2010). Selain itu, Chubb (1956) menyatakan bahwa Mo dapat meningkatkan kekuatan tarik *zircaloy* dan Pahutva serta Cadec (1975) juga menyatakan bahwa Mo mampu meningkatkan ketahanan mulurnya. Sehingga dengan adanya unsur pepadu Mo dalam *zircaloy* akan menyebabkan *zircaloy* memiliki karakteristik yang relatif lebih baik (Sungkono, 2004; Cheadle, 1977). Diagram fasa dari paduan Zr-Mo adalah seperti pada Gambar 2.7 (Okamoto, 2004; Zeinkevich dan Mattern, 2002; Okamoto, 2003; Duwez dan Jordan, 1951)



Gambar 2.7. Diagram fasa Zr-Mo (Duwez dan Jordan, 1951)

Melalui Gambar 2.7, dapat dilihat bahwa paduan Zr-Mo apabila membentuk senyawa akan membentuk senyawa $ZrMo_2$. Bahan $ZrMo_2$ merupakan

senyawa dengan struktur kristal kubik dengan parameter kisi $a = 7,59 \text{ \AA}$ (Domagala *et al.*, 1953).

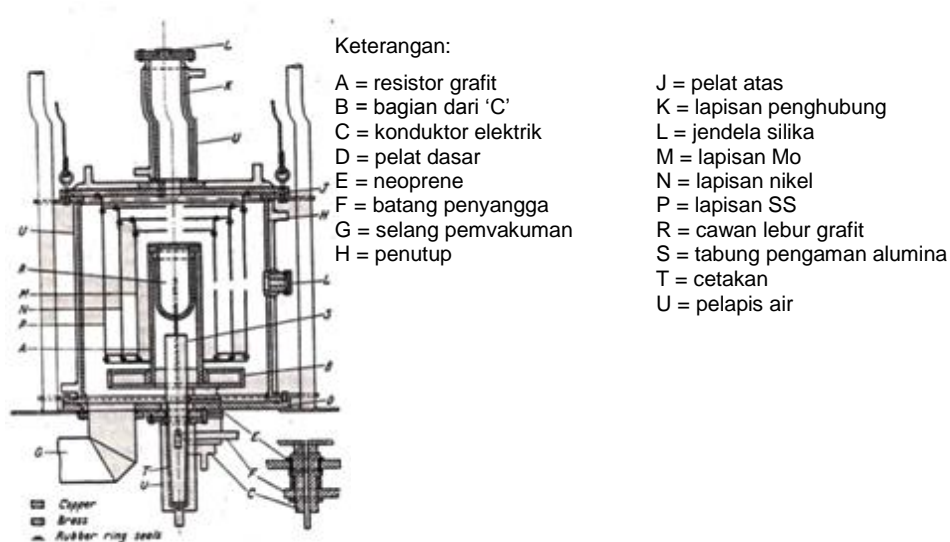
D. Peleburan

Peleburan merupakan proses awal dari suatu pengerjaan logam termasuk dalam pembuatan plat zirlo-Mo. Ada beberapa teknik yang lazim digunakan untuk melakukan peleburan zirkonium diantaranya dengan menggunakan tungku resistor grafit/*the graphite resistor furnace* (Kroll *et al.*, 1948), peleburan induksi/*induction melting* (Saller *et al.*, 1954), dan tungku busur listrik/*arc melting furnace* (Kroll, 1940).

Dalam melakukan peleburan zirkonium, bahan krusibel merupakan faktor yang sangat mempengaruhi hasil peleburan. Hal ini dikarenakan zirkonium cair merupakan material yang sangat reaktif sehingga krusibel yang digunakan untuk melebur zirkonium sangat berisiko untuk mengontaminasi hasil peleburan. Sampai Kroll (1949) menemukan bahwa grafit dapat digunakan sebagai krusibel dengan kontaminasi karbon hanya sekitar 0,15%. Dari sinilah kemudian dikembangkan tungku lebur zirkonium yang diberi nama tungku resistor grafit.

Prinsip kerja dari tungku ini menggunakan panas yang berasal dari resistor yang dialiri listrik dan zirkonium diletakkan dalam suatu krusibel berbentuk tabung yang terbuat dari grafit. Salah satu desain tungku resistor grafit yang dibuat oleh Rees dan Eborall (1952) tampak seperti pada Gambar 2.8. Di dalam melakukan peleburan dengan teknik ini sistem harus selalu dalam

kondisi vakum untuk meminimalisasi kontaminasi unsur yang tidak diinginkan. Selain itu dalam tungku resistor grafit tidak diperkenankan menggunakan bahan keramik karena keramik merupakan material yang dapat menyerap gas dan embun sehingga menyulitkan proses pemvakuman.



