

PENGUASAAN PERALATAN FABRIKASI KERNEL UO_2 TERSINTER MENGGUNAKAN MATERIAL SURROGATE

Sukarsono, Sugeng Riyanto, Sarjono, Sri Rinanti S,
Dedy Husnurrofiq, Darmanto,
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir

ABSTRAK

Peralatan fabrikasi kernel UO_2 tersinter digunakan untuk menyiapkan bahan kernel UO_2 tersinter yang akan digunakan untuk pembuatan bahan bakar reaktor daya eksperimental. Reaktor daya eksperimental yang merupakan reaktor suhu tinggi berpendingin gas direncanakan akan dibangun di Kawasan Puspipstek Serpong. Penggunaan bahan nuklir untuk penelitian pembuatan kernel UO_2 tersinter sering kali mengalami kendala karena penggunaan bahan nuklir yang harus memenuhi persyaratan tertentu, sehingga digunakan bahan pengganti yaitu kernel $(Zr,Ce)O_2$. Peralatan pokok pada pembuatan kernel $(Zr,Ce)O_2$ ini meliputi pembuatan larutan sol, proses gelasi larutan sol menjadi gel zirkonium-cerium, pencucian gel, pengeringan gel, kalsinasi, reduksi, dan sintering. Penguasaan peralatan pabrikan meliputi penguasaan pengoperasian alat dan penguasaan modifikasi serta perbaikan peralatan penelitian. Pengoperasian alat gelasi perlu memperhatikan hal-hal yang menentukan terhadap pembuatan gel yang baik, agar hasil yang diperoleh dapat dilanjutkan dengan proses-proses berikutnya. Gel yang baik dapat diproses menjadi kernel tersinter yang memenuhi syarat untuk dikenakan proses pelapisan menjadi partikel terlapis. Pada penguasaan pengoperasian peralatan gelasi, tetesan sol pada *nozzle* penetes sangat menentukan hasil gel akan menjadi gel yang seragam dan bulat atau harus dibuang. Variabel yang mempengaruhi untuk mendapat gel yang baik dan seragam, antara lain adalah ketinggian *nozzle*. Ketinggian *nozzle* tidak terlalu berlebihan agar tetesan sol sewaktu jatuh di atas medium gelasi tidak berubah bentuk. Ketahanan tetesan sol tidak berubah bentuk pada waktu jatuh ke media gelasi, juga disebabkan karena *presolidifikasi* permukaan tetes sudah baik. *Presolidifikasi* bisa terjadi kalau kolom di atas medium gelasi, terisi gas NH_3 dengan konsentrasi yang cukup untuk terjadinya *presolidifikasi* tetes sol. Untuk mengatur aliran gas NH_3 , perlu ada kesetimbangan antara kecepatan alir gas dari tabung gas dan penyedotan vakum gas dari kolom. Kecepatan alir gas yang baik adalah 3 L/menit. Tetesan sol dari *nozzle* penetes dapat menghasilkan gel yang bulat dan seragam, juga memerlukan kesesuaian antara 3 variabel. Ketiga variabel tersebut yaitu, frekuensi vibrasi, amplitudo vibrasi dan laju alir tetesan larutan sol. Kesesuaian antara 3 variabel tersebut dapat menghasilkan tetesan yang terpisah, seragam dan bulat. Frekuensi vibrasi yang baik adalah 90 – 110 Hz. Terdapat hubungan linier antara frekuensi dan laju alir sol, semakin besar frekuensi vibrasi, semakin besar laju alir sol. Viskositas larutan sol juga mempunyai batasan agar supaya larutan sol dapat digelasi atau tidak. Nilai viskositas larutan sol yang baik adalah 40 – 90. Semakin besar viskositas larutan sol, semakin kecil laju alir larutan sol yang menghasilkan tetesan yang stabil dan terpisah. Penguasaan peralatan proses dengan modifikasi dan perbaikan alat dilakukan terhadap beberapa alat proses. Alat *furnace* yang digunakan untuk proses kalsinasi, dituntut mempunyai peralatan kontrol sehingga dapat diset kecepatan pemanasan dan pendinginan dan dapat diset suhu tetap beberapa kali selama proses kalsinasi. Telah dilakukan modifikasi *furnace* kalsinasi mulai dari penggantian elemen pemanas dan pemasangan alat kontrol sehingga proses kalsinasi dapat dilakukan secara terkontrol. Kontrol kenaikan suhu dan seting suhu kalsinasi beberapa kali dapat dijalankan pada *furnace* setelah modifikasi dan perbaikan. Ujicoba *furnace* kalsinasi sudah dilakukan dan alat dapat beroperasi dengan baik. *Furnace* reduksi digunakan untuk mereduksi bahan valensi tinggi ke valensi rendah seperti U_3O_8 menjadi UO_2 atau Ce_2O_3 menjadi CeO_2 . *Furnace* reduksi seperti halnya *furnace* kalsinasi, alat ini juga sudah dapat diprogram untuk seting kecepatan pemanasan maupun pendinginan serta beberapa kali pemanasan pada suhu tetap. *Furnace* reduksi sudah diujicoba dan hasilnya baik.

Kata Kunci : fabrikasi, kernel, surrogate

PENDAHULUAN

Penelitian Pembuatan Bahan Bakar Reaktor Suhu Tinggi, dilakukan untuk

mempersiapkan bahan bakar reaktor daya eksperimental (RDE). Reaktor daya eksperimental sudah dicanangkan pemerintah melalui rencana Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) untuk dibangun di Indonesia. Reaktor RDE tersebut merupakan reaktor suhu tinggi (RST) berpendingin gas atau sering disebut *gas cooled high temperatur reactor (GCHTR)*. Reaktor RDE direncanakan mempunyai daya 10 MW termal dan akan dibangun di Kawasan Puspiptek, Serpong Tangerang. Kelebihan reaktor suhu tinggi berpendingin gas diantaranya adalah efisiensi bahan bakar yang tinggi, tidak akan terjadi pelelehan bahan bakar apabila terjadi kecelakaan dan disamping menghasilkan listrik juga masih mempunyai sisa panas yang dapat digunakan pada proses industri ^{[1][2]}.

Proses pembuatan bahan bakar reaktor suhu tinggi dimulai dari pemurnian uranium, pembuatan partikel UO_2 tersinter dengan diameter sekitar 0,5 cm dari larutan uranil nitrat, kemudian proses pelapisan yang melapis partikel UO_2 tersinter menjadi partikel UO_2 terlapis (*coated particles*) dan pengompakan partikel terlapis menjadi elemen bahan bakar RST diameter 6 cm^[3].

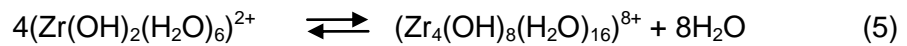
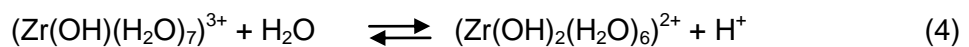
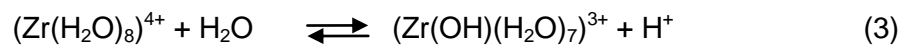
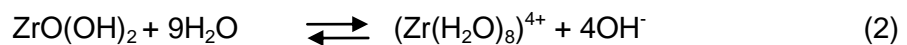
Proses pembuatan partikel UO_2 tersinter, dimulai dengan pelarutan *tri uranium oksida* (U_3O_8) murni menjadi uranil nitrat murni menggunakan pelarut asam nitrat, kemudian dibuat larutan sol umpan proses gelas dengan penetralan dan menambahkan bahan aditif menggunakan PVA, dan THFA. Larutan sol dikenakan proses gelas menggunakan alat gelas menjadi gel *ammonium diuranat* (ADU) yang bulat dan seragam dengan diameter tertentu. Gel ADU dengan diameter tertentu tersebut dikeringkan sambil divakum, dikalsinasi, direduksi dan disintering menghasilkan partikel UO_2 dengan diameter sekitar 5 mm yang tidak pecah, bulat dan seragam ^{[3][4]}.

Dalam penelitian pembuatan partikel tersinter, agar penelitian dapat leluasa dilakukan, bahan uranium diganti dengan menggunakan bahan pengganti (*surrogate*) yang mempunyai sifat-sifat fisis mendekati uranium. Sifat bahan pengganti identik mulai proses pembuatan sol sampai sintering. Bahan yang digunakan adalah zirkonium yang distabilkan dengan cerium. Proses pembuatan partikel terlapis (Zr-Ce) O_2 sebagai pengganti UO_2 dapat dilihat dalam Gambar 1 ^{[5][6]}.

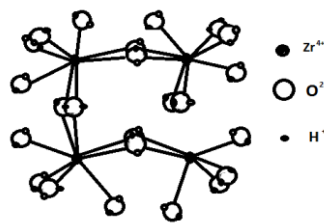
Proses gelas terhadap larutan sol zirkonium dan cerium nitrat terjadi karena polimerisasi zirkonium dan cerium nitrat pada pH tinggi membentuk polimer pada proses gelas. Tetes larutan zirkonium nitrat dan cerium nitrat diteteskan pada medium ammonium hidroksida terjadi polimerisasi karena reaksi hidrolisa antara senyawa nitrat dengan air pada pH tinggi. Penambahan bahan aditif untuk mengikat hasil polimerisasi sehingga setelah terjadi pepadatan masih berbentuk butiran. Proses gelas menggunakan prinsip tetes bola jatuh dalam medium gelas. Tetes bola jatuh berbentuk bola karena terjadinya kesetimbangan gaya-gaya pada tetes bola yang jatuh melalui media gas maupun cair.

