

ANALISIS TEGANGAN SISA PADUAN Z_RN_BMOGE MENGUNAKAN TEKNIK DIFRAKSI NEUTRON

ANALYSIS OF Z_RN_B MOGE BLENDED RESIDUAL STRESS USING NEUTRON DIFFRACTION TECHNIQUES

Parikin, A.H. Ismoyo dan B. Bandriyana
Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir BATAN
Kawasan Puspiptek-Serpong Tangerang
E-mail: farihin@batan.go.id
agus_hismoyo@batan.go.id
bandriyana2005@yahoo.com

Abstrak

Pengukuran tegangan sisa paduan ZrNbMoGe dengan variasi komposisi unsur Ge telah dilakukan di PTBIN-BATAN. Bahan paduan disintesa via proses peleburan dalam tungku arc-melting yang di flaping hingga 4 kali. Bahan baku yang berupa Zr sponge, serpihan Mo, kawat Nb dan cuplikan Ge dilelehkan pada temperatur lebih dari 1850°C dengan atmosfer gas argon. Tiga buah spesimen berhasil dibuat; satu buah ingot zirkonium murni (ZG0) dan dua buah ingot paduan ZrNbMoGe dengan kandungan unsur Ge 1%wt (ZG1) dan 3%wt (ZG2). Spesimen ini kemudian diambil (running) pola difraksinya dengan instrumen difraktometer serbuk resolusi tinggi (HRPD) yang memiliki panjang gelombang 1,8195Å di Balai Spektrometri Neutron. Berdasarkan masukan parameter awal tertentu, difraktogram kemudian diolah dengan perangkat lunak Rietveld untuk mendapatkan parameter kisi dan parameter profil spesimen uji. Hasil analisis memperlihatkan bahwa paduan ZrNbMoGe memiliki empat buah fasa yakni: Zr berstruktur heksagonal (hcp), Zr₃Ge berstruktur tetragonal (bct), ZrMo₂ berstruktur kubik (bcc) dan ZrGe berstruktur ortorombik. Setiap fasa memperlihatkan pola regangan berbeda, tetapi kelakuan tegangan sisa pada setiap fasa berkecenderungan ke arah positif (Zr dan ZrGe) dan arah negatif (Zr₃Ge dan ZrMo₂). Tegangan sisa (†) hidrostatik dalam bahan paduan ZrNbMoGe dengan komposisi 1%wt. Ge dan 3%wt. Ge berturut-turut adalah 1401,14 GPa dan -771,77 GPa.

Kata Kunci : Paduan ZrNbMoGe, Tegangan sisa, Difraksi neutron.

Abstract

The residual stress measurements in ZrNbMoGe alloys with varied composition of Ge has been carried out in PTBIN-BATAN. The raw materials were melted at higher than 1850°C in arc-furnace by 4 times flapping and argonised to have ingots free of oxidation. Three specimens were made; pure zirconium ingot (ZG0) and ZrNbMoGe ingots with composition of Ge 1%wt (ZG1) and 3%wt (ZG2). To obtain diffraction profiles, the specimens were measured by using high resolution powder diffractometer (HRPD) with 1,8195Å wavelength in the Neutron Spectrometry Laboratory. The data parameters were calculated by Rietveld refinements methode and analyzed. The results show that ZrNbMoGe alloys comprise of hexagonal (Zr), tetragonal (Zr₃Ge), cubic (ZrMo₂) and ortorombic (ZrGe) structures. Each phase tends to have different lattice strains, but the residuals tend to positive (Zr and ZrGe) or negative (Zr₃Ge and ZrMo₂) stresses. The hydrostatic stresses in ZrNbMoGe with 1%wt and 3%wt Ge are 1401.14 GPa and -771.77 GPa respectively.

Keywords: ZrNbMoGe alloy, Residual stresses, Neutron diffraction.

Diterima (received) : 8 Januari 2013, Direvisi (reviewed) : 10 Januari 2013,
Disetujui (accepted) : 25 Januari 2013

PENDAHULUAN

Desain komponen untuk maksud khusus, seperti kelongsong bahan bakar, pipa pendingin dalam struktur reaktor, *heat exchanger* dan *boiler*, tidak lepas dari rangkaian proses manufaktur dan melibatkan pemberian temperatur yang cukup tinggi. Setelah melalui proses ini, tentunya bahan tidak berada dalam keadaan segar (*virgin*) dan memerlukan proses lanjutan agar tidak terjadi kegagalan dalam penggunaannya. Kegagalan terbesar komponen konstruksi terjadi pada tempat-tempat yang berkonsentrasi tegangan sisa sangat besar misalnya sambungan (*intercept*, batas butir) dan cacat (*defects*) bahan; ada pengotor (*impurities*) yang memicu terjadinya inisiasi retakan (*crack initiations*). Secara makro kegagalan biasanya bermula dari sambungan antar komponen. Selama fabrikasi boleh jadi distribusi tegangan sisa dalam bahan dapat berubah, khususnya dekat daerah permukaan. Tegangan internal ini disebut tegangan sisa, yang didefinisikan sebagai tegangan elastis yang bisa muncul dalam benda padat saat semua beban eksternal dihilangkan¹⁾. Tegangan sisa merupakan gaya elastis yang merubah jarak interplanar bidang kristal tanpa adanya beban luar. Perubahan kecil hanya dapat diamati dengan teknik difraksi. Hamburan sinar-X atau neutron, dengan panjang gelombang seorde dengan jarak antar bidang kristal mampu mengukur perubahan tersebut. Selain itu, sinar-X dan neutron tidak bermuatan, sehingga mampu menembus kedalam bahan pada jarak tertentu.

