

UJI OKSIDASI SUHU TINGGI PADUAN ZrNbMoGe UNTUK KELONGSONG BAHAN BAKAR NUKLIR

A.H. Ismoyo, B. Bandriyana, Parikin dan Iman Kuntoro

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan 15314

ABSTRAK

UJI OKSIDASI SUHU TINGGI PADUAN ZrNbMoGe UNTUK KELONGSONG BAHAN BAKAR NUKLIR. Dalam penelitian ini dilakukan analisis ketahanan korosi suhu tinggi paduan ZrNbMoGe dengan menguji pengaruh komposisi unsur dan proses *anneal*. Paduan ZrNbMoGe diperoleh dari proses sintesis melalui peleburan pada tungku busur listrik yang dialiri gas argon dengan variasi komposisi unsur germanium sebanyak 1 %berat, 2 %berat dan 3 %berat. Proses anil dilakukan pada suhu 800 °C selama 8 jam, uji oksidasi kering dilakukan dengan uap bertekanan pada suhu 500 °C dan 800 °C selama 36 jam. Karakterisasi paduan dilakukan dengan uji kekerasan dan uji strukturmikro untuk mendukung analisis. Hasil uji laju ketahanan oksidasi pada suhu 500 °C menunjukkan nilai pertambahan berat antara 0,0035 mg/cm² hingga 0,0097 mg/cm² dengan laju ketahanan korosi rata-rata 0,00006 mg/cm²jam hingga 0,00046 mg/cm²jam. Laju ketahanan korosi pada suhu 800 °C meningkat dibandingkan pada suhu 500 °C, dan dipengaruhi oleh komposisi unsur Ge. Penambahan unsur Ge dapat meningkatkan kekerasan dan ketahanan korosi suhu tinggi, sedangkan proses *anneal* tidak memberikan perubahan laju korosi secara signifikan. Dari hasil penelitian diperoleh paduan zirkonium dengan komposisi prosen berat Zr 96,5%, Nb 1%, Mo 0,5% dan Ge 2% mempunyai ketahanan oksidasi yang baik mendekati bahan zirkaloi-4 dan cukup baik untuk digunakan sebagai bahan kelongsong bahan bakar PLTN jenis PWR.

Kata kunci : Paduan zirkonium, Korosi, *Annealing*, Bahan kelongsong

ABSTRACT

HIGH TEMPERATURE OXIDATION TESTS ON ZrNbMoGe ALLOY FOR CLADDING OF NUCLEAR FUEL MATERIALS. Analysis of high temperature corrosion resistance on ZrNbMoGe alloys has been carried out in the research, by testing the effects of elements composition and annealing process on the materials oxidation properties. The ZrNbMoGe alloys were synthesized by using argon arc-melting furnace with varied Ge composition of 1%wt, 2%wt and 3%wt. The annealing processes were performed at temperature of 800 °C for 8 hours while dry-oxidation tests by pressurized steam water at 500 °C and 800 °C for 36 hours. The samples were characterized of their hardness and microstructure properties. The results show that there were weight increasing of alloys between 0,0035 mg/cm² to 0,0097 mg/cm² with the mean corrosion resistance rate between 00006 mg/cm² hours to 0,00046 mg/cm² hours. The increase in Ge element and temperature rise up the high temperature corossion resistance. The corossion resistance rate was also less affected by annealing process. It was obtained that the corossion resistance of the zirconium alloy with composition of Zr 96.5%wt, Nb 1.5%wt, Mo 0.5% wt and Ge 2%wt have similar properties with the zircalloy-4 which usually utilized as the cladding materials for PWR type of Nuclear Power Plants.

Key words : Zirconium alloys, Corrosion, Annealing, Cladding materials

PENDAHULUAN

Kelongsong merupakan bagian dari struktur bahan bakar nuklir yang berfungsi untuk mengungkung produk fisi dan menghantarkan panas akibat reaksi bahan bakar. Material kelongsong harus memenuhi persyaratan neutronik, mampu mengungkung hasil fisi, memindahkan panas dengan cepat dan tahan terhadap korosi, pengaruh radiasi beserta kerusakan fatik dan *creep*. Bahan paduan zirkonium untuk

kelongsong bahan bakar PLTN yang dikenal dengan nama Zirkaloi-4 masih merupakan bahan impor. Untuk mengurangi ketergantungan bahan dan mengurangi biaya pembuatan kelongsong perlu dikembangkan penelitian bahan alternatif yang dibuat di dalam negeri secara mandiri.

