

KARAKTERISASI STRUKTUR MIKRO (*INTERACTION LAYER*) PASCA IRADIASI PEB U_3Si_2/Al DENSITAS $2,96 \text{ gU/cm}^3$

Maman Kartaman A, Anditania Sari Dwi P, Junaedi, Juan Carlos,
Sri Ismarwanti, Fajar AlAfghani¹⁾

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

ABSTRAK

Pembakuan metode metalografi bahan pasca iradiasi didalam hot cell dilakukan untuk menentukan parameter uji metalografi khususnya preparasi metalografi agar mudah dilakukan dan menghasilkan kualitas permukaan yang baik dan representatif. Penentuan metode baku dilakukan secara eksperimen menggunakan sampel pasca iradiasi yaitu PEB U_3Si_2/Al densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$. Preparasi sampel uji metalografi dilakukan secara *remote* menggunakan manipulator diawali dengan tahapan pemotongan, *mounting*, *grinding* dan *polishing*. Hasil preparasi metalografi hingga kondisi poles diamati dengan mikroskop optik di hot cell 107 dengan perbesaran 500-800 kali. Pengamatan pada sampel hasil poles difokuskan pada daerah antar muka dispersan U_3Si_2 dan matrik Al serta pada permukaan kelongsong AlMg2 untuk mengetahui ketebalan lapisan oksida. Kondisi permukaan secara keseluruhan adalah rata, bebas goresan yang kasar, sedikit kontaminasi yang menempel dan mengkilap, akan tetapi masih ada yang perlu dioptimalkan yaitu pencucian menggunakan ultrasonik. Proses pembersihan dengan alat ultrasonic masih belum bisa dilakukan karena kesulitan pengoperasian. Sampel pasca iradiasi pada posisi *bottom*, *middle* dan *top* nampak dispersan U_3Si_2 dikelilingi oleh lapisan antar muka hasil reaksi dengan matrik Al selama iradiasi. Ketebalan rerata pada posisi *top*, *middle* dan *bottom* berturut-turut adalah 1,839; 1,909 dan 2,527 μm . Layer yang terbentuk akibat iradiasi merupakan salah satu parameter yang harus diperhatikan untuk mengevaluasi integritas bahan bakar dari aspek uji merusak (metalografi) karena dapat berdampak pada cacat swelling. Untuk lapisan oksida hanya terlihat pada sebagian permukaan sampel, sedangkan porositas atau jejak gas hasil fisi masih belum terlihat. Hal ini dimungkinkan karena perbesaran dan resolusi mikroskop yang terbatas dan juga nilai *burn-up* dari RSG-GAS relatif kecil sekitar 50,06%.

Kata kunci : metalografi, hot cell, manipulator, struktur mikro, PEB U_3Si_2/Al , *interaction layer*

PENDAHULUAN

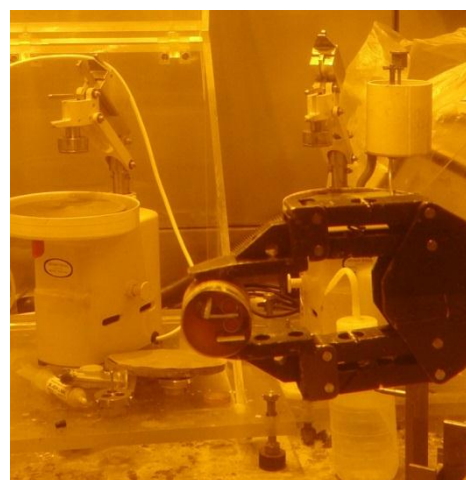
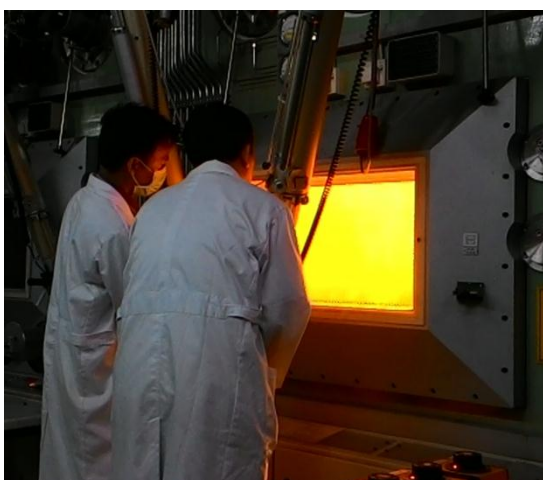
Pengujian pasca iradiasi merupakan faktor penentu dalam keberhasilan penelitian dan pengembangan bahan bakar nuklir baik untuk reaktor riset dan daya. Pengujian tersebut dapat dijadikan evaluasi dan penentu kinerja bahan bakar selama berada didalam reaktor. Tolak ukur keberhasilan fabrikasi bahan bakar nuklir juga sangat ditentukan oleh pengujian pasca iradiasi secara menyeluruh baik uji tak merusak maupun uji merusak. Keseluruhan pengujian pasca iradiasi bahan bakar nuklir akan memberikan data yang informatif dan representatif apabila dilakukan dengan metode yang benar/sesuai. Salah satu pengujian pasca iradiasi merusak yang dilakukan di *hot cell* IRM adalah metalografi dan pengamatan struktur mikro. Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi metalografi atau struktur mikro PEB U_3Si_2/Al densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi. Metode uji selanjutnya dijadikan acuan dalam pengujian bahan bakar nuklir tipe pelat pasca iradiasi. Pengamatan

