

## PEMERIKSAAN KADAR AIR PADA BERBAGAI BENTUK FISIK $UO_2$

Enung Nurlia, Guntur D.S.  
Pusat Penelitian Teknik Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

### ABSTRAK

PEMERIKSAAN KADAR AIR PADA BERBAGAI BENTUK FISIK  $UO_2$ . Pelet  $UO_2$  yang digunakan untuk bahan bakar reaktor harus mempunyai kadar air yang sangat rendah ( $< 10$  ppm) karena pada suhu tinggi kehadiran uap air yang cukup banyak akan menyebabkan elemen bakar mudah terkorosi. Agar kadar air dalam  $UO_2$  cukup rendah, maka  $UO_2$  ini harus mempunyai daya serap terhadap air yang rendah sehingga pada waktu pembuatan bahan bakar, adanya kontak antara  $UO_2$  dengan udara tidak menyebabkan kadar air dari  $UO_2$  menjadi bertambah. Telah dilakukan penelitian pengaruh bentuk fisik  $UO_2$  terhadap kemudahan menyerap air. Bentuk fisik yang diteliti meliputi bentuk serbuk, pelet mentah dan pelet sinter. Salah satu indikasi kemudahan menyerap air yang diamati disini adalah dengan mengukur kadar air yang terdapat dalam berbagai bentuk fisik tersebut. Pemeriksaan kadar air dilakukan dengan metode coulometri. Dari penelitian ini diperoleh kesimpulan bahwa pelet sinter mempunyai daya serap terhadap air paling rendah dibanding pelet mentah ataupun serbuk.

### ABSTRACT

DETERMINATION OF WATER CONTENT IN SEVERAL PHYSICAL FORM OF  $UO_2$ .  $UO_2$  which used for fuel reactor must have a very low water contain ( $< 10$  ppm), as at high temperature a large amount of moisture will make fuel elemen easy to corrotion. A low water adsorption's is needed in order to keep the water contain of  $UO_2$  low enough, so during the production of fuel, contact between  $UO_2$  with air doesn't cause the increase of water contain. There has been studied of the influence of physical form of  $UO_2$  on the ease of water adsorption. Physical forms observed included powder form, green pellets, and sinter pellets. One of the ease indicators of water adsorption was observed by measuring water contain of all those physical form. Water contain was determinated by Karl Fisher Coulometric Method. According to the research there is a conclusion that sinter pellets have the lowest water adsorption's ability than green pellets and powder form.

### PENDAHULUAN

Pada umumnya reaktor daya menggunakan bahan bakar  $UO_2$  dalam bentuk pelet, tujuannya adalah untuk mencapai konsentrasi  $UO_2$  maksimum per satuan unit volume, selain itu bahan bakar dalam bentuk pelet ini mudah dibuat dan tidak membutuhkan biaya yang tinggi. Pelet-pelet ini kemudian dimasukkan ke dalam kelongsong untuk mencegah terkontaminasinya medium pendingin reaktor oleh produk fisi selama pengoperasian reaktor. [1]

Sebelum dimasukkan ke dalam kelongsong, terhadap pelet dilakukan uji kualitas, diantaranya :

a. uji kualitas fisik yang meliputi :

- pengukuran densitas
- pemeriksaan struktur mikro dan sifat permukaan seperti, ukuran butir, ukuran pori, porositas permukaan, dan lain lain.

- pengukuran bentuk dan dimensi dari pelet
- b. uji kualitas kimia yang meliputi:
  - oksigen uranium ratio (stoikiometri)
  - kandungan gas dan uap air
  - kemurnian

Pelet yang dihasilkan sangat dipengaruhi oleh sifat serbuk  $UO_2$  yang digunakan dan perlakuan yang diberikan selama pembuatan pelet seperti pengompakan dan sintering.

Tujuan dari pengompakan adalah untuk memperoleh pelet dengan bentuk dan ukuran tertentu yang memiliki densitas tinggi sehingga pada saat penyinteran dapat diperoleh pelet yang mampat. [2]

Menurut literatur, setelah pengompakan dapat dicapai rapat massa 75% dari rapat massa teori ( $\rho_t = 10,96 \text{ g/cm}^3$ ) [1].



Adapun yang dimaksud dengan sintering adalah peristiwa pemanasan terhadap suatu serbuk atau suatu pelet yang berasal dari serbuk pada temperatur di bawah titik lelehnya, yang bertujuan untuk menaikkan ketahanan mekanik. Biasanya pengotor dan uap air yang terdapat dalam pelet akan didesak keluar pada proses awal sintering [2]. Setelah proses sintering, maksimum dapat dicapai rapat massa >95% dari rapat massa teori, tergantung dari proses pembuatan pelet, atmosfer furnase yang digunakan dan jenis aditif yang dipakai [1].

