

STUDI TENTANG PENGARUH *NITROCARBURIZING* DC-PLASMA TERHADAP PERUBAHAN KEKERASAN DAN STRUKTUR MIKRO PADA MATERIAL Zr-4

USMAN SUDJADI

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN

Abstrak

STUDI TENTANG PENGARUH *NITROCARBURIZING* DC-PLASMA TERHADAP PERUBAHAN KEKERASAN DAN STRUKTUR MIKRO PADA MATERIAL Zr-4. Pengaruh nitrocarburizing terhadap perubahan kekerasan dan struktur mikro pada bahan Zr-4 (bahan untuk cladding bahan bakar nuklir PWR) dengan alat nitrocarburizing DC plasma telah dipelajari. Beberapa samples telah di nitrocarburizing pada suhu (550 – 700)°C selama 1 jam. Hasilnya menunjukkan bahwa, pada sample awal kekerasan Zr-4 adalah 183,8 HV, setelah di nitrocarburizing pada suhu 700°C selama 1 jam, kekerasannya menurun menjadi 153,1 HV, sedangkan kedalaman atom-atom nitrogen dan carbon yang terdifusi kedalam bahan Zr-4 ialah 26 micrometer. Pengamatan mikrostruktur menunjukkan bahwa pada sample yang telah di nitrocarburizing pada $T = 700^{\circ}\text{C}$ ($t = 1$ jam) terlihat jelas adanya lapisan atom-atom N dan C di dalam bahan Zr-4. Hasil uji komposisi kimia menunjukkan bahwa pada sampel awal bahan Zr-4 terdapat atom-atom Zr, O, C, dan P.

Kata kunci : *nitrocarburizing*, DC plasma, Zr-4, kekerasan, struktur mikro

Abstract

STUDY OF INFLUENCE OF *NITROCARBURIZING* TO HARDNESS AND MICROSTRUCTURE CHANGE ON Zr-4 MATERIAL. Influence of nitrocarburizing to hardness and microstructure change on Zr-4 material (material for cladding nuclear fuel element PWR) with nitrocarburizing DC-plasma apparatus were studied. Some samples were nitrocarburized at temperature (550-700) °C for 1 hour. The results shows that the hardness untreated sample of Zr-4 material was 183.8 HV, after the sample nitrocarburized at temperature 700 °C for 1 hour, the hardness decreasing to be 153.1 HV, furthermore depth of carbon and nitrogen atoms that difused in Zr-4 material was 26 micrometer. Microstructure observation shows that the sample after nitrocarburized at temperature 700 °C for 1 hour to be seen very clear that there are layer of N and C atoms in Zr-4 material. The results of chemical composition shows that untreated sample consist of Zr, O, C, and P.

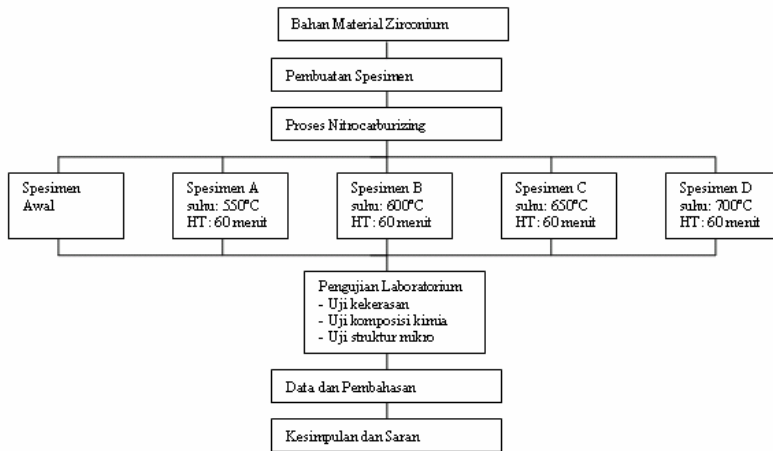
Keywords : *nitrocarburizing*, DC plasma, Zr-4, hardness, microstructure

