

## OPTIMASI KADAR SOL PADA PENGUBAHAN SERBUK $UO_2$ MENJADI SERBUK BERBENTUK BULAT

Guntur Daru Sambodo, Deni Juanda  
Pusat Penelitian Teknik Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

### ABSTRAK

OPTIMASI KADAR SOL PADA PENGUBAHAN SERBUK  $UO_2$  MENJADI SERBUK BERBENTUK BULAT. Telah dilakukan perubahan bentuk serbuk  $UO_2$  dari bentuk tidak beraturan menjadi serbuk berbentuk bulat dengan proses Gelasi. Pembentukan Sol dilakukan dengan cara penambahan Urea dan Heksa Metilen Tetra Amin (HMTA) pada suhu di bawah  $10^\circ C$  kedalam larutan Uranil Nitrat. Perubahan Sol menjadi Gel dilakukan dengan cara penyemprotan ke dalam kolom gelas yang berisi Parafin panas ( $95^\circ C$ ). Gel yang berbentuk bulat kemudian dipanggang pada suhu  $800^\circ C$  menjadi serbuk berbentuk bulat. Pada penelitian ini telah dilakukan optimasi kondisi Sol yang dapat diubah menjadi Gel. Komposisi Sol yang ideal dapat dibuat Gel berbentuk bulat adalah sbb: Mengandung  $UO_2$  antara 5,2 sampai 5,8 g/100 ml, HMTA 50 sampai 60 g/100 ml dan urea 24 g/100 ml. Pengaruh dari variabel proses perubahan Sol menjadi Gel dan tingkat keberhasilannya di tampilkan pada makalah ini.

### ABSTRACT

OPTIMIZATION OF SOL COMPOSITION IN TRANSFORMATION OF IRREGULAR SHAPED  $UO_2$  POWDERS INTO SPHERICAL SHAPED POWDERS. Transformation of irregular shaped  $UO_2$  powders into spherical shaped powders has been conducted utilizing the gelation process. The forming of Sol was conducted by addition of Urea and Hexa Methylene Tetra Amine (HMTA) at a temperature below  $10^\circ C$ . The transformation of Sol to Gel was conducted by dropping the Sol into a column that contained hot Parafin ( $95^\circ C$ ). In this experiment the optimization of Sol composition that can be transformed into spherical Gel has been done. The optimal composition contain.  $UO_2$  between 5.2 g/100 ml to 5.8 g/100 ml, HMTA 50 to 60 g/100 ml Urea 24 g/100 ml. The influence of process variable and the result is shown in this paper.

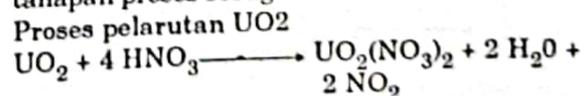
### PENDAHULUAN

Penguasaan pembuatan serbuk berbentuk bulat sangat berguna di dalam teknologi pembuatan Elemen Bakar Nuklir (EBN), karena beberapa hal:

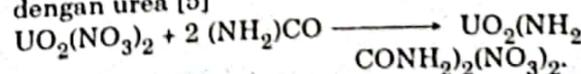
1. Serbuk yang berbentuk bulat mempunyai kemampuan mengalir lebih baik dari serbuk yang berbentuk tidak beraturan sehingga pada proses produksi pelet secara masal akan dapat diperoleh pelet dengan kualitas yang lebih seragam, selain itu serbuk berbentuk bulat dapat juga digunakan secara langsung sebagai bahan pengisi kelongsong bahan bakar jenis Sphere Pac Fuel Rod [1]. Keuntungan lain penguasaan teknologi ini juga akan bermanfaat dalam pembuatan Elemen Bakar Nuklir untuk Reaktor Suhu Tinggi yaitu Elemen Bakar dari grafit yang berisi butiran bahan bakar dari campuran uranium oksida dan thorium oksida yang dilapisi silisium karbida dan karbon pirolisis [2,3,4].