Agar supaya tidak terjadi perubahan bentuk sewaktu jatuh pada permukaan cairan, tetes larutan sol dilewatkan kolom yang berisi gas NH₃, dan terjadi *presolidifikasi*. Pada *presolidifikasi* terjadi pengerasan permukaan tetes sol sebelum jatuh pada medium gelas. Tetes larutan sol kemudian jatuh pada medium gelas berisi larutan ammonium hidroksida (NH₄OH) dan turum melewati medium NH₄OH menuju pemampung gel pada dasar kolom. Selama tetes sol melewati medium gelas, terjadi proses pemadatan tetes sol menjadi partikel padat berbentuk butiran bulat^{[6][7]}.

Inti dari proses gelas adalah perubahan pH yang menyebabkan terjadinya proses hidrolisa dan polimerisasi. Pada waktu tetes sol masuk dalam media gelas, terjadi perubahan pH sekitar 10, sehingga terjadi reaksi pengomplekan dan polimerisasi yang memadatkan tetesan sol menjadi gel. Mekanisme reaksi pengomplekan dan pembentukan gel pada gelas zirkonium nitrat dapat dijelaskan sbb: Sol yang mengandung cerium nitrat dan zirkonium nitrat bereaksi dengan larutan NH₄OH, terjadi reaksi pengkomplekan sebagai berikut[8][9]:

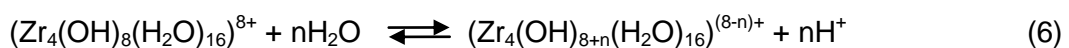


(Zr₄(OH)₈(H₂O)₁₆)⁸⁺ disebut sebagai ion kompleks zirkonium tetrametrik

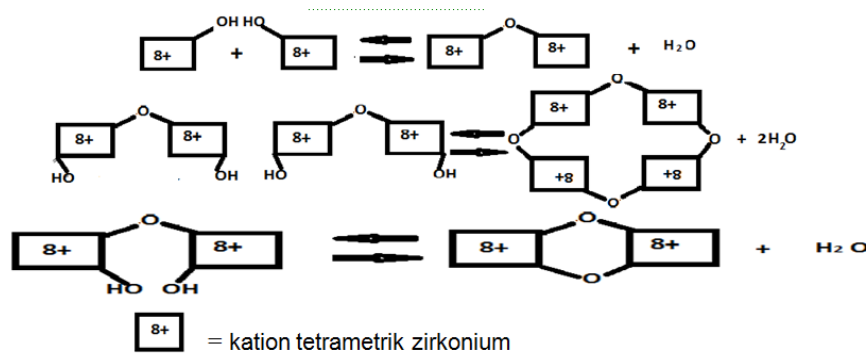


Gambar1. Komplek zirkonium tetrametrik

Reaksi hidrolisa berlanjut dan terjadi polimerisasi menjadi gel zirkonium



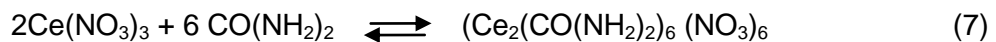
Secara simbolik reaksi tersebut dapat digambar seperti pada Gambar 3.



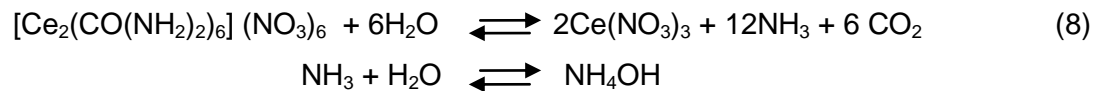
Gambar 2. Mekanisme terjadinya polimerisasi pada gel zirkonium

Demikian juga cerium nitrat, dengan tambahan bahan aditif seperti PVA dan THFA, bereaksi dengan ammonium hidroksi membentuk senyawa kompleks. Reaksi cerium nitrat yang dianalogikan dengan reaksi polimerisasi uranium nitrat adalah sbb^[10]:

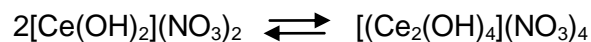
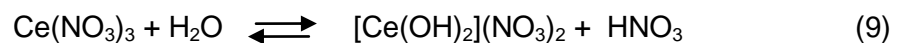
Reaksi cerium dengan urea



Reaksi peruraian dengan adanya panas



Reaksi hidrolisa cerium nitrat pada proses polimerisasi



Dan seterusnya sehingga terjadi polimerisasi dari cerium nitrat menjadi gel cerium.

Senyawa kompleks cerium menyebabkan tetesan sol menjadi keras membentuk gel cerium hidroksida. Gabungan antara Zr dan Ce hidroksida yang berpolimerisasi, membentuk gel yang baik dan apabila dikalsinasi menjadi oksida akan membentuk campuran stabil karena tidak ada perubahan struktur kristal apabila dipanaskan sampai 1500°C.

Penetesan larutan sol melalui nozzle disertai dengan vibrasi nozzle pada frekuensi dan amplitudo tertentu. Sistem vibrasi *nozzle* selama proses gelasi bertujuan untuk menghasilkan tetesan yang bulat, terpisah dan diameter seragam. Pada pengoperasian alat gelasi, terdapat hubungan yang saling tergantung antara variabel operasi alat dan sifat-

sifat larutan sol yang menjadi umpan alat gelasi. Kecepatan alir sol berbanding lurus dengan frekuensi vibrasi nozzle. Hubungan antara frekuensi dan kecepatan alir mengikuti persamaan berikut^[11]:

$$Q = \frac{\pi d^3}{6} \cdot f \quad (11)$$

Dengan

Q = kecepatan alir sol

d = diameter partikel gel

f = frekuensi vibrasi

Menurut Matthews^[12], tetesan sol terbentuk karena keseimbangan gaya berat tetes yang jatuh dari *nozzle* dan tahanan oleh *nozzle*. Ketika tetes sol jatuh gaya berat sol ditambah kekuatan kinetik dari fluida yang mengalir keluar dari lubang *nozzle* melebihi gaya yang bekerja menahan tetes jatuh pada orifice (tegangan antar muka ditambah gaya tekan keatas dari media). Volume tetes (untuk pada aliran yang rendah) dapat dinyatakan dengan persamaan

$$V_s = \frac{F\pi\gamma D_o}{g\Delta\rho} \quad (12)$$

Dengan:

- Vs = Volume tetes
- γ = tegangan antar muka
- D_o = diameter *nozzle*
- g = gravitasi
- $\Delta\rho$ = beda densitas antara dua fluida
- F = Faktor koreksi tetes tinggal di *nozzle*

METODOLOGI

Pembuatan Alat Pelarutan Otomatis

Pelarutan serbuk U₃O₈ atau bahan pengganti Zr nitrat dan cerium nitrat, dilakukan dengan memasukkan serbuk dan bahan pelarut ke dalam reaktor pelarutan secara perlahan-lahan sambil mengatur reaksi yang terjadi dalam reaktor. Pengaturan tersebut perlu untuk mengendalikan gas yang terjadi selama reaksi karena reaksi tersebut menimbulkan gas. Pada proses menggunakan bahan nuklir, kontak operator dengan bahan nuklir dikurangi sedemikian rupa sehingga operator tidak lama kontak dengan bahan nuklir. Salah satu cara mengurangi kontak operator dengan bahan nuklir adalah dengan membuat sistem pelarutan yang otomatis. Sistem pelarutan otomatis tersebut dibuat menggunakan timbangan otomatis sehingga pemasukan bahan ke dalam reaktor otomatis menurut urutan tertentu dan terprogram. Program mengatur pemasukan bahan secara otomatis ke dalam penimbang, kemudian setelah mencapai berat tertentu bahan