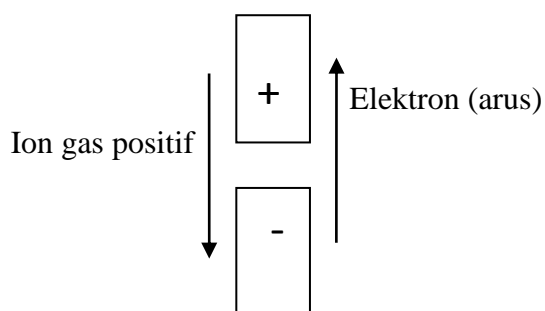
Gambar 2.8. Skema tungku resistor grafit (Rees dan Eborall, 1952).

Dalam peleburan dengan menggunakan teknik induksi digunakan tungku induksi listrik. Pada dasarnya panas yang dihasilkan dari tungku induksi listrik berasal dari proses induksi listrik yang berlangsung di dalam tungku dengan prinsip seperti transformator dengan kumparan primer dialiri arus AC dari sumber tenaga dan kumparan sekunder. Kumparan sekunder yang diletakkan didalam medan magnet kumparan primer akan menghasilkan arus induksi. Berbeda dengan transformator, kumparan sekunder digantikan oleh bahan baku peleburan serta dirancang sedemikian rupa agar arus induksi tersebut berubah menjadi panas yang sanggup mencairkannya.

Untuk krusibel digunakan bahan grafit dengan alasan untuk meminimalisasi kontaminasi. Tungku induksi merupakan tungku peleburan yang sangat baik

untuk proses skala produksi karena dalam sekali peleburan dengan menggunakan tungku ini dapat menghasilkan ingot seberat 40 lb (*National Lead Co.*, 1951).

Tungku busur listrik adalah tungku lebur yang memanfaatkan busur listrik sebagai sumber panasnya. Busur listrik adalah arus listrik yang mengalir antara dua elektroda melalui ruang gas yang disebut plasma. Ruang antara kedua elektroda dapat dibagi menjadi tiga daerah pembangkitan panas, yaitu katoda, anoda, dan *arc plasma*, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9. Daerah pembangkitan panas pada busur listrik

Semburan busur listrik menggunakan arus tinggi dan tegangan rendah yang membutuhkan elektron dengan konsentrasi yang tinggi untuk membawa arus. Elektron dilepaskan dari katoda dan bergerak sejalan dengan ion negatif menuju anoda yang bermuatan positif. Ion positif bergerak pada arah yang berlawanan. Tetapi, sama halnya dengan bahan konduktor, aliran arus yang utama pada busur listrik adalah dengan perpindahan elektron. Panas pada katoda sebagian besar dihasilkan oleh ion positif yang menumbuk permukaan katoda. Panas pada anoda sebagian besar dihasilkan oleh elektron. Gerakan elektron dipercepat ketika melewati plasma oleh tegangan busur, dan elektron ini melepaskan energi dalam bentuk panas ketika menumbuk anoda. Plasma,

atau kolom busur, merupakan gabungan dari atom gas netral dan atom gas yang tereksitasi. Pada pusat kolom plasma, elektron, atom, dan ion berada dalam keadaan bergerak yang dipercepat dan saling menumbuk satu sama lain. Bagian terpanas pada plasma adalah pada kolom pusat, di mana terjadi tumbukan paling intens, sedangkan bagian luar plasma memiliki temperatur lebih rendah dan terdiri atas penggabungan kembali molekul gas yang terpisah pada kolom pusat.

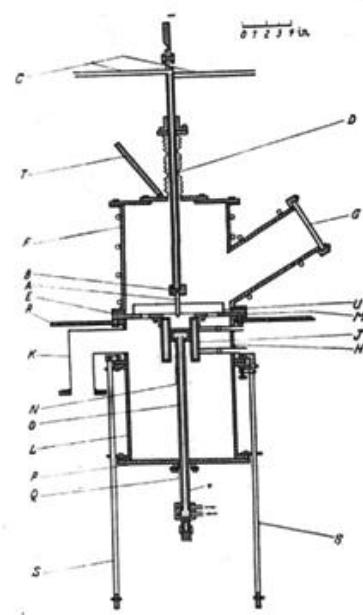
Temperatur busur listrik berkisar antara 5000 sampai 18000 K, bergantung pada sifat plasma dan arus yang dihantarkan oleh plasma tersebut. Pada busur yang menggunakan gas inert murni, temperatur aksial maksimum dapat mencapai 18000 K. Biasanya temperatur busur diketahui dengan mengukur spektrum radiasi yang dipancarkan. Gambar isothermal dari busur dengan arus 200 A menggunakan gas argon, antara tungsten (katoda) dengan tembaga (anoda) ditunjukkan oleh Gambar 2.10.