struktur mikro difokuskan pada bagian antar muka dispersan U_3Si_2 dan matrik Al menggunakan mikroskop optik. Setelah iradiasi, pada antar muka dispersan U_3Si_2 dan matrik Al terbentuk senyawa baru dengan ketebalan rerata 2 mikron^[1]. Tujuan penelitian adalah mendapatkan parameter yang optimal dalam uji metalografi dan pengamatan struktur mikro bahan bakar nuklir pasca iradiasi. Data struktur mikro yang informatif dan representatif dapat digunakan untuk evaluasi kinerja bahan bakar selama di dalam reaktor. Pembakuan metode uji meliputi prosedur preparasi metalografi dari mulai pemotongan sampai poles yang dilakukan di *hot cell* 104 – 106 menggunakan manipulator. Prosedur preparasi metalografi di luar dan di dalam *hot cell* relatif sama akan tetapi karena penanganan di *hot cell* secara remote menggunakan manipulator, maka parameter metalografi harus ditentukan secara akurat terlebih dahulu untuk mengurangi atau meminimalisasi hasil uji yang tidak baik. Preparasi metalografi di dalam *hot cell* sangat ditentukan oleh keterampilan operator dalam melakukan proses pemotongan, *mounting*, *grinding*, *polishing* serta etsa dengan bantuan tangan manipulator. Pembakuan metode uji pada proses metalografi ini dilakukan secara kualitatif karena pada proses ini tidak dihasilkan data numerik. Data uji yang dihasilkan adalah gambar mikrograf sampel baik kondisi *polishing (as-polished)* maupun *etching (as-etched)*. Kondisi permukaan sampel yang baik adalah permukaan yang rata, bebas dari kotoran minyak, partikel logam dan SiC yang terjebak, tidak terdapat bekas goresan amplas yang dapat mengganggu interpretasi struktur mikro spesimen¹. Kondisi permukaan yang rata dan bebas goresan sangat ditentukan oleh tahapan pengamplasan dan pemolesan. Oleh karena itu untuk mendapatkan struktur mikro hasil pemolesan yang baik terutama untuk mengamati antar muka dispersan dan matrik Al maka tahapan pengamplasan dan pemolesan harus dilakukan secara baik dan relatif hati-hati terutama pada saat pembersihan setelah pengamplasan dan pemolesannya.

METODOLOGI

Pelat elemen bakar yang telah dipotong pada posisi *top*, *middle* dan *bottom* dan selanjutnya dilakukan preparasi metalografi *mounting*, *grinding*, dan *polishing* yang dilakukan didalam *hot cell* 104 dan 105. Setelah pemotongan, sampel *dimounting* untuk mempermudah proses preparasi dan pengujian metalografi. Sampel yang telah dipotong diletakkan di dalam wadah berbentuk pipa dimana bagian bawahnya ditutup menggunakan lakban, sehingga sampel menempel pada lakban dan tidak akan terjatuh ketika bahan *mounting* dituangkan. Bahan *mounting* menggunakan bahan resin epoksi dengan lama pengerasan sekitar 12 jam. Pembuatan bahan *mounting* dilakukan diluar *hot cell*, dengan