Beberapa teknik pembuatan serbuk berbentuk bulat sudah dikembangkan oleh para peneliti [5,6,7]. Dari teknologi yang ada di atas, dengan sedikit modifikasi proses dan penyesuaian peralatan yang ada dilaksanakan dalam penelitian ini.

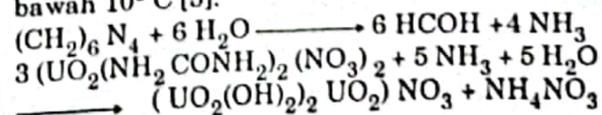
Proses perubahan serbuk menjadi berbentuk bulat pada penelitian ini meliputi tahapan proses sebagai berikut:



Proses pembentukan senyawa kompleks dengan urea [5]



Pembentukan Sol dengan HMTA pada suhu di bawah  $10^\circ C$  [5].



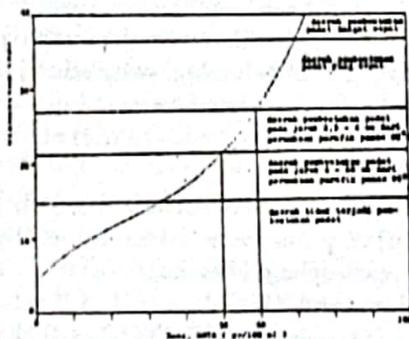
Pembentukan gel  $(UO_2(OH)_2)_n$  yang berbentuk bulat dengan cara peneteskan pada kolom yang berisi parafin panas dan pengubahan Gel menjadi serbuk dengan pemanggangan pada 800 °C.

### PERCOBAAN DAN HASIL

Proses pelarutan serbuk  $UO_2$  dilakukan dengan penambahan  $HNO_3$  65 % dengan kelebihan 10 % dari stoikio reaksinya, untuk mempercepat pelarutan dilakukan pemanasan kepada larutan tersebut, kemudian pada temperatur kamar ditambahkan Urea 0,24 g /0, 54 gr  $UO_2$ . Pembentukan Sol dilakukan dengan penambahan Heksa Metilen Tetra Amin (HMTA) pada temperatur di bawah 10 °C. Kadar HMTA dan  $UO_2$  divariasikan untuk mendapatkan kondisi yang optimum. Hasil dari percobaan tersebut disajikan di bawah ini.

#### Pengaruh kadar HMTA

Percobaan ini dilakukan dengan kadar  $UO_2$  dan Urea yang tetap yaitu 54 g: 24 g per 100 mili liter larutan. Kadar HMTA divariasikan dari 0 g/ml sampai 70 g/100 ml. Hasil pengukuran viskositas Sol yang terjadi dan keberhasilan menjadi gel dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh kadar HMTA pada viskositas Sol dan keberhasilan menjadi Gel

Dari gambar tersebut dapat dilihat makin banyak HMTA ditambahkan makin tinggi vis-

kositas Sol yang terbentuk. Dengan mengacu pada persamaan Houwink :

$$\eta = k \cdot M^a$$

dimana:  $\eta$  = viskositas; k dan a = konstanta empiris; M = massa molekul  
Dapat diduga bahwa kenaikan viskositas ini disebabkan karena kenaikan massa molekul Sol yang diukur dan merupakan indikasi terjadinya molekul yang lebih besar atau polimer yang lebih besar. Dari percobaan dapat juga diamati bahwa penambahan HMTA pada kadar yang rendah, pada saat peneteskan Sol pada kolom yang berisi parafin, ternyata meskipun tetesan yang terjadi berbentuk bulat, ketika tetesan tersebut mencapai dasar kolom, Sol tidak berubah menjadi Gel.