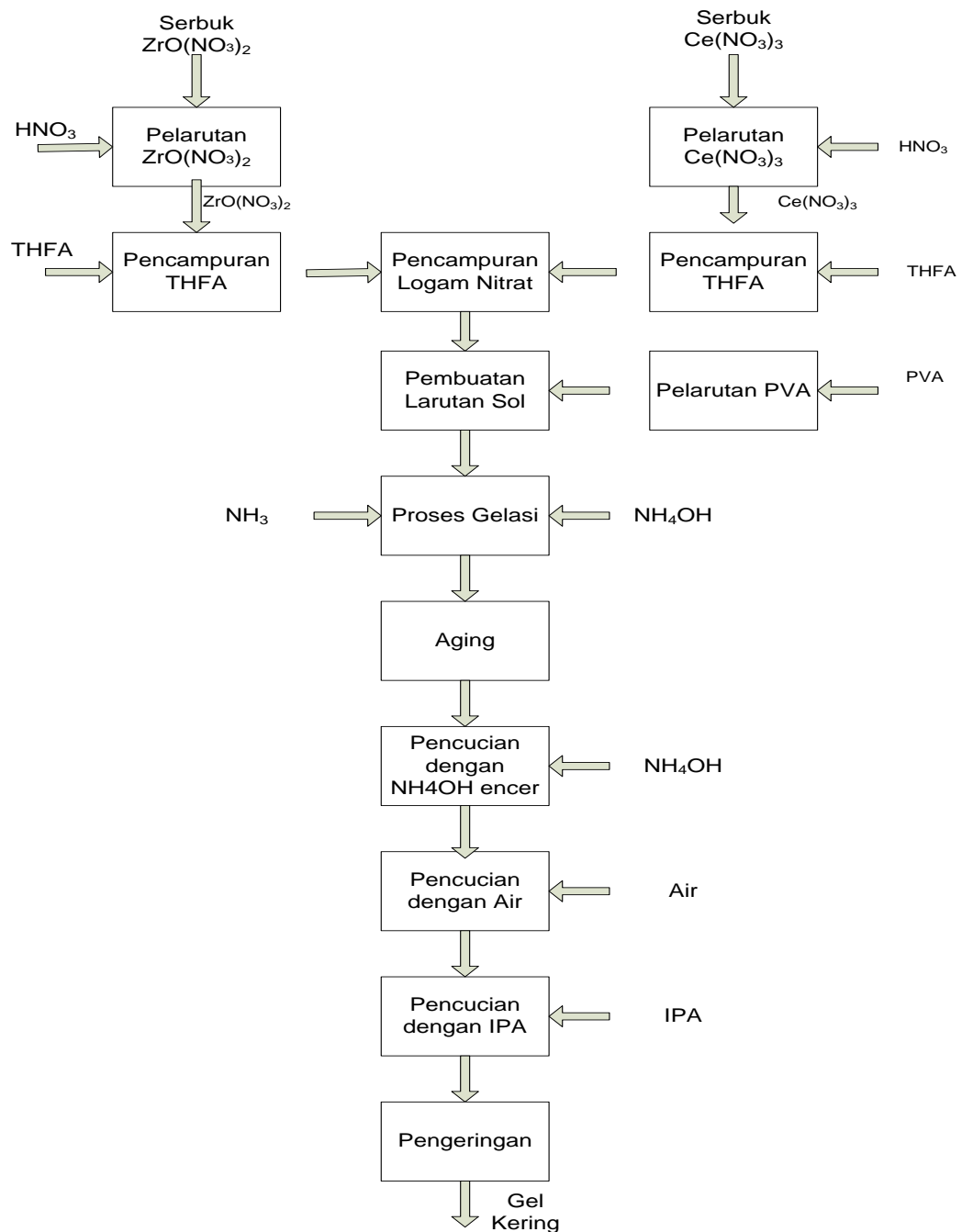
otomatis dimasukkan dalam reaktor. Pemasukan bahan tersebut diberlakukan untuk bahan padat maupun cair.

Penguasaan Peralatan Proses Gelasi, Pencucian dan Pengeringan

Pada proses pelarutan, serbuk zirkonil nitrat (zirkon nitrat) dan cerium nitrat berat tertentu masing-masing dilarutkan menjadi senyawa nitrat. Masing-masing larutan ditambahkan dengan THFA dengan perbandingan tertentu dan dicampur menjadi larutan (Zr-Ce) nitrat yang mengandung HTFA dengan perbandingan tertentu. Larutan tersebut kemudian ditambahkan larutan PVA yang sebelumnya sudah dilarutkan dengan air menjadi larutan PVA dengan perbandingan tertentu, dipanaskan dan diaduk sehingga membentuk larutan sol homogen dengan densitas dan viskositas tertentu.

Proses gelasi terhadap larutan sol dilakukan pada alat gelasi menggunakan prinsip tetes jatuh dalam medium gelasi. Larutan sol ditempatkan pada labu yang dihubungkan dengan tangki udara tekan dan diatur tekanan labu pada tekanan 0,2 atm. Pada proses gelasi larutan sol diteteskan melalui *nozzle* diameter tertentu yang divibrasi pada frekuensi dan amplitudo tertentu. Mula-mula alat pengatur vibrasi diset pada frekuensi tertentu misalnya 100 Hz. Valve pengaliran larutan sol dari penampung pumpan ke *nozzle* penetes dibuka dan aliran diatur sehingga tetesan pada *nozzle* penetes terlihat terpisah. Pada waktu yang bersamaan, amplitudo diatur, sehingga gabungan antara frekuensi vibrasi, aliran sol lewat *nozzle* penetes dan amplitudo vibrasi dapat menghasilkan tetesan yang stabil dan terpisah antara tetesan yang satu dengan yang lainnya. Tetes larutan sol sebelum jatuh pada media gelasi, melewati bagian atas kolom gelasi yang berisi gas NH_3 , dan menyebabkan terjadi *presolidifikasi* yaitu pengerasan permukaan pada tetes sol. Tetes larutan kemudian jatuh pada medium gelasi larutan ammonium hidroksida (NH_4OH) 12 N dan seterusnya melewati medium NH_4OH menuju pemampung gel pada dasar kolom. Selama tetes sol melewati medium gelasi, terjadi proses pemadatan tetes sol menjadi partikel padat berbentuk butiran bulat yaitu partikel gel zirkonium dan cerium. Gel hasil proses gelasi diambil dan kemudian dilakukan proses ageing dengan direndam dalam larutan NH_4OH dalam labu putar selama 2 jam untuk menyempurnakan reaksi polimerisasi dalam wadah yang berisi ammonia 12 N selama 2 jam. Kemudian gel dikeluarkan untuk proses pencucian. Gel dicuci dengan ammonia encer 3 kali selama 30 menit, 6 kali dengan air bebas mineral untuk mengambil ammonium nitrat hasil samping gelasi dan bahan organik lain yang ada dalam gel dan terakhir 4 kali dengan isopropil alkohol untuk menyerap air^[13]. Gel yang sudah terpolimerisasi (gel basah) kemudian diambil dan dikeringkan vakum pada suhu 60 dan 70°C selama 2 jam. Diagram alir proses gelasi,

pencucian dan pengeringan zirkonium distabilkan menjadi gel kering dapat dilihat dalam Gambar 3.



Gambar 3. Diagram Alir Proses Gelasi Pencucian dan Pengeringan Zrkonium distabilkan dengan Cerium.

Perbaikan serta Modifikasi Furnace Kalsinasi

Furnace kalsinasi dalam keadaan rusak, diperbaiki dengan mengganti elemen pemanas berupa kawat nikelin dengan ukuran fisik seperti aslinya. Hal yang perlu

diperhatikan adalah diameter kawat nikelin , diameter spiral dan panjang spiral kawat nikelin. Modifikasi yang dilakukan terhadap sistem kontrolnya adalah dengan mengganti sistem kontrol dengan sistem yang memungkinkan seting suhu beberapa kali dan terhadap kecepatan pemanasan *furnace*.

Modifikasi Furnace Reduksi

Furnace reduksi sebenarnya dalam keadaan hidup hanya sistem kontrol tidak bisa diatur kecepatan pemanasan dan seting pemanasan sampai beberapa kali. Modifikasi dilakukan dengan mengganti sistem kontrol dengan sistem yang dapat mengatur kecepatan pemanasan dan seting pemanasan pada suhu tetap beberapa kali.

Pembuatan Gel Kering Zirkonium Distabilkan dengan Cerium

Operasi proses gelas dilakukan menurut prosedur pada Gambar 3 dilakukan untuk menghasilkan gel basah. Gel Basah kemudian dikerikangkan dengan cara pemvakuman dan dilanjutkan dengan kalsinasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Reaktor Pelarutan Semi Otomatis

Reaktor pelarutan semi otomatis dibuat atau diinstal dari reaktor kapasitas 2 liter dan dilengkapi dengan pengaduk dan pemanas otomatis. Reaktor gelas mempunyai paling tidak 4 mulut yang dapat ditutup rapat dan dihubungkan dengan: 1. Pengaduk yang dilengkapi dengan laker yang udara tidak bisa lewat. 2. Pemasukan cairan dari penimbang otomatis 3. Pemasukan serbuk dari penimbang otomatis dan 4. Tempat meletakkan termokopel untuk otomatisasi pemanasan. Bagian luar reaktor dipasang pemanas yang terkontrol menggunakan alat kontrol suhu. Reaktor pelarutan dapat dilihat dalam Gambar 4.