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh perubahan bentuk fisik  $UO_2$  terhadap kemampuan menyerap air, mengingat bahwa serbuk  $UO_2$  sebagai bahan bakar nuklir bersifat higroskopis, selain itu adanya uap air dalam jumlah yang cukup banyak dalam  $UO_2$  (>10 ppm) dapat membahayakan operasi reaktor, karena pada suhu tinggi kehadiran uap air ini akan menyebabkan kelongsong bahan bakar mudah terkorosi.

## ALAT, BAHAN DAN TATA KERJA

### Alat

Timbangan semi analitis; timbangan analitis merk Sartorius; peralatan gelas; spatel; aluminium foil; mesin pencampur; mikrometer merk Mitutoyo; tungku sinter; mesin press hidrolik; 684 KF Coulometer.

### Bahan

Serbuk  $UO_2$  asal Jogja (NUDPU); Zn Stearat; akuades; etanol; Karl-Fischer Reagenz Pyridinfrei; gas oksigen; gas nitrogen; gas hidrogen.

### Tata kerja

#### Prinsip kerja alat

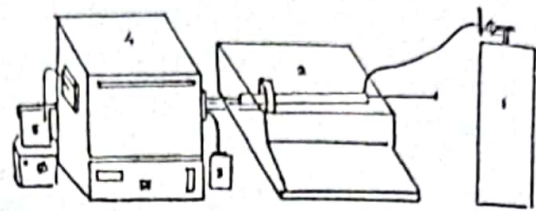
Metode yang digunakan untuk penentuan kadar air ini adalah titrasi Coulometri menggunakan alat ukur kadar air 684 KF Coulometer (Gambar 1).

Adapun prinsip kerja alat ini adalah sebagai berikut :

Pertama-tama alat dihidupkan dan dikondisikan dengan mengatur parameter titrasi sebagai berikut :

#### 1. Display of drift in $\mu\text{g}/\text{min}$ .

Nilai ini didasarkan pada besarnya arus sisa yang diperlukan untuk pengkondisian titik akhir pada keadaan diam (tidak terjadi titrasi). Arus sisa ini dikonversikan ke dalam



#### Keterangan :

1. Gas pembawa
2. 684 KF Coulometer
3. Pengering
4. Pemanas
5. Bejana titrasi

Gambar 1. Skema alat ukur 684 KF Coulometer dan oven pemanas.

#### Keterangan:

1. Gas pembawa; 2. 684 KF Coulometer;
3. Pengering; 4. Pemanas; 5. Bejana titrasi.

$\Delta m(H_2O)/\Delta t$  dan diterakan bersama dalam tanda DRIFT. Nilai ini akan berkurang secara kontinyu selama titrasi. Nilai DRIFT yang negatif menunjukkan bahwa titik akhir telah dilampaui atau cuplikan melepaskan iodium.

#### 2. Delay Time

Titrasi berakhir jika sinyal penunjuk tetap di bawah voltase titik akhir selama interval waktunya lebih lama dari pada *delay time*. Jika setelah titrasi nilai DRIFT menurun secara tajam maka *delay time* harus ditingkatkan. *Delay time* yang terlalu lama menyebabkan kesalahan pengukuran bertambah.

#### 3. Waktu Ekstraksi

Waktu ekstraksi diatur sesuai dengan waktu yang diperlukan oleh cuplikan untuk mengeluarkan semua kandungan airnya. Untuk cuplikan yang mudah mengeluarkan air maka waktu ekstraksinya singkat sedangkan cuplikan yang susah mengeluarkan kandungan airnya maka waktu ekstraksinya lebih lama.

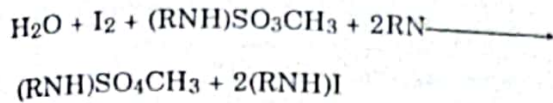
#### 4. Pengaturan voltase titik akhir

Setelah pengkondisian selesai maka pengukuran kadar air dapat dilakukan dengan prinsip sebagai berikut :

Cuplikan yang akan diperiksa kadar airnya dimasukkan ke dalam tabung pemanas yang bisa diatur temperaturnya, biasanya digunakan temperatur di atas titik didihnya. Selanjutnya air yang keluar dari cuplikan melalui penguapan dibawa oleh aliran gas pembawa (gas Nitrogen) menuju bejana titrasi. Di dalam



bejana titrasi ini uap air bereaksi dengan Karl Fisher Reagenz Pyrinfrei yang mengandung  $I_2$  seperti pada reaksi berikut :



Penentuan jumlah air yang terkandung dalam cuplikan didasarkan pada fakta seperti yang digambarkan oleh persamaan di atas, yaitu bahwa jumlah  $I_2$  yang dipakai ekuivalen dengan jumlah  $H_2$ .