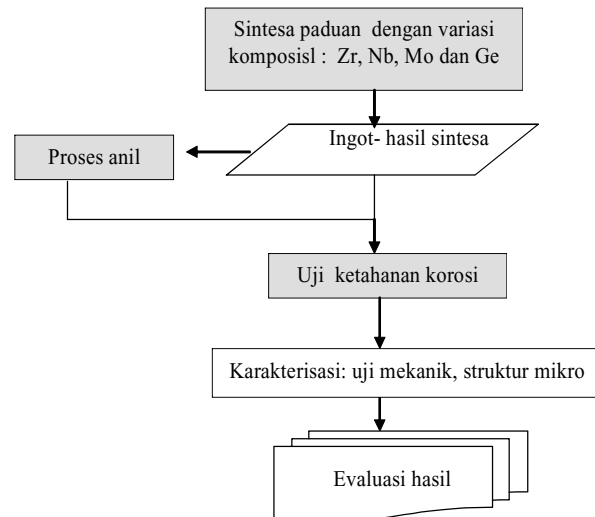
Salah satu bahan yang telah diteliti dan dikembangkan oleh PTBIN-BATAN untuk material

kelongsong adalah zirkonium dengan penambahan unsur paduan germanium (Ge), niobium (Nb) dan molibdenum (Mo). Hasil penelitian sifat mekanik dan strukturmikro komposisi paduan ZrNbMoGe menunjukkan karakteristik cukup baik sebagai bahan alternatif untuk kelongsong dengan beberapa keunggulan yang kompetitif [1]. Penambahan unsur Ge dapat meningkatkan kekuatan mekanik dengan membentuk senyawa intermetalik Zr_3Ge sedangkan unsur Nb meningkatkan kemudahan dalam proses manufaktur [2]. Hasil uji kekerasan paduan Zr-Nb-Mo-Ge dengan komposisi berat 95% Zr, 2% Nb, 1% Mo dan 2% Ge menunjukkan nilai 273 VHR, yang lebih tinggi dibandingkan kekerasan zirkonium sekitar 90 VHR. Kekuatan tarik ZrNbMoGe melebihi bahan Zirkaloi 4 tetapi tingkat getasnya cukup tinggi dengan regangan sekitar 2% [2].

Hasil penelitian ini perlu dikembangkan dengan analisis ketahanan korosi untuk memenuhi persyaratan dan spesifikasi teknis material bahan bakar nuklir. Hasil penelitian untuk uji korosi oksidasi 20 jam pada suhu 400 °C, 500 °C dan 600 °C untuk bahan zirkaloi-4 menunjukkan besarnya penambahan berat masing masing sebesar 0,025 mg/cm², 0,034 mg/cm² dan 0,037 mg/cm² dengan kondisi strukturmikro relatif tidak berubah [3]. Proses *anneal* setelah pengerolan bahan zirkaloi dengan suhu *anneal* 802 °C meningkatkan laju korosi dengan signifikan [4]. Dalam makalah ini diuraikan pengaruh komposisi unsur paduan, pengaruh suhu operasi dan proses *anneal* terhadap ketahanan oksidasi suhu tinggi dari paduan ZrNbMoGe. Penambahan unsur Mo diharapkan dapat memperhalus ukuran butir dan meningkatkan ketahanan korosi pada suhu tinggi karena pembentukan lapisan oksida zirkonium yang tebal dan kuat di permukaan [2].

METODE PERCOBAAN

Uji oksidasi paduan zirkonium ini dirancang dengan sistematis penelitian yang secara garis besar ditunjukkan dalam diagram alir pada Gambar 1. Pengujian dilakukan untuk menganalisis ketahanan korosi akibat kondisi di luar kelongsong dan serangan korosi dari gas pada celah bahan bakar. Tahapan penelitian meliputi: sintesis dan peleburan paduan, proses *anneal*, uji ketahanan korosi dan karakterisasi. Tahapan sintesis dilakukan untuk menghasilkan paduan dengan berbagai macam komposisi. Proses *anneal* dilakukan untuk membuat bentuk butir bulat dan menghilangkan tegangan sisa dan diharapkan dapat meningkatkan kekerasan, kekuatan dan ketahanan korosi. Proses karakterisasi digunakan sebagai dasar pengembangan proses sintesis sehingga diperoleh hasil optimal. Analisis dan evaluasi dilakukan dengan membandingkan data hasil uji dan hasil karakterisasi (dengan persyaratan desain dan perbandingan) dengan hasil pengujian bahan paduan Zirkaloi-4.



Gambar 1. Diagram alir penelitian

Cara Kerja

Proses Sintesis Paduan Zirkonium

Sintesis dilakukan dengan peleburan sampel dengan berat masing-masing sekitar 50 gram. Peleburan dilakukan pada cawan yang dimasukkan dalam dapur pengecoran suhu tinggi dengan pelindung gas argon. Komposisi paduan zirkonium ditentukan berdasarkan hasil penelitian pendahuluan, dengan prosentase zirkonium minimum 95% untuk persyaratan neutronik bahan kelongsong. Komposisi unsur dalam paduan zirkonium ditunjukkan dalam Tabel 1.