PENDAHULUAN

Teknologi pengerasan permukaan (*surface hardening*) pada bahan telah dilakukan beberapa peneliti dengan mempergunakan beberapa *technologies*^[1-7]. *Technologies* tersebut melingkupi plasma *nitriding* dan *nitrocarburizing*, plasma *immersion implantation*, *ECR ion nitriding*, *rf plasma nitriding* dan *nitrocarburizing*, *low pressure plasma assisted nitriding* dan *high current density ion beam nitriding*^[8]. Di Indonesia telah dibuat beberapa alat plasma *nitriding* seperti DC plasma *nitriding* di PTAPB-BATAN Yogyakarta dan alat *nitrocarburizing* di Fakultas Teknik metalurgi Universitas Indonesia. RF-plasma *nitriding* di Indonesia belum ada. Saat ini *research group* kami telah mengembangkan *RF-plasma nitriding*. Alatnya telah selesai dibuat dan berfungsi dengan baik, hasil penelitian akan dipublikasikan kemudian^[9].

Zirconium (*zircaloy*) yang paling utama digunakan dalam industri nuklir. Dalam reaktor nuklir, *zircaloy* diperlukan sebagai pelindung bahan bakar dari pendingin, pengungkung hasil fisi, pemindah panas, dan bahan struktur. Dengan demikian maka *zircaloy* harus mempunyai sifat mekanik yang baik, tahan korosi, dan serapan neutron rendah. Sebagai contoh *zircaloy-2* untuk reaktor air didih (BWR) dan *zircaloy-4* digunakan untuk reaktor air bertekanan (PWR) dengan suhu kelongsong 349°C untuk BWR^[10]. Selain itu *zircaloy* dapat digunakan juga pada nozzle rocket karena bahan *zircaloy* tahan panas.

Meskipun bahan bakar nuklir yang memakai bahan Zr-4 sebagai *cladding* tidak banyak mengalami gesekan ataupun *impack* di dalam reaktor, namun tidak ada salahnya jika dipelajari pengaruh kekerasan dan struktur mikro dari proses *nitrocarburizing* pada bahan Zr-4 sebagai *basic research*. Tidak semua bahan jika di *nitrocarburizing* akan bertambah kekerasannya. Dalam studi ini akan di pelajari perubahan kekerasan dan struktur mikro dari proses *nitrocarburizing* pada bahan *zircaloy-4* (Zr-4).



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

Persiapan Sampel Penelitian

Material yang akan di teliti dipotong-potong menjadi 5 buah, penandaan diberikan pada tiap sampel sesuai dengan suhu proses *nitrocarburizing*. Penandaan terdiri dari awal, A, B, C dan D yang menyatakan temperatur proses *nitrocarburizing* pada 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C. Untuk lebih jelasnya perhatikan Tabel 1.

Tabel 1. Sampel yang Digunakan

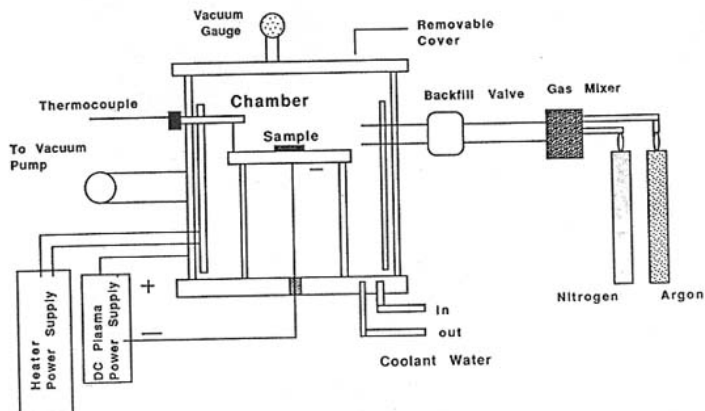
Tanda Sampel	Jumlah Sampel	Suhu Proses <i>Nitrocarburizing</i> (°C)	<i> Holding Time</i> (menit)
Awal	1	-	-
A	1	550	60
B	1	600	60
C	1	650	60
D	1	700	60