Sedangkan pada kadar HMTA yang tinggi (0,7 g/ml) Sol yang terjadi sangat kental, pada saat peneteskan pada kolom yang berisi parafin, Sol secara cepat berubah menjadi Gel, perubahan itu berlangsung begitu cepat sehingga Sol tidak sempat berubah menjadi tetesan berbentuk bulat sehingga Gel yang terbentuk pun tidak berbentuk bulat.

Dari Gambar 1 dapat dilihat juga bahwa pada kadar HMTA antara 0,5 mg/ml sampai 0,6 mg/ml pembentukan Sol menjadi Gel berlangsung dengan baik. Pada kondisi ini Sol akan berubah menjadi Gel setelah menempuh jarak antara 3,5 sampai 4 cm dari permukaan parafin panas. Pada saat menempuh jarak tersebut tetesan mempunyai kesempatan membentuk tetesan berbentuk bulat dan kemudian menjadi Gel yang berbentuk bulat.

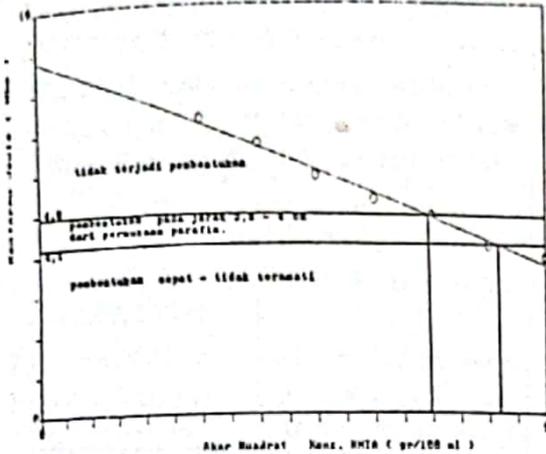
#### Pengukuran hantaran jenis Sol

Hasil pengukuran hantaran jenis Sol pada berbagai kadar HMTA ditampilkan pada Gambar 2. Dari gambar dapat dilihat bahwa makin tinggi kadar HMTA makin rendah hantaran jenis. Perubahan hantaran jenis ini nampaknya mengikuti hukum Khaulrosh dimana hantaran jenis linier dengan akar konsentrasi.

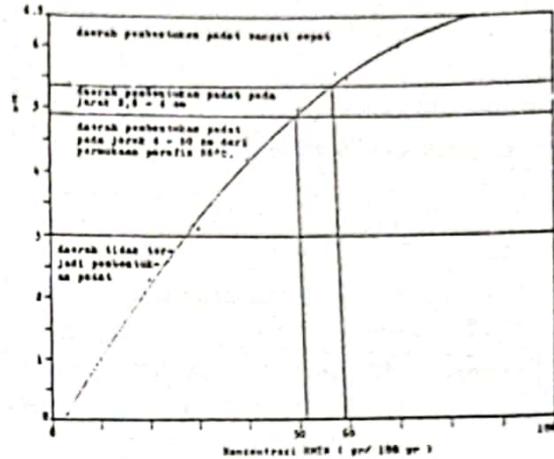
$$\lambda = \lambda_0 + k C^{1/2}$$

$\lambda$  = hantaran jenis; C = konsentrasi; k = konstanta

Dari data tersebut di atas dapat memperkuat dugaan bahwa meningkatnya kadar HMTA akan berpengaruh pada meningkatnya massa atom polimer yang terbentuk, dan ini akan mengakibatkan berkurangnya jumlah ion yang tersedia yang dapat menghantar listrik dikarenakan adanya proses penggabungan.



Gambar 2. Pengaruh kadar HMTA pada hantaran jenis Sol



Gambar 3. Pengaruh kadar HMTA pada pH

#### Pengukuran pH Sol

Pengukuran pH Sol pada berbagai kadar HMTA ditampilkan pada Gambar 3. Dari gambar tersebut dapat dilihat makin tinggi kadar HMTA dalam Sol makin tinggi pH Sol, hal ini dikarenakan meningkatnya konsentrasi basa yang ada pada Sol.