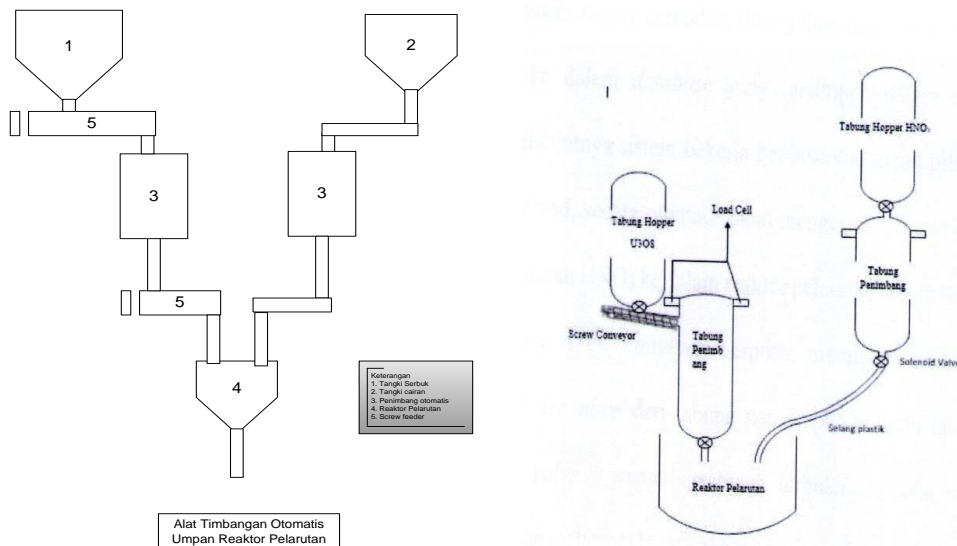
Gambar 4. Reaktor pelarutan 2 liter

Pembuatan alat timbangan otomatis dimasukkan untuk membuat otomatisasi pemasukan bahan ke dalam reaktor pelarutan dan mengurangi kontak langsung antara

operator dengan bahan radioaktif. Bahan umpan pelarutan berupa cairan yaitu air atau asam, dan padatan berupa serbuk yang akan dilarutkan. Bahan cairan ditempatkan dalam penampung yang dilengkapi dengan kran otomatis yang terkontrol dan penimbang otomatis. Bahan serbuk ditempatkan dalam bejana yang dilengkapi dengan *screw conveyor* terkontrol dan penimbang otomatis.

Cara kerja alat bekerja secara otomatis sebagai berikut. Pertama tama dilakukan seting terhadap alat untuk menentukan berat padatan dan berat cairan yang akan dimasukkan ke dalam reaktor pelarutan. Setelah alat dihidupkan, *valve* pada penampung cairan akan terbuka sehingga cairan masuk dalam wadah penimbang sambil dilakukan penimbangan otomatis. Pada waktu berat sesuai dengan seting berat, *valve* dari tandon berhenti dan kran pada bejana cairan masuk ke dalam reaktor. Setelah cairan berkurang sebanyak nilai yang diset sebelumnya, *valve* otomatis tertutup. Demikian juga untuk masukan berupa serbuk. *Screw feeder* berputar pada wadah serbuk berputar dan serbuk masuk ke dalam wadah timbangan sampai sesa dengan seting berat serbuk. Selanjutnya *screw conveyor* dibawah penampung serbuk berputar dan mengalirkan serbuk ke dalam reaktor. Putaran *screw conveyor* berhenti apabila pengurangan berat sebesar nilai yang diset sebelumnya. Alat penimbang otomatis ini disesuaikan dengan alat pelarutan yang dilengkapi dengan pemanas, dan pengaduk. Alat pelarutan sudah dibuat dan diinstall hanya pemasangan penimbang otomatis belum dilakukan.

Sistem penimbangan otomatis dapat dilihat dalam Gambar 5 dan Gambar 6.

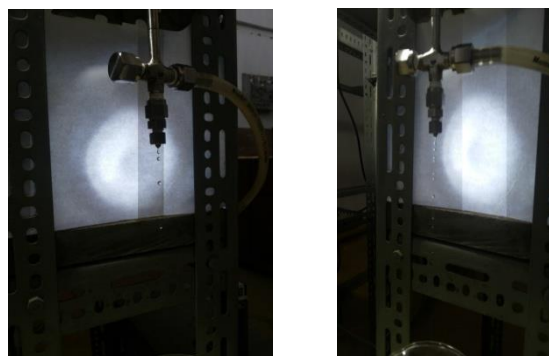


Gambar 5. Diagram penimbang otomatis



Gambar 6. Foto Penimbang Serbuk dan Cairan Umpan Pelarutan Otomatis

Bagian yang sangat penting di dalam peralatan proses gelas adalah bagian penetes sol menjadi butiran bulat sol yang akan memadat menjadi butiran gel pada waktu masuk dalam kolom gelas. Larutan sol yang alirannya terkontrol dialirkan melalui nozzle pada alat penetes. Diameter lubang nozzle dibuat 1 mm dan aliran dalam nozzle ini harus laminar sehingga dapat menjadi butiran sol yang seragam. *Nozzle* penetes harus terbuat dari stainless steel sehingga tidak terjadi korosi pada alat penetes. Alat penetes perlu divibrasi vertikal pada frekuensi dan amplitudo tertentu untuk menghasilkan butiran gel dengan ukuran tertentu. Uji coba alat penetes yang dilakukan dengan menggunakan listrik langsung tanpa adanya pengatur getaran. Penetasan dengan listrik PLN langsung berarti getarannya sesuai dengan getaran listrik PLN yaitu 50 Hz. Amplitudo diatur dengan pengaturan tegangan. Selama ujicoba alat penetes tersebut, dengan pengaturan aliran larutan sol dan amplitudo getaran dapat diperoleh tetesan yang terpisah satu sama lain. Alat ini untuk kedepannya perlu dilengkapi dengan alat pengatur frekuensi dan amplitudo getaran serta diinstal pada kolom gelas dan dihubungkan dengan penampung larutan sol agar dapat difungsikan menjadi satu unit gelas skala laboratorium.



Gambar 7. Alat penetes buatan sendiri

Penguasaan Pengoperasian Alat Gelasi

Kegiatan penguasaan alat gelasi bertujuan mempelajari fenomena proses gelasi larutan sol menjadi partikel gel Zr-Ce yang baik. Partikel gel dapat dikatakan baik apabila bulat, seragam dan tidak pecah setelah disinter menjadi partikel tersinter. Gel hasil gelasi merupakan gel yang seragam, bulat dan tidak pecah waktu dikeringkan. Dengan mengoperasikan alat menggunakan bahan-bahan yang sifat-sifatnya berbeda dan variabel operasi yang berbeda, dicari cara mengoperasikan peralatan untuk mendapatkan gel atau kernel yang baik yaitu tidak pecah pada proses proses selanjutnya. Kegiatan awal adalah bagaimana bisa membuat viskositas tertentu larutan sol, kemudian bagaimana mengatur konsentrasi untuk memperoleh diameter kernel dengan ukuran tertentu. Bagaimana mengatur kecepatan alir dan amplitudo getaran pada frekuensi vibrasi yang tertentu untuk menghasilkan gel yang baik dan sebagainya.

Bahan aditif THFA dan PVA yang ditambahkan pada larutan induk Ce-Zr nitrat memberikan sol dengan kekentalan tertentu. Semakin besar besar kadar PVA ditambahkan dalam larutan sol, menyebabkan viskositas larutan sol semakin besar. Larutan sol dengan konsentrasi Zr 44 g/L dan konsentrasi Ce 10,4 g/L serta aditif THFA 15% dan kadar PVA 36 g/L menghasilkan sol dengan viskositas 56 dibandingkan dengan sol yang sama tetapi mengandung PVA 48 g/L menghasilkan sol dengan viskositas 97^[6].

Pengoperasian alat gelasi untuk menghasilkan tetesan yang bulat, terpisah dan seragam disamping ditentukan oleh sifat larutan sol seperti viskositas dan densitas, juga dipengaruhi oleh pengoperasian alat gelasi. Variasi parameter operasi alat gelasi dapat dilakukan dengan mengubah frekuensi dan amplitudo vibrasi, laju alir larutan sol, laju alir gas NH₃ pada proses presolidifikasi, ketinggian nozzle penetes dan lainnya.

Ketinggian *nozzle* penetes ini menentukan terhadap kebulatan gel. Letak *nozzle* penetes yang terlalu tinggi akan menyebabkan kecepatan tetes jatuh ke dalam medium gelasi dengan kecepatan yang besar. Tetes larutan sol jatuh melalui lapisan NH₃ supaya terjadi presolidifikasi, pengerasan pada permukaan. Pengerasan yang kurang akan menyebabkan perubahan bentuk tetes sehingga gel berbentuk lonjong. Pengerasan gel dilanjutkan pada waktu butiran melalui medium gelasi NH₄OH sampai penampung gel di bagian bawah kolom gelasi. Ketinggian nozzle penetes sudah ditetapkan dan tidak diubah pada ketinggian 30 cm dari permukaan medium gelasi. Aliran gas NH₃ pada kolom presolidifikasi bertujuan untuk memenuhi ruang presolidifikasi dengan gas NH₃, sehingga pada waktu tetes sol jatuh melalui kolom tersebut, terjadi pengerasan permukaan gel. Tetes jatuh selalu berbentuk bola karena keseimbangan gaya pada tetes jatuh tersebut. Kecepatan alir gas NH₃ terlalu lambat, akan menyebabkan konsentrasi NH₃ dalam kolom presolidifikasi menjadi kecil sehingga menyebabkan pengerasan permukaan gel tidak

sempurna. Tetes sol akan berubah bentuk waktu berbenturan dengan medium gelas dan berbentuk lonjong. Kalau kecepatan aliran gas NH_3 terlalu besar, dan lebih besar dari daya hisap pompa vakum yang menghisap gas NH_3 dalam kolom presoludifikasi, gas NH_3 akan keluar kolom ke arah *nozzle* dan menyebabkan pengendapan sol pada ujung *nozzle* dan gelas terhenti. Karena itu kecepatan gas NH_3 dipertahankan sekitar 3 liter/menit.