Preparasi Permukaan

Dalam melakukan proses *nitrocarburizing* sampel terlebih dahulu dibersihkan dan diratakan seluruh permukaannya agar kotoran-kotoran tidak melekat, terutama dari pelumas-pelumas atau oli, karena apabila sampel tidak bebas dari pelumas- pelumas atau oli akan terjadi letupan atau ledakan pada saat dimasukkan ke dalam dapur *nitrocarburizing*.

Proses *Nitrocarburizing*

Sampel dimasukan ke dalam dapur *fluidized bed* dengan program pada *controllernya* untuk proses *nitrocarburizing* pada suhu 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C dengan lama waktu tahan sampai 60 menit.



Gambar 2. Siklus Proses *Nitrocarburizing*

Setelah dilakukan proses *nitrocarburizing*, maka pada sampel dilakukan pendinginan kembali dengan cara didiamkan dengan suhu ruang (*quenching*). Setelah di *quenching* sampel diuji kekerasan dengan alat O.M.A.G MIKROHARDNESS HV.MHX.10 dengan waktu penjejakan 15 detik, beban penjejakan 300 gram. Kemudian sampel diamati struktur mikro serta ketebalan lapisan atom-atom carbon dan nitrogen yang telah terdifusi ke dalam bahan Zr-4 dengan alat *optical microscope* dengan perbesaran 100 x dan 500x, namun sebelumnya sampel mengalami proses preparasi yaitu *grinding*, *polishing*, *mounting* dan *etching*. Pengujian komposisi kimia menggunakan alat *Spektrometer* merk LEO 420i.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Uji Kekerasan

Di bawah ini merupakan perhitungan dan tabel data hasil dari uji kekerasan, uji kekerasan yang digunakan adalah uji kekerasan *vickers* (HV). Hasil dari uji kekerasan di bawah ini adalah hasil uji dari sampel awal dan sampel-sampel setelah mengalami proses *nitrocarburizing* pada suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C dengan waktu penahanan yang sama yaitu 60 menit, dengan beban penjejakan 300 gram dan waktu penjejakan 15 detik. Perhitungan hasil kekerasan sampel awal.

Tabel 2. Diagonal Penjejakan

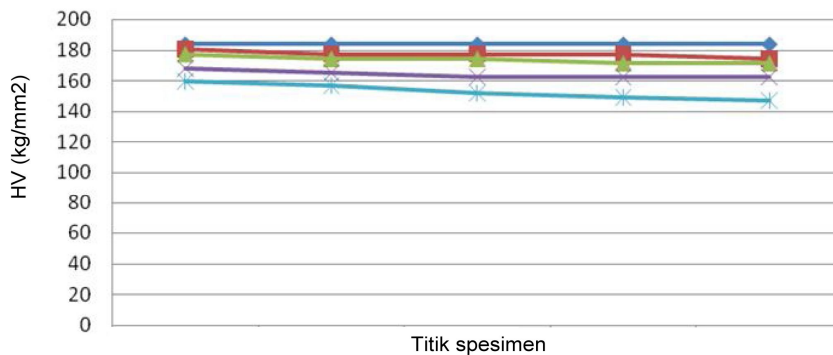
Spesimen	Titik 1 d_1 (mm)	Titik 2 d_2 (mm)	Titik 3 d_3 (mm)	Titik 4 d_4 (mm)	Titik 5 d_5 (mm)
Awal	55	55	55	55	55
550 A	55,5	56	56	56	56,5
600 B	56	56,5	56,5	57	57
650 C	57,5	58	58,5	58,5	68,5
700 D	59	59,5	60,5	61	61,5