Dengan menyediakan difraktometer dan analisa Rietveld, pengamatan fasa-fasa untuk pengukuran tegangan sisa bahan dapat dilakukan dengan seksama. Metode Rietveld melakukan penghalusan kuadrat terkecil hingga *fitting* terbaik dicapai antara seluruh pola difraksi yang teramati dan seluruh pola intensitas penghitungan, yang didasarkan pada model penghalusan simultan, efek difraksi optik, faktor instrumen dan karakteristik lain seperti parameter kisi, sesuai keinginan dan pemodelan. Kunci penyelesaiannya adalah *feedback* selama penghalusan, antara kemampuan pengetahuan struktur dan alokasi pengamatan intensitas terhadap refleksi Bragg individu yang saling tumpang tindih sebagian. Metode ini merupakan teknik yang sangat dipercaya yang dapat diterapkan untuk menentukan tegangan sisa di dalam bahan. Ini dapat memberikan solusi dalam proses *quality control*, pemeriksaan bahan pasca produksi.

Beberapa studi tegangan sisa yang pernah dilakukan, seperti; Sugondho dkk.¹⁴⁾ melaporkan bahwa pemanasan paduan Zr-1%Sn-1%Nb-1%Fe mampu menghasilkan tegangan tarik pada arah radial dan tegangan kompresi pada arah aksial. Suhu pemanasan paduan zirkonium pada 700°C menghasilkan regangan dan tegangan sisa maksimum. Sedang ketepatan temperatur pemanasan paduan zirkonium ditunjukkan oleh harga regangan dan tegangan sisa yang minimum. Sedang Parikin dkk.¹¹⁾ melaporkan bahwa tegangan sisa dalam bahan baja (tipe SS-304) rol dingin terjadi akibat *mismatch* ekspansi termal antara fasa martensit dan austenit, yang masing-masing mengalami tegangan kompresi dan tegangan tarik. Penambahan reduksi pengerolan mampu meningkatkan fraksi fasa martensit dan tegangan sisa tekan.

Pada makalah ini studi dibatasi pada pengaruh penambahan unsur Ge (%wt.) terhadap tegangan sisa bahan paduan ZrNbMoGe yang dibandingkan dengan paduan zirkonium murni sebagai acuan (*virgin material*). Studi dirunut dari identifikasi pembentukan fasa kristal, kuantitas fasa-fasa yang terbentuk dan penghitungan peregang kisi kristal dalam bahan paduan *via* penghalusan Rietveld (*Rietveld refinements*).

BAHAN DAN METODE

Metode difraksi mengukur komponen regangan langsung dari perubahan jarak kisi kristal. Tegangan sisa kemudian dihitung dari regangan ini. Sinar-X merupakan teknik non-destruktif yang cocok untuk memprediksi tegangan sisa dalam kristal bahan⁴⁾. Bila sebuah bahan diberi medan regangan homogen, posisi angular puncak akan bergeser ke harga 2θ lebih rendah atau lebih tinggi, bergantung pada apakah regangan itu tensil atau kompresi. Jika bahan diberi medan regangan inhomogen, selain posisi puncak difraksi akan bergeser, profile puncak difraksi juga akan melebar. Maka ketika pergeseran posisi sebuah puncak yang menyatakan regangan kisi rata-rata sepanjang arah kristal, pelebaran sebuah puncak merupakan informasi penting tentang fluktuasi distribusi medan regangan inhomogeneous. Dari pengukuran regangan secara eksperimental, tegangan sisa dapat dideduksi menggunakan model yang memadai.

Kapasitas penembusan sinar-X menjadi penting dalam studi tegangan sisa daerah dekat permukaan. Dengan menerapkan analisis Rietveld. Ketepatan pengukuran regangan dapat ditingkatkan lebih lanjut. Dalam analisis Rietveld seluruh pola difraksi yang teramati di *fitting* dengan suatu pola yang dihitung dari model struktur yang diasumsikan. Sejumlah besar puncak difraksi di fitting secara simultan, kesalahan statistik disetiap fitting individu puncak direduksi. Disamping itu dengan fitting pada seluruh pola, efek orientasi, pelebaran dan sistem aberasi lain yang ada akan diminimalkan⁶⁾.

Regangan kisi rata-rata sepanjang arah kristal [hkl], diberikan dengan:

$$V_{hkl} = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (1)$$

dimana d dan d_0 adalah berturut-turut jarak kisi bertegangan dan tak bertegangan, sepanjang [hkl] sesuai dengan simetri kristal, seperti yang diharapkan regangan muncul akibat *mismatch* orientasi grain secara random dalam spesimen. Pada umumnya sebuah tensor regangan memiliki enam komponen bebas, tetapi ketika tensor regangan di sesuaikan pada simetri kristal jumlah komponen bebas akan berkurang. Untuk struktur kristal *uniaxial*, seperti dalam kasus austenit dan martensit, hanya dua komponen bebas dibutuhkan untuk menyatakan sifat-sifat tensor regangan secara lengkap⁶⁾. Regangan sepanjang suatu arah yang lain dapat dihitung menggunakan aljabar tensor. Penentuan komponen regangan sepanjang arah prinsipil, sumbu- a dan c dalam struktur konvensional dipilih untuk austenit dan martensit.