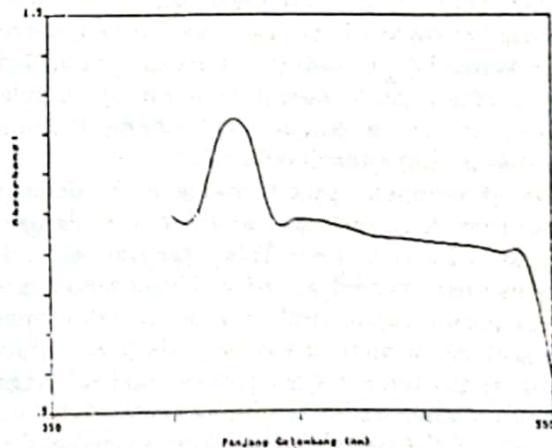
Informasi lain yang dapat diambil dari data ini adalah bahwa Sol yang dapat dengan baik diubah menjadi gel masih bersifat asam (PH = 4,8 s/d 5,8). Pada pH yang rendah (asam) Sol sukar diubah menjadi Gel. Pada pH yang tinggi perubahan sol menjadi Gel berlangsung terlalu cepat.

#### Pengukuran serapan optik pada komposisi HMTA yang optimum

Pengukuran serapan optik pada Sol dengan komposisi HMTA (0,54 g/ml) yang optimum pada rentang panjang gelombang 400 sampai dengan 500 nm ditampilkan pada Gambar 4. Serapan optik maksimum terjadi pada panjang gelombang 420 nm.

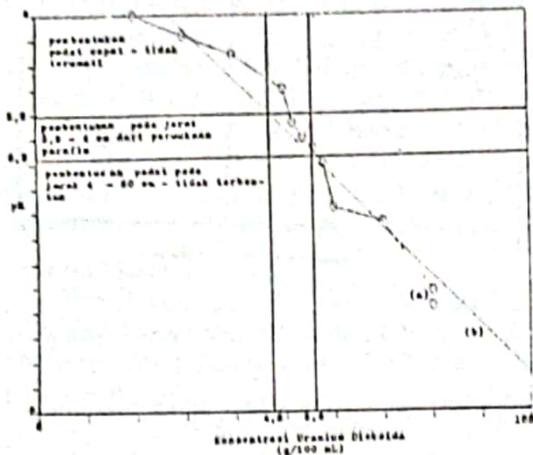
#### Percobaan dengan memvariasikan kadar $UO_2$

Percobaan ini dilakukan dengan mempertahankan kadar HMTA (0,6 g/ml dan Urea (0,24 g/ml) yang tetap.



Gambar 4. Serapan optik (absorbansi) pada berbagai panjang gelombang

Hasil percobaan dengan memvariasikan kadar  $UO_2$  disajikan di bawah ini. Gambar 5 memperlihatkan pengaruh kadar  $UO_2$  terhadap pH dan keberhasilan terbentuknya Gel.



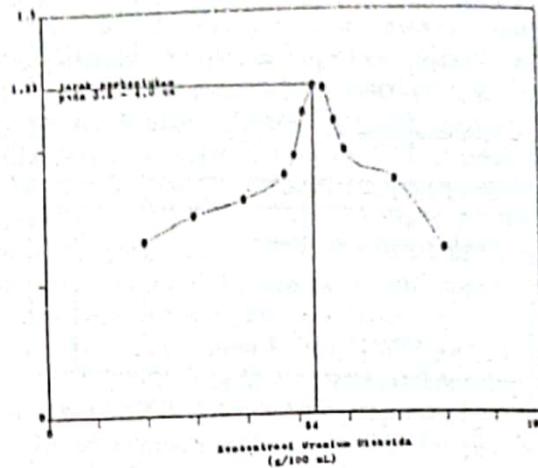
Gambar 5. Pengaruh kadar uranium dioksida pada pH

Dari gambar tersebut dapat diperoleh informasi bahwa kondisi optimum akan dicapai pada kadar  $UO_2$  antara 0,48 g/ml sampai 0,56 g/ml. Hasil pengukuran serapan optik (absorbansi) pada panjang gelombang 420 nm dapat dilihat pada Gambar 6.