Dari data di atas dapat diketahui berapa nilai kekerasan yang ada pada *spesimen*. Dengan contoh perhitungan sebagai berikut : P = 300 gram, j = 100 micron, *spesimen* awal :

$$HV_1 = \frac{1,854 \times P \times 1000}{(d_1)^2} = \frac{1,854 \times 300 \times 1000}{(55)^2} = \frac{556.200}{3.025} = 183,8 \text{ kg/mm}^2$$

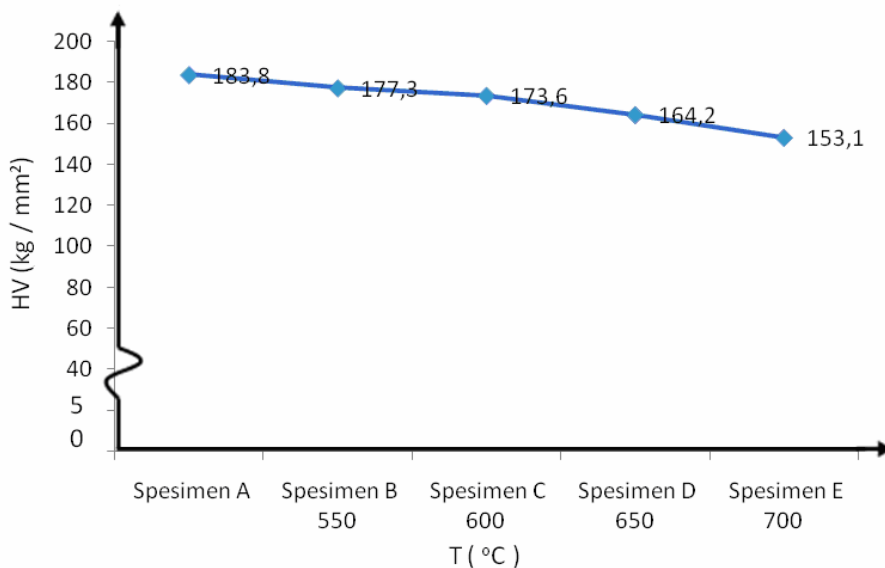
Dari hasil perhitungan diatas dapat diambil nilai rata – rata dari masing – masing *spesimen*. Adapun contoh perhitungan HV rata – rata *spesimen* awal ialah :

$$HV = \frac{HV_1 + HV_2 + HV_3 + HV_4 + HV_5}{5} = \frac{183,8 + 183,8 + 183,8 + 183,8 + 183,8}{5} = 183,8 \text{ kg/mm}^2$$



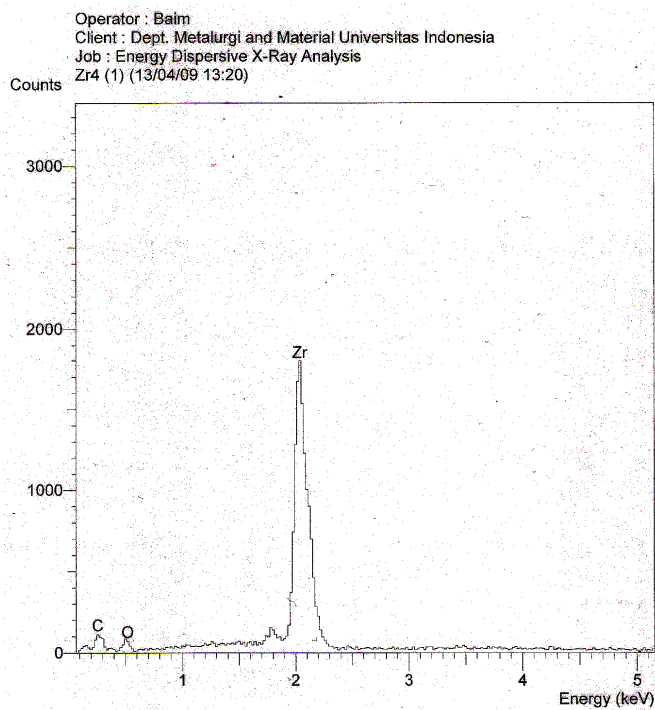
	Titik 1	Titik 2	Titik 3	Titik 4	Titik 5
Spesimen awal	183,8	183,8	183,8	183,8	183,8
Spesimen A	180,5	177,3	177,3	177,3	174,2
Spesimen B	177,3	174,2	174,2	171,2	171,2
Spesimen C	168,2	165,3	162,5	162,5	162,5
Spesimen D	159,7	157,1	152	149,4	147,1