Regangan yang didiskusikan diatas merupakan harga rata-rata untuk seluruh volume yang diiradiasi. Tetapi tegangan sisa dalam multi agregate padat tidak selamanya homogen. Seperti telah disebutkan diatas, keberadaan medan regangan tak-homogen menyebabkan pelebaran profil difraksi. Umumnya pelebaran puncak dapat menggambarkan suatu ukuran partikel terkecil atau medan regangan tak-homogen atau kedua-duanya. Pelebaran akibat kecilnya ukuran partikel nampak dalam bentuk Lorentzian, sementara akibat medan regangan tak-homogen digambarkan dengan fungsi Gaussian.

Pelebaran puncak difraksi akibat keberadaan medan regangan tak homogen diberikan dengan⁸⁾:

$$B^2 = B_0^2 + 32 \ln 2 e_{hkl}^2 \tan^2 \theta \\ = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (2)$$

dimana B adalah FWHM dari pelebaran puncak dan B_0 adalah resolusi alat yang bervariasi terhadap θ sesuai persamaan Caglioti³⁾,

$$B_0^2 = U_0 \tan^2 \theta + V_0 \tan \theta + W_0 \quad (3)$$

Faktor reduksi R yang diperoleh dalam penghalusan, tidak praktis untuk memodelkan medan regangan tak-homogen anisotropis dengan data eksperimental. Disini, sebuah pendekatan sederhana diambil untuk mendapatkan estimasi e , harga rata-rata regangan *rms* anisotropis dalam spesimen. Dengan mensubstitusi persamaan (3) ke persamaan (2) dapat diperoleh :

$$U = U_0 + 32 \ln 2 e_{hkl}^2 \quad (4)$$

Persamaan (4) mengindikasikan bahwa e dapat diestimasi dari penghalusan parameter bentuk puncak U . Dalam perhitungan parameter U_0 diambil dari penghalusan spesimen standar yang tidak diriol.

Regangan kisi yang telah dikarakterisasi dapat dideduksikan untuk menentukan tegangan sisa dalam fasa. Oleh karena tidak ada tekanan yang dipakai selama eksperimen, tegangan sisa dalam setiap fasa diharapkan hidrostatis. Selain itu regangan kisi rata-rata yang didiskusikan diatas, yang diperoleh dari sebuah pola difraksi untuk daerah angular yang luas, yang mewakili beberapa regangan rata-rata banyak arah dalam bidang difraksi, merupakan pengukuran tegangan hidrostatis yang lebih baik daripada tegangan sepanjang arah orientasi tertentu. Tegangan hidrostatis σ , dikaitkan dengan regangan hidrostatis ϵ , dalam persamaan⁹⁾;

$$\sigma = \frac{E}{1 - 2\nu} \epsilon \quad (5)$$

dimana E adalah modulus Young dan ν adalah ratio Poisson spesifik bahan yang diukur. Parameter terregresi untuk bahan paduan zirkonium berurut-turut adalah 99,3 GPa dan 0,37²⁾. Pada keadaan tegangan hidrostatis ϵ , sepanjang arah dengan acuan pada arah spesimen, dapat dihitung dengan:

$\varepsilon = (1/4\pi) \int_{\Omega} \varepsilon_{hkl} \partial \Omega$ dimana ε_{hkl} adalah regangan dalam butiran yang arah $[hkl]$ -nya terletak dalam arah yang diamati dan integrasi dilakukan untuk seluruh arah butiran secara random. Dapat ditunjukkan untuk fasa ZrGe (*orthorombik*) dimana kisi $a\bar{0}b\bar{0}c$ maka formulasi:

$$\bar{V} = \frac{1}{3} [V_a + V_b + V_c] \quad (6)$$

sedang fasa zirkonium (*hcp*) dan Zr_3Ge (*bct*) yang memiliki dua arah bebas kristalografi ($a=b, c$), persamaan tersebut menjadi:

$$\bar{V} = \frac{1}{3} [2V_a + V_c] \quad (7)$$

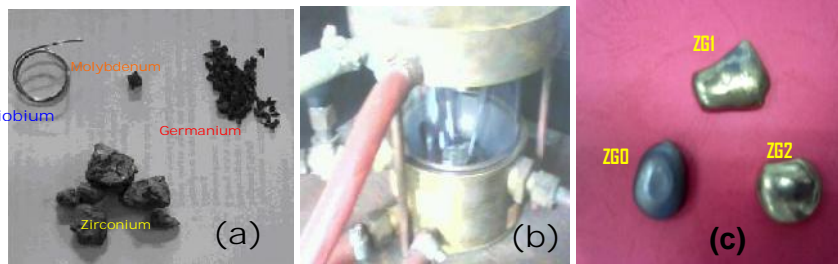
Tetapi perhitungan regangan pada fasa $ZrMo_2$ (*bcc*) yang memiliki satu arah bebas kristalografi ($a=b=c$) maka suku kedua (ε_c) pada persamaan (7) menjadi ε_a dan harga rata-ratanya menjadi sama dengan regangan kisi itu sendiri. Tegangan sisa dalam fasa zirkonium, Zr_3Ge , $ZrMo_2$ dan ZrGe tidak saling bebas melainkan dibangun dalam persamaan kesetimbangan⁹⁾;

$$f_{Zr} \uparrow_{Zr} + f_{Zr_3Ge} \uparrow_{Zr_3Ge} + f_{ZrMo_2} \uparrow_{ZrMo_2} + f_{ZrGe} \uparrow_{ZrGe} = 0 \quad (8)$$

dimana f_{Zr} , f_{Zr_3Ge} , f_{ZrMo_2} dan f_{ZrGe} berturut-turut merupakan fraksi volume dari fasa zirkonium, Zr_3Ge , $ZrMo_2$ dan ZrGe. Persamaan (8) dapat digunakan untuk mengoreksi apakah asumsi hidrostatik tersebut valid.