Proses *Anneal* Sampel Paduan

Proses *anneal* dilakukan di dapur suhu tinggi di PTNBR-BATAN dengan pemanasan pada suhu sampai 800 °C selama 8 jam yang dilanjutkan dengan pendinginan perlahan-lahan. Dalam proses pemanasan sampel dibungkus dengan foil tembaga untuk menghindari proses oksidasi.

Pengujian Oksidasi Suhu Tinggi

Pengujian oksidasi suhu tinggi dilakukan dengan simulasi kondisi kelongsong bagian luar pada operasi PLTN pada suhu kritis 500 °C. Pengujian awal dilakukan pada suhu 300 °C dan 400 °C

Tabel 1. Komposisi paduan zirkonium yang disintesis

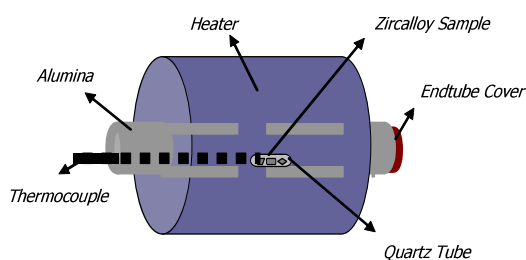
Kode Sampel	Zirkonium (Zr, 99,999%)	Niobium (Nb 99,99%)	Molibdenum (Mo 99,99%)	Germanium (Ge 99,98%)
ZG-1	97,5 %	1,0 %	0,5 %	1,0 %
ZG-2	96,5 %	1,0 %	0,5 %	2,0 %
ZG-3	95,5 %	1,0 %	0,5 %	3,0 %



sebelum ditutup

setelah ditutup

Perakitan sampel pada tabung uji quartz



Gambar 2. Skema alat uji korosi suhu tinggi sampel paduan zirkonium

dengan waktu pengujian 30 menit, 120 menit dan 480 menit untuk sampel ZG-1, ZG-2, ZG-3 dan ZR-4. Untuk mengetahui perubahan struktur dan terbentuknya lapisan oksida, pengujian dilanjutkan pada suhu 500 °C dan 800 °C. Pengujian dilakukan pada sampel sebelum dan sesudah *anneal*, dengan sampel zirkaloi 4 sebagai pembandingan untuk waktu uji 1 jam, 2 jam, 4 jam, 6 jam, 8 jam, 16 jam, 24 jam dan 36 jam pada suhu 500 °C dan 800 °C. Laju korosi ditentukan dengan mengukur perbedaan berat sampel sebelum dan sesudah pengujian.

Sampel uji dimasukkan dalam tabung *quartz* yang berisi air dan selanjutnya tabung ditutup dengan sistem pemanasan dan penyambungan gelas. Selanjutnya tabung *quartz* dimasukkan dalam pipa dan tungku pemanas dan dipanaskan sampai suhu di tabung *quartz* mencapai 500 °C dan 800 °C. Dalam kondisi ini air berubah menjadi uap dengan suhu tinggi dan terjadi proses korosi akibat oksidasi sehingga terbentuk oksida yang menempel pada sampel dan terjadi penambahan berat sampel. Perakitan sampel, tabung *quartz* dan sampel uji korosi ditunjukkan pada Gambar 2.

Karakterisasi Sifat Mekanik dan Strukturmikro

Uji strukturmikro dilakukan dengan pengamatan menggunakan mikroskop optik untuk melihat besar, bentuk dan distribusi dari butir dan pengamatan pembentukan lapisan oksida. Pengujian kekerasan dilakukan dengan alat uji kekerasan Vickers skala mikro untuk sampel paduan ZG-1, ZG-2 dan ZG-3 dan hasil uji korosi dengan waktu uji secara kontinyu selama 36 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Sintesis Paduan Zirkonium

Bentuk fisik bagian atas dan bawah *ingot* paduan hasil peleburan unsur Zr, Nb, Mo dan Ge ditunjukkan dalam Gambar 3. Hasil peleburan berupa *ingot* dengan diameter sekitar 3 cm dengan tebal sekitar 1,5 cm. Hasil uji strukturmikro ditunjukkan pada Gambar 4 dan hasil uji kekerasan ditunjukkan pada Tabel 2.