Gambar 3. Grafik Uji Kekerasan



Gambar 4. Grafik Uji Kekerasan Rata-rata

Hasil Uji Komposisi Kimia



Gambar 5. Komposisi Kimia Pengukuran Titik Pertama

```

SEMQuant results. Listed at 13:21:28 on 13/04/09
Operator: Baim
Client: Dept. Metalurgi and Material Universitas Indonesia
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
Spectrum label: Zr4 (1)

System resolution = 61 eV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

1 peak possibly omitted: -0.02 keV

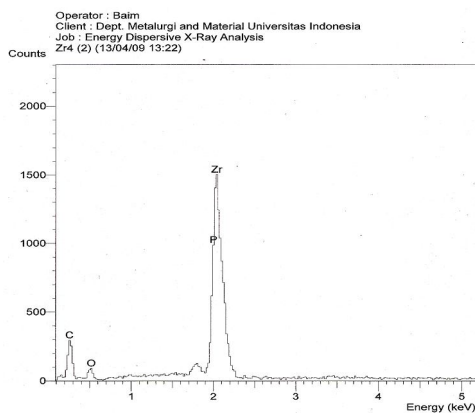
Standards :
C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 22/03/06
Zr L Zirconium 01/04/05

Elmt Spect. Element Atomic
Type % %
C K ED 1.88 10.28
O K ED 5.62 23.08
Zr L ED 92.50 66.63
Total 100.00 100.00

* = <2 Sigma

```

Gambar 6. Hasil Komposisi Kimia Pengukuran Titik Pertama



Gambar 7. Grafik Komposisi Kimia Pengukuran Titik ke Dua

```

SEMQuant results. Listed at 13:30:49 on 13/04/09
Operator: Baim
Client: Dept. Metalurgi and Material Universitas Indonesia
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
Spectrum label: Zr4 (2)

System resolution = 61 eV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: -0.02, 3.46 keV

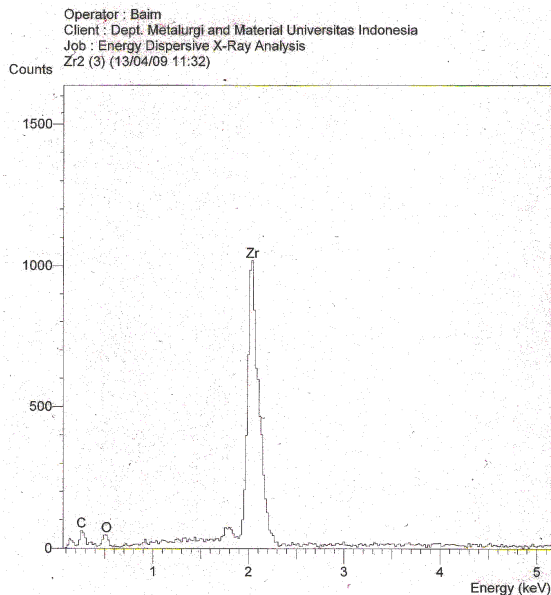
Standards :
C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 22/03/06
P K GaP 22/03/06
Zr L Zirconium 01/04/05

Elmt Spect. Element Atomic
Type % %
C K ED 6.04 24.49
O K ED 8.44 25.68
P K ED 4.01 6.31
Zr L ED 81.51 43.52
Total 100.00 100.00

* = <2 Sigma

