

PENENTUAN **BASAL-POLES PADA ZIRCALOY-4** MENGGUNAKAN KOMBINASI **POLE FIGURE DAN** **METODE PROYEKSI STEREOGRAFI**

Tri Hardi Priyanto, Bharoto dan Ahmad Ramadhani

*Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, 15314
e-mail: thardi@batan.go.id*

Diterima: 31 Oktober 2014 Diperbaiki: 8 Desember 2014 Disetujui: 19 Desember 2014

ABSTRAK

PENENTUAN BASAL-POLES PADA ZIRCALOY-4 MENGGUNAKAN KOMBINASI POLE FIGURE DAN METODE PROYEKSI STEREOGRAFI. Basal pole dari struktur kristal heksagonal memainkan peran penting dalam analisis tekstur. Perbandingan c/a menentukan karakteristik *pole figure* 0002. Dalam penelitian ini *basal pole* zircaloy-4 dianalisis dengan *pole figure* dan metode proyeksi stereografi. *Pole figure* eksperimental diperoleh dengan difraktometer tekstur, DN2, BATAN menggunakan metode refleksi pada panjang gelombang 1,279 Å. Cuplikan Zircaloy-4 memiliki struktur heksagonal. Dari *refinement* pola difraksi neutron diperoleh parameter kisi, $a = 3,2288 \text{ \AA}$ dan $c = 5,1554 \text{ \AA}$, sehingga diperoleh $c/a = 1,597$. Proyeksi *stereographic* menggunakan empat buah indeks miller hkl , yaitu 100, 001, 101 dan 110 dengan berbagai jarak antar bidang (d) antara 1 Å dan 3 Å. Koordinat *pole* ditentukan dengan *complete pole figure* eksperimental 100, 001, 101 dan 110. Dari *complete pole figure*, *basal pole* {001} dapat ditentukan dari *pole figure* 100 dan 110 pada koordinat *pole* $(\rho, \alpha, \delta) = (90^\circ, 0^\circ, 90^\circ)$ dan $(90^\circ, 0^\circ, 270^\circ)$ di dalam arah penggerolan. Koordinat *basal-pole* secara detil ditunjukkan pada *pole figure* 0002 dimana kecondongan *pole* sekitar $\pm 40^\circ$ menjauhi arah normal ke arah transversal, dan *pole* (100) sejajar dengan arah penggerolan, sedangkan arah (110) terarah sejajar dengan arah transversal.

Kata kunci: Zircaloy-4, Proyeksi stereografik, *Pole figure*, Difraksi neutron

ABSTRACT

BASAL-POLE DETERMINATION ON ZIRCALOY-4 USING COMBINATION POLE FIGURE AND STEREOGRAPHIC PROJECTION METHOD. Basal pole of the hexagonal crystals structure play an important role in texture analysis. Comparison of c/a determines the characteristic of the pole figure 0002. In this study the basal pole of zircaloy-4 was analyzed using pole figure and stereographic projection. Experimental pole figure was obtained using texture diffractometer, DN2, BATAN with reflection at a wavelength of 1,279 Å. Zircaloy-4 has hexagonal structure, from the refinement of the neutron diffraction pattern, lattice parameters of Zircaloy-4 $a = 3.2288 \text{ \AA}$ and $c = 5.1554 \text{ \AA}$ was obtained, so that $c/a = 1.597$. The stereographic projection used three hkl , those are 100, 001 and 110 with range of planes distance (d) between 1 Å and 3 Å. Poles coordinate was determined using complete experimental pole figures of 100, 001, 101 and 110. From the complete pole figure, basal poles {001} could be determined from pole figures 100 and 110 in the poles coordinate of $(\rho, \alpha, \delta) = (90^\circ, 0^\circ, 90^\circ)$ and $(90^\circ, 0^\circ, 270^\circ)$ in the direction of rolling. Detail of basal pole coordinates is shown in the pole figure 0002 where poles tilted about $\pm 40^\circ$ away from the normal direction toward the transverse direction, and the pole(100) was aligned with the rolling direction, while the (110) directions pointed parallel to the transverse direction.