Bahan Dan Tata Kerja

Bahan baku yang digunakan diperoleh dari pasaran seperti ditunjukkan pada Gambar 1a. Ingot paduan ZrNbMoGe dibuat dengan teknik peleburan menggunakan tungku busur listrik (*arc melting furnace*) di PTBIN-BATAN Serpong. Adapun urutan kerja yang dilakukan adalah sebagai berikut: penimbangan Zr, Mo, Nb dan Ge menggunakan neraca mikro sesuai Tabel 1, yang disajikan dalam % berat. Peleburan unsur-unsur tersebut menggunakan tungku busur listrik (*arc-melting furnace*) (Gambar 1b) dengan temperatur lebih dari 1850 °C, hingga menjadi bentuk ingot. Peleburan ulang (*remelting*) ingot hasil langkah pertama, sebanyak 4 kali hingga diperoleh ingot logam paduan ZrNbMoGe yang homogen.



Gambar 1.

(a) Bahan Baku Paduan, (b) Tungku Busur Listrik Dan (c) Ingot: Zirkonium Murni (ZG0), Paduan ZrNbMoGe Komposisi 1,00% Ge (ZG1) Dan Paduan ZrNbMoGe Komposisi 3,00% Ge (ZG2).

Ingot paduan ZrNbMoGe diletakkan di atas meja cuplikan HRPD yang telah diatur dan diperkirakan seluruh permukaan cuplikan terkungkung dalam berkas, untuk dilakukan pengujian difraksi menggunakan berkas neutron di PTBIN-BATAN.

Tabel 1.
Komposisi Kimia Cuplikan Uji.

Spesimen	Komposisi Bahan (%wt)			
	Zr	Nb	Mo	Ge
ZG0	100	-	-	-
ZG1	97,5	1,0	0,5	1,0
ZG2	95,5	1,0	0,5	3,0

Analisis struktur kristal dilakukan dengan sistem analisa struktur umum, sebuah program penghalusan struktur Rietveld (RIETAN) yang dikembangkan oleh Izumi⁷⁾, yang mampu menangani data difraksi serbuk yang diperoleh dari hamburan sinar-X dan neutron. Pengambilan pola difraksi zirkonium murni (ZG0) dan paduan ZrNbMoGe (ZG1,ZG2) dengan parameter pengukuran sebagai berikut: panjang gelombang berkas neutron 1,8195 Å, jangkauan pengukuran dari $2\theta=2,5^\circ$ hingga $2\theta=162,5^\circ$, langkah pencacahan $\Delta 2\theta=0,05^\circ$ dan *mode step counting*, agar dapat dilakukan pengolahan dengan *software Rietveld*. Analisis data

difraksi dengan metode Rietveld harus pada cuplikan berupa serbuk (hamburan *isotropic*) agar hasilnya optimum, dalam penelitian ini digunakan cuplikan *bulk*, oleh karena itu untuk menanggulangi efek *preferred orientation* (hamburan *anisotropic*) digunakan alat pemutar (*rotator*) cuplikan yang dipasang pada meja cuplikan dengan kecepatan putar 200-300 rpm. Cuplikan ingot paduan ZrNbMoGe dan cuplikan Zirkonium murni diperlihatkan pada Gambar 1c. Dalam eksperimen, diambil pola difraksi cuplikan

ZG1 dengan komposisi seperti tertera pada Tabel 1, untuk mengidentifikasi struktur kristal paduan ZrNbMoGe yang disintesis. Proses karakterisasi ingot logam paduan hasil peleburan tersebut adalah dengan cara membandingkan data difraksi yang diperoleh dengan data difraksi dari Zirkonium murni. Kemudian analisis struktur kristal paduan ZrNbMoGe dilakukan menggunakan program RIETAN dengan parameter awal seperti pada Tabel 2.

Tabel 2.
Parameter Awal Penghalusan Struktur.

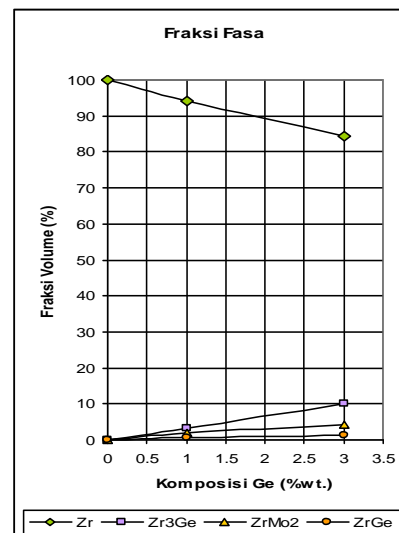
Crystallographic Data	Major phase		Minor Phases	
Formula	Zr	ZrMo ₂	Zr ₃ Ge	ZrGe
Space Group	P6 ₃ /mmc (I-194)	Im3m (I-229)	P4 ₂ /n(I-86)	Pnma(I-62)
LatticeParameter: a(Å)	3.232	7.514	11.299	8.227
b(Å)	3.232	7.514	11.299	4.189
c(Å)	5.147	7.514	5.293	5.366
γ,δ,ε (deg.)	90,90,120	90,90,90	90,90,90	90,90,90
Cell Vol. (Å ³)	46.690	424.344	675.797	184.928
Atomic Number in Unit Cell, Z	2	2	2	2
Atomic Position x, y, z	Zr 0 0 0	Zr 0 0 0 Mo 0 0 0	Zr 0 0.106 0.250 Ge 0 0.445 0.250	Zr 0 0.10 0.25 Ge 0 0.75 0.25

