

PEMBUATAN SERBUK URANIUM NITRIDA DARI LOGAM URANIUM MELALUI PROSES *HIDRIDING* DAN *NITRIDING*

Hadi Suwarno

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, BATAN,
Kawasan Puspptek-Serpong, Tangerang Selatan 15314, Banten
e-mail: hadis@batan.go.id
(Naskah diterima 19-07-2012, disetujui 10-08-2012)

ABSTRAK

PEMBUATAN SERBUK URANIUM NITRIDA DARI LOGAM URANIUM MELALUI PROSES *HIDRIDING* DAN *NITRIDING*. Dalam rangka pembuatan bahan bakar nuklir dengan tingkat muat uranium tinggi telah dilakukan penelitian pembuatan senyawa uranium nitrida (UN) dari logam uranium masif melalui tahapan mereaksikan logam uranium dengan gas hidrogen pada suhu 300 °C diikuti dengan proses dehidriding pada suhu 500 °C dan proses nitriding pada suhu 800 °C dalam sebuah tungku. Hasil analisa dengan mesin difraksi sinar-X menunjukkan bahwa proses hidriding menyebabkan logam uranium masif berubah menjadi senyawa UH_3 yang diindikasikan dengan terjadinya perubahan bentuk dari logam masif menjadi serbuk. Proses dehidriding menyebabkan senyawa UH_3 terurai menjadi serbuk logam U dan ketika serbuk logam U direaksikan dengan gas N_2 membentuk fasa stabil UN. Dapat disimpulkan bahwa serbuk paduan UN dapat dibuat dengan proses hidriding dan nitriding, meskipun sifat piroporik serbuk UH_3 dan UN menyebabkan serbuk mudah bereaksi dengan udara membentuk uraninit UO_2 .

Kata kunci: Uranium nitrida, logam uranium, *hidriding*, *nitriding*.

ABSTRACT

PREPARATION OF URANIUM NITRIDE POWDER FROM METAL URANIUM THROUGH *HIDRIDING* AND *NITRIDING* PROCESS. In order to synthesize nuclear fuel containing high loading of uranium, research in developing UN from uranium metal has been conducted by reacting the massive uranium metal with hydrogen gas at a temperature of 300 °C followed by the dehydriding at a temperature of 500 °C and nitriding at a temperature of 800 °C. The X-ray diffraction analysis results showed that the hydriding process caused massive uranium metal turned into a stable compound UH_3 that identified by the changes of the massive shape into the metal powder. Dehydriding process at a temperature of 500 °C caused the UH_3 compound was decomposed into U metal powders and when the metal powders was reacted with N_2 gas at 800 °C it turned into stable phase identified as UN. The specimens research results showed that the UN powders possible to be produced by hydriding and nitriding process, although pyrophoric nature of UH_3 and UN powders causes the uranium to react easily with air to form stable uraninite, UO_2 .

Keywords: Uranium nitride, metal uranium, *hidriding*, *nitriding*.

I. PENDAHULUAN

Program *RERTR* (*Reduced Enrichment in Research and Test Reactors*) adalah upaya untuk menggunakan bahan bakar uranium berpengayaan dibawah 20% untuk reaktor riset. Sejak program ini

diluncurkan oleh Amerika Serikat pada tahun 1988 telah direkomendasikan paduan U_xSi_y , khususnya U_3Si_2 dan U_3Si sebagai alternatif terpilih yang bisa digunakan untuk bahan bakar reaktor riset dengan tingkat muat uranium hingga 4,8 grU/cm³[1]. Penelitian lanjutan terhadap paduan U-Si yang

dilakukan oleh lembaga riset Oak Ridge National Laboratory, Amerika, menunjukkan bahwa bahan bakar disperse U_3Si_2+Al dapat diterima sebagai bahan bakar reaktor riset dengan tingkat muat uranium mencapai 5 g U/cm^3 ^[2].