Keywords: Zircaloy-4, Stereographic projection, Pole figure, Neutron diffraction

PENDAHULUAN

Paduan zirkonium (zirkaloi) merupakan salah satu bahan yang digunakan sebagai kelongsong bahan bakar dalam reaktor nuklir, seperti zircaloy-2 dan zircaloy-4. Telah banyak kajian penelitian terkait bahan ini seperti perilaku zircaloy-4 akibat iradiasi dalam reaktor nuklir [1]. Zircaloy-4 terutama digunakan sebagai kelongsong bahan bakar untuk reaktor air bertekanan (*Pressurized Water Reactor*) [2]. Terkait bahan tersebut ada beberapa isu penting yang menjadi fokus penelitian seperti pelekatan hidrogen pada zirkaloi dan ketahanan korosi. Pengaruh pelekatan hidrogen pada paduan zirkonium mengakibatkan terbentuknya hidrida pada zirkaloi yang akan mempengaruhi ketahanan bahan terhadap korosi. Beberapa jenis penelitian yang telah dilakukan pada bahan paduan zircaloy-4 antara lain pengaruh hidrogen untuk ekspansi termal hidrida zircaloy-4 [3], serta studi struktur mikro dan tekstur secara rinci dari berbagai hidrida zircaloy-4 menggunakan teknik difraksi neutron dan mikroskop yang memberikan wawasan tentang perilaku presipitasi δ -hydride [4-5]. Penelitian lebih lanjut terkait pembentukan hidrida pada zircaloy-4 dan dampaknya didalam paduan zircaloy-4 telah dilaporkan oleh peneliti lain [6]. Selain itu juga telah dilakukan studi terkait tekstur kristalografi dari bahan zircaloy-4 [7], tegangan sisa [8], transformasi fase [9] dan morfologi [10]. Selain dari pengaruh hidrogen pada zircaloy-4, untuk mengurangi keausan, meningkatkan ketahanan korosi, dan kekuatan yang lebih baik juga telah dilakukan studi yang berkaitan dengan modifikasi rekayasa permukaan [11].

Studi terkait dengan zirkaloi hasil penggerolan panas pada suhu di bawah dan di atas suhu transformasi, dimana terjadi perubahan struktur kristal dari hcp (*hexagonal closed packed*) ke bcc (*body centered cubic*) juga telah dilakukan untuk menentukan fungsi distribusi orientasi (ODF) dan *recalculated normalized pole figure* tekstur kristalografi [12]. Karena pentingnya zirkaloi sebagai kelongsong bahan bakar, maka zirkaloi bentuk tabung telah digunakan sebagai cuplikan *round robin* dalam uji tekstur interlaboratorium dalam rangka menghitung coefficients Kearns [13] dari beberapa laboratorium. Pengaruh kondisi manufaktur seperti pengurangan jumlah penggerolan, dan kondisi perlakuan panas serta penjalarannya juga diselidiki untuk mengamati perilaku tekstur (orientasi kristalit) yang terbentuk pada lembaran zircaloy-4 [14]. Hasil uji iradiasi pada paduan zirkonium di reaktor HANARO menunjukkan bahwa sifat mekanik dari paduan zirkonium memiliki karakteristik yang serupa, baik untuk kondisi tidak diradiasi maupun diradiasi. Hasil tes kompresi menunjukkan dalam proses fabrikasi ada pengaruh perlakuan panas dan tekstur pada penggeraan dingin (*cold working*) pada tabung kelongsong zircaloy-4.[15].

Teknik difraksi neutron memiliki keunggulan yang unik dibandingkan dengan teknik difraksi sinar-x untuk karakterisasi bahan nuklir. Interaksi sinar-x dengan bahan

hanya terjadi pada permukaan sehingga informasi mikroskopik dalam bahan tidak mungkin dilakukan. Neutron memiliki beberapa sifat yaitu: (a) neutron dapat menembus bahan pada kedalaman beberapa sentimeter, (b) neutron berinteraksi dengan inti atom, sebuah interaksi dengan isotop tertentu, (c) neutron dalam ukuran berkas-titik; biasanya berukuran beberapa cm^2 , memungkinkan digunakan untuk mengamati objek yang lebih besar. Meskipun telah banyak dilakukan karakterisasi zircaloy-4 menggunakan berbagai metode seperti ditunjukkan pada hasil penelitian di atas, namun evaluasi orientasi kristalit (tekstur) pada pole basal dengan menggabungkan pole figure hasil eksperimen dengan metode proyeksi stereografik belum dinyatakan secara eksplisit dengan metode difraksi neutron.