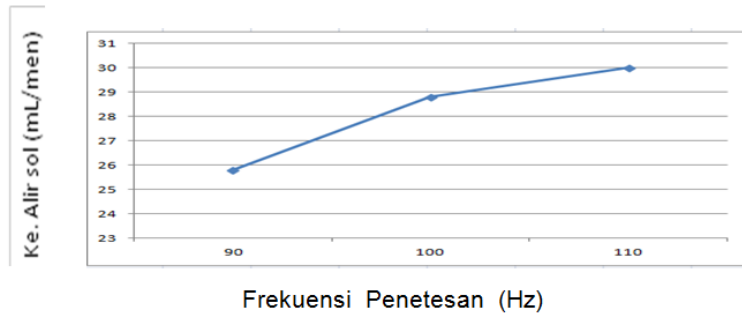


Gambar 8. Tetes Larutan Sol Yang Baik Pada *Nozzle* Penetes

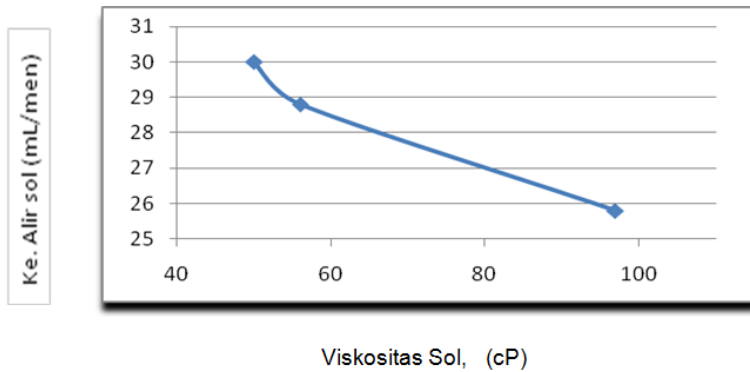
Alat gelas ini dilengkapi dengan pengatur frekuensi dan amplitudo. Frekuensi vibrasi menunjukkan berapa kali terjadi vibrasi pada setiap detiknya dan amplitudo menunjukkan jarak naik turun yang ditempuh penetes pada setiap getaran. Pengoperasian alat penetes dilakukan dengan mengatur frekuensi vibrasi pada nilai tertentu misalnya 90, 100 atau 110 Hz, kemudian aliran larutan sol bersama sama dengan amplitudo vibrasi diatur sehingga tetesan terpisah, stabil dan akan menghasilkan butiran yang bulat dan seragam. Ketiga variabel ini mempunyai kesesuaian tertentu untuk menghasilkan butiran gel yang baik. Pada frekuensi tertentu misalnya 100 Hz, akan sesuai dengan kecepatan alir dan amplitudo vibrasi tertentu. Kalau frekuensi diubah maka kesesuaian kecepatan alir dan vibrasi juga berubah.

Sifat-sifat larutan sol yang digunakan untuk umpan pelasi juga berpengaruh terhadap baik buruknya gel yang dihasilkan. Viskositas sol yang beda akan menghasilkan diameter gel yang beda dan kesesuaian kecepatan alir sol yang berbeda pula. Hal ini sesuai dengan persamaan 11, yang menunjukkan hubungan linier dari frekuensi vibrasi (f) dan kecepatan alir sol (Q). Sifat-sifat sol seperti viskositas, tegangan muka menentukan diameter gel yang akan dihasilkan. Hal ini dapat dilihat dalam persamaan 12 yang menunjukkan hubungan antara faktor koreksi tetes tunggal pada *nozzle* yang tentu ada hubungannya sifat-sifat larutan sol, tegangan muka sol, dan diameter *nozzle* terhadap diameter butiran gel yang terbentuk pada proses gelas. Hubungan antar variabel yang berpengaruh tersebut dapat dilihat pada hasil penelitian proses gelas larutan sol zirkonium

dan cerium nitrat menjadi gel Zr-Ce. Gambar 9 menunjukkan hasil penelitian proses gelasi dengan variasi frekuensi vibrasi. Semakin tinggi frekuensi vibrasi nozzle, semakin besar laju alir sol. Hal ini sesuai dengan persamaan 11 yang menyatakan adanya hubungan linier antara frekuensi vibrasi dengan kelajuan alir larutan sol pada proses gelasi. Semakin besar frekuensi semakin besar laju alir larutan sol.



Gambar 9. Hubungan frekuensi penetasan dengan kecepatan alir sol



Gambar 10. Hubungan kekentalan sol dengan kecepatan alir sol pada frekuensi vibrasi 100 Hz

Gambar 10 menunjukkan bahwa semakin tinggi viskositas sol, kecepatan alir untuk menghasilkan gel yang baik (seragam, bulat dan stabil) semakin kecil. Proses gelasi pada frekuensi yang sama yaitu 100 Hz, apabila viskositas sol yang semakin besar, untuk mendapatkan tetesan yang baik dan terpisah, kecepatan alirnya justru semakin turun. Proses gelasi sol A dengan viskositas 97 cP kecepatan alir yang menghasilkan gel seragam adalah 25,8 mL/menit, sol B dengan viskositas 56 kecepatan alirnya adalah 28,8 mL/menit dan larutan PVA yang mempunyai viskositas 50 cP kecepatan alir stabil pada 30 mL/menit. Pada persamaan 12, ada hubungan antara volume tetes yang terbentuk dengan tegangan antar muka dan densitas fluida. Peningkatan viskositas sol disebabkan karena penambahan PVA pada larutan sol dan menghasilkan sol dengan densitas yang semakin besar. Peningkatan sifat sol ini bisa menyebabkan faktor koreksi terhadap singel tetes berubah. Terjadinya tetesan pada nozzle dipengaruhi oleh tegangan muka yang

menahan tetes jatuh dan gravitasi atau berat tetes. Kalau densitas sol semakin berat akan mempermudah tetes jatuh ke dalam medium gelas dan memperkecil diameter tetes. Semakin kecil diameter tetes semakin kecil laju alir tetes larutan sol.

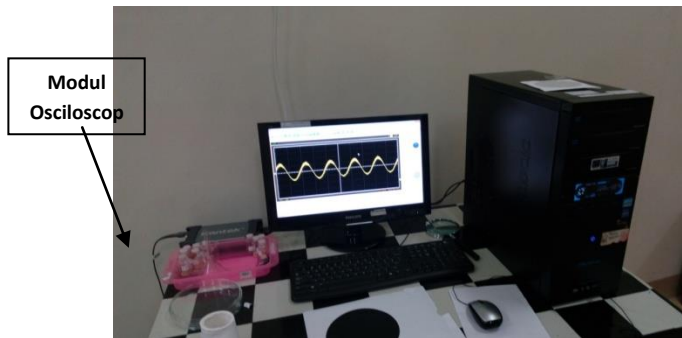
Proses pembuatan Gel secara proses gelas merupakan salah satu bagaian proses fabrikasi bahan bakar nuklir RDE. Proses ini menggunakan sistem peralatan *Sol-Gel Column System*. Salah satu faktor yang sangat menentukan adalah setting parameter sistem instrumentasi dan kendali dari peralatan instalasi sistem *Sol Gel Precipitation Column*. Salah satu setting parameter proses alat *Sol Gel Precipitation Column*, adalah indikator amplitudo dan frekuensi untuk vibrasi sistem penetes alat. Alat ini sebelumnya belum ada sehingga diperlukan tambahan alat untuk mengukur amplitudo dan frekuensi berupa Oscilloscope yang dihubungkan dengan komputer.

Tabel 2. Spesifikasi Alat Indikator Amplitudo dan Frekuensi (Oscilloscope) Alat *Sol Gel Precipitation Column*.

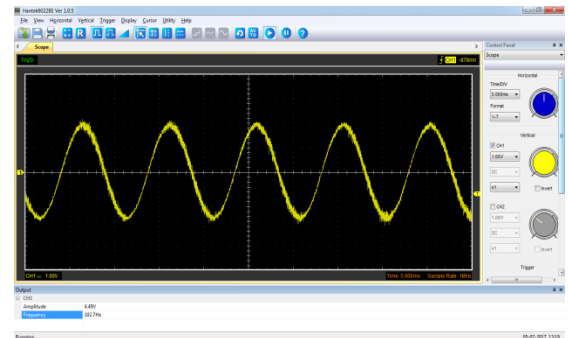
Sistem	Nilai	Sistem	Nilai
Channel	2 Channels	Trigger Slope	+/-
Bandwidth	20MHz	Trigger level adjustable	Yes
Input Impandence	1M Ω 25pF	Trigger Type	Rising edge, falling edge
Max. Sample rate	48MS/s	Trigger Source	CH1, CH2
Vertical resolution	8Bit	Pre/Post trigger	0-100%
Gain range	20mV-5V, 8Steps	Sampling selection	Yes
DC accuracy	\pm 3%	Waveform Display	port/line, waveform average, persistence, intensity
Coupling	DC	Network	Open/Close
Timebase range	1ns-9000s, 39 Steps	Vertical mode	CH1, CH2, Dual, ADD
Vertical adjustable	Yes	Cursor measurement	Yes
Input protection	Diode clamping	Math	FFT, addition, subtraction, multiplication, division.
X-Y	Yes	Cursor	Frequency, Voltage
Trigger Mode	Auto, Normal and Single		

Alat indikator dan amplitudo vibrasi sudah dapat dipasang pada sistem *Sol Gel Precipitation Column* dan sudah dapat digunakan untuk mengukur frekuensi dan amplitudo vibrasi pada waktu proses gelas larutan sol menjadi partikel gel. Dengan demikian data-data frekuensi dan amplitudo pada waktu pembuatan partikel gel zirkonium-cerium dapat

dicatat untuk indikasi hasil proses. Hasil scan terhadap frekuensi dan amplitudo vibrasi dapat dilihat dalam Gambar 11 dan 12.