```

Gambar 8. Hasil Komposisi Kimia Pengukuran Titik ke 2



Gambar 9. Grafik Komposisi Kimia Pengukuran Titik ke Tiga

SEMQuant results. Listed at 13:34:36 on 13/04/09
 Operator: Baim
 Client: Dept. Metalurgi and Material Universitas Indonesia
 Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
 Spectrum label: Zr4 (3)
 System resolution = 61 eV
 Quantitative method: ZAF (3 iterations).
 Analysed all elements and normalised results.
 2 peaks possibly omitted: -0.02, 3.42 keV

Standards :

C	K	Carbon Low	13/09/06
O	K	AL2O3	22/03/06
P	K	GaP	22/03/06
Zr	L	Zirconium	01/04/05

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K	ED	1.75 8.96
O	K	ED	4.89 18.79
P	K	ED	7.12 14.14
Zr	L	ED	86.24 58.11
Total			100.00 100.00

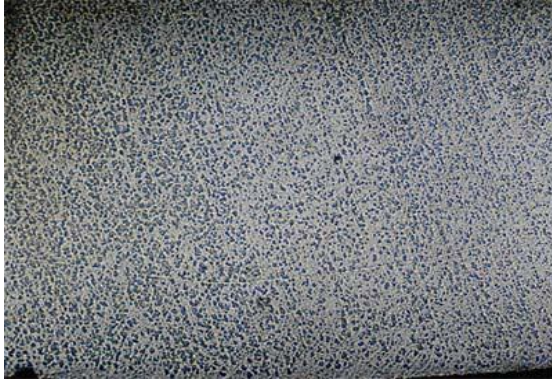
* = <2 Sigma

Gambar 10. Hasil Komposisi Kimia Pengukuran Titik ke Tiga

Hasil Uji Struktur Mikro

Pengamatan struktur mikro dilakukan dengan menggunakan alat mikroskop optik, kemudian hasil struktur mikro di foto dengan perbesaran 100x dan 500x setelah mengalami proses *nitrocarburizing* pada suhu 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C dengan waktu penahanan masing- masing 60 menit. Hasil

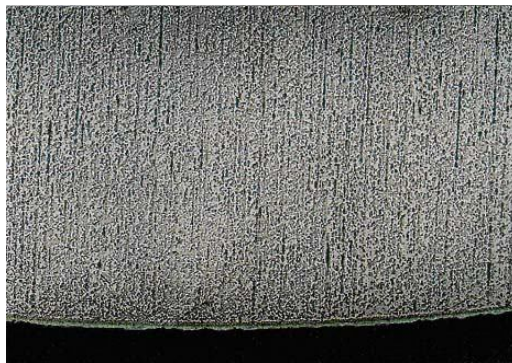
dari pengamatan ini dapat dilihat pada gambar di bawah ini (lihat Gambar 11 sampai 20):



Gambar 11. Zr-4 Awal dengan Pembesaran 100×



Gambar 12. Zr-4 Awal dengan Pembesaran 500×



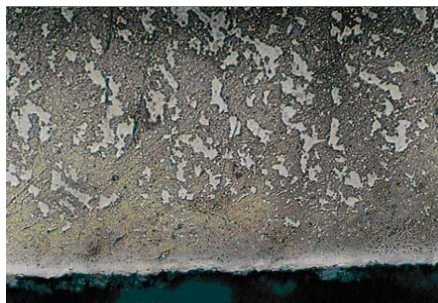
Gambar 13. *Nitrocarburizing* 550°C dengan Pembesaran 100×



Gambar 14. *Nitrocarburizing* 550°C dengan Pembesaran 500×



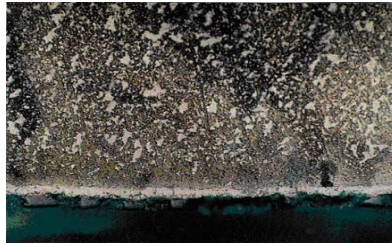
Gambar 15. *Nitrocarburizing* 600°C dengan Pembesaran 100×