Meskipun dari hasil penelitian yang telah dilakukan tampak bahwa penelitian terkait zirkaloi sudah sangat maju, namun pemanfaatan teknik difraksi neutron belum banyak dilakukan, terutama penelitian terkait dengan tekstur bahan, sehingga metode penelitian tekstur bahan dengan zircaloy-4 sebagai *round robin sample* yang dapat dianalogikan sebagai *standard sample* menjadi sangat penting untuk penelitian tekstur lanjutan, terutama terkait dengan bahan dengan struktur kristal heksagonal.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengkaji metode penggabungan antara proyeksi stereografik dengan *pole figure* eksperimental yang digunakan untuk mengkarakterisasi besar dan arah kecondongan *pole basal* pada cuplikan zircaloy-4 terhadap arah normal yang sejajar dengan $<0001>$ Secara eksperimen *pole basal* diperoleh dari orientasi *pole figure* dikombinasikan dengan metode proyeksi stereografi diaplikasikan untuk menentukan arah dan besar kecondongan *basal pole* dari bahan zircaloy-4. Metode kombinasi *pole figure* dan proyeksi stereografi sejauh yang penulis ketahui belum dipublikasikan secara eksplisit, sehingga metode kombinasi ini dapat memberi wawasan untuk menentukan arah dan besarnya kecondongan *basal pole* untuk kristal dengan struktur heksagonal, karena pada struktur kristal heksagonal besar dan arah kecondongan *basal pole* ditentukan oleh panjang parameter kisi c/a . Untuk mendapatkan *pole figure* zircaloy-4 diperoleh secara eksperimen digunakan difraktometer neutron tekstur, DN2. Difraktometer neutron tekstur DN2 sampai saat ini dikhawasukan untuk mengkarakterisasi tekstur (orientasi kristalit) bahan logam atau paduan logam. DN2 dipasang di balai eksperimen reaktor (XHR) GA Siwabessy.

TEORI

Proyeksi Stereografi

Proyeksi stereografi sangat berguna untuk menunjukkan *pole* dari semua bidang-bidang yang penting (atau arah) dalam kristal. Pada saat proyeksi tersebut disiapkan dengan bidang (hkl), sebagai bidang proyeksi, ini disebut proyeksi standar (hkl).

Dalam sistem Bravais empat-sumbu, kristal heksagonal mengandung rasio c/a , arah dan bidang dalam sistem ini secara umum akan tidak rasional. Beberapa hubungan antara arah dan bidang, sudut antara bidang dijelaskan sebagai berikut [16]:

1. Indeks $[uvtw]$ tegak lurus bidang ($hkil$)

$$[uvtw] = \left[h, k, i, \frac{3}{2} \left(\frac{a}{c} \right)^2 l \right] \quad \dots \quad (1)$$

2. Arah $\langle pqrs \rangle$ terletak pada bidang ($hkil$) bila:

$$2ph + 2pk + 2qk + qh + sl = 0 \quad \dots \quad (2)$$

3. Sudut antara bidang

$$\cos \phi = \frac{\left(h_1 h_2 + k_1 k_2 + \frac{1}{2} (h_1 k_2 + h_2 k_1) + \frac{3a^2 l_1 l_2}{4c^2} \right)}{\sqrt{\left(h_1^2 + k_1^2 + \frac{3a^2 l_1^2}{4c^2} \right) \left(h_2^2 + k_2^2 + \frac{3a^2 l_2^2}{4c^2} \right)}} \quad \dots \quad (3)$$

Oleh karena arah diberikan dalam sistem empat indeks, pertama-tama diubah ke dalam sistem tiga-indeks, menggunakan hubungan berikut, untuk menerapkan hukum zona. Andaikan $[UVW]$ merupakan arah dalam notasi tiga indeks dan $[uvtw]$ menjadi arah dalam sistem heksagonal empat indeks, selanjutnya hubungan $[UVW]$ dan $[uvtw]$ dinyatakan sebagai:

$$U = 2u + v, \quad V = 2v + u, \quad W = w, \\ \text{dan } t = (u + v) \quad \dots \quad (4)$$

Misalkan (HKL) menjadi indeks bidang dalam tiga indeks dan ($hkil$) dalam sistem heksagonal empat indeks, maka:

$$h = H, \quad k = K, \quad l = L \\ \text{dan } i = -(H + K) \quad \dots \quad (5)$$

Metode kedua menggunakan notasi empat indeks. Prosedur adalah untuk menemukan *pole* dari bidang yang terletak tegak lurus ke arah yang diperlukan. Ini dapat diperoleh dari hubungan berikut. Arah $[uvtw]$ tegak lurus terhadap bidang ($hkil$) di mana:

$$u = h, \quad v = k, \quad w = \frac{3}{2} (a/c)^2 l \quad \dots \quad (6)$$

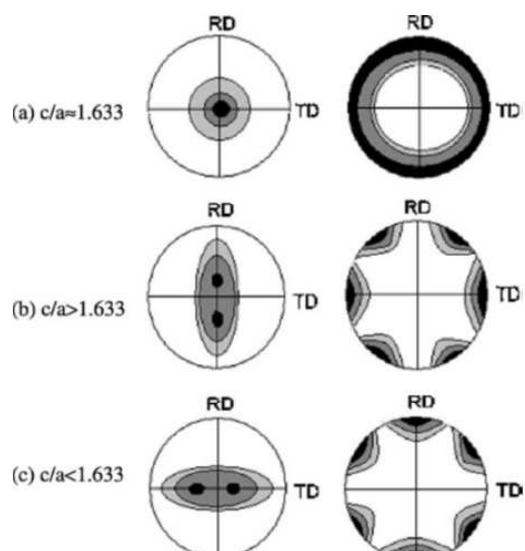
Untuk kristal heksagonal, indeks dari bidang dan yang tegak lurus mungkin tidak sama seperti di kristal kubik, sehingga proyeksi kutub bidang dan arah yang tidak identik, seperti untuk kristal kubik.

Pole figure dan Tekstur Pengerolan

Pole figure adalah proyeksi stereografi dua dimensi dengan orientasi tertentu, relatif terhadap specimen. *Pole figure* menunjukkan variasi kerapatan *pole* dengan orientasi *pole* untuk satu set bidang kristal yang dipilih, misalnya bidang kristal $\{hkil\}$ [17]. Cara yang paling populer untuk mendapatkan bentuk pole yang lengkap adalah “metode refleksi Schulz”. Pada bahan heksagonal, ada sedikit perbedaan dalam standar

$\{hkil\}$ proyeksi stereografik karena perbedaan rasio konstanta kisi, c/a . Dalam bahan heksagonal, tekstur basal $\{0001\}$ sering hadir dalam bentuk orientasi yang berbeda, tergantung pada rasio c/a . Tekstur hasil penggerolan dingin (*cold-rolled*) logam dan paduan berbasis heksagonal dikategorikan ke dalam tiga kelompok, sesuai dengan rasio c/a , yaitu bahan dengan rasio c/a lebih besar dari, kira-kira sama dengan, dan kurang dari nilai ideal 1,633.

Secara skematis pole figure hasil simulasi pole figure (0002) dan $(10\bar{1}0)$ untuk tekstur hasil penggerolan dingin yang dinyatakan dalam tiga kategori rasio c/a digambarkan pada Gambar 1. Logam dan paduan dengan rasio c/a kurang lebih sama dengan rasio $c/a = 1,633$ yang ideal, seperti Mg, cenderung membentuk tekstur serat (*fiber texture*) di basal selama penggerolan (Gambar 1a). Asal tekstur tersebut dapat dipahami dalam hal sistem operasi slip di bidang basal. Logam dan paduan dengan rasio c/a di atas ideal cenderung menunjukkan tekstur dengan pole basal mempunyai kemiringan dari $\pm 15^\circ$ sampai 25° dari arah normal (ND) ke arah penggerolan (RD). Misalkan Zn dengan $c/a = 1,856$ dan Cd dengan $c/a = 1,885$, pole $(11\bar{2}0)$ sejajar dengan arah penggerolan (RD), dan arah $(10\bar{1}0)$ sejajar dengan arah transversal (Gambar 1b). Tekstur seperti itu disebabkan slip basal dan seperti kembar dalam skala besar. Basal *pole* kembar pada bahan dengan struktur kristal *hexagonal closed packed* (hcp) dapat diklasifikasikan ke dalam dua kelompok berdasarkan nilai kritis rasio c/a dari “3 (= 1,732), di bawah atau di atas nilai kritis tersebut, kembaran tersebut masing-masing akan terkompresi atau teregang. Zn dan Cd, keduanya, akan berada pada kelompok dengan rasio c/a lebih besar dari 1,732. Logam dan paduan yang memiliki rasio c/a



Gambar 1. Simulasi tekstur penggerolan dari (0002) dan $(10\bar{1}0)$ pada logam HCP dengan rasio c/a (a). sama dengan 1,633 (b). lebih besar dari 1,633, and (c). lebih kecil dari 1,633[10].

kurang dari 1,633 cenderung membentuk tekstur basal pole dengan kemiringan dari $\pm 20^\circ$ ke 40° dari arah normal (ND) ke arah transversal (TD). Contoh Zr ($c/a = 1,589$) dan Ti ($c/a = 1,587$), pole sejajar dengan arah penggerolan (RD) dengan arah penyebaran searah dengan arah transversal (TD) (Gambar 1c). Dalam kasus terakhir, *slip* pada bidang prisma sebagian besar bertanggung jawab untuk tekstur dari jenis ini dengan basal *pole* menyebar. Secara umum, rasio c/a mencerminkan aktivasi sistem *slip* yang berbeda.

