

PROSES PELAPISAN TiN DI PERMUKAAN LUAR KELONGSONG ZIRKALOI DENGAN DEPOSISI PLASMA

Etty Mutiara⁽¹⁾, Ikhwanul Aziz⁽²⁾, Yatno Dwi A.S.⁽¹⁾, Isfandi⁽¹⁾, Slamet Pribadi⁽¹⁾

⁽¹⁾Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN)

⁽²⁾Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA)

ABSTRAK

Penelitian peningkatan kinerja kelongsong elemen bakar reaktor daya berpendingin air dengan pelapisan TiN di permukaan luar kelongsong zirkaloi telah dilakukan. Pelapisan kelongsong dilaksanakan dengan proses deposisi plasma menggunakan peralatan *DC sputtering* reaktif. Lapisan di permukaan kelongsong zirkaloi diharapkan berfungsi sebagai lapisan pelindung yang akan meningkatkan ketahanan aus dan ketahanan terhadap korosi. Proses *DC sputtering* reaktif dilakukan di PSTA-Batan Jogjakarta menggunakan target tunggal titanium dengan campuran gas N_2+Ar . Pengaturan kombinasi tegangan–arus dilakukan untuk mempertahankan plasma yang terbentuk pada tekanan *chamber* tertentu selama durasi proses yang divariasi antara 30 - 120 menit. Proses *DC sputtering* kelongsong zirkaloi-4 dengan target tunggal Ti berlangsung pada tegangan kerja 4 kV, arus antara 3-10 mA dengan kevakuman *chamber* sebelum proses deposisi antara $2,7 \times 10^{-3}$ - $2,6 \times 10^{-2}$ mmHg. Kelongsong zirkaloi hasil deposisi plasma diuji menggunakan alat *XRD* untuk memastikan fasa yang terbentuk di permukaan kelongsong. Kurva *XRD* dari kelongsong terlapis untuk masing-masing variasi durasi masih dalam proses pencocokan dengan kurva basis data dan belum diperoleh data fasa lapisan yang terbentuk di permukaan kelongsong zirkaloi.

Kata kunci : deposisi plasma, *DC sputtering* reaktif, kelongsong zirkaloi-4, target Ti, TiN.

PENDAHULUAN

Pengembangan kelongsong zirkaloi sebagai media transfer panas dan *barrier* kedua pengungku produk fisi pada elemen bakar reaktor daya (PLTN) berpendingin air terus dilakukan^[1]. Pengembangan untuk meningkatkan kinerja kelongsong paduan zirkonium dapat dilakukan dengan memberi lapisan protektif pada permukaan kelongsong^[1-7]. Kandidat lapisan pelindung diantaranya adalah Ti_3AlC , Cr_2O_3 , ZrC, TiC, ZrN dan TiN^[1-7]. Lapisan protektif dengan tebal tertentu di permukaan luar kelongsong zirkaloi berfungsi untuk meningkatkan ketahanan korosi dan ketahanan aus kelongsong serta pelindung terhadap perapuhan karena hidrogen^[1-2, 5-10].

Proses pelapisan permukaan kelongsong zirkaloi dapat dilakukan dengan cara deposisi plasma. Pada proses deposisi plasma, pengontrolan kualitas lapisan akan lebih mudah dilakukan melalui pengaturan energi plasma dan durasi proses^[11-16]. Proses deposisi plasma pada penelitian ini adalah proses *DC sputtering* yang merupakan salah satu proses *PVD* (*Physical Vapor Deposition*). Proses *DC sputtering* sederhana tanpa magnetron memerlukan target yang konduktif^[7] dan tidak dapat digunakan untuk melapiskan bahan-bahan non konduktif (keramik) seperti oksida, nitrida atau karbida dari logam.

Pada penelitian tahun 2018, kelongsong zirkaloi dilapis dengan proses *DC sputtering* reaktif menggunakan target tunggal titanium dan campuran gas argon dan nitrogen dengan laju alir tetap. Pengaturan kombinasi arus-tegangan dengan laju alir campuran gas tertentu dilakukan untuk mempertahankan kondisi plasma yang dibangkitkan selama durasi proses deposisi. Durasi proses divariasikan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap mikrostruktur dan tebal lapisan yang terbentuk. Kualitas lapisan diuji dengan alat *XRD* untuk memastikan fasa lapisan di permukaan kelongsong zirkaloi dan pengamatan dengan mikroskop optik untuk mengetahui struktur mikro dan tebal lapisan.

METODOLOGI

Spesimen uji yang digunakan pada proses *DC sputtering* reaktif dengan target tunggal Ti adalah potongan kelongsong zirkaloi-4 dengan diameter luar 10,75 mm, tebal 0,7 mm dan panjang 50 mm. Sebelum dilapis, spesimen uji dicuci dengan *rectified benzene* dan campuran metanol dengan acetone dalam *ultrasonic pit* masing-masing selama 5 menit, dilanjutkan dengan pencucian dalam air demin pada temperatur 80 °C selama 3 menit dan dikeringkan pada temperatur 50 °C selama 1 jam.