Gambar 2.10. Gambar isothermal busur listrik argon-tungsten (Kearns, 1981)

Untuk melakukan peleburan dengan tungku busur listrik ini pengoperasiannya harus dilakukan dalam kondisi *vacuo* untuk menghindari adanya kontaminasi. Kondisi *vacuo* adalah kondisi dimana atmosfer dalam ruangan tungku berisi gas argon murni dan air pendingin selalu mengalir

krusibel yang terbuat dari tembaga. Gas argon berfungsi untuk menghindari adanya kontaminasi unsur lain (gas) yang mungkin ada di dalam tungku. Sedangkan air pendingin berfungsi untuk mendinginkan krusibel yang terbuat dari tembaga sehingga krusibel tidak mencair akibat panas dari busur listrik. Peleburan dengan menggunakan tungku busur listrik ini merupakan peleburan yang menghasilkan ingot zirkonium dengan kualitas sangat baik karena sedikitnya kontaminasi (Miller, 1957; Yatno, 2006; Gilbert *et al.*, 1952; Kuhn, 1952; Gruber and Scheidig, 1956). Adapun skema dari tungku busur listrik seperti pada Gambar 2.11.



Keterangan:

- | | |
|-----------------------------|---------------------|
| A = elektroda tungsten | K = pipa vakum |
| B = pengait elektroda | L = penutup (baja) |
| C = pengarah | M = plat kuningan |
| D = celah pengeluaran logam | N = dinding tembaga |
| E = cincin isolasi | O = tube tembaga |
| F = penutup tungku | P = plat dasar baja |
| G = jendela silika | Q = segel Wilson |
| H = bagian penutup | R = meja baja |
| J = dinding tembaga | S = pengaman |
| | T = klem |
| | U = penahan radiasi |

Gambar 2.11. Skema tungku busur listrik (Rees dan Eborall, 1952)

Untuk melakukan peleburan suatu logam panas yang diberikan harus mencapai titik leleh logam tersebut. Apabila panas yang diberikan tidak sempurna maka dalam suatu paduan akan muncul aglomerat-aglomerat yang menandakan bahwa logam belum melebur secara sempurna. Tabel 2.2 menyajikan data mengenai titik leleh dari unsur-unsur penyusun zirco-Mo.

Tabel 2.2. Titik leleh unsur-unsur dalam paduan zirlo-Mo (Lide, 2007; Helmenstine, 2012)

Unsur	Titik leleh (°C)
Zirkonium (Zr)	1855
Timah putih (Sn)	231,9
Niobium (Nb)	2468
Besi (Fe)	1535
Molibdenum (Mo)	2632

E. β -quenching

Dalam sains material *quenching* merupakan proses pengerjaan logam dengan pendinginan secara cepat. Sehingga melalui *quenching* akan mencegah adanya proses yang dapat terjadi pada pendinginan lambat seperti pertumbuhan butir. Secara umum, *quenching* akan menyebabkan menurunnya ukuran butir dan dapat meningkatkan kekerasan dari suatu paduan logam (Purboputro, 2009; Hariyanto, 2006; Hanguang *et al.*, 2009; Oca *et al.*, 2001; Rozzi *et al.*, 1992).

Mekanisme pengerasan dalam *quenching* dapat dicapai melalui pelarutan padat (*solid solution*) dan hadirnya fasa kedua (presipitasi). Pelarutan padat merupakan peristiwa terlarutnya atom-atom asing dalam *base metal* baik secara substitusi maupun secara interstisi. Menurut Hume-Rothery, larut padat substitusi dapat terjadi jika perbedaan atom terlarut dengan atom pelarut kurang dari 15% dan jika perbedaannya lebih besar dari 15% maka akan terjadi pelarutan secara interstisi. Tabel 2.3 menunjukkan jari-jari atom dari unsur-unsur penyusun paduan zirlo-Mo. Adanya kelarutan unsur-unsur pepadu dalam bentuk larut padat akan mengakibatkan timbulnya tegangan

yang menyulitkan pergerakan dislokasi. Terhambatnya pergerakan dislokasi ini mengartikan bahwa suatu paduan akan mengalami peningkatan kekerasan.

Tabel 2.3. Ukuran jari-jari atom penyusun zirco-Mo dan jenis terlarutnya di dalam zirkonium (Moore *et al.*, 2010)

Unsur	Jari-Jari (pm)	Jenis kelarutan dalam Zr
Zr	148	-
Sn	140	Substitusi
Nb	137	Substitusi
Fe	126	Interstisi
Mo	145	Substitusi

Sedangkan pengerasan melalui presipitasi dicapai melalui adanya distribusi fasa kedua yang halus dan menyebar dalam *base metal*. Distribusi fasa kedua ini akan menimbulkan tegangan. Seperti pada proses larut padat, adanya tegangan dalam paduan akan mempersulit pergerakan dislokasi sehingga terjadi peningkatan kekerasan. Fasa kedua dapat hadir dalam proses *quenching* karena pendinginan yang dilakukan dalam proses ini berlangsung secara cepat sehingga tercapai kondisi larut padat lewat jenuh yang memungkinkan terjadinya reaksi kimia (Smith, 1996).