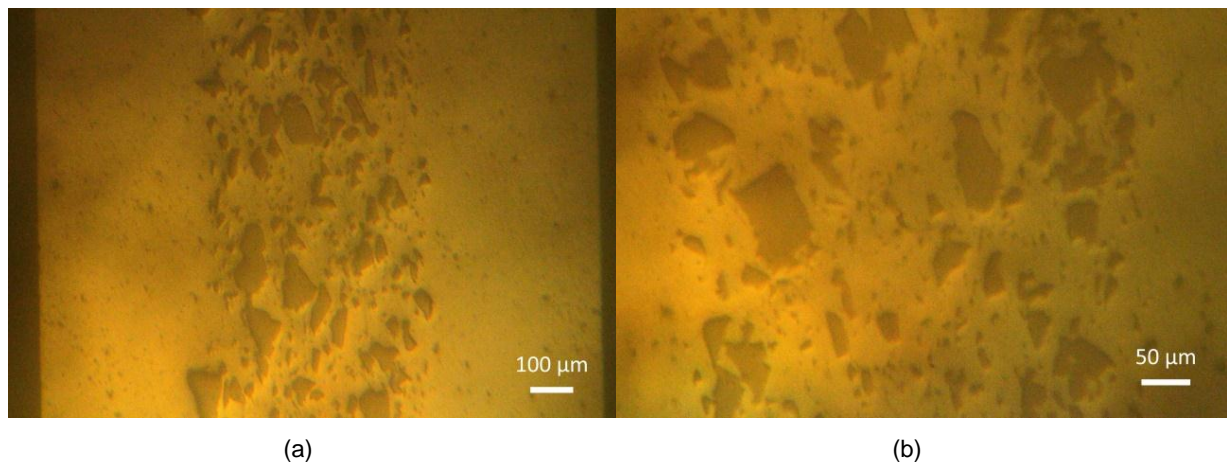
mencampurkan epofix resin dan epofix *hardener* yang berwujud cair-cair. Rasio volume penggunaan resin dan *hardener* yaitu 15 : 2 bagian, rasio berat resin dan *hardener* yaitu 25 : 3 bagian^[2]. Pencampuran resin dan *hardener* dilakukan pada sebuah *cup* dan diaduk dengan hati-hati minimal selama 2 menit^[3], selanjutnya dituangkan ke dalam botol tertutup untuk selanjutnya dimasukkan ke dalam *hot cell* 104 melalui *transfer port*. Campuran *mounting* dituangkan secara perlahan kedalam cetakan yang telah berisi sampel uji untuk menghindari terbentuknya *gas bubble*. *Grinding* dilakukan dengan kertas amplas SiC grit 500, 800, 1200, dan 2400 secara berturut-turut dengan waktu *grinding* masing-masing 5 menit dengan kecepatan 200 rpm. Setelah permukaan sampel rata dan halus, dilakukan *polishing* untuk menghasilkan permukaan sampel yang mengkilat seperti cermin atau "*mirror like*". *Polishing* menggunakan pasta intan dengan ukuran 3 dan 1 mikron masing masing selama 5 menit dengan kecepatan putar rendah sekitar 150 rpm dalam media air demineralisasi. Setelah dicuci dan direringkan maka selanjutnya sampel *as-polished* ditransfer ke *hot cell* 107 melalui konveyor. Pada tahap akhir metalografi adalah pengamatan struktur mikro sampel di *hot cell* 107 menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 500 dan 800 kali. Pengamatan struktur mikro dilakukan di HC 107 dengan mikroskop optik. Lensa objektif yang digunakan dengan perbesaran objektif 50 kali atau perbesaran total sekitar 500 kali. Pengambilan gambar dengan kamera beta yang dilengkapi *software* penentuan ukuran atau dimensi. Dengan perbesaran tersebut beberapa struktur teramati dengan jelas diantaranya adalah layer pada *interface* dispersan U_3Si_2 dan materik Al, lapisan oksida pada permukaan kelongsong AlMg2 dan porositas pada matrik Al. Akan tetapi untuk gas fisi atau *bubble* pada dispersan U_3Si_2 belum terlihat jelas.



Gambar 1. Proses preparasi metalografi (*grinding/polishing*) di *hot cell* 105 dan kondisi sampel *as-polished*

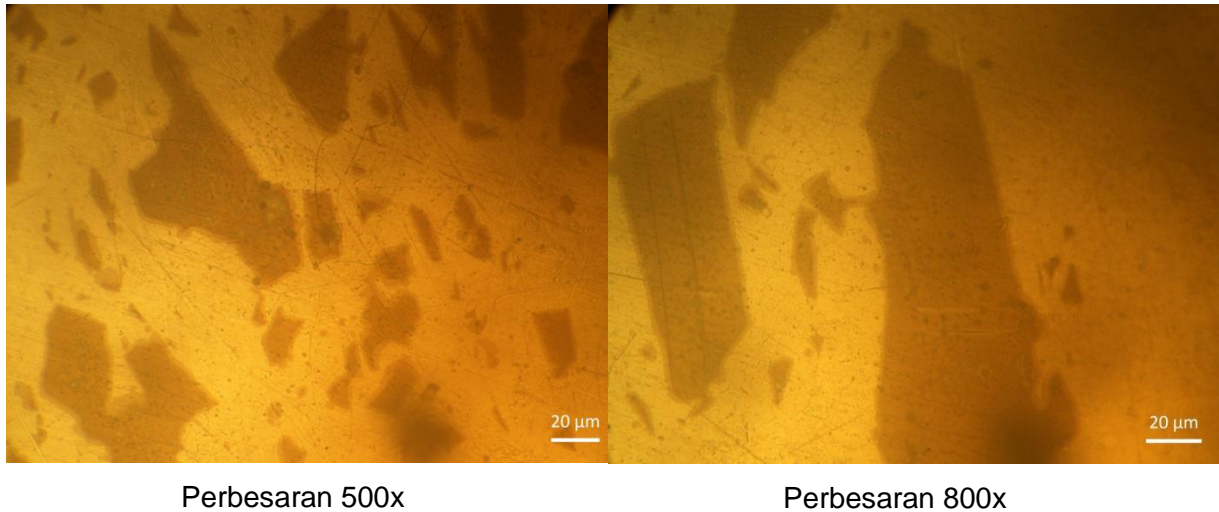
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengamatan mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi pada bagian *bottom* ditunjukkan pada Gambar 2.a dan 2.b. Bagian *meat* dan kelongsong AlMg2 dapat terlihat dengan jelas. Pada bagian *meat*, dispersan U_3Si_2 terdistribusi secara merata namun dengan ukuran partikel U_3Si_2 yang relatif heterogen. PEB U_3Si_2/Al terdiri dari kelongsong AlMg2 dan *meat* U_3Si_2/Al , dimana *meat* U_3Si_2/Al dirol diantara kelongsong AlMg2 sehingga bahan bakar U_3Si_2/Al berada ditengah tengah kelongsong. Ketebalan yang diinginkan hasil pengerolan panas dan dingin PEB U_3Si_2-Al adalah 1,4 mm berdasarkan persyaratan bahan bakar nuklir tipe MTR yang digunakan di reaktor GA-Siwabessy^[4].