Gambar 11. Foto hasil Instalasi Indikator Amplitudo



Gambar 12. Tampilan Indikator Amplitudo dan Frekuensi

Perbaikan dan Modifikasi Tungku Kalsinasi

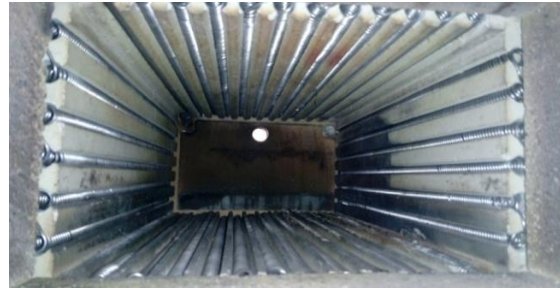
Dalam pembuatan kernel UO_2 menggunakan metode gelas eksternal salah satu tahapan proses adalah proses *heat treatment* yang terdiri dari proses kalsinasi, reduksi dan sintering. Untuk keperluan proses kalsinasi hasil gelas UO_2 diperlukan unit kalsinasi dengan *chamber* yang cukup luas untuk memudahkan proses kalsinasi cuplikan dalam jumlah yang relatif banyak. Salah satu tungku kalsinasi yang sebelumnya tidak berfungsi memiliki spesifikasi model KR-260 E, suhu maksimal $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan daya listrik 8000 Watt, pada tegangan kerja 380 Volt AC 3 fase, frekuensi 50 Hz dengan arus kerja 21 Ampere. Dimensi internal *chamber* tungku kalsinasi berukuran lebar 260 cm tinggi 160 cm dan kedalaman 450 cm. Tungku ini sebelumnya disamping tidak dapat beroperasi juga kenaikan dan penurunan suhu tidak terkontrol sehingga tidak dapat digunakan untuk pemanasan dengan kenaikan dan penurunan suhu terkontrol. Pemanasan suhu konstan secara bertahap juga tidak dapat dilakukan dalam tungku ini.

Kondisi awal unit kalsinasi mengalami kerusakan pada elemen pemanas dan sistem kendali pemanasnya sehingga diperlukan perbaikan dengan pembuatan dan modifikasi. Elemen pemanas diganti menggunakan bahan kawat nikelin berdiameter 2 mm dengan jumlah lilitan didasarkan pada disain tungku yang sudah ada. Kumparan kawat nikelin dibuat dengan diameter luar 10 mm sesuai dengan alur pada blok pemanas batu tahan api dengan jumlah alur 6-12 alur. Untuk pemanas bagian bawah berjumlah 12 alur sedangkan blok pemanas bagian kiri dan kanan 6 alur. Dengan modifikasi ini sistem tungku kalsinasi dapat bekerja secara normal kembali untuk proses kalsinasi.

Hasil pembuatan lilitan, pemasangan pada batu tahan api, dan instalasi pada tungku kalsinasi di tunjukkan pada Gambar 13 dan Gambar 14.



Gambar 13. Instalasi *Heater* Bagian Bawah dan Kanan

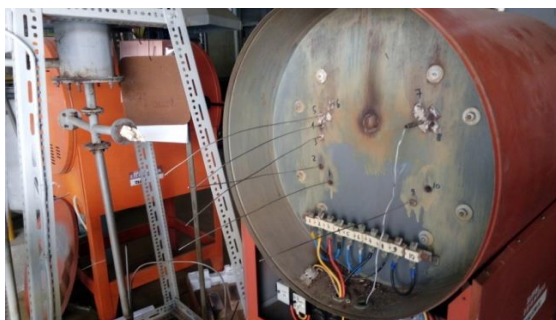


Gambar 14. Instalasi *Heater* Keseluruhan

Untuk sistem elektrik dan kontrol unit tungku kalsinasi dilakukan perbaikan dan modifikasi. Pada sistem elektrik digunakan sistem kontrol magnetik untuk menghidupkan dan mematikan tungku, sedangkan untuk pengendalian suhu tungku digunakan kontroller terprogram. Kontroler terprogram dipilih yang mempunyai maksimal 8 step pengendalian dalam 20 pola kendali (*pattern*) yang sistem aktuator heaternya menggunakan sistem thyristor power controller sehingga sistem pengendaliannya adalah linier. Dengan sistem pengendalian linier ini kendali suhu proses kalsinasi sudah bisa dilakukan pemanasan multi step dan suhu target kalsinasi lebih presisi.

Hasil modifikasi dan instalasi pada sistem elektrik dan kendali tungku kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 15 dan Gambar 16. Hasil perbaikan dan modifikasi tungku kalsinasi Gel Kernel UO_2 , telah diuji fungsi bertahap yaitu :

- Uji fungsi suhu operasi 200 dan 300 °C
- Uji fungsi suhu operasi 450 °C
- Uji fungsi suhu operasi 600 °C



Gambar 15. Instalasi *wiring Heater*

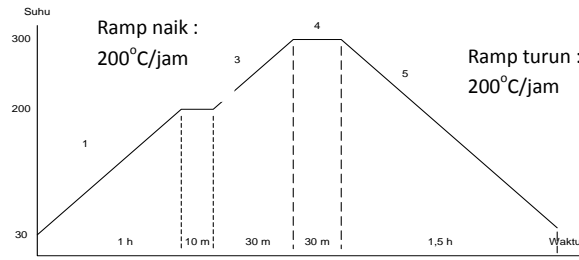


Gambar 16. Instalasi kendali sistem pemanas dengan menggunakan kontrol magnetis

a. Uji Fungsi Tungku Kalsinasi Suhu operasi 200 dan 300 °C

Untuk uji fungsi sistem tungku kalsinasi Gel Kernel UO_2 dengan suhu operasi 200 °C dan 300 °C dilakukan dengan pola pengujian seperti dalam Gambar 17.

Tampilan Uji Fungsi seperti dalam Gambar 18 dan Gambar 19.



Gambar17. Pola Suhu Uji fungsi tungku kalsinasi



Gambar 18. Tampilan Uji Fungsi Tungku Kalsinasi suhu 200 °C

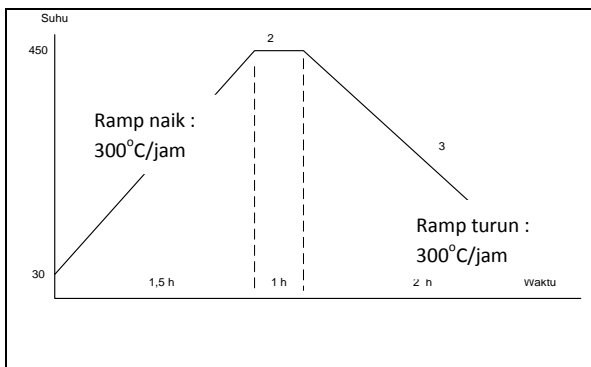


Gambar 19. Tampilan Uji Fungsi Tungku Kalsinasi 300 °C

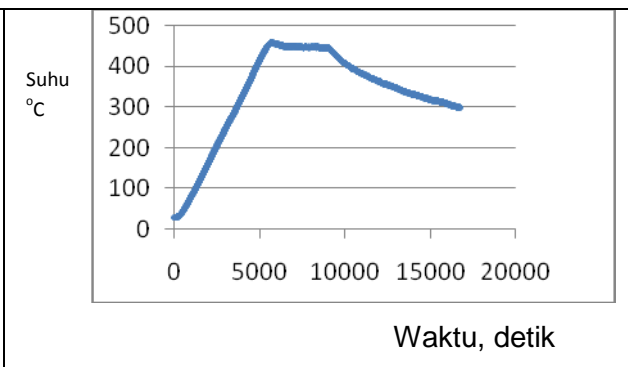
Terlihat dalam Gambar 18 dan 19, tungku sudah dapat dioperasikan dengan 2 tahapan suhu yaitu suhu 200 dan 300°C

b. Uji Fungsi Operasi Suhu 400°C

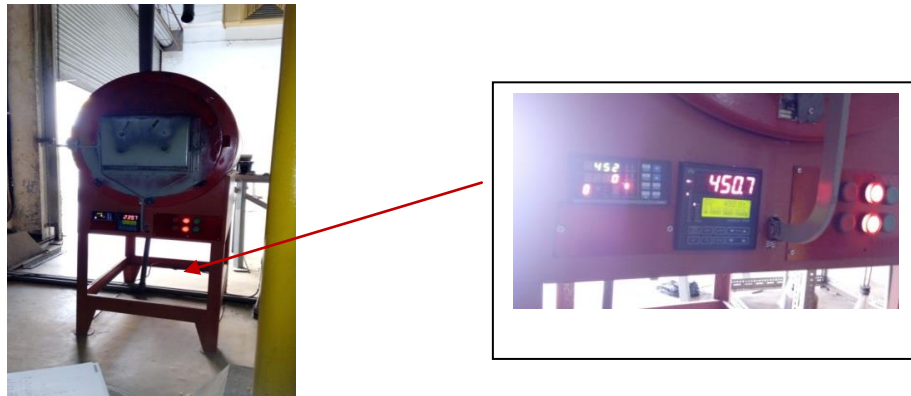
Untuk uji fungsi sistem tungku kalsinasi Gel Kernel UO_2 dengan suhu operasi 450 °C dilakukan dengan pola pengujian seperti dalam Gambar 20. Tampilan Uji Fungsi dengan sistem akuisisi data sampling 1 detik dapat dilihat dalam Gambar 21. Sedangkan tampilan tungku kalsinasi dalam uji fungsi dapat dilihat dalam Gambar 22.