Menurunnya ukuran butir dalam proses *quenching* juga dapat dijelaskan melalui peristiwa di atas. Adanya fasa kedua atau unsur asing akan menghambat terjadinya penggabungan butir sehingga pertumbuhan butir juga akan terhambat. Terdapat hubungan antara ukuran butir dengan kekerasan suatu logam atau paduan dalam persamaan Hall-Petch, yaitu:

$$\sigma_Y = \sigma_{0Y} + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

dengan, σ_Y = kekerasan (Pa), σ_{0Y} = konstanta (Pa), k = konstanta ($\text{N/m}^{3/2}$), dan d = ukuran butir (m). Sehingga melalui hubungan tersebut terlihat bahwa semakin rendah ukuran butir maka kekerasan suatu paduan akan semakin meningkat (Agrawal, 2000).

Adapun proses *quenching* yang digunakan dalam proses zirlo-Mo ini adalah proses β -*quenching*. Proses *quenching* ini mengartikan bahwa proses *quenching* dilakukan ketika zirkonium mencapai fasa- β yaitu pada temperatur sekitar 980°C (Anthony dan Cline, 1981). Tujuan dari pencapaian pada fasa- β ini karena kelarutan padat zirkonium pada fasa- β lebih tinggi dibandingkan dengan fasa- α . Ketika dilakukan proses *quench* maka distribusi fasa akan semakin homogen dan butir yang terbentuk pun akan semakin kecil. Dalam *zircaloy* distribusi ukuran partikel tersebut sangat mempengaruhi kekuatan serta ketahanan korosinya, yaitu semakin kecil ukuran partikel maka akan semakin tinggi kekerasan dan ketahanan korosinya (Peréz, 2006; Barberis *et al.*, 2005; Yu dan Horng, 1985; Sugondo, 2009). Bangaru *et al.*, (1987) telah membuktikan bahwa β -*quenching* akan menurunkan ukuran butir atau meningkatkan densitas jumlah butir dalam *zircaloy*.

Fasa- α yang sempat terbentuk ketika proses pendinginan cepat akan terbentuk di dalam fasa- β zirkonium. Apabila hal ini terjadi maka mikrostruktur yang terbentuk akan membentuk mikrostruktur berbentuk jarum yang disebut dengan mikrostruktur Widmanstätten.

F. Anil

Anil adalah proses perlakuan panas pada logam dengan pemanasan dan pendinginan secara lambat. Proses anil pada logam sering digunakan sebagai penambah keuletan, pelunakan, penghilang tegangan sisa, perbaikan mikrostruktur, dan penambah ketahanan korosi (Davis, 1992; Al-Quraan dan Al-Itawi, 2009; Bello *et al.*, 2007; Bartel, 2007; Adamczyk dan Grajcar, 2006; Vargas *et al.*, 1980, Juarez-Islas *et al.*, 2000; Yoshida, 1981).

Ada tiga tahapan dalam proses anil yaitu pemulihan fasa (*recovery*), rekristalisasi, dan pertumbuhan butir. Pada tahap pemulihan fasa terjadi penghapusan cacat kristal/dislokasi yang menyebabkan munculnya tegangan internal. Pada tahap ini dimulai proses terjadinya pelunakan logam. Hubungan empiris antara kekerasan suatu logam dengan temperatur anil adalah:

$$H = A.e^{-B.T} \quad (2)$$

dengan H adalah nilai kekerasan, A dan B adalah konstanta yang bergantung pada jenis material, dan T adalah temperatur anil (Sungkono dan Isfandi, 2010).

Tahap pemulihan mencakup semua proses anil sebelum munculnya regangan baru pada butiran yang bebas (*new strain-free grains*). Tahap kedua, rekristalisasi merupakan tahapan dimana telah munculnya regangan baru pada butiran yang bebas kemudian butiran tersebut bernukleasi dan tumbuh untuk menggantikan cacat yang terbentuk. Pada umumnya temperatur minimum yang dibutuhkan untuk melakukan rekristalisasi pada suatu logam berkisar

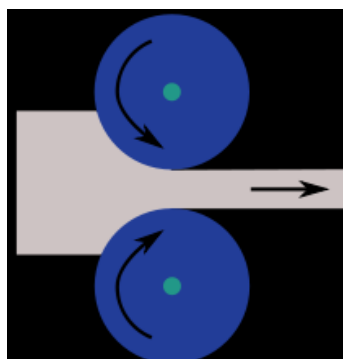
antara 0,35-0,5 kali titik lelehnya (Raghavan, 2006; Huda, 2009). Apabila proses anil dibiarkan terus menerus maka akan terjadi pertumbuhan butir, sehingga mikrostruktur mulai menjadi kasar dan dapat menyebabkan logam memiliki sifat mekanik yang kurang baik (Verhouvern, 1975).