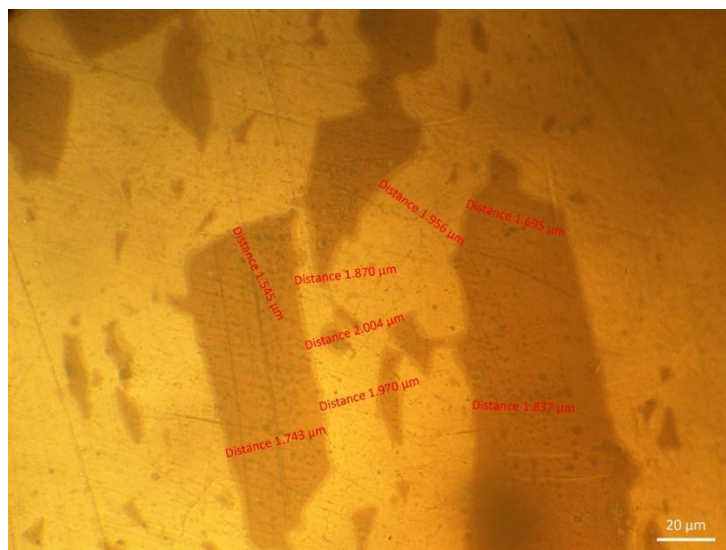
Gambar 2. (a) Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *bottom* pada perbesaran $100\times$ ^[2],
(b) Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *bottom* pada perbesaran $200\times$ ^[2]

Gambar 3.a dan 3.b menunjukkan struktur mikro PEB U_3Si_2/Al dengan perbesaran lebih tinggi yaitu sekitar 500-800 kali. Dispersan U_3Si_2 terdiri dari dispersan ukuran besar dan kecil dengan masing-masing berada ditengah-tengah matrik Al. Gambar yang lebih gelap adalah dispersan U_3Si_2 dan yang lebih terang adalah matriks Al. Pada matrik Al masih terlihat adanya goresan kertas amplas yang belum hilang ketika di poles. Beberapa bagian dispersan ada yang mengelompok atau membentuk *cluster* seperti ditunjukkan pada gambar 3.a (tanda panah). Struktur mikro yang dihasilkan, terlihat adanya senyawa antara muka atau *interaction layer* (IL) pada sekeliling dispersan U_3Si_2 . Mikrograf IL terlihat relatif lebih terang dibanding dispersannya dan lebih gelap dibanding matrik Al. Layer tersebut merupakan reaksi yang terjadi antara matrik Al dan dispersan U_3Si_2 selama iradiasi di dalam reaktor.



Gambar 3. Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *bottom* pada perbesaran 500-800 kali kondisi *as-polished* pada posisi pengamatan yang berbeda

Interaction layer pada PEB U_3Si_2/Al mempunyai ukuran <5 mikro seperti ditunjukkan pada Gambar 4 dan tabel 1. Hasil analisis ketebalan layer antara dispersan U_3Si_2 dengan matrik Al pada bagian *bottom* disajikan pada tabel 1. Layer yang terbentuk relatif merata dengan ketebalan rata-rata 1,839 μm .