Peralatan deposisi plasma yang digunakan adalah *DC sputtering* di PSTA–Batan Jogjakarta. Proses pelapisan dilakukan setelah dicapai kevakuman tertentu menggunakan plasma yang terbentuk melalui pengaturan kombinasi tegangan-arus pada laju alir campuran gas N₂-Ar tetap. Pengaturan kombinasi tegangan–arus terus dilakukan untuk mempertahankan plasma yang terbentuk selama durasi proses yang divariasikan antara 30 - 120 menit.

Kelongsong zirkaloi hasil deposisi plasma diuji dengan alat *XRD* untuk memperoleh informasi tentang fasa lapisan dan uji metalografi untuk mengetahui mikrostruktur dan tebal lapisan di permukaan kelongsong zirkaloi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Parameter proses deposisi plasma kelongsong zirkaloi dengan *DC sputtering* yang dilakukan pada penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 1, sedangkan komposisi kimia zirkaloi-4 dari referensi ditunjukkan pada Tabel 2.

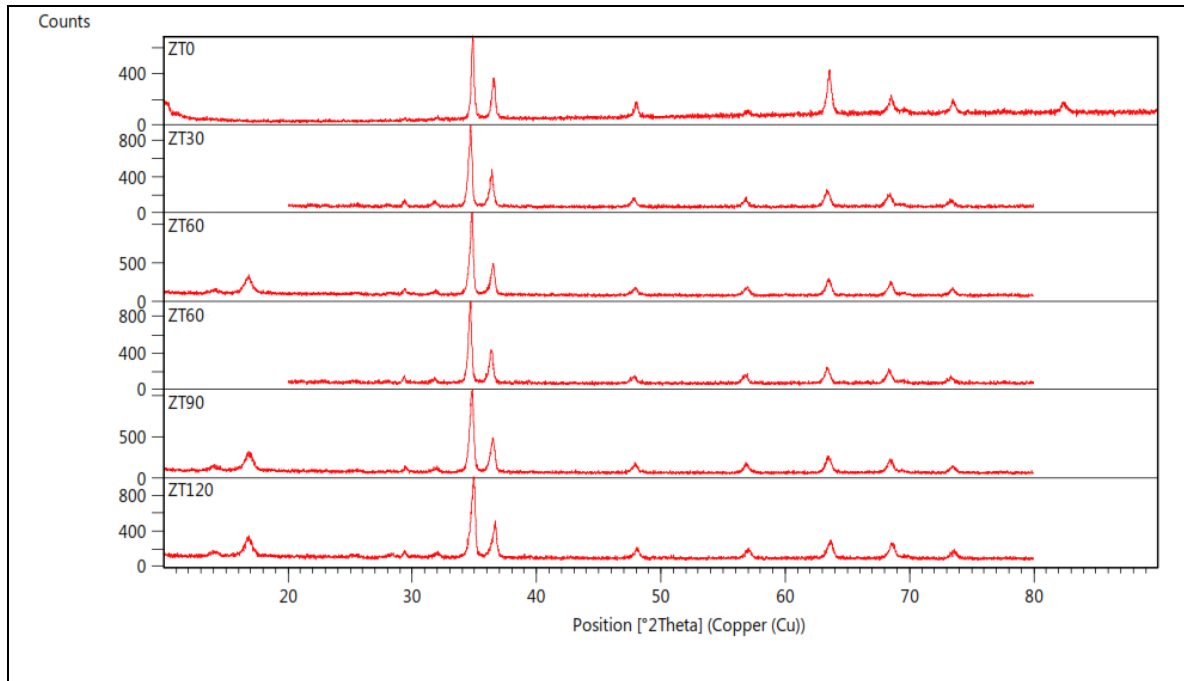
Tabel 1. Parameter proses pelapisan *DC sputtering* spesimen kelongsong zirkaloi-4 dengan target tunggal Ti dan campuran gas N₂+Ar

No.	Spesimen uji	Target	Kevakuman <i>chamber</i> (mmHg)	Tegangan (kV)	Arus (mA)	Komposisi gas Ar : N ₂	Durasi (menit)
1			2,5x10 ⁻²	4	3		30
2			2,5x10 ⁻²	4	5 - 10		60
3	Zirkaloi-4	Ti	2,4x10 ⁻²	4	6	100: 30	60
4			2,7x10 ⁻³	4	3 - 4		90
5			2,6x10 ⁻²	4	8		120

Tabel 2. Komposisi kimia kelongsong zirkaloi-4 ^[17]

Elemen	Sn (%)	Fe (%)	Cr (%)	Ni (%)	O (%)	Hf	Zr
Zirkaloi-4	1,2- 1,7	0,18- 0,24	0,07- 0,13	-	0,12	<100 ppm	bal.

Kelongsong zirkaloi yang telah dilapis menggunakan alat *DC Sputtering* dengan target tunggal Ti dan variasi durasi proses, diuji menggunakan peralatan *XRD*. Grafik 2θ Vs cacahan yang merupakan hasil uji kelongsong terlapis menggunakan peralatan *XRD* ditampilkan pada Gambar 1. Kurva hasil uji *XRD* kelongsong zirkaloi yang dideposisi plasma dilakukan pencocokan dengan kurva basis data menggunakan perangkat lunak *High Score* untuk mengetahui fasa lapisan yang terbentuk di permukaan kelongsong.