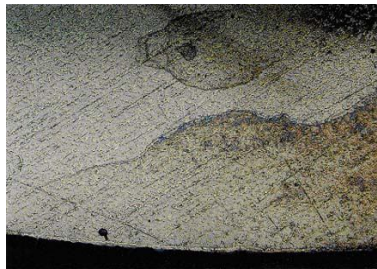
Gambar 16. *Nitrocarburizing* 600°C dengan Pembesaran 500×



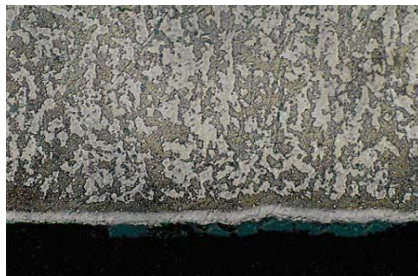
Gambar 17. *Nitrocarburizing* 650°C dengan Pembesaran 100×



Gambar 18. *Nitrocarburizing* 650°C dengan Pembesaran 500×



Gambar 19. *Nitrocarburizing* 700°C dengan Pembesaran 100×



Gambar 20. *Nitrocarburizing* 700°C dengan Pembesaran 500×

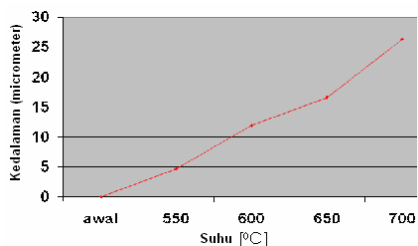
Hasil Kedalaman Nitrogen dan Carbon Dalam Proses *Nitrocarburizing*

Pada penelitian ini hanya di fokuskan pada kedalaman nitrogen dan carbon pada permukaan sampel baja setelah mengalami proses *nitrocarburizing*. Hasil dari kedalaman nitrogen dan carbon pada permukaan sampel baja dapat dilihat pada tabel dan gambar di bawah ini.

Tabel 3. Data Hasil Kedalaman Nitrogen dan Carbon
Pada Suhu 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C

Kode Sampel	No Penelitian	Kedalaman Nitrocarburizing (μm)	Rata-rata Kedalaman (μm)	Waktu Tahan (menit)
Awal	1	0	0	60
	2	0		
	3	0		
	4	0		
	5	0		
	6	0		
550°C	1	4,2	4,7	60
	2	4,8		
	3	4,3		
	4	5,4		
	5	4,6		
	6	5,0		
600°C	1	11,4	11,9	60
	2	12,5		
	3	12,1		
	4	11,9		
	5	12,0		
	6	11,8		
650°C	1	15,7	16,6	60
	2	16,4		
	3	16,8		
	4	18,1		
	5	15,3		
	6	17,4		
700°C	1	25,6	26,3	60
	2	24,8		
	3	27,2		
	4	26,0		
	5	27,8		
	6	26,5		

Gambar 21 adalah grafik dari kedalaman nitrogen dan carbon sampel awal, 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C terhadap suhu proses *nitrocarburizing*.



Gambar 21. Grafik Kedalam Nitrogen dan Carbon

PEMBAHASAN HASIL PENGUJIAN

Dari hasil pengamatan dan perhitungan uji kekerasan pada Gambar 3 dan 4 dapat dilihat bahwa hasil kekerasan sampel awal adalah sebesar 177,3 kg/mm², kekerasan sampel pada suhu 550°C adalah sebesar 171,7 kg/mm², kekerasan sampel pada suhu 600°C adalah sebesar 162,52 kg/mm², kekerasan sampel pada suhu 650°C adalah sebesar 159,82 kg/mm², dan kekerasan sampel pada suhu 700°C adalah sebesar 151,52 kg/mm². Dari penjelasan di atas dapat diketahui bahwa kekerasan terendah terdapat pada sampel dengan suhu 700°C yang telah mengalami proses *nitrocarburizing*, sedangkan kekerasan tertinggi terdapat pada sampel awal yang belum mengalami proses *nitrocarburizing*.