Sebelum pengukuran kadar air dari cuplikan, sebagai tindakan kalibrasi terlebih dahulu dilakukan pengukuran kadar air terhadap zat yang kadar airnya sudah diketahui dengan pasti. Tujuannya adalah untuk mengetahui keakuratan dari alat yang digunakan.

Dalam titrasi coulometri Karl Fisher ini iodium yang diperlukan dihasilkan langsung secara elektrokimia dalam bejana titrasi itu sendiri. Hubungan antara jumlah listrik yang dilewatkan dengan jumlah iodium yang dihasilkan digunakan untuk memperkirakan jumlah iodium. Penentuan titik akhir dilakukan dengan menggunakan metode voltametri. Arus bolak balik digunakan oleh sepasang elektroda indikator. Penurunan voltase yang mencolok terjadi bila ada kelebihan sejumlah kecil iodium. Fakta ini digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi [4].

#### Prosedur pengerjaan

1. Mengukur kadar air yang terdapat dalam serbuk  $UO_2$
2. Membuat pelet mentah dari serbuk  $UO_2$  dengan penambahan Zn-Stearat 0,3% sebagai pelumas dan tekanan pengepresan bervariasi dari  $40 \text{ kg/cm}^2$  sampai  $90 \text{ kg/cm}^2$ .
3. Melakukan karakterisasi terhadap pelet mentah yang meliputi pengukuran panjang, diameter dan penimbangan berat pelet yang dihasilkan serta penghitungan rapat massa pelet yang dihasilkan.
4. Mengukur kadar air yang terdapat dalam pelet mentah
5. Melakukan penyinteran terhadap pelet mentah dengan rapat massa tertentu, pada temperatur  $1700 \text{ }^\circ\text{C}$  dengan *soaking time* sekitar 3 jam
6. Melakukan karakterisasi terhadap pelet hasil sinter
7. Mengukur kadar air terhadap pelet yang baru disinter

8. Mengukur kadar air yang terdapat dalam pelet sinter yang telah disimpan untuk jangka waktu tertentu

#### HASIL PENELITIAN

Dalam penelitian dipelajari pengaruh perubahan bentuk fisik  $UO_2$  akibat proses yang terjadi selama peletisasi terhadap daya serap air. Bentuk fisik yang diteliti meliputi bentuk serbuk, pelet mentah dan pelet sinter. Indikasi yang diamati untuk melihat kemudahan menyerap air adalah kandungan air yang terdapat dalam berbagai bentuk fisik tersebut. Hasil pengukuran kandungan air untuk berbagai bentuk fisik tersebut disajikan dalam Tabel 1 sampai 3.

Tabel 1. Kadar air serbuk  $UO_2$

No.	Massa Serbuk (g)	Jumlah air ( $\mu\text{g}$ )	Kadar air (%)
1	1,01218	3151	0,31
2	0,98128	3520	0,36
3	1,07674	4255	0,40
4	1,18104	3584	0,30
5	1,01756	4414	0,42
6	1,03541	3805	0,36
Rata <sup>2</sup>			0,36

Tabel 2. Kadar air pelet mentah

Kode pelet	$\rho$ ( $\text{g/cm}^3$ )	Massa (g)	Jumlah air ( $\mu\text{g}$ )	Kadar air (%)
4,0	4,8934	7,00957	34994	0,499
5,0	5,1800	7,34430	37986	0,517
6,0	5,2940	7,04946	36484	0,513
7,0	5,4590	6,92587	33613	0,483
8,0	5,5360	7,82319	37883	0,484
9,0	5,6280	7,59567	40099	0,529

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa kandungan air dalam serbuk  $UO_2$  bervariasi dari 0,31% sampai 0,42% dengan harga rata-rata 0,36%, harga yang bervariasi ini disebabkan oleh pengambilan cuplikan secara acak dari tempat yang berlainan.