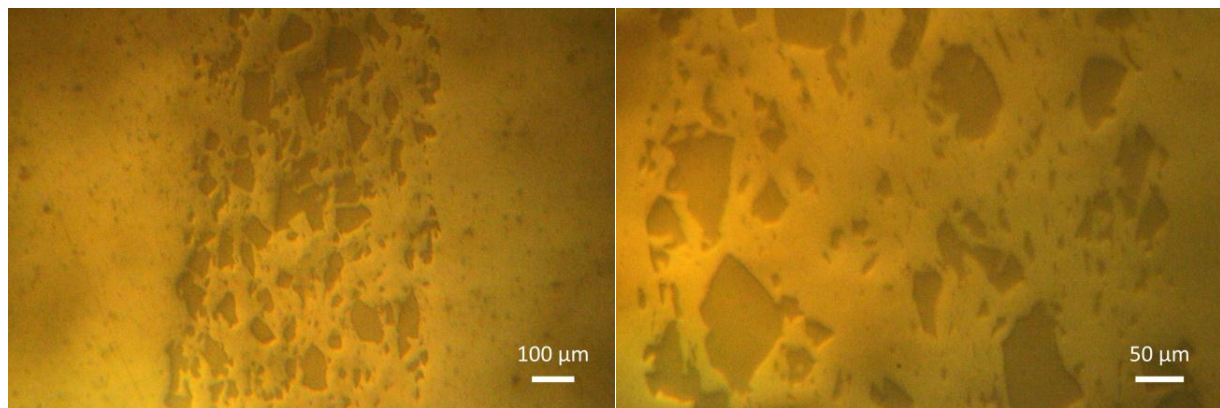
Gambar 4. Pengukuran layer PEB U_3Si_2/Al bagian *bottom* pada perbesaran 500-800 kali, kondisi *as-polished*

Tabel 1. Hasil pengukuran ketebalan layer PEB U_3Si_2/Al bagian *bottom*

	1	2	3	4	5	6	7	Rata-rata
IL	1,545	1,870	1,956	1,695	2,004	1,970	1,837	1,839

Jenis bahan bakar dispersi diharapkan mengungkung partikel bahan bakar sehingga produk fisi dalam bentuk padat maupun gas yang dihasilkan selama proses iradiasi dapat terkumpul disekitar partikel bahan bakar tersebut^[4]. Hal tersebut dimaksudkan agar produk fisi utamanya dalam bentuk gas terdistribusi merata sehingga terhindar dari penggabungan gas membentuk *swelling*. Kemungkinan terbentuknya *swelling* harus ditekan serendah mungkin/dihindari karena dapat menurunkan unjuk kerja bahan bakar^[4].

Hasil pengamatan mikrostruktur pada PEB U_3Si_2-Al pada bagian *middle* ditunjukkan pada Gambar 5.a sampai 5.c. Berdasarkan gambar mikrostruktur tersebut dapat terlihat bahwa *meat* U_3Si_2-Al tidak keluar/terdifusi ke kelongsong $AlMg_2$ sama halnya seperti pada bagian *bottom*. Distribusi U_3Si_2 dalam matriks Al juga terlihat merata seperti terlihat jelas pada Gambar 3.b dengan perbesaran 200x.



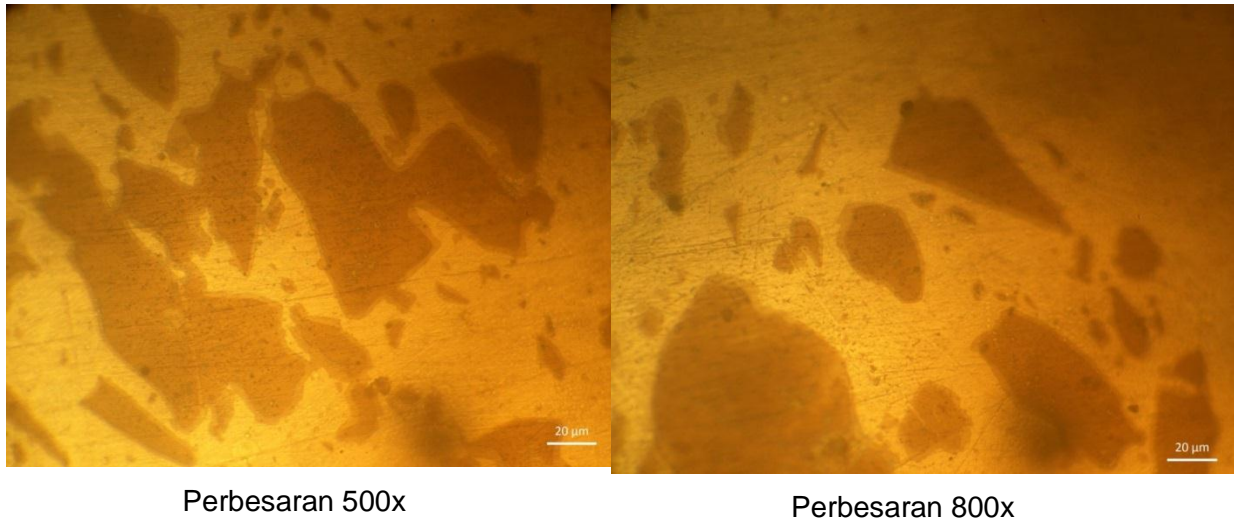
(a)