Dari hasil pengujian diperoleh peningkatan kekerasan pada daerah dalam butir untuk sampel ZG2 dan ZG3. Hasil ini menunjukkan bahwa peningkatan prosentase unsur Ge dan penurunan unsur zirkonium akan meningkatkan kekerasan paduan. Pengamatan presipitasi telah dilakukan dengan SEM-EDS dan analisis fasa kristal menggunakan uji XRD yang dianalisis lanjut dengan program RIETAN. Hasil analisis menunjukkan terjadinya presipitat dalam bentuk fasa Zr_3Ge dan $ZrMo_2$. [3]. Dengan tidak berubahnya strukturmikro, diperkirakan peningkatan kekerasan terjadi akibat adanya presipitasi pada batas butir yang menghambat pergerakan dislokasi. Peningkatan kekerasan akan meningkatkan kekuatan bahan tetapi diikuti dengan meningkatnya kegetasan. Untuk sampel ZG-3 tingkat getas cukup tinggi sehingga sulit untuk proses pengerolan dan permesinan [3].

Hasil Uji Oksidasi

Pengujian pada Suhu 300 °C dan 400 °C

Untuk pengujian pada suhu 300 °C dan 400 °C, hasil uji menunjukkan perubahan berat yang



Sampel ZG -1

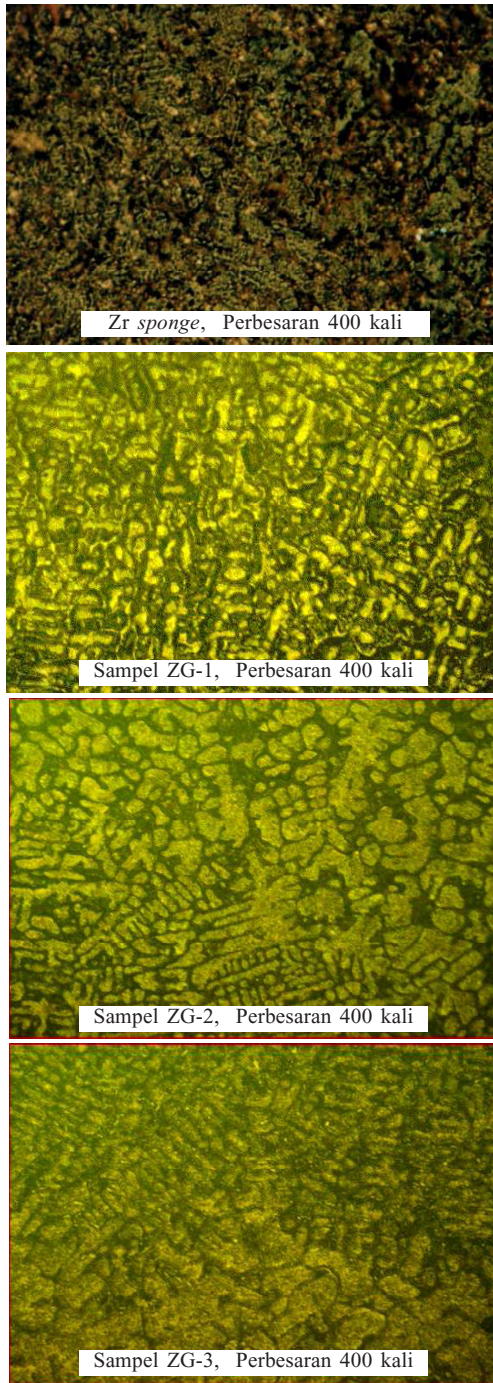
Sampel ZG -2

Sampel ZG -3

Gambar 3. *Ingot* hasil sintesis paduan zirkonium

Tabel 2. Hasil pengujian kekerasan

Kode Sampel	Penjejakan	Kekerasan Vickers	Keterangan
ZG-1	Matrik dalam butir	225,12	Beban = 200 gr
ZG-2	Matrik dalam butir	235,8	waktu penjejakan = 15 detik
ZG-3	Matrik dalam butir	302,04	pada 5 titik penjejakan



Gambar 4. Struktur mikro hasil uji mikroskop optik

sangat kecil sebelum dan sesudah pengujian. Hasil pengujian sampai dengan 8 jam belum terdeteksi perubahan berat, sedangkan sampai waktu 36 jam terdapat perubahan berat untuk sampel ZG-1, ZG-2, ZG-3 dan ZR-4 masing-masing adalah : 0,0005 mg/cm², 0,0003 mg/cm², 0,0003 mg/cm² dan 0,0001 mg/cm². Hasil uji ini menunjukkan bahwa sampel material mempunyai ketahanan korosi yang baik pada kondisi suhu 300 °C dan 400 °C.