Pemeriksaan kadar air pada pelet mentah dilakukan terhadap pelet dengan tekanan pe-



Tabel 3. Kadar air pelet sinter setelah disimpan 8 bulan

Kode pelet	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	Massa (g)	Jumlah air ( $\mu$ g)	Kadar air (%)
4,0	10,56	7,87538	16,80	0,0002
5,0	10,59	8,13169	0,00	0,0000
6,0	10,59	8,24321	0,00	0,0000
7,0	10,62	8,01279	37,80	0,0005
8,0	10,65	8,17446	0,00	0,0000
9,0	10,69	8,88921	0,00	0,0000

ngepresan bervariasi dari 40 kg/cm<sup>2</sup> sampai 90 kg/cm<sup>2</sup>. Dari tekanan pengepresan tersebut diperoleh pelet dengan rapat massa 4,89 g/cm<sup>3</sup> sampai 5,63 g/cm<sup>3</sup>, data hasil pengukuran kadar air dalam pelet mentah untuk berbagai tekanan pengepresan dapat dilihat pada Tabel 2. Dari data tersebut terlihat bahwa kandungan air dalam pelet berkisar dari 0,48% sampai 0,53%. Dari data tersebut tidak nampak pengaruh tekanan pengepresan terhadap kemampuan menyerap air dari pelet yang dihasilkan.

Jika dibandingkan dengan kadar air yang ada pada serbuk UO<sub>2</sub> terlihat bahwa kadar air pada pelet mentah lebih tinggi. Fenomena ini menunjukkan bahwa pengepresan saja tidak menurunkan daya serap UO<sub>2</sub> terhadap air. Sedangkan tingginya kadar air pada pelet mentah dibandingkan dengan kadar air pada serbuk UO<sub>2</sub> mungkin disebabkan oleh kesempatan kontak dengan udara yang mengandung uap air lebih besar pada waktu pembuatan pelet. Hasil pengukuran kadar air pada pelet yang baru disinter menunjukkan harga nol untuk semua pelet sinter yang berasal dari pelet mentah dengan berbagai tekanan pengepresan. Hasil pengukuran kadar air pada pelet sinter yang telah disimpan selama 8 bulan dalam kondisi penyimpanan normal dapat dilihat pada Tabel 3. Dari tabel tersebut dapat dilihat meskipun sudah disimpan lama kandungan airnya masih relatif kecil di bawah persyaratan yang diizinkan.

## PEMBAHASAN DAN KESIMPULAN

Secara teoritis bentuk fisik suatu benda akan berpengaruh terhadap kemampuannya untuk menyerap air, hal ini terutama bila dihubungkan dengan luas permukaan spesifik yang dapat berkontak langsung dengan udara yang mengandung air. Makin besar luas per-

mukaan spesifik suatu benda maka kemampuannya menyerap airpun akan semakin besar. Oleh karena itu dapat diduga bahwa kadar air yang terdapat dalam serbuk akan lebih besar dari kadar air yang terdapat dalam pelet mentah ataupun pelet sinter.

Fenomena tersebut di atas dapat dilihat pada penelitian yang telah dilakukan. Jika Tabel 1 dibandingkan dengan Tabel 3 terlihat bahwa kadar air dalam pelet sinter jauh lebih kecil dibanding dengan kadar air dalam pelet mentah ataupun serbuk. Bahkan untuk pelet sinter yang telah disimpan selama delapan bulan pun kadar airnya masih tetap nol.

Dari hasil yang telah diperoleh tersebut, maka kita dapat juga memperkirakan bahwa kadar air dalam pelet mentah akan lebih kecil dari kadar air dalam serbuk, dan untuk pelet mentah sendiri, makin tinggi rapat massa dari pelet yang dihasilkan maka kadar airnya akan semakin kecil, karena pelet dengan rapat massa yang makin tinggi maka luas permukaan spesifiknya akan makin kecil.

Jika dibandingkan Tabel 1 dengan Tabel 2 terlihat bahwa kadar air dalam pelet mentah lebih besar dari pada kadar air dalam serbuk. Hal ini tidak berarti bahwa serbuk mempunyai daya serap terhadap air yang lebih kecil dibandingkan dengan pelet mentah tetapi disebabkan serbuk yang diukur kadar airnya diambil dari wadah yang tertutup rapat, sedangkan pelet mentah yang diukur kadar airnya telah mengalami kontak yang cukup lama dengan udara terbuka selama proses pembuatan sampai pengukuran sehingga memungkinkan menyerap air lebih banyak.

Adapun sebagai penyebab tidak menurunnya daya serap air pada pelet mentah jika dibandingkan dengan pelet sinter dikarenakan pelet mentah masih merupakan serbuk yang terikat satu dengan yang lain akibat adanya penekanan dan terjadinya densifikasi.