CERCA, sebuah perusahaan nuklir Perancis (*French acronym for Company for the Study of Atomic Fuel Creation*), yang merupakan anak perusahaan *AREVA*, sebuah pabrik pengembangan bahan bakar Perancis, juga mengklaim bahwa mereka mampu menaikkan tingkat muat uranium hingga $6,0 \text{ grU/cm}^3$ ^[3]. Hal ini telah dibuktikan ketika lima bahan bakar masing-masing memiliki tingkat muat uranium (TMU) uranium 5,8 dan $6,0 \text{ gU/cm}^3$ diiradiasi di *SILOE* hingga derajat bakar sebesar 55% (at.% ^{235}U) pada tahun 1995 sampai 1997 dan dua buah bahan bakar dengan TMU $5,8\text{-gU/cm}^3$ diiradiasi dalam *OSIRIS* hingga derajat bakar sebesar 74% pada tahun 1997 dan 1998, semua menunjukkan hasil yang sangat baik^[4]. Perkembangan manufaktur menunjukkan bahwa bahan bakar paduan U-Si-Al dapat diproduksi dengan andal dan hasil uji paska iradiasi dapat memenuhi kualifikasi bahan bakar seperti diberikan dalam Ref. [5], yaitu bahwa bahan bakar dispersi U_3Si_2 dengan tingkat muat uranium hingga $6,0 \text{ gU/cm}^3$ memenuhi syarat untuk digunakan dengan kondisi tertentu, sesuai hasil uji iradiasi.

Sejak paduan tersebut digunakan sebagai pengganti bahan bakar reaktor riset tipe U_3O_8 maupun UAl_x hingga saat ini belum ditemukan bahan bakar baru tipe dispersive dan yang sekaligus meningkatkan tingkat muat uranium di dalamnya. Meskipun paduan UMo dengan kandungan 7% berat Mo memiliki prospek yang baik, namun hingga saat ini belum ada reaktor riset yang berencana untuk mengganti bahan bakar U_xSi_y menjadi UMo. Hal ini disebabkan paduan UMo terbukti memiliki sifat *swelling* yang cukup tinggi dalam suasana fluks neutron yang tinggi sehingga peran U_3Si_2 dengan tingkat muat uranium $4,8 \text{ gU/cc}$ hingga saat ini masih dipertahankan. UMo

sendiri masih banyak diteliti, khususnya setelah ditemukan metoda produksi yang ekonomis dengan menggunakan teknik *atomizer*, yaitu dengan mensubstitusi sebagian Mo dengan logam lainnya dengan harapan dapat memperbaiki unjuk kerjanya di dalam reaktor^[6-9]. Bahan bakar densitas tinggi, atau muatan uranium tinggi, akan mengompensasi pengurangan pengayaan bahan bakar tanpa terlalu banyak mengorbankan reaktivitas total di dalam teras reaktor.

Paduan UN merupakan salah satu kandidat sebagai bahan bakar reaktor riset karena memiliki densitas uranium yang cukup tinggi, mencapai $14,32 \text{ g/cm}^3$. Dengan densitas yang tinggi paduan UN dimungkinkan untuk dapat dipromosikan sebagai bahan bakar dispersi karena diharapkan dapat mencapai TMU 9~10 gU/cm^3 , sehingga unjuk kerjanya di reaktor dapat ditingkatkan. Selain hal itu, program *RERTR* hingga saat ini masih terus berlangsung karena terbukti bahwa tidak semua bahan bakar reaktor riset dengan pengkayaan 93 % dapat dikonversi dari *HEU* (*high enriched uranium*) ke *LEU* (*low enriched uranium*). Tercatat baru 90% reaktor riset di dunia yang bisa dikonversi dari penggunaan bahan bakar *HEU* ke *LEU*, sementara sisanya memerlukan tingkat muat uranium tinggi^[10].

Paduan UN sudah dikenal cukup lama dan teknologi pembuatannya sudah dipublikasikan dimana-mana. Takkunen, peneliti dari *National Aeronautics and Space Administration (NASA)* telah membuat UN dilapisi Tungsten dan Molibdenum membentuk bahan bakar bentuk logam-keramik (*cermet*) dengan ukuran partikel 75~150 μm . Untuk maksud tersebut digunakan mesin *hot isostatic pressure (Dr. HIP)* dengan tekanan 70.000 psi. Bahan bakar W-U-N dan Mo-U-N ini digunakan untuk reaktor pesawat ruang angkasa (*shuttle space nuclear reactor*)^[11]. Penelitian pembuatan lapisan film tipis senyawa UN juga telah dilakukan dengan menggunakan

mesin *sputtering* untuk mengetahui sifat magnet serta struktur materialnya^[12]. Selain itu masih banyak dijumpai cara pembuatan paduan U-N dengan berbagai metoda yang telah dipatenkan, seperti dengan cara hidriding-dehidriding^[13] dan penambahan tungsten^[14].