METODE PERCOBAAN

Percobaan difraksi neutron dilakukan menggunakan difraktometer tekstur (DN2) dilengkapi dengan *4-cycle goniometer*. Data yang terkumpul dibagi menjadi dua jenis percobaan, pertama data difraksi untuk mendapatkan posisi puncak Bragg (*.dif) dan data *pole-figure* untuk mendapatkan posisi pole dan orientasi kristal (*.dat). Data difraksi diperoleh dengan men *scan* θ - 2θ , dan data *pole-figure* diperoleh dengan men *scan* ϕ (rotasi cuplikan) dan χ (kemiringan cuplikan) pada pilihan puncak posisi Bragg yang diperoleh dari data difraksi. Untuk menganalisis data *pole-figure* yang digunakan program MAUD, Data *.dat harus dikonversi ke *.xpe. Apabila dianalisis menggunakan program BEARTEX data *.dat harus dikonversi ke *.xpa

Sebuah plat zircaloy-4 yang di *roll* hangat dengan ketebalan 6 mm digunakan dalam percobaan ini [18]. Bahan ini diproduksi oleh Wah Chang, USA (ASTM B352, kelas R60804) [19]. Plat dipotong kecil-kecil dengan ukuran 12 mm x 12 mm, dan kemudian masing-masing bagian dilekatkan satu sama lain, dengan arah penggerolan (RD) yang sama sehingga menjadi bentuk kubik dengan dimensi 12 mm x 12 mm x 12mm.

Tiga *pole figure* ($10\bar{1}0$), (0002), dan ($11\bar{2}0$) dikarakterisasi menggunakan panjang gelombang neutron sebesar 1,279 Å yang diperoleh dari monokromator Si (311) pada sudut *cut-off* 46° . Sumbu-C (tegak lurus bidang basal) spesimen ditentukan dengan men *scan* (θ , 2θ , χ , ϕ). Data difraksi neutron diperoleh pada suhu kamar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Eksperimen Difraksi Neutron

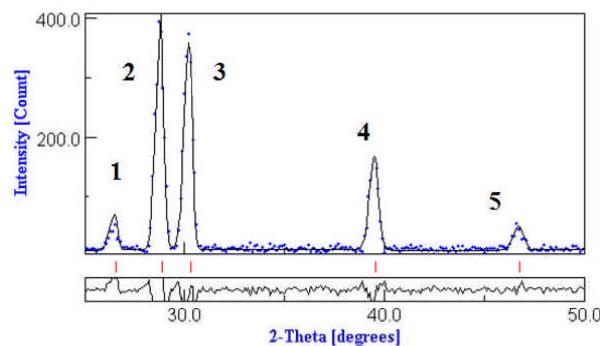
Pola difraksi neutron diperoleh pada $(\chi, \phi) = (90^\circ, 0^\circ)$. Untuk mengidentifikasi puncak Bragg Zr, data diperhalus menggunakan MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*) [20]. Pola difraksi menunjukkan ada lima puncak bragg Zr muncul dari pola difraksi pada kisaran 2θ antara 25° dan 50° .

Puncak Bragg dari ($10\bar{1}0$), (0002), ($10\bar{1}1$), ($10\bar{1}2$) dan ($11\bar{2}0$), masing-masing dengan puncak Bragg nomor 1, 2, 3, 4, dan 5, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. Zircaloy-4 memiliki struktur heksagonal

dengan grup ruang P63 /mmc. Dari *refinement* dari unsur Zr, diperoleh parameter kisi $a = 3,2288$ Å dan $c = 5,1554$ Å. Parameter kisi tersebut digunakan sebagai parameter masukan untuk eksperimen pole figure.