Harga serapan optik ternyata naik dengan naiknya konsentrasi, hal ini sesuai dengan hukum Lambert Beer. Tetapi ternyata setelah mencapai konsentrasi 54 g/100ml terjadi penurunan serapan optik. Hal ini menginformasikan suatu dugaan bahwa pada konsentrasi diatas itu telah terjadi polimerisasi sehingga penambahan kadar  $UO_2$  tidak menambah konsentrasi Sol tetapi memperbesar molekul Sol dan mengurangi konsentrasi Sol.

#### KESIMPULAN

Dari percobaan ini dapat disimpulkan bahwa tidak setiap Sol dapat diubah menjadi Gel yang berbentuk bulat. Sol yang terlalu kental, dengan komposisi kadar campuran yang tinggi, mengakibatkan pembentukan Gel (pada



Gambar 6. Pengaruh kadar uranium dioksida pada serapan optik pada panjang gelombang 420 nm

saat penetesan Sol pada kolom berisi parafin panas) berlangsung terlalu cepat sehingga Sol tidak sempat menjadi tetesan berbentuk bulat. Akibatnya Gel yang terjadi mempunyai bentuk yang tidak beraturan. Sol yang terlalu encer (HMTA kadar rendah) sulit diubah menjadi Gel karena gas  $NH_3$  yang dilepaskan HMTA tidak cukup untuk menaikkan pH untuk mengubah koloid cair yang tidak stabil menjadi koloid padat yang stabil (gel), sedangkan kadar uranium yang terlalu rendah sulit dirubah menjadi Gel karena jumlah atom persatuan volume sangat rendah sehingga jika terjadi polimerisasi maka massa molekulnya rendah dan polimer yang terjadi tidak padat.

Komposisi yang ideal suatu Sol yang dapat dirubah menjadi Gel adalah; dalam 100 ml larutan mengandung  $UO_2$  antara 52 g sampai dengan 58 g urea 24 gr HMTA 50 s/d 60 g.

Dalam percobaan ini Gel yang berbentuk bulat kemudian direndam dalam larutan amonia dan dipanggang pada suhu 800 °C menjadi serbuk yang berbentuk bulat dengan ukuran sekitar 300  $\mu m$ .

### UCAPAN TERIMA KASIH

Untuk dapat terlaksananya penelitian ini penulis mengucapkan terima kasih kepada

Drs. Rubianto A. Lubis MS, Staf pengajar jurusan kimia UNPAD atas saran dan diskusinya.

### DAFTAR PUSTAKA:

1. Ahmed Abdel Halim , Fabrication and Quality Control of LWR Fuel Rods, Interner-Bericht KFA-ZBB-Ib-7 (1982).
2. Nickel, H., Entwicklung von beschichteten Brennstoffsteilchen KFA JUL-Bericht 687 (1975).
3. Fortman, R., Chemischen Grundlagen des Hydrolysenverfahren zur Herstellung sphArischer Kern-Brennstoff, KFA-Jul 950 (1973).
4. Performance Assesment of the conditions Th. UO<sub>2</sub> HTI-BISO Coated Particle Under PNP, HHT Irradiations, KFA Jul-Bericht 1685 (1980).
5. Fortman, R., Naoumidis, A., and Nickel, H., Sol-gel Process and reactor fuel cycle symp, Conf. 700502, 253 (1990).
6. Wymer, R.G., Sol-Gel Processes for ceramic nuclear fuel symp. IAEA Vienna, 43 (1988).
7. Yamagishi, Preparation of source particle for fabricating pellets though Sol-Gel microsphere pelletization, Jaeri M-93-122, Japan (1993).