HASIL DAN PEMBAHASAN

Fraksi Fasa

Hasil penelitian terdahulu yang dilaporkan Parikin dkk¹²⁾ menunjukkan bahwa paduan ZrNbMoGe teridentifikasi ada beberapa fasa, yaitu: Zr, ZrGe, Zr₃Ge dan ZrMo₂, dengan struktur kristal berturut-turut adalah heksagonal (*hcp*), ortorombik, tetragonal (*bct*) dan kubik (*bcc*). Fasa-fasa ini sangat menentukan kelakuan tegangan sisa dalam bahan paduan zirkonium yang disintesis, terutama di batas butir tempat terjadinya cacat kristal. Gambar 2 mengilustrasikan pertumbuhan fasa minor, yang dihitung dengan analisis penghalusan Rietveld. Fraksi volume fasa minor dihitung dari faktor skala setiap fasa dengan menggunakan hubungan¹³⁾, $Wp = S_p (Z_p M_p V_p) / \sum_i S_i (Z_i M_i V_i)$, dimana S, Z, dan V berturut-turut adalah faktor skala, nomor rumus sel satuan, dan volume sel satuan, dan subskrip p dan i, mengindikasikan fasa-p dan sejumlah fasa-i yang terdapat dalam paduan (yakni: Zr, ZrGe, Zr₃Ge dan ZrMo₂).

Dalam eksperimen ini, *fitting* terhadap data difraksi cukup baik (*wRp*= 12-16%), diperoleh untuk setiap spesimen paduan zirkonium. Hasil ini mengimplikasikan bahwa data eksperimen cukup presisi.



Gambar 2.
Fraksi Fasa Dalam Paduan ZrNbMoGe.

Tabel 3.
Fraksi Fasa Dalam Paduan ZrNbMoGe

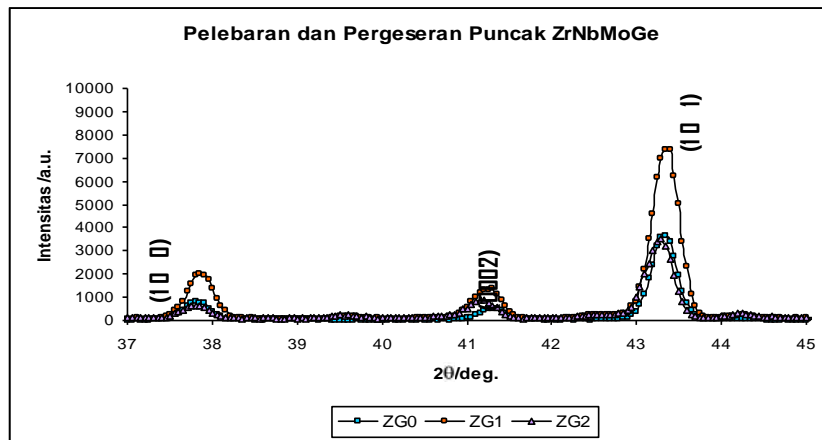
ZG0			ZG1			ZG2		
Bidang	Cacahan (a.u.)	Fraksi (%wt)	Bidang	Cacahan (a.u.)	Fraksi (%wt)	Bidang	Cacahan (a.u.)	Fraksi (%wt)
Zr (10 0)	23041		Zr (10 0)	25346		Zr (10 0)	16661	
Zr (10 1)	100000	100	Zr (10 1)	100000	94.1942	Zr (10 1)	100000	84.4472
			ZrMo ₂ (220)	828		ZrMo ₂ (220)	1637	
			ZrMo ₂ (311)	2667	2.0548	ZrMo ₂ (311)	5343	4.1656
			ZrGe (002)	1293		ZrGe (002)	2553	
			ZrGe (211)	11	0.5997	ZrGe (211)	17	1.2026
			Zr ₃ Ge (401)	1202		Zr ₃ Ge (401)	4235	
			Zr ₃ Ge (202)	1036	3.1513	Zr ₃ Ge (202)	3613	10.1846

Analisis Rietveld telah menghitung kuantitas fasa dalam paduan ZrNbMoGe seperti tersusun pada Tabel 3. Fraksi fasa kristalin dalam paduan yang mengandung unsur 1%wt Ge adalah: 94,19%wt fasa Zr, 2,05%wt fasa ZrMo₂, 3,15%wt fasa Zr₃Ge dan 0,59%wt fasa ZrGe. Sedang pada paduan yang mengandung unsur 3%wt Ge adalah: 84,45%wt fasa Zr, 4,17%wt fasa ZrMo₂, 10,18%wt fasa Zr₃Ge dan 1,20%wt fasa ZrGe. Fakta memperlihatkan bahwa fraksi fasa minor meningkat berbanding lurus dengan kenaikan komposisi unsur Ge.