Tabel 4. Hasil uji korosi kering pada suhu 500 °C

Waktu uji (jam)	Pertambahan berat sampel (mg/cm ²)			
	ZG1	ZG2	ZG3	ZR4
1	0	0	0	0
2	0	0,0001	0,0002	0,0002
4	0,0003	0,0003	0,0002	0,0002
6	0,0024	0,0011	0,0005	0,0004
8	0,0067	0,0045	0,0012	0,0005
16	0,0088	0,0062	0,0034	0,0019
24	0,0093	0,0069	0,006	0,0035
36	0,0097	0,007	0,0061	0,0035

Pengujian Pada Suhu 500 °C

Pengujian pada suhu 500 °C, dengan sampel uji paduan ZrNbMoGe menggunakan beberapa variasi komposisi dengan sampel ZG-1, ZG-2 dan ZG-3 dan zirkaloi 4, ZR-4 memberikan hasil seperti ditunjukkan pada Tabel 4 . Berdasarkan hasil ini dapat diperoleh bahwa tingkat pertambahan berat total sampai dengan pengujian selama 36 jam untuk sampel ZG-1, ZG-2, ZG-3 dan ZR-4 masing-masing adalah : 0,0097 mg/cm², 0,007 mg/cm², 0,0061 mg/cm² dan 0,0035 mg/cm².

Jumlah pertambahan berat sampel ini menunjukkan pembentukan oksida dan tingkat ketahanan korosi, dimana makin rendah pertambahan berat laju korosi makin kecil. Besarnya laju rata-rata dari hasil perhitungan sampel ZG-1, ZG-2, ZG-3 dan ZR-4 masing-masing adalah : 0,00046 mg/cm²jam, 0,00032 mg/cm²jam, 0,00016 mg/cm²jam dan 0,00006 mg/cm²jam.

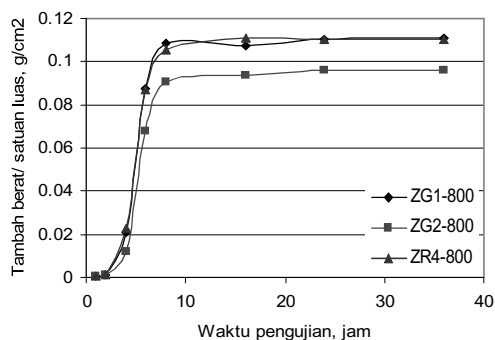
Hasil uji juga makin menunjukkan bahwa semakin banyak kandungan unsur Ge tingkat ketahanan korosi naik. Kenaikan ketahanan korosi dapat terjadi akibat terbentuknya lapisan tipis oksida pelindung zirkonium dan germanium oksida yang mampu menetralkan oksidasi dari luar. Hasil yang dicapai dari laju ketahanan korosi rata-rata menunjukkan harga sudah mendekati ketahanan korosi dari sampel paduan zirkaloi 4, ZR4 yang digunakan untuk bahan kelongsong bahan bakar nuklir PLTN jenis PWR. Suhu uji sebesar 500 °C dipilih untuk mewakili suhu kritis dari kelongsong bahan bakar pada sisi bagian dalam. Dari hasil pengujian ini dapat dikatakan bahwa bahan paduan ZrNbMoGe cukup baik untuk bahan kelongsong bahan bakar nuklir.

Pengujian Pada Suhu 800 °C

Pengujian ketahanan korosi pada suhu 800 °C dilakukan sebagai pengujian lanjut untuk mengetahui karakteristik ketahanan sampel khususnya perubahan struktur dan sifat mekanik akibat oksidasi suhu tinggi. Pada uji suhu ini juga diamati pengaruh komposisi, pengaruh suhu uji dan pengaruh proses *anneal* dari sampel pada ketahanan korosinya.

Tabel 5. Pengaruh komposisi unsur paduan pada uji korosi suhu 800 °C

Waktu uji (jam)	Pertambahan berat sampel (mg/cm ²)		
	ZG1	ZG2	ZR4
1	0,0007	0,0006	0,0005
2	0,0012	0,0012	0,001
4	0,0213	0,0121	0,023
6	0,0879	0,0679	0,0873
8	0,1089	0,0908	0,1054
16	0,1076	0,0935	0,1112
24	0,1104	0,0958	0,1104
36	0,1112	0,0959	0,1105



Gambar 8. Kurva pengaruh komposisi unsur paduan pada uji korosi suhu 800 °C

Berdasarkan data hasil uji untuk suhu uji 500 °C dan 800 °C, dapat diamati pengaruh suhu, komposisi dan proses *anneal* terhadap ketahanan korosi sampel. Dalam penelitian ini diamati sampel ZG-1, ZG-2 dan ZR-4 untuk uji oksidasi dengan suhu 800 °C, sedangkan sampel ZG-3 tidak dilakukan. Pemilihan sampel ZG-1 dan ZG-2 selain keterbatasan dalam pengujian, tingkat ketahanan korosi yang baik, bahan kelongsong juga harus dapat dilakukan proses fabrikasi dengan rol dan permesinan. Untuk sampel ZG-3, dengan kekerasan dan kegetasan yang tinggi sulit untuk faktor fabrikasi, meskipun ketahanan korosi lebih tinggi, tidak menjadi prioritas sebagai bahan kelongsong dan tidak dilakukan uji lanjut pada suhu 800 °C.