Seperti pada logam lain, anil pada zirkonium atau paduan zirkonium memiliki efek yang sangat berpengaruh. Adapun beberapa tujuan yang umumnya dilakukan pada proses pembuatan paduan zirkonium adalah sebagai proses untuk menghilangkan tegangan sisa sehingga meningkatkan ketahanan korosi (Sugondo dan Futichah, 2007; Garzarolli dan Weidinger, 1989; Garzarolli *et al.*, 1994; Anada *et al.*, 1996; Anada *et al.*, 1994), meningkatkan ketahanan mulur (Frenkel dan Weisz, 1974), memperbaiki butir/kristal (Godavarti *et al.*, 1988; Yang dan Adamson, 1989), dan menurunkan kekerasan untuk tujuan proses lebih lanjut (Hobson, 1976; Jovanović *et al.*, 2001)

Adapun tujuan utama anil yang dilakukan pada penelitian ini adalah sebagai proses untuk menurunkan tegangan sisa, perbaikan butir, dan sebagai pelunakan untuk proses lebih lanjut. Pemilihan temperatur untuk anil pertama dilakukan pada 760°C dan anil kedua 650°C karena temperatur tersebut merupakan temperatur yang sangat efektif untuk mengurangi tegangan sisa dan pelunakan. Sedangkan temperatur anil terakhir dilakukan pada temperatur 500°C karena temperatur tersebut merupakan temperatur anil yang efektif untuk melakukan perbaikan butir (Sugondo, 2009; Romero *et al.*, 2010).

G. Pengerolan

Dalam pengerjaan suatu logam, pengerolan merupakan suatu proses penipisan logam dimana logam awal yang berukuran tebal dilewatkan dalam suatu gulungan. Pengerolan dibagi berdasarkan temperatur yang digunakan pada proses pengerolan. Apabila temperatur yang digunakan berada di sekitar temperatur rekristalisasi logam maka pengerolan tersebut disebut dengan pengerolan panas dan jika temperatur yang digunakan pada proses pengerolan berada di bawah temperatur rekristalisasinya maka disebut dengan pengerolan dingin. Secara skematik proses dari pengerolan tampak seperti pada Gambar 2.12 (Degarmo *et al.*, 2003).



Gambar 2.12. Skema proses pengerolan (Wikipedia C, 2012)

Pada rol panas dimana temperatur yang digunakan berada pada temperatur rekristalisasi, setelah butiran terdeformasi saat pemrosesan mereka akan saling merekristalisasi secara *equiaxial* sehingga proses ini umumnya akan menghasilkan pengerasan pada logam. Maka selama proses pengerolan panas, temperatur harus tetap dijaga pada kondisi yang tepat yaitu selalu berada pada kondisi rekristalisasi. Namun apabila ketika dalam proses pengerolan temperatur logam menurun hingga di bawah temperatur rekristalisasi maka

logam tersebut harus dipanaskan kembali hingga temperatur rekristalisasi kembali. Temperatur merupakan hal yang sangat penting di dalam proses pengerolan panas karena apabila temperatur logam ketika dilakukan pengerolan tidak seragam (terdapat bagian yang lebih panas dan lebih dingin) maka hal tersebut dapat menyebabkan logam menjadi retak bahkan pecah (Degarmo *et al.*, 2003).

Pengerolan dingin yaitu pengerolan ketika logam berada di bawah temperatur rekristalisasi (biasanya berada pada temperatur kamar) bersifat mampu untuk menaikkan kekerasan melalui pengerasan regang hingga 20%. Pengerolan dingin pada umumnya digunakan dalam pembuatan akhir suatu lembaran dan batangan suatu logam yang memiliki ukuran lebih kecil dibandingkan pada pengerolan panas. Hal ini dilakukan karena logam dengan ukuran lebih kecil memiliki kekerasan yang lebih tinggi. Namun, rol dingin tidaklah mampu mereduksi sebanyak dengan hasil reduksi pada rol panas.

Mekanisme peningkatan kekerasan setelah proses rol dapat dijelaskan oleh mekanisme pengerasan regang (*strain hardening*). Pengerasan ini dapat dicapai karena pada proses pengerolan terjadi deformasi plastis yang menyebabkan peningkatan kerapatan dislokasi. Dislokasi yang semakin rapat ini akan membuat dislokasi itu sendiri akan semakin sulit bergerak. Pergerakan dislokasi yang semakin sulit ini menandakan bahwa kekerasan suatu bahan mengalami peningkatan (Smith, 1996).

Seperti pada logam umumnya pengerolan pada *zircaloy* selain digunakan sebagai sarana penipisan juga dapat berfungsi sebagai perlakuan yang dapat

meningkatkan kekerasan (Marjono, 1991; Bandriyana, 2007). Sehingga melalui pengerolan ini diharapkan didapat *zircaloy* yang memiliki sifat unggul.