Medan Regangan

Identifikasi awal kehadiran tegangan sisa dalam bahan dapat dilihat pada pelebaran dan pergeseran puncak bidang kristal

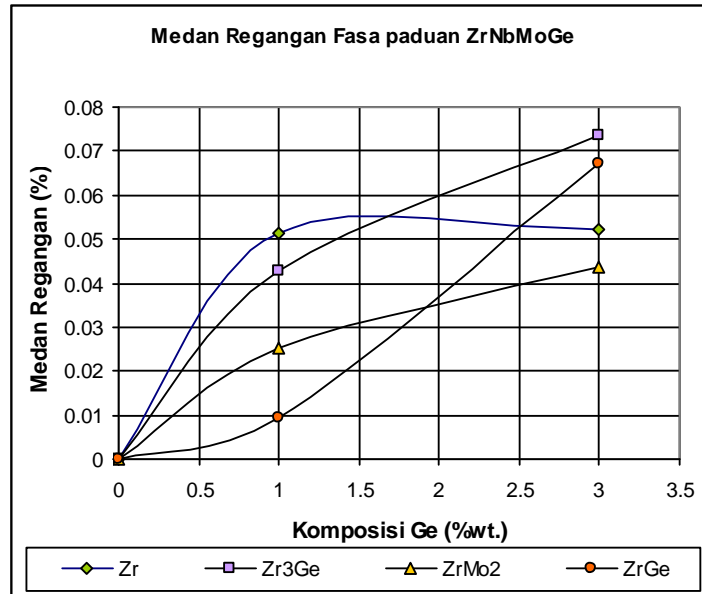
zirkonium dalam pola difraksi. Pada Gambar 3 ditunjukkan pola pelebaran (*broadening*) dan pergeseran (*shifting*) puncak difraksi untuk tiga bidang kristal zirkonium yakni: (10 0), (0002) dan (10 1) pada spesimen ZG0, ZG1 dan ZG2. Peregangan kisi kristal dapat diamati dari terjadinya pergeseran puncak bidang pada pola difraksi. Sedang kekuatan peregangan bidang kristal atau medan regangan dapat ditunjukkan dari pelebaran puncak difraksi yang terjadi. Besar angka pelebaran dan pergeseran puncak ini disusun pada Tabel 4. Puncak bidang zirkonium mengalami pergeseran dari -0,107 hingga 0.001 derajat, dan mengalami pelebaran dari -0,0971 hingga -0,0403 derajat.



Gambar 3.
Pelebaran Dan Pergeseran Puncak Dalam Paduan ZrNbMoGe.

Tabel 4.
Angka Pergeseran Dan Pelebaran Puncak Bidang Zirkonium.

Spesimen	Pergeseran Puncak, 2θ (deg.)			Pelebaran Puncak, FWHM (deg.)		
	(10 0)	(0002)	(10 1)	(10 0)	(0002)	(10 1)
ZG0	37,925	41,411	43,422	0,3306	0,3267	0,3248
ZG1	37,926	41,304	43,397	0,2851	0,2862	0,2845
ZG2	37,905	41,281	43,373	0,2335	0,2388	0,2415



Gambar 4.
Medan Regangan Fasa Dalam Paduan ZrNbMoGe.

Tegangan sisa pada kebanyakan *agregate* padat, sangat jauh dari kehomogenan. Oleh karena itu, keberadaan medan regangan *inhomogen* menghasilkan suatu pelebaran pada profil difraksi. Semua spesimen paduan zirkonium yang diamati pada eksperimen ini memperlihatkan beberapa derajat pelebaran puncak. Diindikasikan dalam Gambar 3 dimana titik-titik dalam penghalusan dihitung berdasarkan persamaan (4) dengan sebuah model Gaussian. Medan regangan bervariasi terhadap persentase komposisi Ge dalam spesimen. Harga aktual medan regangan tidak negatif karena dalam persamaan kuadrat. Dalam regresi, garis medan regangan seluruhnya berada di atas sumbu aksis. Fasa minor terlihat mengalami peregangan semakin tajam, sedang fasa zirkonium terlihat mengalami pelemahan peregangan dengan garis yang semakin landai dari 1%wt hingga 3%wt Ge. Fenomena ini memberi hipotesa bahwa fasa minor semakin tumbuh, dimana atom-atom dopan mampu mengikat dan menggeser

atom matrik (zirkonium). Sementara, disekitar komposisi Ge 1,5%wt hingga 2,7%wt, garis medan regangan untuk keempat fasa saling berpotongan satu sama lain, yang mengindikasikan pada titik potong tersebut regangan spesimen dapat diasumsikan berkondisi homogen (isotropis). Fasa zirkonium meregang isotropis dengan fasa Zr₃Ge pada komposisi Ge sekitar 1,7%wt. Fasa zirkonium meregang isotropis dengan fasa ZrGe pada komposisi Ge sekitar 2,6%wt. Fasa ZrMo₂ meregang isotropis dengan fasa ZrGe pada komposisi Ge sekitar 1,9%wt.

Pelebaran puncak dapat dianggap berasal dari ukuran partikel kecil atau medan regangan inhomogen atau kedua-duanya. Pelebaran akibat ukuran partikel kecil muncul dalam bentuk fungsi Lorentzian, sementara akibat regangan digambarkan dengan fungsi Gaussian. Gambar 4 sudah mendemonstrasikan bahwa puncak difraksi dapat dimodelkan dengan baik dengan sebuah Gaussian. Analisis Rietveld pada pola difraksi hasil pengukuran, hanya