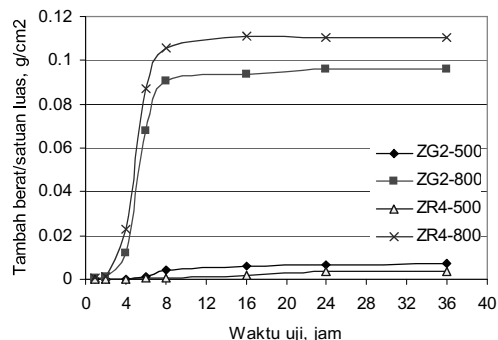
Pengaruh Komposisi Pada Suhu 800 °C

Data hasil uji korosi suhu tinggi pada suhu 800 °C untuk sampel ZG-1, ZG-2 dan ZR-4 ditunjukkan pada Tabel 5 dan kurva pada Gambar 8.

Berdasarkan data hasil uji dapat diperoleh bahwa ketahanan korosi sampel paduan ZrNbMoGe sedikit lebih baik dibandingkan harga ketahanan korosi dari sampel paduan zirkaloi 4, ZR-4 yang digunakan untuk bahan kelongsong bahan bakar nuklir PLTN tipe *PWR*. Pengaruh unsur germanium juga menunjukkan kriteria yang sama pada pengujian suhu 500 °C, yaitu semakin banyak kandungan unsur germanium dari sampel, tingkat ketahanan korosi naik.

Tabel 6. Pengaruh suhu uji pada uji korosi suhu 800 °C

Waktu uji (jam)	Pertambahan berat sampel (mg/cm ²)			
	ZG2-500	ZG2-800	ZR4-500	ZR4-800
1	0	0,0006	0	0,0005
2	0,0001	0,0012	0,0002	0,001
4	0,0003	0,0121	0,0002	0,023
6	0,0011	0,0679	0,0004	0,0873
8	0,0045	0,0908	0,0005	0,1054
16	0,0062	0,0935	0,0019	0,1112
24	0,0069	0,0958	0,0035	0,1104
36	0,007	0,0959	0,0035	0,1105



Gambar 9. Kurva pengaruh suhu pada uji korosi suhu 800 °C

Hal ini dapat terjadi akibat terbentuknya lapisan tipis dari oksida zirkonium dan germanium oksida sebagai pelindung oksidasi masih cukup baik. Pada suhu tinggi sampai 800 °C untuk uji sampai 36 jam belum menunjukkan terjadinya pengelupasan oksida seperti ditunjukkan pada pengamatan strukturmikro dari sampel sesudah oksidasi.

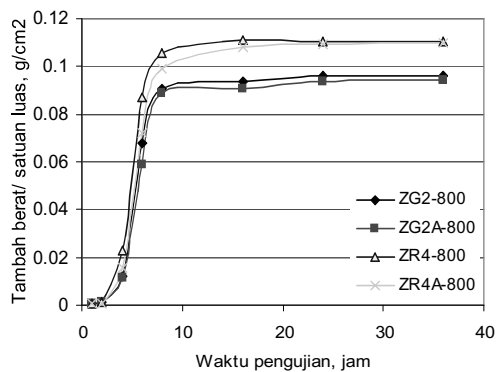
Pengaruh Suhu

Hasil uji oksidasi pada suhu 500 °C dan 800 °C untuk sampel paduan ZrNbMoGe, ZG-2 dan sampel zirkaloi 4, ZR-4 ditunjukkan pada Tabel 6 dan Gambar 9. Hasil uji menunjukkan semakin tinggi suhu uji dari sampel tingkat ketahanan korosi makin kurang, baik untuk sampel paduan ZrNbMoGe maupun sampel zirkaloi 4.

Untuk suhu pengujian 500 °C sampai waktu 36 jam diperoleh penambahan berat pada sampel ZG-2 dan ZR-4 dengan perbedaan yang kecil, 0,0070 mg/cm² dan 0,0035 mg/cm² dengan laju korosi rata-rata 0,00032 mg/cm²jam dan 0,00006 mg/cm²jam. Untuk pengujian pada suhu 800 °C, kondisi stabil dengan pertambahan berat sangat kecil sampel ZG-2 dicapai sekitar 0,093 mg/cm², sedangkan untuk sampel ZR-4 diperoleh pertambahan berat sekitar 0,110 mg/cm². Selisih nilai pertambahan berat untuk suhu 800 °C ini disebabkan oleh ketebalan lapisan oksida paduan yang lebih banyak dengan adanya unsur pembentuk oksida zirkonium dan germanium.