Gambar 20. Pola Suhu Uji fungsi tungku kalsinasi



Gambar 21. Tampilan uji fungsi suhu 450 °C tungku kalsinasi dengan sistem akuisisi data sampling 1 detik

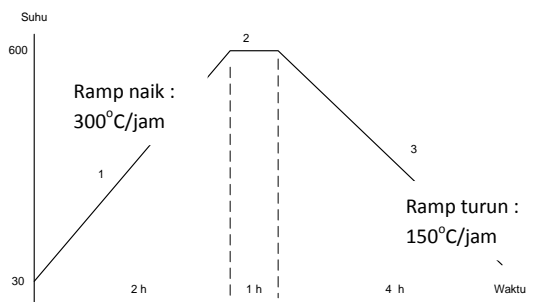


Gambar 22. Tampilan uji fungsi suhu 450 °C tungku kalsinasi

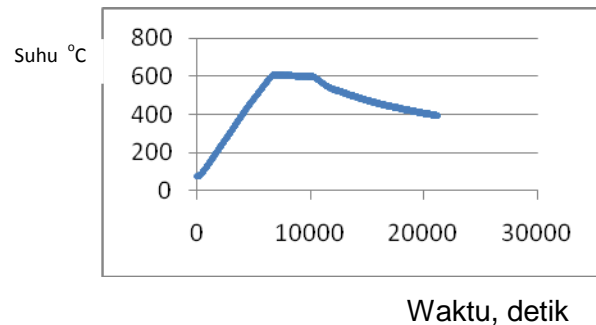
Pada pengujian suhu 450°C tungku kalsinasi juga sudah tidak mengalami kendala dan dapat dioperasikan dengan baik. Sistem akuisisi data juga dapat berfungsi baik.

c. Uji Fungsi Operasi Suhu 600°C

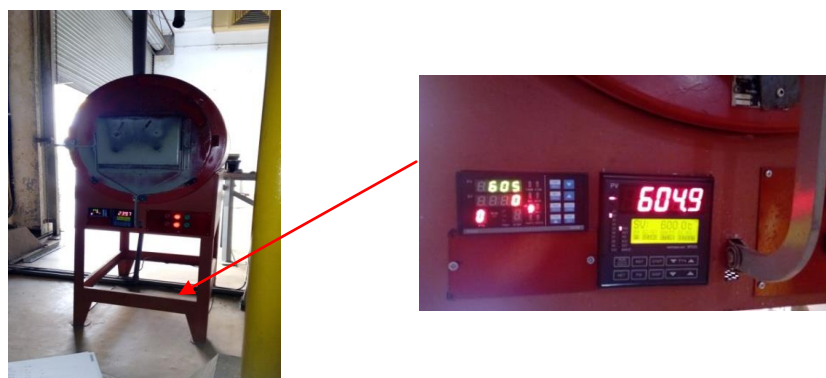
Untuk uji fungsi sistem tungku kalsinasi Gel Kernel UO₂ dengan suhu operasi 600 °C dilakukan dengan pola pengujian seperti dalam Gambar 23. Tampilan Uji Fungsi dengan sistem akuisisi data sampling 1 detik dapat dilihat pada Gambar 24, sedangkan tampilan tungku kalsinasi dalam uji fungsi dapat dilihat pada Gambar 25.



Gambar 23. Pola Suhu Uji fungsi tungku kalsinasi



Gambar 24. Tampilan uji fungsi suhu 600 °C tungku kalsinasi dengan sistem akuisisi data sampling 1 detik.



Gambar. 25 Tampilan uji fungsi suhu 600 °C tungku kalsinasi

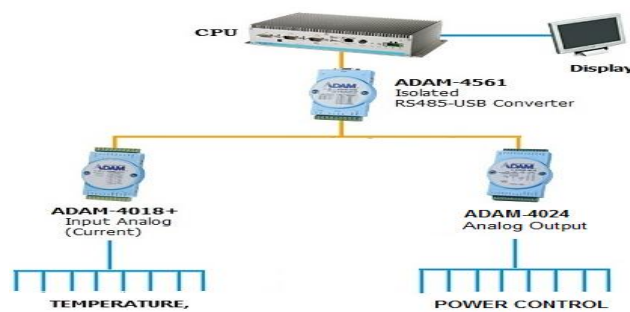
Terlihat dalam Gambar 24 dan 25, uji fungsi tungku kalsinasi pada suhu 600°C sudah dapat berfungsi dengan baik dan tidak mengalami kendala. Sistem akuisisi data juga sudah berfungsi dengan baik. Dengan demikian, alat ini bisa digunakan untuk proses kalsinasi gel zirkonium-cerium yang memerlukan pemanasan terkontrol sampai 600°C. Tahapan pemanasan dalam kontroler tungku ini bisa berkali-kali tidak terbatas hanya 3 kali seperti tungku kalsinasi lain yang tersedia di laboratorium.

Modifikasi Furnace Reduksi

Proses pembuatan kernel UO₂ menggunakan metode gelas eksternal salah satu tahapan proses yaitu proses heat treatment adalah proses reduksi. Untuk keperluan proses reduksi hasil proses kalsinasi Kernel UO₂ diperlukan unit tungku reduksi dengan chamber yang cukup luas untuk memudahkan proses reduksi cuplikan dalam jumlah yang relatif banyak. Unit tungku reduksi yang ada memiliki suhu maksimal 1200 °C, dan daya listrik 9000 Watt, pada tegangan kerja 380 Volt AC 3 fase, frekuensi 50 Hz dengan arus kerja maksimum 25 Ampere.

Kondisi awal unit tungku reduksi berfungsi, tetapi diperlukan penyempurnaan tungku dari sisi data proses tungku sehingga diperlukan penambahan sistem akuisisi data proses sekaligus pengendalian tungku dengan berbasis komputer. Dengan penambahan diharapkan sistem tungku reduksi dapat bekerja secara lebih optimal untuk proses reduksi kernel UO₂.

Wiring diagram sistem akuisisi data tungku reduksi dilihat gambar dibawah.

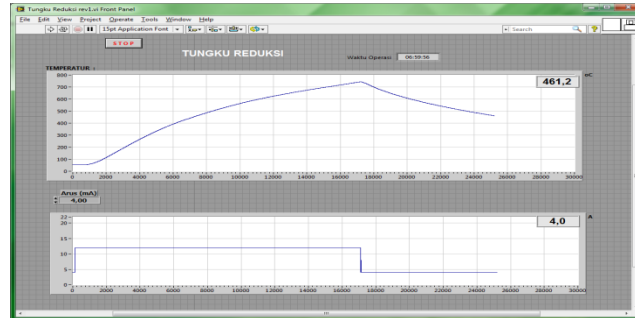


Gambar. 26 wiring diagram akuisisi data tungku reduksi kernel UO₂

Setelah dilakukan instalasi sistem akuisisi data, maka dilakukan uji fungsi sistem. Uji fungsi sistem yang dilakukan adalah uji karakterisasi heater tungku reduksi untuk mengetahui karakterisasi heater tungku yang selajutnya dapat dibuat model matematis sistem heater tungku, yang kemudian dapat dibuat sistem pengendalian tungku. Uji karakterisasi heater tungku dilakukan dengan memberikan respon sinyal fungsi step ke

heater tungku, kemudian respon sinyal ini suhu tungku akan naik sampai ke nilai tertinggi suhu jenuhnya. Hasil Uji Karakterisasi Heater Tungku Reduksi Kernel UO_2 ditunjukkan pada gambar dibawah ini.

Input : Arus Kendali 0-50 % (4 - 12 mA)
Output : Respon Suhu Fungsi Step



Gambar. 27 wiring diagram akuisisi data tungku reduksi kernel UO_2

Dari hasil Uji Karakterisasi Heater Tungku Reduksi Kernel UO_2 , model sistem heater selanjutnya dapat ditentukan untuk menentukan sistem pengendalian tungku lebih lanjut.