(b)

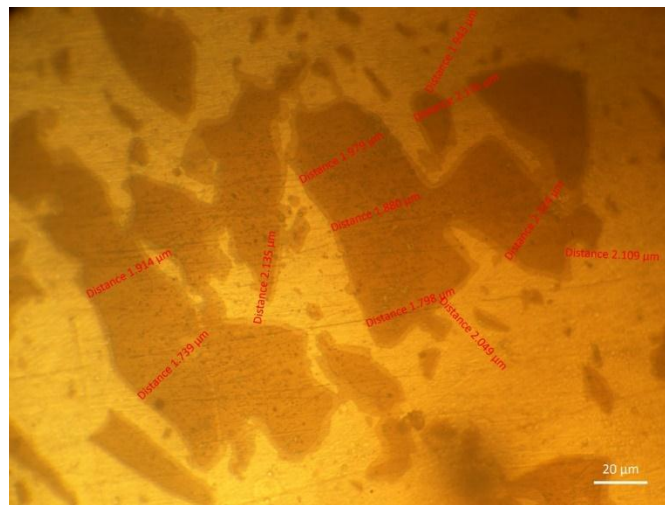
Gambar 5. (a) Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *middle* pada perbesaran 100x^[2],
(b) Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *middle* pada perbesaran 200x^[2]

Gambar 6 menunjukkan struktur mikro PEB U_3Si_2/Al posisi *middle* dengan perbesaran lebih tinggi yaitu sekitar 500-800 kali. Dispersan U_3Si_2 mempunyai ukuran yang beragam yang terdiri dari dispersan ukuran besar dan kecil. Partikel tersebut berada ditengah-tengah matrik Al Dispersan U_3Si_2 berwarna gelap, sedangkan matrik Al berwarna lebih terang. Pada gambar tersebut juga nampak layer pada sekeliling dispersan U_3Si_2 dengan warna relatif lebih terang dibanding dispersan U_3Si_2 . Layer tersebut merupakan

reaksi yang terjadi antara matrik Al dan dospersan U_3Si_2 selama iradiasi di dalam reaktor. Untuk analisis ketebalan layer berdasarkan Gambar 7 dan secara lengkap disajikan dalam Tabel 2. Secara keseluruhan layer yang terbentuk relatif merata disekeliling partikel U_3Si_2 dengan ketebalan antara 1,798 – 2,135 μm dan rerata 1,909 μm .



Gambar 6. Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *middle* pada perbesaran 500-800 kali kondisi *as-polished* pada posisi pengamatan yang berbeda

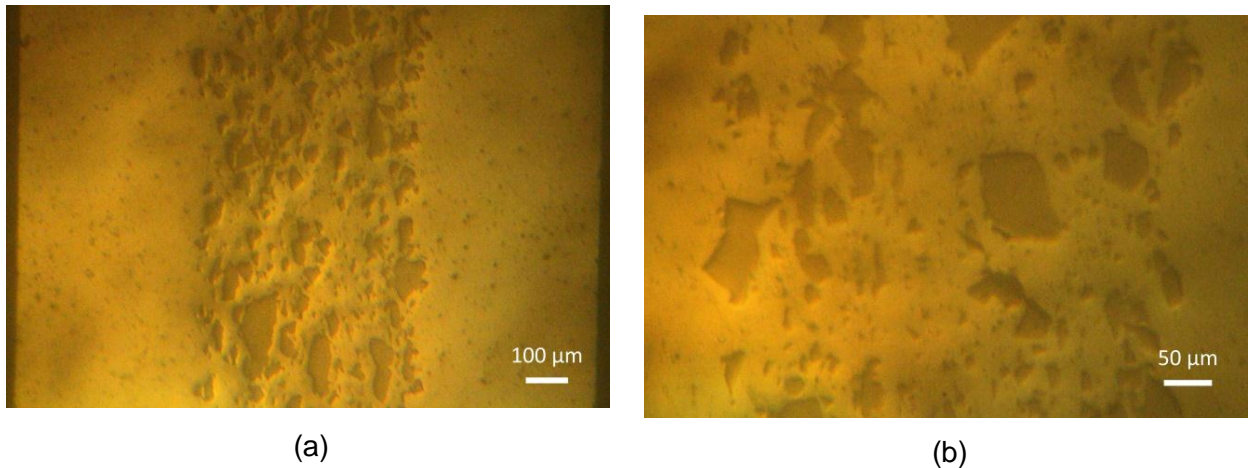


Gambar 7. Pengukuran layer PEB U_3Si_2/Al bagian *middle* pada perbesaran 500 kali kondisi *as-polished*