H. Metalografi

Metalografi adalah ilmu yang berkaitan dengan penyusunan dari mikrostruktur logam dan paduan yang dapat dilihat langsung oleh mata maupun dengan bantuan peralatan seperti mikroskop optik, mikroskop elektron (SEM), dan difraksi sinar-X. Metalografi tidak hanya berkaitan dengan struktur logam tetapi juga mencakup pengetahuan yang diperlukan untuk preparasi awal permukaan bahan. Sampel metalografi harus memenuhi kriteria berikut (Noviani, 2010):

1. Mewakili sampel
2. Cacat dipermukaan minimum
3. Bebas dari goresan, lubang, dan cairan lengket
4. Inklusi, presipitat, dan fasa terlihat jelas
5. Permukaan sampel datar sehingga perbesaran maksimum mampu dicapai
6. Permukaan sampel bagian pinggir tidak rusak

Preparasi sampel untuk pengujian mikroskopik dilakukan melalui 5 tahapan yaitu (Geels, 2006):

1. Pemotongan

Sampel untuk pengujian metalografi biasanya diambil dari material induk dengan melibatkan operasi pemotongan. Proses pemotongan induk dikerjakan dengan material *abrasive-wheel cutting* atau gergaji sehingga

diperoleh sampel dengan dimensi sesuai dengan yang dikehendaki. Dan sampel yang dipotong tersebut harus memenuhi kriteria persyaratan untuk metalografi.

2. Pembingkai

Tujuan utama pembingkai adalah untuk kenyamanan dalam menangani sampel dengan bentuk dan ukuran yang sulit selama proses penggerindaan, pemolesan, dan pengamatan metalografi. Tujuan kedua adalah melindungi ujung-ujung ekstrim dan cacat permukaan selama proses metalografi. Selain itu pembingkai juga digunakan sebagai sarana untuk menangani sampel radioaktif.

3. Penggerindaan

Penggerindaan dilakukan untuk mengeliminasi sisi-sisi tajam dan goresan dari permukaan sampel akibat proses pemotongan. Proses penggerindaan dilakukan dengan menggunakan kertas gerinda dari *grade* kasar ke *grade* halus dengan penggantian bertahap. Dan ketika dilakukan penggantian kertas gerinda posisi sampel harus diputar 90° dari posisi sampel ketika menggunakan kertas gerinda *grade* sebelumnya. Perlakuan ini ditujukan untuk menghilangkan goresan yang mungkin terbentuk ketika dilakukan penggerindaan.

4. Pemolesan

Pemolesan merupakan tahapan yang dilakukan untuk menyempurnakan hasil dari proses penggerindaan. Pada proses ini akan terjadi penghapusan goresan-goresan halus yang mungkin tersisa dari proses penggerindaan. Sehingga melalui proses pemolesan ini akan didapatkan

sampel yang bebas dari goresan yang dapat menyebabkan hasil tidak maksimal pada metalografi. Pada umumnya pemolesan dilakukan dengan pasta abrasif seperti dengan menggunakan pasta alumina dan pasta intan.

5. Pengetsaan

Pengetsaan adalah suatu proses yang dilakukan untuk menampakkan batas-batas butir yang terbentuk pada logam. Prinsip dasar pengetsaan adalah melalui proses korosi terkendali. Pengendalian ini dapat berupa pengendalian waktu dan pengendalian bahan korosif yang digunakan.

I. Uji Kekerasan

Pada umumnya kekerasan diartikan sebagai ketahanan terhadap deformasi, sedangkan nilai kekerasan pada logam adalah ukuran ketahanan logam terhadap deformasi permanen atau plastis. Ada tiga tipe umum pengukuran kekerasan tergantung bagaimana pengujian tersebut dilakukan, yaitu:

1. *Scratch Hardness*

Pengukuran didasarkan pada kemampuan logam terhadap goresan. Pengukuran ini didasarkan pada skala Mohs.

2. *Indentation Hardness*

Pengukuran didasarkan pada kedalaman atau lebar goresan yang dibuat oleh suatu indentor pada permukaan logam dengan beban tertentu.

3. *Rebound* atau *Dynamic Hardness*

Pengukuran dijatuhkan pada permukaan logam dan kekerasan dinyatakan sebagai energi tumbukan.

Pada saat ini teknik pengukuran dengan indantasi (*indentation*) merupakan teknik pengukuran yang banyak dilakukan karena mudah untuk dilakukan dan tidak merusak spesimen secara berlebihan. Adapun beberapa teknik pengukuran kekerasan dengan indentasi yang banyak dilakukan adalah:

1. Pengujian kekerasan Rockwell

Pengujian kekerasan Rockwell dilakukan dengan menggunakan indentor berupa bola baja bulat dan intan yang berbentuk kerucut untuk spesimen dengan kekerasan yang sangat tinggi. Pengukuran kekerasan ditentukan oleh perbedaan kedalaman penetrasi yang dihasilkan dari penggunaan sebuah beban kecil yang diikuti oleh beban utama yang lebih besar. Dan berdasarkan beban yang digunakan kekerasan Rockwell dibagi menjadi dua yaitu, Rockwell dan Rockwell dangkal (*superficial Rockwell*). Untuk Rockwell, beban yang digunakan adalah 60, 100, hingga 150 kg dan Rockwell dangkal memiliki beban mulai dari 15, 30, dan 45 kg. Dengan setiap skala diwakili oleh huruf alfabet yang sesuai dengan jenis indentor dan beban yang telah ditetapkan (ASTM Standard, E-18).