Pembuatan Gel Kering Zirkonium Distabilkan dengan Cerium

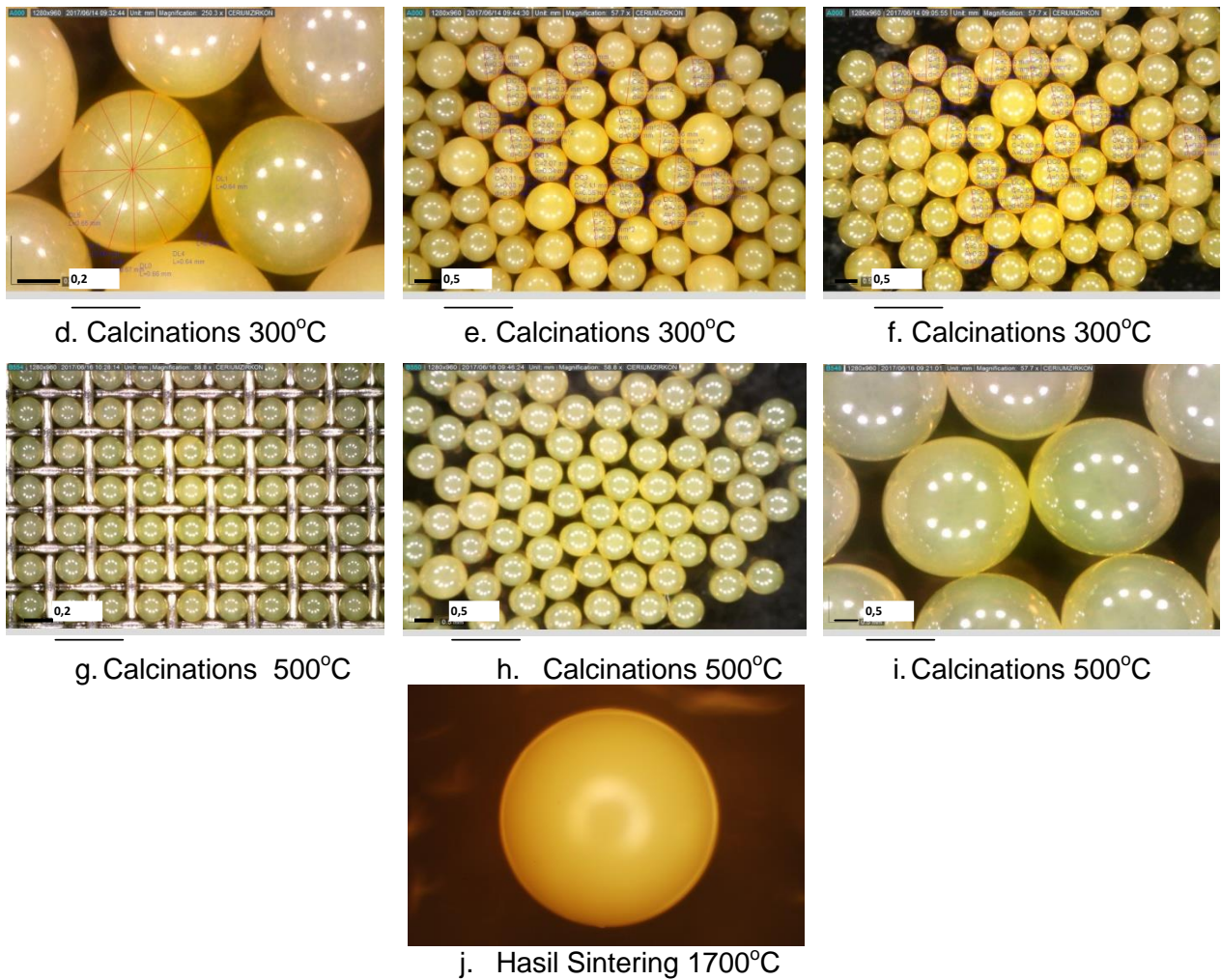
Proses pembuatan sol, proses gelasi, pencucian, pengeringan, kalsinasi, reduksi dan sintering serta proses dengan variabel yang berbeda-beda telah dilakukan. Diantara hasil kernel kerkeL zirkonium distabilkan dengan cerium yang baik mulai dari hasil gel basah, gel kering, hasil kalsinasi dan hasil sintering ditunjukkan pada Gambar 28^[7].



a. Wet Gel

b. Dry Gel Vacuum 80°C

c. Dry Gel



Gambar 28. Gel diproses pada pengeringan vakum, dipanaskan, dikalsinasi pada 300°C dan 500°C serta disinter pada suhu 1700°C.

Terlihat pada Gambar 28 (a-j) bahwa gel yang diperoleh dari proses gelas yang baik dilakukan pengeringan vakum, dikalsinasi pada 300°C dan 500°C kemudian direduksi dan sintering yang dilakukan simultan menghasilkan kernel Zr-Ce yang masih tetap utuh. Kernel tersebut dapat dilanjutkan proses pelapisan untuk mendapatkan kernel Zr-Ce terlapis.

KESIMPULAN

Pengoperasian peralatan gelas untuk membuat gel uranium maupun gel zirkonium-cerium, telah dapat dilakukan dengan menggunakan variabel-variabel yang berpengaruh untuk menghasilkan gel yang bulat seragam dan tidak pecah pada proses-proses selanjutnya. Vibrasi *nozzle* penetes dapat menggunakan frekuensi dengan *range* 90-110 Hz. Kondisi penentu yang lain yaitu kolom diatas medium yang berisi gas NH_3 dan

ketinggian nozzle penetes, telah dapat dioperasikan dengan seimbang dengan pengaturan pemasukan dan pengeluaran gas dalam kolom *presolidifikasi*. Ketinggian *nozzle* penetes tidak terlalu tinggi sehingga *presolidifikasi* tetesan cukup agar supaya tetesan tidak mengalami perubahan bentuk sewaktu jatuh di medium gelas. Pengoperasian alat gelas telah dicapai kesesuaian antara frekuensi vibrasi, amplitudo vibrasi dan laju alir larutan sol. Kesesuaian ketiga variabel dapat menghasilkan tetesan larutan sol yang bulat, seragam dan terpisah satu dengan lainnya. Hubungan antara frekuensi dan laju alir larutan sol, semakin besar frekuensi vibrasi, semakin besar laju alir larutan sol. Hubungan viskositas larutan sol dengan laju alir larutan sol, semakin besar viskositas semakin kecil laju alir larutan sol. Viskositas larutan sol berkisar 40-90 cP. Monitor terhadap frekuensi dan amplitudo diperlukan serta alat monitor frekuensi dan amplitudo telah terpasang dan dapat memonitor frekuensi dan amplitudo vibrasi. Peralatan *furnace* kalsinasi dan reduksi untuk memproses gel Zr-Ce telah diperbaiki dan dimodifikasi sehingga dapat dikontrol kecepatan pemanasan dan pendinginannya serta dapat diprogram untuk beberapa kali pemanasan pada suhu tetap selama kalsinasi-reduksi.

DAFTAR PUSTAKA

1. M. Karol, T. John, and J. Zhao, "Small and Medium sized Reactors (SMR): A review of technology," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 44, pp. 643–656, 2015.
2. M. A. Fütterer *et al.*, "Status of the very high temperature reactor system," *Prog. Nucl. Energy*, vol. 77, pp. 266–281, 2014.
3. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY, "High Temperature Gas Cooled Reactor Fuels and Materials," Vienna, 2010.
4. Y. W. Lee *et al.*, "Development of HTGR-coated particle fuel technology in Korea," *Nucl. Eng. Des.*, vol. 238, no. 11, pp. 2842–2853, 2008.
5. G. Wang *et al.*, "Preparation of ceria-stabilized zirconia microspheres by external gelation: size control," *J Sol-Gel Technol*, vol. 78, no. 3, pp. 514–522, 2016.
6. R. Sukarsono; Meniek, "Pengaruh Viskositas Sol Dan Presolidifikasi Pada Gelasi Ekstrenal Dalam Pembuatan Gel Ammonium Diuranat Menggunakan Surrogate Cerium," *J. Ilm. Daur Bahan Bakar Nukl. URANIA*, vol. 23, no. 2, pp. 69–86, 2017.
7. R. Sukarsono, et all., "Effect of Sol Concentration , Aging and Drying Process on Cerium Stabilization Zirconium Gel Produced by External Gelation Effect of Sol Concentration , Aging and Drying Process on Cerium Stabilization Zirconium Gel Produced by External Gelation," *Int. Conf. Nucl. Technol. Sci. (ICoNETS 2017) IOP Publ. IOP Conf. Ser. J. Phys. Conf. Ser.*, vol. Series 962, 2018.
8. K. Sorochkina, R. Smotraiev, and I. Chepurna, "Zirconium and aluminum

- oxyhydroxides particles formation during sol–gel process,” *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 484, pp. 56–61, 2015.
9. M. Li, “Making spherical zirconia particles from inorganic zirconium aqueous sols,” *Powder Technol.*, vol. 137, pp. 95–98, 2003.
 10. H. Shaochang, M. Jingtao, Z. Xingyu, W. Yang, and Z. Xiangwen, “Large-scale production of UO₂ kernels by sol – gel process at INET,” *Nucl. Eng. Des.*, vol. 271, pp. 158–161, 2014.
 11. Y.-W. L. Kyung-Chai Jeong, Sung-Chul Oh, Yeon-Ku Kim, “ADU compound particle Preparation.pdf,” *J. Ind. Eng. Chem*, vol. 13, no. 5, pp. 744–750, 2007.
 12. R. B. Matthews and M. M. L. Swanson, “fabrication of Large Microspheres.pdf,” *The 80th Annual Meeting of the American Ceramic Society, Detroit, America*, pp. 223–227, 1979.
 13. G. Wang *et al.*, “Preparation of ceria-stabilized zirconia microspheres by external gelation: size control,” *J Sol-Gel Sci Technol*, vol. 78, pp. 514–522, 2016.