Dari hasil pengamatan dan pengujian uji komposisi kimia pada sampel awal yang dilakukan pada tiga titik sembarang, kandungan komposisi kimia yang terdapat pada sampel awal terdiri dari :1).Titik pertama: carbon sebesar 31,21 %, oksigen sebesar 33,42 %, zirconium sebesar 35,37 %. 2). Titik kedua, carbon sebesar 18,40 %, oksigen sebesar 36,04 %, zirconium sebesar 45,57 %. 3). Titik ketiga: carbon sebesar 7,94 %, oksigen sebesar 26,95 %, zirconium sebesar 65,10%

Dari hasil pengujian dan pengamatan struktur mikro pada tabel 3 dan gambar 11 sampai 20 dapat diketahui kedalaman *nitrocarburizing* pada sampel awal, 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C dengan waktu tahan 60 menit adalah sebagai berikut : Sampel awal tidak mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* sebab belum mengalami proses *nitrocarburizing*. Pada sampel suhu 550°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 15,0 µm atau 0,015 mm. Pada sampel suhu 600°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 30,4 µm atau 0,0304 mm. Pada sampel suhu 650°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 36,6 µm atau 0,0366 mm. Pada sampel suhu 700°C waktu tahan 60 menit mempunyai kedalaman *nitrocarburizing* 42,1 µm atau 0,0421 mm. Jadi semakin tinggi temperatur *nitrocarburizing* maka semakin dalam nitrogen dan carbon yang terdifusi.

KESIMPULAN

1. Hasil pengujian yang digunakan dalam penelitian ini adalah material kelongsong nuklir pada Pembangkit Listrik Tenaga Nuklir (PLTN), dari uji komposisi kimia ternyata material tersebut mempunyai kadar unsur carbon 3,2 %, oksigen 6,3 %, phosphor 5,5% dan zirconium 85 %

2. Dari hasil uji kekerasan dapat diketahui bahwa semakin tinggi suhu pemanasan *nitrocarburizing* maka nilai kekerasannya (HV) semakin kecil/ semakin rendah
3. Hasil pengukuran dan pengamatan struktur mikro dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu pemanasan *nitrocarburizing* maka semakin dalam nitrogen dan carbon yang terdifusi pada zirconium, begitu juga sebaliknya
4. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan di laboratorium, ternyata proses *nitrocarburizing* tidak dapat meningkatkan daya tahan pada material zirconium.

DAFTAR PUSTAKA

1. A. RAMCHANDANI, JK. DENNIS, 1988, "Heat Treat". Met.2,34,.
2. A.M. KLIAUGE, M.POHL, 1998, "Coat Technol", 98, 1205.
3. G.A. COLLINS, R. HUTCHINGA, 1995, "Surf Coat Technol", 74-75, 417,
4. W. ENSINGER, 1998, "Surf Coat Technol", 100-101, 341.
5. SPALVINS, T AND KOVACS, W, 1990, *Ion Nitriding Aand Ion Carburizing*, ASM International, Oihio.
6. ANONIM, 1991, "The Metallographic Laboratory Its Purpose, Fungsi And Design Buehler, AB Apparatus For Microstructural Analysis Waukegan Road – Lake Bluff", Illindis USA 60044.
7. I. KAMENICHNY, 1990, "Heat Treatment", Moscow.
8. WANG LIANG, 2003, "Applied Surface Science", 211, 308-314.
9. U. SUDJADI ET AL., 2009, "Pengerasan Permukaan (surface Hardening) Material Dengan Teknologi Plasma Diskrit Aplikasi Pada Komponen Fasilitas Nuklir Dan PLTN", research report I, Program Block Grant Bidang Iptek Nuklir, DIKTI-BATAN, No; 06545/KS 00 01.
10. LAMBERT J, ET AL. Oxide Fuels, Vol. 10 A1994, "in Mat. Science and Tech". p.121.