Gambar 1. Hasil uji *XRD* kelongsong zirkaloi yang telah dideposisi plasma dengan proses *DC sputtering* reaktif menggunakan target tunggal Ti, campuran gas Ar dan N_2 dengan variasi durasi proses : 30 menit, 60 menit, 90 menit dan 120 menit

Hasil pencocokan kurva *XRD* kelongsong zirkaloi terlapis dengan kurva basis data mengindikasikan bahwa lapisan TiN di permukaan kelongsong belum terbentuk. Puncak-puncak yang ada di kurva *XRD* kelongsong zirkaloi terlapis menunjukkan fasa dari base metal kelongsong (Zr). Pengamatan mikrostruktur menggunakan mikroskop optik untuk mengetahui mikrostruktur dan tebal lapisan di permukaan kelongsong zirkaloi tidak dilakukan.

KESIMPULAN

Hasil pencocokan kurva hasil uji *XRD* dari kelongsong zirkaloi terlapis dengan kurva basis data menggunakan perangkat lunak *HighScore* menunjukkan bahwa lapisan TiN belum terbentuk di permukaan kelongsong zirkaloi. Uji kualitas untuk pengamatan struktur mikro dan penentuan tebal lapisan pada variasi waktu deposisi tidak dilakukan.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini terlaksana atas pendanaan dari DIPA PTBBN Batan tahun 2018 dan kerjasama dengan PSTA Batan Jogjakarta. Untuk itu, penulis mengucapkan terima kasih atas bantuan dan kerjasama semua pihak yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Zhengang Duan et.al., *Current status of materials development on nuclear fuel cladding tubes for light water reactors*, Nuclear Engineering and Design, 316, 2017, 131-150.
2. Ian Younker and Massimiliano Fratoni, *Neutronic evaluation of coating and cladding materials for accident tolerant fuels*, Progress in Nuclear Energy 88, 2016, 10-18.
3. Zinkle, S.J. et al, *Accident Tolerant Fuel for LWRs : A Perspective*, Journal of Nuclear Materials, Vol. 448, Issues 1-3, 2014, 374-379.
4. Kim, H.G. et al., *Adhesion property and high-temperature oxidation behavior of Cr-coated Zircaloy-4 cladding tube prepared by 3D laser coating*, Journal of Nuclear Materials, 465, 201, 531-539.
5. Khatkhatay, F. et al., *Superior corrosion resistance properties of TiN-based coating on zircaloy tubes in supercritical water*, Journal of Nuclear Materials, Vol. 451, Issues 1-3, 2014, 346-351.
6. Ace Alat et al., *Multilayer (TiN, TiAlN) ceramic coating for nuclear fuel cladding*, Journal of Nuclear Material, 478, 2016, 236-244.
7. ETTY Mutiara dkk., *Proses pelapisan kelongsong zirkaloi dengan DC sputtering reaktif menggunakan target tunggal Zr dan Ti*, Prosiding Hasil-Hasil Penelitian EBN tahun 2017, ISSN 0854-5561, 2018, PTBBN-BATAN.
8. Peter J. Blau, *A multi-stage wear model for grid-to-rod fretting of nuclear fuel rods*, Wear, Volume 313, Issues 1-2, 2014, 89-96.
9. K. Daub et al., *Investigation of the impact of coatings on corrosion and hydrogen uptake of Zircaloy-4*, Journal of Nuclear Materials 467, 2015, 260-270.
10. E.B. Kashkarov et al., *Hydrogenation behavior of Ti-implanted Zr-1Nb alloy with TiN films deposited using filtered vacuum arc and magnetron sputtering*, Applied Surface Science 432, 2018, 207-213.
11. Mahesh R. Chavda et al, *Tribological characterization of TiN coatings prepared by sputtering*, Procedia Technology 23, 2016, 36-41.
12. F. Solis-Pomar et al, *Preparation and characterization of nanostructured titanium nitride thin films at room temperature*, Ceramic International, Vol.42. Issue 6, 2016, 7571-7575.
13. Nishat Arshi et al, *Study on structural, morphological and electrical properties of sputtered titanium nitride films under different argon gas flow*, Materials Chemistry and Physics 134, 2012, 839-844.

14. V. Merie et al, *Research on titanium nitride thin films deposited by reactive magnetron sputtering for MEMS applications*, Applied Surface Science, Vol. 358, Part B, 2015, 525-532.
15. Nikhil K. Ponon, *Effect of deposition conditions and post deposition anneal on reactively sputtered titanium nitride thin films*, Thin Solid Films 578, 2015, 31-37
16. Hailong Liang et al, *Thickness dependent microstructural and electrical properties of TiN thin films prepared by DC reactive magnetron sputtering*, Ceramics International, Vol. 42, Issue 2, Part A, 2016, 2642-2647
17. H. Takaishi, et al., *Recycling of zircaloy machining chips by VAR remelting and powder metallurgy techniques*, Materials Science Forum, Vol.727-728, 2012, 356-361.