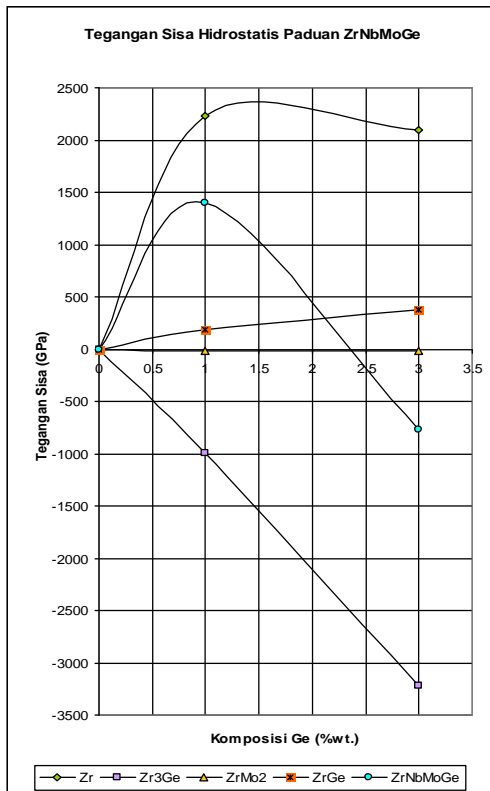
menampakkan sedikit komponen Lorentzian dalam profil bentuk puncak. Sehingga pelebaran yang teramati dalam spesimen paduan ZrNbMoGe secara luas akibat medan regangan inhomogen daripada ukuran partikel. Teramati dari profil puncak difraksi menampakkan perbedaan dalam lebar kurvanya, dan pelebaran puncak ini adalah anisotropis. Asal usul pelebaran anisotropis sangat bervariasi. Kehadiran cacat sepanjang arah $[hkl]$ tertentu menampakkan fluktuasi spasial terhadap d_{hkl} dalam butiran, dan menyebabkan pelebaran pada refleksi (hkl). Variasi d_{hkl} dari butiran ke butiran juga berkontribusi pelebaran bidang (hkl). Terkesan bahwa medan regangan inhomogen dalam matriks zirkonium diakibatkan oleh inklusi partikel (fasa minor). Halmos^[5] melaporkan bahwa pelebaran regangan anisotropis diakibatkan oleh konsentrasi dislokasi yang dikaitkan dengan bidang *close packed*.

Tegangan Sisa

Jarak interplanar berbanding langsung dengan parameter kisi. Sejalan dengan persamaan (1), maka persamaan (6) dan (7) boleh digunakan untuk menghitung regangan kisi rata-rata sepanjang arah kristalografi tertentu, dimana d dan d_0 berturut-turut diganti dengan a dan a_0 , b dan b_0 atau c dan c_0 . Kisi a , b dan c merupakan jarak kisi bahan tertegang, dan kisi a_0 , b_0 dan c_0 adalah jarak kisi bebas tegangan (referensi). Pada kasus ini tensor regangan disesuaikan dengan simetri kristal. Jumlah komponen bebas dapat direduksi menjadi satu atau dua komponen bebas. Dalam struktur kristal uniaksial, seperti struktur austenit, hanya satu komponen bebas diperlukan dan dalam struktur martensit hanya dua komponen bebas dibutuhkan untuk menyatakan sifat-sifat tensor secara lengkap^[10]. Sepanjang arah lain, regangan dapat dihitung menggunakan aljabar tensor. Penentuan komponen regangan sepanjang arah sumbu prinsip sangat dianjurkan, adalah sumbu- a untuk fasa ZrMo₂, sumbu- a dan c untuk fasa Zr dan Zr₃Ge dan sumbu- a , b dan c untuk fasa ZrGe dalam aturan struktur konvensional.

Tegangan sisa dalam setiap fasa dapat dideduksikan dari regangan kisi yang telah dikarakterisasi. Selama eksperimen dilakukan, tak ada tekanan terpakai, sehingga tegangan sisa dalam setiap fasa dianggap hidrostatis. Regangan kisi rata-rata

yang didiskusikan di atas, diperoleh dari penghalusan pola difraksi untuk seluruh jangkauan angular 2θ . Regangan tersebut mewakili harga rata-rata pada beberapa arah dalam bidang difraksi. Pengukuran tegangan ini lebih tepat dengan tegangan hidrostatis daripada tegangan sepanjang arah spesimen tertentu. Tegangan hidrostatis σ , dihitung menggunakan persamaan (5). Pada kondisi ini, regangan ε rata-rata diestimasi sepanjang arah dengan acuan orientasi spesimen yang dihitung berdasarkan persamaan (6) dan (7). Parameter E dan ν yang digunakan dalam perhitungan σ diperoleh dari pengukuran mekanik terpisah yang dilaporkan dalam literatur^[10]. Untuk bahan zirkaloi pada temperatur kamar, parameter mekanik ini berturut-turut adalah 99,3 GPa dan 0,37. Gambar 6 memperlihatkan tegangan hidrostatis yang dihitung sebagai fungsi persentase komposisi Ge. Seperti kelakuan regangan kisi, tegangan hidrostatis terhitung dalam fasa minor ZrGe adalah tegangan tarik, sementara matriks zirkonium selalu tegangan tarik. Dalam spesimen yang mengandung sekitar 1 % wt Ge, tegangan tarik yang terjadi pada fasa Zr dan ZrGe berturut-turut adalah sekitar 2226,17 GPa dan 185,60 GPa dan tegangan tekan yang terjadi pada fasa Zr₃Ge dan ZrMo₂ berturut-turut adalah sekitar -999,14 GPa dan -11,49 GPa. Total dalam spesimen terkandung tegangan sisa sebesar 1401,14 GPa. Ketika persentase Ge bertambah menjadi 3%wt, tegangan hidrostatis terhitung dalam fasa Zr, Zr₃Ge dan ZrMo₂ cenderung menurun menjadi berturut-turut sekitar 2095,60, -3222,22, dan -19,06 GPa, sedang dalam fasa ZrGe tegangan sisa justru meningkat menjadi 373,90 GPa. Sedemikian hingga dominasi fasa ZrGe menyebabkan tegangan sisa dalam paduan ZrNbMoGe, saat komposisi Ge bertambah, mengalami penurunan yang tajam dari tegangan tarik menuju tegangan tekan, menjadi -771,77 GPa. Garis memperlihatkan bahwa di bawah sekitar 2,4 %wt Ge, tegangan sisa paduan didominasi oleh tegangan sisa matriks (Zr), sementara di atas persentase ini tegangan sisa fasa minor menampakkan efek lebih besar dalam paduan. Kesimpulan ini didukung oleh fakta bahwa tegangan sisa dalam matriks Zr dan fasa minor tidak saling berdiri bebas melainkan mereka terkait dalam suatu hubungan kesetimbangan^[9].