Tabel 7. Pengaruh proses *anneal* pada uji korosi suhu 800 °C

Waktu uji (jam)	Pertambahan berat sampel (mg/cm ²)			
	ZG2-800	ZG2A-800	ZR4-800	ZR4A-800
1	0,0006	0,0004	0,0005	0,0004
2	0,0012	0,0011	0,001	0,0009
4	0,0121	0,0113	0,023	0,0156
6	0,0679	0,0587	0,0873	0,0721
8	0,0908	0,0891	0,1054	0,0992
16	0,0935	0,0906	0,1112	0,1079
24	0,0958	0,0938	0,1104	0,1095
36	0,0959	0,0943	0,1105	0,1096



Gambar 10. Kurva pengaruh proses *anneal* pada uji korosi suhu 800 °C

Pengaruh Proses *Anneal*

Data hasil uji korosi suhu tinggi pada suhu 800 °C untuk sampel ZG-2 dan ZR-4 pada kondisi sebelum dan sesudah proses *anneal* (sampel ZR-2A dan ZR-4A) ditunjukkan pada Tabel 7 dan Gambar 10.

Hasil uji menunjukkan pengujian untuk sampel ZG-2 dan ZR-4 dengan waktu uji sampai 36 jam diperoleh pertambahan berat dengan perbedaan yang sangat kecil. Pada suhu uji 500 °C perbedaan pertambahan berat sekitar 0,0016 mg/cm² sedangkan pada suhu 800 °C sekitar 0,0001 mg/cm². Ketahanan korosi untuk sampel ZG-2 sedikit lebih baik dibandingkan dari sampel ZG-4. Hasil uji ini menunjukkan bahwa proses *anneal* yang dilakukan pada suhu 800 °C selama 8 jam tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap ketahanan korosi sampel ZG-2 dan ZR, Diperlukan waktu *anneal* lebih lama sehingga perubahan butir akan mempengaruhi ketahanan korosi.

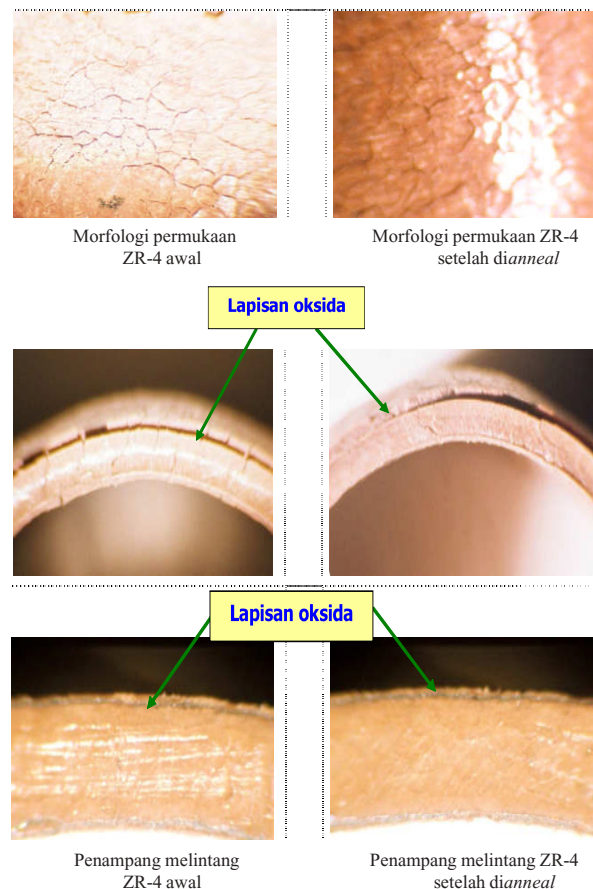
Struktur mikro Setelah Uji Korosi

Untuk analisis ketahanan korosi kering dilakukan pengujian dengan mikroskop optik untuk sampel setelah pengujian korosi suhu 800 °C selama 36 jam. Pengujian dilakukan untuk mengetahui perubahan struktur mikro dan pembentukan lapisan oksida. Tebal dan komposisi lapisan oksida akan menentukan laju korosi oksidasi pada suhu tinggi. Untuk pengujian struktur mikro terlebih