Kristal Heksagonal dalam Proyeksi Standar

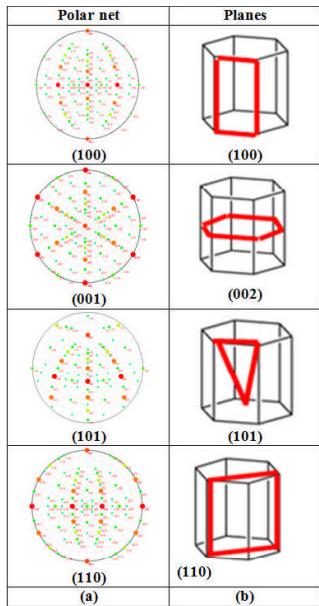
Sudut ϕ antara (0001) dan ($01\bar{1}1$) yang dihitung dari persamaan (5) sebesar $61,477^\circ$. Dari hasil eksperimen didapat rasio $c/a = 1,597$, lebih kecil dari rasio ideal 1,633. Bidang (0002) dalam indeks Miller-Bravais atau (002) dalam indeks Miller disebut bidang basal, dan tegak lurus bidang tersebut adalah arah sumbu- c <0001>, hal itu disebut basal *pole*. Bidang basal adalah bidang *closed-packed*, yang berarti bahwa bidang-bidang ini mempunyai kerapatan area yang tertinggi. Penentuan arah sumbu- c penting untuk menentukan orientasi kristal bagi struktur heksagonal. Proyeksi standar bidang 100, 001, 101 dan 110 untuk Zr dengan berbagai jarak d dari 1 Å sampai 3 Å ditunjukkan pada polar net dan juga representasi bidang (hkl) untuk menentukan letak *pole* pada *pole figure* ditunjukkan pada Gambar 3. Koordinat *pole* dalam dua dimensi (α , δ) dapat digambarkan sebagai posisi lintang α dan bujur δ yang terkait dengan posisi cuplikan. Hal tersebut ditunjukkan pada Gambar 4a. Dalam proyeksi stereografik koordinat *pole* dapat dinyatakan sebagai (ρ , α , δ) dimana $\rho = 90 - \alpha$ adalah *co-latitude*, α adalah lintang dan δ adalah bujur



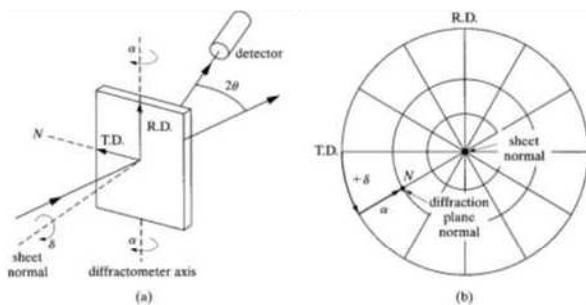
Gambar 2. Pola difraksi Zircaloy-4 pada posisi $(\chi, \phi) = (90^\circ, 0^\circ)$.

Pole Figure Eksperimental

Dalam eksperimen, *incomplete pole figures* diperoleh dalam jangkauan $0^\circ \leq \alpha \leq 75^\circ$, dimana $\alpha = 90^\circ - \chi$. Sudut χ adalah sudut kemiringan cuplikan pada *Euler Cradle*, dan β dalam jangkauan $0^\circ \leq \beta \leq 355^\circ$, dimana β adalah sudut rotasi cuplikan. Program perangkat lunak Beartex diterapkan untuk menganalisis *incomplete pole figure* eksperimental. Dalam analisis data pole figure, diambil sistem heksagonal, sesuai dengan struktur kristal Zr sebagai komponen utama paduan zircaloy-4. Grup titik (point group) C6 dan sistem triklinik dengan grup titik C1 masing-masing digunakan untuk sistem koordinat kristal dan cuplikan. *Incomplete pole figure* 100, 001 dan



Gambar 3. (a) Representasi polar net dan (b) bidang (hkl) dalam struktur heksagonal.



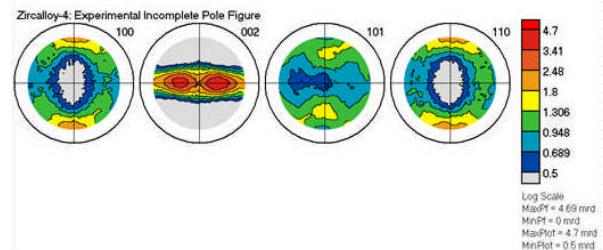
Gambar 4. (a) Hubungan antara pengaturan cuplikan dengan metode difraksi, (b) Sudut untuk menyatakan koordinat pole (ρ , α , δ) dalam proyeksi stereografik dalam bentuk polar net.

Tabel 1. Koordinat pole (ρ , α , δ) untuk proyeksi standar 100, 001, 101, and 110 menggunakan proyeksi stereografik standar dengan indeks miller (hkl).

Proyeksi Standar (hkl)	Poles (HKL)	ρ (derajat)	α (derajat)	δ (derajat)	Sudut antar bidang (hkl) {HKL} (deg)
(1 0 0)	(0 0 1)	0	90	90	90
	(0 0 1̄)	0	90	270	90
	(1 1 0)	60	30	360	30
(0 0 1)	(1 0 0)	0	90	270	90
	(1 1 0)	0	90	300	90
(1 0 1)	(0 0 1)	61,525	28,475	90	61,525
	(0 0 1̄)	0	90	90	90
	(1 1 0)	0	90	270	90
(1 1 0)	(0 0 1̄)	60	30	180	30