Gambar 6.
Tegangan Sisa Dalam Paduan ZrNbMoGe.

Dari kelakuan kurva, sangat logis menganggap tegangan hidrostatik dalam spesimen di bawah 2,4 %wt Ge didominasi oleh tegangan matriks Zr, dan di atas persentase tersebut tegangan dikarenakan hadirnya partikel Zr₃Ge yang mampu menggeser dominasi matriks Zr. Konsekuensi dengan data medan regangan yang ditunjukkan dalam Gambar 4. Medan regangan fasa minor meningkat secara gradual, sementara medan regangan fasa Zr meningkat lambat dan bahkan cenderung datar.

SIMPULAN

Kelakuan tegangan sisa hidrostatik bahan paduan zirkonium dapat ditentukan via fenomena peregangan kisi struktur kristal dengan mengikuti relasi dan formulasi. Peregangan kisi kristal dapat diukur melalui pengukuran pola difraksi. Pergeseran dan pelebaran puncak pada pola difraksi dapat mengindikasikan terjadinya fenomena tegangan sisa pada bahan. Fraksi fasa dalam bahan dapat dihitung dengan metode penghalusan Rietveld. Pada bahan paduan ZrNbMoGe kelakuan tegangan sisa

hidrostatik dapat dibagi dua bagian; di bawah komposisi 1 %wt Ge, tegangan sisa bahan didominasi oleh fasa matriks Zr, sedang di atas komposisi ini tegangan sisa didominasi oleh fasa Zr₃Ge. Tegangan sisa (σ) hidrostatik dalam bahan paduan ZrNbMoGe dengan komposisi 1%wt Ge dan 3%wt Ge berturut-turut adalah 1401,14 GPa dan -771,77 GPa.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir BATAN beserta pihak-pihak yang telah membantu kelancaran penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Almen, J.O. and Black, P.H., *Residual Stresses and Fatigue in Metals*, Mc. Graw-Hill, New York, 1963.
- Ati Wah Chang, Allgheny Technologies, Technical Data Sheet, Properties of Zircaloy-4, p.4, 2003.
- Cagliotti, G. et.al., Choice of Collimation for a Crystal Spectrometer for Neutron Diffraction, *Nuc. Instrum.*, 3, pp. 223-28, 1958.
- Christensen, *Measurement of Stress by X-ray*, SAE Inform., Rept. TR-182, 1960.
- Halmos, G.T., *High Production Roll Forming*, SME, Michigan, 1983.
- Hill, R.J. and Howard, C.J. *Quantitative Phase Analysis of Neutron Powder Diffraction Data Using the Rietveld Method*, *J. Appl. Crystallogr.*, 20, 467-74, 1987.
- Izumi, F., A Rietveld-Refinement Program RIETAN-94 for Angle-Dispersive X-Ray and Neutron Powder Diffraction, NIRIM, Japan, (1994).
- Klug, H.P. and Alexander, L.E., *X-ray Diffraction Procedures*, 2nd ed., Wiley, New York, pp.618-708, 1974.
- Noyan, I.C. and Cohen, J.B., *Residual Stress Measurement by Diffraction and Interpretation*, Springer-Verlaag, New York, 1987.
- Nye, J.F., *Physical Properties of Crystals*, Oxford University Press, Oxford, UK, 1985.

11. Parikin, Penentuan Tegangan Sisa Plat Baja Tahan Karat 304 Rol Dingin Menggunakan Teknik Difraksi dan Analisis Rietveld, Link UI-QUT Australia, FT-UI Metalurgi, Depok, 2000.
12. Parikin, Fajar, A., Ismoyo,A.H. and Bandriyana,B., Neutron Diffraction Technique on The Structural Identification of ZrNbMoGe Alloy, Materials Science & Technology, 1st edition, PT. Trimoksa Mediatama Promosindo, PTBIN-BATAN & MRS-INA, ISBN 978-602-97444-3-9, pp.91-98, Jakarta, 2011.
13. Parikin, B. Bandriyana dan A.H. Ismoyo, Teknik Difraksi Neutron Dalam Analisis Kuantitatif Fasa Paduan ZrNbMoGe, unpublsh paper.
14. Sugondho dan Futichah, Pengaruh Perlakuan Panas Pada Regangan dan Tegangan Sisa Paduan Zr-1%Sn-1%Nb-%Fe, Jurnal Teknologi Bahan Nuklir, Vol. 3 No. 2 Juni 2007, ISSN 1907-2635, 82/Akred-LIPI/P2MBI/5/2007, 49-109