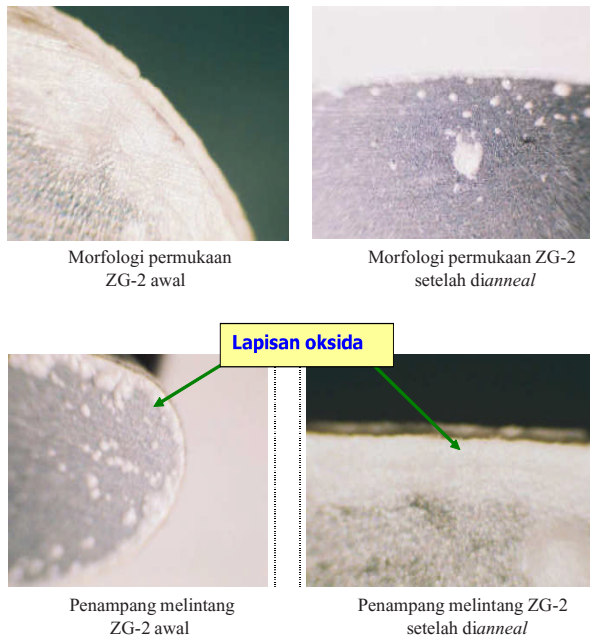
dahulu dilakukan preparasi terhadap sampel. *Ingot* paduan dipoles agar permukaan rata dan di *etse* dengan cara dicelupkan selama 60 detik hingga 90 detik dalam campuran 40% HF + 60% H₂O dan 70% HNO₃ + 30% H₂O dengan jumlah yang sama pada suhu ruang.

Hasil uji mikroskop optik untuk sampel paduan zirkonium, sampel zirkaloi 4 sebelum dan sesudah proses *anneal* ditunjukkan pada Gambar 11 dan Gambar 12. Hasil uji struktur makro menunjukkan bahwa pada permukaan setelah *dianneal* untuk sampel ZR-4 dan sampel ZG-2 butir semakin membesar yang menyebabkan kekuatan menurun. Lapisan oksida yang terbentuk untuk sampel ZR-4 dan ZG-2 dapat diamati dengan ketebalan yang hampir sama.

Dari pengamatan dan pengukuran ketebalan lapisan oksida diperoleh hasil ketebalan oksida untuk sampel ZG-2 dan ZR-4 sebelum *dianneal* masing-masing sebesar 5 µm dan 4,8 µm. Setelah proses *anneal* pada suhu 800 °C selama 3 jam ketebalan oksida untuk sampel ZG-2 dan ZR-4 masing-masing sebesar 5 µm dan 4,7 µm, sedikit meningkat akibat adanya perubahan butir. Terbentuknya lapisan oksida dan ketebalannya serta sifat oksida ini memberikan sumbangan penting pada ketahanan korosi paduan. Untuk lapisan dan komposisi oksida serta adanya *spot* pada bagian



Gambar 11. Hasil uji mikroskop optik sampel ZR-4, perbesaran 100 kali



Gambar 12. Hasil uji mikroskop optik sampel ZG-2, perbesaran 100 kali

matriks akan dianalisis dengan *SEM* lebih lanjut dalam penelitian lanjutan.

KESIMPULAN

Dari hasil percobaan yang telah dilakukan diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Sintesis bahan paduan ZrNbMoGe dapat dilakukan dengan tungku busur listrik dengan atmosfer gas argon dengan kualitas paduan cukup homogen untuk material kelongsong bahan bakar nuklir.
2. Uji oksidasi pada suhu 500 °C dan 800 °C sampai dengan waktu 36 jam menunjukkan ketahanan korosi paduan ZrNbMoGe mendekati bahan

zirkaloi 4 yang digunakan sebagai material kelongsong bahan bakar nuklir PLTN jenis *PWR*. Proses *anneal* dengan suhu 800 °C selama 8 jam tidak memberikan pengaruh yang signifikan pada tingkat ketahanan korosi .

3. Prosentase kandungan unsur Ge dalam paduan meningkatkan kekerasan maupun ketahanan korosi meskipun tingkat getas dari paduan juga meningkat. Berdasarkan hasil uji kekerasan, uji korosi dan faktor fabrikasi, diperoleh sampel ZG-2 merupakan bahan yang paling baik untuk bahan kelongsong.

DAFTAR ACUAN

- [1]. P.E. DANIELSON, *ASM Handbook Vol. 9 : Zirconium and Hafnium and Their Alloys*, ASM International, Material Park, Ohio, (1997)
- [2]. J. SCHMUCK, *The Properties of Zirconium and its Alloys for Chemical Engineering Application*, CEZUS, Centre de Recherches, Uguine, France, (1995)
- [3]. B.BANDRIYANA, A.H. ISMOYO dan PARIKIN, *Pembuatan Prototipe Kelongsong Paduan Zirkonium dengan Metode Rol dan Las, Laporan Hasil Penelitian Riset Insentif RISTEK-2008*, Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-BATAN, (2008)
- [4]. D.H. PRAYITNO, *Uniform of Zircalloy 4 Under Isothermal Oxidation at High Temperature*, *International Conference on Neutron Scattering*, BATAN, (2007)
- [5]. B.G. PARFENOV, *Corrosion of Zirconium and Zirconium Alloys*, IPST Press, (1969)
- [6]. B. LUSTMAN, F. KERZE JR., *The Metallurgy of Zirconium*, 1st Edition, Mc. Graw-Hill Book Co., New York, (1955)