2. Pengujian kekerasan Brinell

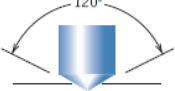

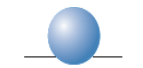

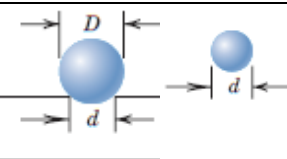

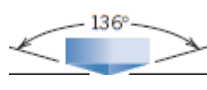
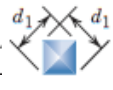
Seperti pada pengujian kekerasan Rockwell, kekerasan Brinell juga menggunakan indentor berupa bola dengan kekerasan tinggi. Selama proses pengujian indentor tersebut diberi beban selama waktu tertentu. Dan kekerasan Brinell didefinisikan sebagai fungsi dari beban yang digunakan dengan diameter lekukan yang dihasilkan. Sehingga untuk mencapai bentuk bulatan yang baik spesimen harus memiliki permukaan yang datar dan halus (ASTM Standard E-10).

3. Pengujian kekerasan Vickers

Pengujian kekerasan Vickers menggunakan indenter berupa intan yang berbentuk piramida. Pengujian ini merupakan jenis pengujian kekerasan mikro (*microhardness*) karena indenter yang sangat kecil harus dipaksa masuk ke dalam spesimen dengan beban yang jauh lebih kecil daripada pengujian kekerasan Rockwell dan Brinell, yaitu berkisar antara 1-1.000 gram. Karena bentuk indenter yang digunakan berupa piramida maka bentuk jejakannya pun akan berbentuk belah ketupat apabila dilihat dari atas. Untuk menentukan kekerasan dari Vickers ini digunakan fungsi panjang diagonal-diagonal yang terbentuk dengan beban yang digunakan. Kelebihan dari teknik pengujian Vickers ini adalah dapat digunakan untuk menghitung kekerasan dari spesimen yang berbentuk sangat kecil (ASTM Standard E-92).

Sebagai perbandingan, Tabel 2.4 menggambarkan secara sederhana teknik-teknik yang digunakan untuk menguji kekerasan.

Tabel 2.4. Perbandingan uji kekerasan (Callister, 2007)

Pengujian	Indentor	Bentuk Indentor		Beban	Rumus Kekerasan
		Samping	Atas		
Rockwell	Kerucut intan			Rockwell: • 60 kg • 100 kg • 150 kg Rockwell dangkal: • 15 kg • 30 kg • 45 kg	-
	Bola baja				
Brinell	Bola baja atau tungsten karbida			P	HBN: $\frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$
Vickers	Piramida intan			P	HVN: $\frac{2P \sin \frac{136}{2}}{d^2}$ $= 1,854 \frac{P}{d^2}$

J. Scanning Electron Microscopy

Scanning electron microscopy (SEM) merupakan suatu alat yang dapat digunakan untuk mengamati dan menganalisis karakteristik mikrostruktur dari bahan padat seperti logam, keramik, polimer dan komposit. SEM memiliki resolusi (daya pisah) dan ketajaman gambar yang tinggi, selain itu cara analisis SEM tidak akan merusak bahan.

SEM mempunyai daya pisah sekitar 0,5 nm dengan perbesaran maksimum sekitar 500.000 kali (Griffin dan Riessen, 1991). Kemampuan daya pisah ini disebabkan karena SEM menggunakan elektron sebagai sumber radiasinya. Gambar tiga dimensi yang dihasilkan oleh SEM memiliki ketajaman yang sangat tinggi akibat adanya *high depth of field*.

Pada prinsipnya SEM terdiri dari beberapa komponen yaitu kolom elektron (*electron column*), ruang sampel (*specimen chamber*), sistem pompa vakum (*vacuum pumping system*), kontrol elektronik dan sistem bayangan (Goldstein *et al.*, 1981)

Kolom elektron terdiri dari *electron gun* dan beberapa lensa. Bagian dari *electron gun* adalah katoda, yaitu filamen berbentuk V yang dibuat dari bahan tungsten atau *Lanthanum Hexaboride* (LaB_6), dan plat anoda. *Electron gun* berfungsi sebagai sumber untuk menghasilkan berkas elektron atau elektron primer yang dipancarkan dari katoda dan digunakan untuk menganalisis bahan.

Berkas elektron tersebut dipercepat oleh medan listrik dan difokuskan pada gambar pertama dari sumber, yaitu sebuah lensa magnetik yang terdiri dari dua buah lensa kondensor, sehingga bentuk dan ukuran sampel terlihat dalam bentuk sinar bayangan (*imaging beam*). Faktor yang menentukan penampilan dan resolusi dari SEM adalah arus dan berkas pemercepat (Sampson, 1996).