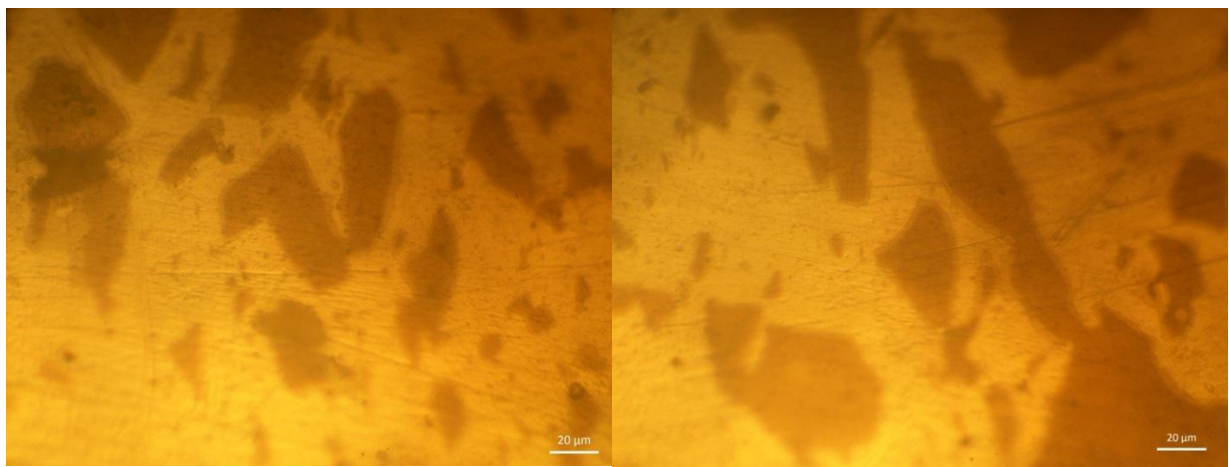
Tabel 2. Hasil pengukuran ketebalan *layer* pada PEB U_3Si_2/Al bagian *middle*

	1	2	3	4	5	6	7	Rata-rata
IL, μm	1,914	1,379	2,135	2,049	1,798	1,979	2,109	1,909

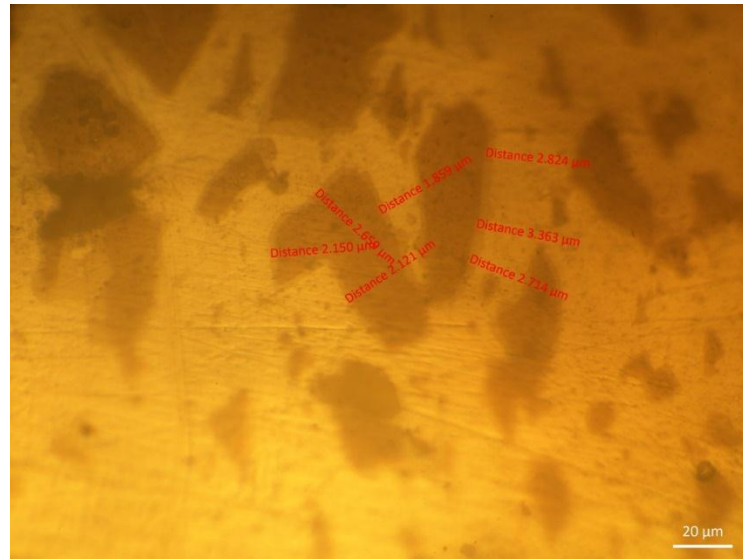
Hasil pengamatan mikrostruktur pada PEB U_3Si_2/Al pada bagian *top* ditunjukkan pada Gambar 8.a sampai 8.b. Berdasarkan gambar mikrostruktur tersebut dapat terlihat bahwa *meat* U_3Si_2/Al tidak keluar ke kelongsong $AlMg_2$ sama halnya seperti pada bagian lainnya. Distribusi U_3Si_2 dalam matriks Al juga terlihat merata seperti terlihat jelas pada Gambar 4.b dengan perbesaran 200x.



Gambar 8. (a) Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *top* pada perbesaran $100\times^{[2]}$,
(b) Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *top* pada perbesaran $200\times^{[2]}$,



Gambar 9. Mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al bagian *top* pada perbesaran 500 kali kondisi *as-polished* pada posisi pengamatan yang berbeda



Gambar 10. Pengukuran layer PEB U_3Si_2/Al bagian *top* pada perbesaran 500 kali kondisi *as-polished*