110 ditunjukkan pada Gambar 4. Pada *pole figure* 100 dan 110, dua pole (001) dan (001̄) terletak di posisi (ρ , α , δ) = (90°, 0°, 90°) dan (90°, 0°, 270°), masing-masing ke arah pengerolan. Hal ini konsisten dengan posisi pole pada proyeksi stereografi. Untuk karakterisasi kecondongan *basal pole*, hanya ditinjau *pole figure*

(001). Zircaloy-4 hasil eksperimen diperoleh rasio $c/a = 1,596$. Secara simulasi besar rasio tersebut cenderung membentuk tekstur dengan kemiringan *basal pole* sebesar $\pm 40^\circ$ dengan arah menjauhi arah normal (ND) ke arah transversal (TD). Pole (100) sejajar dengan arah pengerolan (RD), dan arah (110) menunjuk sejajar dengan arah transversal (TD) seperti ditunjukkan pada Gambar 1c untuk *pole figure* (0002). Dari hasil eksperimen tersebut tampak terjadi *slip* pada bidang prismatic pada struktur heksagonal, hal ini bertanggung jawab pada penyebaran orientasi kritikal (tekstur) pada bidang *basal* dimana dua *pole* kembar sejajar dengan arah pengerolan (RD) dengan arah penyebaran searah dengan arah transversal (TD), seperti telah diprediksi secara simulasi [17]. *Slip* disebabkan oleh rotasi kisi kristal karena adanya regangan yang disebabkan oleh perbandingan rasio c/a yang nilainya lebih kecil dibandingkan kondisi c/a ideal yaitu sebesar 1,633. Meskipun perubahan tekstur penting, sifat elastis sebagian besar cuplikan-dingin (*cold-worked*) dan dipanaskan (*annealed*) tetap sama pada paduan zirkonium [8] sehingga dapat diprediksi meskipun terjadi penyebaran arah *pole* pada arah transversal, hal ini tidak mempengaruhi sifat elastisitas bahan paduan zirkonium akibat *annealing*. Namun demikian perubahan rasio c/a mungkin terjadi akibat proses pemanasan, sehingga akan mengubah pola penyebaran orientasi kristalit (tekstur).



Gambar 5. Incomplete pole figures eksperimental, 100, 002, 101 and 110 dari Zircaloy-4.

KESIMPULAN

Dari *incomplete pole figure* pada sistem heksagonal, *basal pole* {001} dapat ditunjukkan dari *pole figure* 100 dan 110 di koordinat pole (ρ , α , δ) = (90°, 0°, 90°) dan (90°, 0°, 270°) yang diarahkan ke arah pengerolan (RD). Detail *basal pole* dapat dilihat pada *pole figure* 002, *pole* condong sekitar $\pm 40^\circ$ menjauhi arah normal (ND) ke arah transversal (TD), *pole* (100) terarah ke arah pengerolan (RD), dan arah (110) menunjuk sejajar dengan arah transversal (TD). Hal ini sesuai dengan prediksi secara simulasi pada simulasi *pole figure*.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Mei Juan Li dari China Atomic Research Reactor

(CARR) atas pemberian cuplikan yang digunakan untuk penelitian ini dan juga diskusi. Penelitian ini dibiayai atas anggaran DIPA 2014 pada Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju.