K. X-Ray Diffraction (Difraksi Sinar-X)

Suatu material dapat dipelajari kisi-kisi ruang dari intensitasnya secara cepat dan akurat dengan menggunakan difraksi sinar-X (Brindley dan Brown, 1980). Sinar-X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Rontgen pada tahun 1895, ketika elektron yang dipercepat dengan tegangan yang tinggi dalam tabung vakum mengenai target yang berupa logam atau gelas, dan kemudian dihamburkan oleh target tersebut (Giancoli, 1984). Sinar-X diberi nama "X"

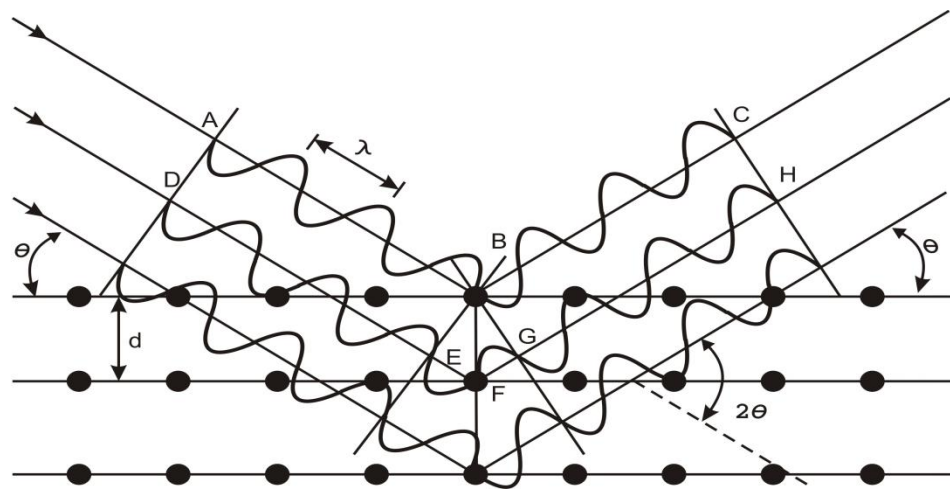
karena setelah penemuannya oleh Rontgen, sinar-X masih merupakan misteri. Hingga kemudian diketahui bahwa sinar-X mempunyai penetrasi yang tinggi, dapat menghitamkan pelat film, dapat membuat mineral terfluoresensi dan tidak dapat dibelokkan oleh medan listrik dan medan magnet (Keller *et al.*, 1993).

Fenomena tidak dipengaruhinya sinar-X oleh medan listrik dan medan magnet, diindikasikan sebagai akibat bahwa sinar-X bukan partikel bermuatan, dan mempunyai panjang gelombang yang sangat pendek (Giancoli, 1984). Hal ini menyebabkan sinar-X mempunyai tingkat resolusi yang lebih baik dalam mengamati atom-atom dan molekul-molekul mikroskopik.

Menurut Cullity (1978), sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 0,5-2,5 Å. Bila seberkas sinar-X dengan panjang gelombang λ diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut datang θ , maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang atom kristal dan menghasilkan puncak-puncak difraksi yang dapat diamati dengan peralatan difraktometer.

Pada difraktometer terdapat sumber radiasi yang berasal dari Cu, Mo, Co, Cr dan Fe. Ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam memilih sumber radiasi untuk melakukan penelitian yaitu komposisi sampel yang akan diuji dan tujuan dari pengujian itu sendiri (Brindley dan Brown, 1980).

Sistem kerja difraktometer sinar-X didasarkan pada Hukum Bragg. Pola difraksi, intensitas dan sudut difraksi 2θ berbeda-beda untuk setiap bahan. Interferensi berupa puncak-puncak intensitas diperoleh sebagai hasil proses difraksi dimana terjadi interaksi antara sinar-X dengan atom-atom pada bidang kristal (Vlack, 1994). Gambar 2.13 menunjukkan hamburan sinar-X oleh elektron-elektron di dalam atom suatu material.



Gambar 2.13. Sinar-X yang dihamburkan oleh atom-atom kristal yang berjarak d (Richman, 1967).

Dari Gambar 2.13 terlihat bahwa gelombang pertama memiliki panjang yang sama yaitu $AB + BC$, begitu pula dengan gelombang kedua yaitu $DF + FH$. Gelombang kedua berjalan lebih jauh dari gelombang pertama, dan selisihnya adalah:

$$\Delta = (DF + FH) - (AB + BC) \quad (3)$$

jika dari titik B ditarik garis ke DF dan FH , diberi tanda E dan G , maka:

$$DE = AB, GH = BC \quad (4)$$

perbedaan antara dua gelombang tersebut adalah:

$$\Delta = EF + FG \quad (5)$$

Diketahui bahwa $EF + FG$ merupakan λ (panjang gelombang) dan panjang EF sama dengan panjang FG yaitu sebesar $d \sin \theta$, sehingga hubungan interferensi dari sinar dengan sudut datang θ akan memenuhi persamaan Bragg sebagai berikut:

$$\lambda = d \sin \theta \quad (6)$$

dengan λ = panjang gelombang (m), d = jarak antar kisi (m), dan θ = sudut difraksi (Richman, 1967).