Tabel 3. Hasil pengukuran ketebalan *layer* pada PEB U_3Si_2/Al bagian *top*

	1	2	3	4	5	6	7	Rata-rata
IL, μm	2,150	2,121	2,659	1,859	2,714	3,363	2,824	2,527

Berdasarkan pengamatan mikrostruktur PEB U_3Si_2/Al pada ketiga bagian yaitu *top*, *middle*, dan *bottom* menunjukkan bahwa terbentuk senyawa antar muka atau *interaction layer* antara dispersan U_3Si_2 dan matrik Al. Senyawa *interaction layer* tersebut terbentuk mengelilingi dispersan secara merata. Pada kondisi poles, terlihat secara kontras dan jelas morfologi *interaction layer* tersebut dengan warna lebih terang dibanding dispersan dan lebih gelap dibanding matrik Al. Ketebalan layer merata kelongsong pada bagian *bottom* adalah 1,839 μm , dengan tebal minimum 1,545 μm dan tebal maksimum 2,004 μm . Pada bagian *middle* adalah 1,909 μm , dengan tebal minimum 1,379 μm dan tebal maksimum 2,135 μm . Sedangkan pada bagian *top* adalah 2,427 μm , dengan tebal minimum 1,859 μm dan tebal maksimum 3,363 μm . Ketebalan IL akan mempengaruhi integritas bahan bakar karena berdampak pada timbulnya cacat swelling. Terbentuknya *swelling* akan mengurangi lebar celah aliran pendingin di dalam bahan bakar yang dapat menurunkan volume aliran pendingin dan berakibat kenaikan temperatur bahan bakar^[3]. Apabila *swelling* terlalu besar, maka aliran pendingin turun dan temperatur bahan bakar naik, yang sangat membahayakan apabila pelat elemen bakar pecah/retak sehingga harus dihindari karena dapat mengontaminasi air pendingin^[3]. Maka untuk menghindari kemungkinan terjadinya

kerusakan bahan bakar selama digunakan di dalam reaktor, integritas bahan bakar dan kelongsong harus terjaga.

KESIMPULAN

Struktur mikro PEB U_3Si_2/Al densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$ dapat dilihat dalam kondisi *as-polished*. Kualitas struktur mikro yang dihasilkan sangat tergantung dari preparasi metalografi dan keterampilan operator dalam mengoperasikan menggunakan manipulator. Parameter preparasi metalografi dari mulai *mounting*, *grinding* dan *polishing* telah ditentukan secara optimal yang disesuaikan dengan kondisi pengoperasian di hot cell. Pembakuan metode uji metalografi ditentukan secara kualitatif yaitu : kerataan permukaan, tidak terdapat jejak goresan, mengkilat seperti cermin atau "*mirror like*". Parameter preparasi metalografi dari mulai proses *mounting*, *grinding* dan *polishing* sampel PEB U_3Si_2/Al densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$ dapat diterapkan untuk sampel uji pasca iradiasi selanjutnya yaitu PEB U_3Si_2-Al densitas $4,8 \text{ gU/cm}^3$. Pada kondisi *as-poled* juga terlihat struktur antar muka atau *interaction* layer pada sekeliling dispersan U_3Si_2 dengan perbesaran 500-800 kali. *Interaction* layer berwarna agak terang dibanding dispersan U_3Si_2 dan lebih gelap dibanding matrik Al dengan ketebalan merata pada posisi *bottom*, *middle* dan *top* berturut-turut adalah: 1,839; 1,909 dan 2,527 μm . Pengamatan struktur mikro pasca iradiasi yang lebih detail sangat penting guna evaluasi menyeluruh integritas bahan bakar setelah iradiasi didalam reaktor. Untuk jejak produk fisi berupa gas atau *bubble* belum terlihat secara jelas karena perbesaran dan resolusi mikroskop sangat terbatas. Pengamatan mikrograf gas *bubble* dan lapisan oksida akan lebih jelas dan kontras jika diamati dengan mikroskop elektron atau SEM dengan detektor SED maupun BED.

DAFTAR PUSTAKA

1. A. Leenaers a,*, S. Van den Berghe a, E. Koonen a, P. Jacquet a, C. Jarousse b, B. Guigon c, A. Ballagny c, L. Sannen. *Microstructure of U3Si2 fuel plates submitted to a high heat flux*. Journal of Nuclear Materials 327 (2004) 121–129
2. M.K.Ajriyanto. A. B.Ginting. Junaedi. "Analisis Metalografi Pelat Elemen Bakar U_3Si_2/Al Pasca Iradiasi Densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$." *Jurnal Ilmiah Daun Bakar Nuklir*. Vol 24.no '1. 2018
3. Nielsen, J. Kresten, Maiboe, Jesper. "*Epofix and Vacuum: An Easy Method to Make Casts of Hard Substrates*". *Palaeontologia Electronica*, vol. 3. 2000.

4. Supardjo, Boybul, A. Kadarjono, "Pengaruh fabrikasi pelat elemen bakar U-7Mo/Al dengan variasi densitas uranium terhadap pembentukan pori di dalam *meat* dan tebal kelongsong," *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*. vol. 8,no. 2, hal. 67–122, 2012.
5. Anonim. "Diktat Teknologi Bahan Bakar dan Elemen Bakar Reaktor Riset." PUSDIKLAT BATAN. 2018