DAFTAR ACUAN

- [1]. P. Vizcaíno, A. V. Flores, P. B. Bozzano, et al., "Hydrogen Solubility and Microstructural Changes in Zircaloy-4 Due to Neutron Irradiation." *Journal of ASTM International*, vol. 8, no. 1, pp 1-20, 2011.
- [2]. S. C. Vogel, "A Review of Neutron Scattering Application to Nuclear Materials." *ISRN Mater. Sci.*, vol. 2013, pp. 1-24, 2013.
- [3]. A. Hellouin De Menibus, T. Guilbert, Q. Auzoux, C. Toffolon, J. C. Brachet, and J. L. Bechade, "Hydrogen contribution to the thermal expansion of hydrided Zircaloy-4 cladding tubes." *J. Nucl. Mater.*, vol. 440, no. 1-3, pp. 169-177, 2013.
- [4]. Z. Wang, U. Garbe, H. Li, Y. Wang, A. J. Studer, G. Sun, R. P. Harrison, X. Liao, M. A. Vicente Alvarez, J. R. Santisteban, and C. Kong, "Microstructure and texture analysis of α -hydride precipitation in Zircaloy-4 materials by electron microscopy and neutron diffraction." *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 47, no. 1, pp. 303-315, 2014.
- [5]. V. Macdonald, D. Le Boulch, A. H. de Menibus, J. Besson, Q. Auzoux, J. Crépin, and T. Le Jolu, "Fracture of Zircaloy-4 Fuel Cladding Tubes with Hydride Blisters." *Procedia Mater. Sci.*, vol. 3, pp. 233-238, 2014.
- [6]. Y. S. Kim, Y. H. Jeong, and S. B. Son, "A study on the effects of dissolved hydrogen on zirconium alloys corrosion." *J. Nucl. Mater.*, vol. 444, no. 1-3, pp. 349-355, 2014.
- [7]. R. W. L. Fong, "Phase Transformation, Texture and Mechanical Anisotropy in Zirconium Alloys." Doctor Dissertation, University Ottawa, Canada, 2013.
- [8]. V. V. Sumin, I. V. Papushkin, R. N. Vasin, A. M. Venter, and A. I. Balagurov, "Determination of the residual stress tensor in textured zirconium alloy by neutron diffraction." *J. Nucl. Mater.*, vol. 421, no. 1-3, pp. 64-72, 2012.
- [9]. E. Polatidis, P. Frankel, J. Wei, M. Klaus, R. J. Comstock, A. Ambard, S. Lyon, R. A. Cottis, and M. Preuss, "Residual stresses and tetragonal phase fraction characterisation of corrosion tested Zircaloy-4 using energy dispersive synchrotron X-ray diffraction." *J. Nucl. Mater.*, vol. 432, no. 1-3, pp. 102-112, 2013.
- [10]. M. Gallaugh, D. Peykov, N. Brodusch, R. R. Chromik, L. Rodrigue, M. L. Trudeau, and R. Gauvin, "Variations in nanomechanical properties of back-end Zr-2.5Nb pressure tube material," *J. Nucl. Mater.*, vol. 442, no. 1-3, pp. 116-123, 2013.
- [11]. H. Kim, I. Kim, Y. Jung, D. Park, J. Park, and Y. Koo, "Microstructure and Mechanical Strength of Surface ODS Treated Zircaloy-4 Sheet Using Laser Beam Scanning." *Nucl. Eng. Technol.*, vol. 46, no. 4, pp. 521-528, 2014.
- [12]. H. R. Wenk, I. Lonardelli, and D. Williams, "Texture changes in the hcp \rightarrow bcc \rightarrow hcp transformation of zirconium studied in situ by neutron diffraction." *Acta Mater.*, vol. 52, no. 7, pp. 1899-1907, 2004.
- [13]. G. U. J. L. Baron, C. Esling, J. L. Feron, D. Gex, J. L. Glimois, R. Guillen, M. Humbert, P. Lemoine, J. Lepape, J. P. Mardon, A. Thil, "Interlaboratories Tests of Texture of Zircaloy-4 Tubes. Part 1: Pole Figure Measurements and Calculation of Kearn Coefficients." vol. 12, no. 1, pp. 125-140, 1990.
- [14]. Y.-S. Lim, H.-G. Kim, and Y.-H. Jeong, "Experimental Evaluation of the Rolling Reduction and Heat-Treatment Effects on the Texture and Creep Behavior of a Zircaloy-4 Sheet." *Mater. Trans.*, vol. 49, no. 8, pp. 1922-1925, 2008.
- [15]. O.-H. Kwon, K.-B. Eom, J.-I. Kim, J.-M. Suh, and K.-L. Jeon, "Mechanical and Irradiation Properties of Zirconium Alloys Irradiated in Hanaro." *Nucl. Eng. Technol.*, vol. 43, no. 1, pp. 19-24, 2011.
- [16]. G. Johari, O. Thomas, "The Stereographic Projection and Its Applications." R. Buncshah, Ed. Interscience Publishers, 1969, pp. 43-49.
- [17]. Y. N. Wang and J. C. Huang, "Texture analysis in hexagonal materials." *Mater. Chem. Phys.*, vol. 81, no. 1, pp. 11-26, 2003.
- [18]. J. Santisteban, *Proposal for a Round Robin on neutron diffraction determination of texture of Zr-based alloys Coordinated by IAEA within the CRP Development, Characterization and Testing of Materials of Relevance to Nuclear Energy Sector Using Neutron Beams*. 2013, pp. 2-6.
- [19]. J. R. Santisteban, M. A. Vicente-Alvarez, P. Vizcaino, A. D. Banchik, S. C. Vogel, A. S. Tremsin, J. V. Vallerga, J. B. McPhate, E. Lehmann, and W. Kockelmann, "Texture imaging of zirconium based components by total neutron cross-section experiments." *J. Nucl. Mater.*, vol. 425, no. 1-3, pp. 218-227, 2012.
- [20]. H. R. Wenk, L. Lutterotti, and S. Vogel, "Texture analysis with the new HIPPO TOF diffractometer." *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 515, no. 3, pp. 575-88, 2003.