Densifikasi terjadi karena adanya gerakan dan penyusunan bersama diantara partikel dan juga terjadinya deformasi plastik dari partikel pada tekanan yang realtif besar. Sedangkan pada pelet sinter, akibat perlakuan panas yang diterimanya maka serbuk yang telah dikompakkan itu berubah menjadi suatu sistem materi yang bersifat koheren dan kompak sebagai akibat adanya ikatan antara partikel dan adanya pengurangan kekosongan antar butir sampai kepada penutupan pori yang menghasilkan pengurangan dimensi.



## DAFTAR PUSTAKA

1. Belle, J., Uranium dioxide, properties and nuclear application, United States Atomic Energy Commission, Washington 25 D.C. (1961).
2. Muchlis, B., Pengompakan dan Sintering, Diklat Elemen Bakar Nuklir. PPTN-BATAN. (1984).
3. Manual 684 KF Coulometer
4. Vogel, A Text-book of Quantitative Inorganic Analysis, Third Ed, Longmans (1961).
5. Shaw, N, J., Powder metallurgy international, Vol. 21 (1989).

## DISKUSI

### Siti Amini:

1. Adanya kesimpulan bahwa lebih besarnya kadar air pada pelet mentah dari pada kadar air dalam serbuk, bukannya semata-mata bahwa pada pelet serapannya lebih besar, melainkan perencanaan percobaannya agar perlakuan prosesnya sedemikian rupa sehingga tidak terjadi adanya parameter *experimental error* yang akan menimbulkan kesalahan interpretasi data.

### Enung Nurlia:

1. Yang ingin kita amati justru penyerapan air oleh bentuk-bentuk sebagaimana adanya, jadi kita ingin mengetahui dalam kondisi penyimpanan normal bagaimana kandungan airnya. Dan setelah penelitian dilakukan ternyata bahwa pelet sinter mempunyai kandungan air yang cukup kecil.
2. Data ini belum dilengkapi dengan data pengukuran *surface area* tetapi kami menyimpulkan hal di atas setelah melihat bahwa pelet sinter untuk berbagai tekanan pengepresan ternyata mempunyai densitas hampir sama maka diasumsikan porositas hampir sama dan mempunyai kadar air yang hampir sama.

### Herlan Martono:

1. Apakah sifat fisik yang dimaksud dipengaruhi temperatur sintering dan kekuatan mekanik waktu sintering yang menghasilkan pori tertentu yang mengakibatkan kandungan air berbeda ?
2. Bagaimana jika penentuan kandungan air dipanaskan saja sampai berat tetap (yang lepas air bebas) atau proses pengeringan ?

### Enung Nurlia:

1. Temperatur dan lamanya waktu sinter mempengaruhi densitas pelet yang dihasilkan, otomatis dengan kenaikan densitas akan menurunkan porositas dan menaikkan kekuatan mekanik. Turunnya porositas, menurunkan luas permukaan dan mengurangi jumlah air yang terserap.
2. Metode ini hanya bisa digunakan untuk penentuan kadar air dalam orde persen, sedangkan kadar air dalam pelet diharuskan dalam orde ppm.

### Indro Yuwono:

Saran: Sebaiknya judul disesuaikan dengan hasil penelitian karena bentuk fisik yang diteliti hanya dua dan hasilnya berbeda dengan teori.

### Enung Nurlia:

Terimakasih atas sarannya, dan akan kami pikirkan judul yang lebih cocok.

**Supardjo:**

1. Bagaimana cara menghilangkan udara dalam titrator sebelum scap air dari cuplikan masuk titrator ?
2. Seandainya terjadi kebocoran dalam sistem titrator, apakah tidak berpengaruh terhadap hal pengukuran?
3. Saran: Pembahasan harus disesuaikan dengan judul dan dalam penelitian ini variabelnya harus diperhatikan, karena dalam penelitian ini semua variabel berubah-ubah, tanpa ada yang dibuat konstan, sehingga dengan demikian sulit untuk menyimpulkannya.

**Enung Nurlia:**

1. Sebelum pengukuran uap air yang terdapat dalam cuplikan dimulai, terlebih dahulu alat dikondisikan untuk menghilangkan semua air yang terdapat dalam alat ukur, selama pengkondisian ini, pada *display* diterakan *Wait*, sedang setelah semua air hilang alat siap untuk digunakan, pada *display* diterakan *Water 0*, kemudian disusul dengan peneraan *Ready*.
2. Bila ada kebocoran pada alat, tentu saja akan mempengaruhi hasil pengukuran, tetapi hal ini akan diketahui dari *error message* yang diterakan pada *display*. Selain itu untuk mengecek keakurasian alat, biasanya dilakukan kalibrasi terlebih dahulu dengan menggunakan zat yang kandungan airnya sudah diketahui.