Dalam makalah ini akan disajikan pembuatan senyawa UN dari logam U dengan proses hidriding-dehidriding kemudian diikuti dengan proses nitriding. Dengan metoda ini diharapkan akan diperoleh paduan serbuk UN yang kompak, masif berdensitas tinggi sehingga memenuhi kriteria unjuk kerja bahan bakar pada suhu dan iradiasi tinggi.

II. TATA KERJA

2.1. Hidriding logam U

Pembuatan serbuk uranium dilakukan dengan proses hidriding-dehidriding terhadap logam uranium massif pada suhu 300 °C. Logam uranium yang digunakan memiliki kemurnian 98%. Gas hidrogen dan nitrogen yang digunakan memiliki kemurnian masing-masing 99,995%. Proses hidriding-dehidriding dilakukan pada sebuah tungku mengacu sistem Sievert yang mampu dioperasikan pada tekanan vakum hingga 1×10^{-5} mbar dan tekanan tinggi hingga 60 bar. Dalam percobaan ini digunakan tekanan operasi pada suasana vakum 1×10^{-5} mbar hingga 1000 mbar. Potongan logam uranium masif berat ± 5 gram dibersihkan permukaannya dengan mencelup ke dalam larutan HNO₃ 1N selama 1 menit pada suhu 70 °C. Proses ini disebut Pikling. Logam U kemudian diambil dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* berisi alkohol murni untuk maksud pembilasan. Setelah ditimbang berat bersihnya, logam kemudian dimasukkan ke dalam reaktor hidriding. Sistem reaktor hidriding kemudian divakumkan hingga tekanan $\pm 1 \times 10^{-5}$ mbar dan setelah tekanan tercapai kemudian tungku pemanas sistem hidriding dinyalakan hingga mencapai suhu 300 °C. Setelah suhu tercapai hidrogen mulai

dialirkan ke dalam sistem secara bertahap hingga tekanan mencapai 1000 mbar dan tak ada lagi hidrogen yang diserap oleh uranium, indikasi bahwa logam sudah berubah menjadi serbuk. Setelah diambil sedikit untuk keperluan analisis, alat hidriding kemudian dihidupkan lagi dengan memvakum sistem hingga tekanan $\pm 1 \times 10^{-5}$ mbar. Setelah tekanan vakum tercapai, tungku pemanas dinyalakan dan diatur suhunya pada 500 °C secara bertahap. Selama pemanasan tekanan di dalam reaktor akan naik disebabkan karena proses dehidriding sedang berlangsung, yaitu hidrogen yang terikat sebagai senyawa UH₃ akan terurai dan keluar dari paduan U-H, sehingga hanya terbentuk U logam. Setelah tekanan didalam sistem stabil pada tekanan $\pm 1 \times 10^{-5}$ mbar, indikasi bahwa semua hidrogen telah terdekomposisi, pemanas dimatikan dan sistem dibiarkan mendingin. Setelah dingin sampel diambil dan dianalisis.

2.2. Nitriding serbuk uranium

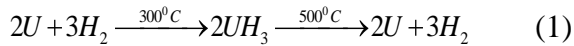
Sistem kemudian divakum lagi dan setelah tekanan $\pm 1 \times 10^{-5}$ mbar tercapai tungku dihidupkan pada suhu 800 °C secara bertahap. Setelah suhu 800 °C tercapai gas nitrogen dialirkan ke dalam reaktor secara bertahap hingga tekanan di dalam sistem mencapai 1000 mbar. Reaksi nitriding dianggap selesai setelah tak ada perubahan tekanan di dalam sistem. Sampel dikeluarkan dari reaktor dan dianalisis..

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Usaha menaikkan densitas dan tingkat muat uranium di dalam bahan bakar reaktor riset maupun daya merupakan usaha aktif yang dilakukan oleh peneliti di dunia.

Gambar 1 menampilkan potongan-potongan logam U setelah diproses pikling (a) dan setelah proses hidriding pada suhu 300 °C (b). Dari Gambar 1 tampak bahwa terjadi perubahan bentuk dari potongan logam masif dengan dimensi panjang dan lebar $\pm 5 \sim 15$ mm, tebal ± 1 mm, menjadi

serbuk halus yang menunjukkan bahwa telah terjadi proses hidriding membentuk UH_3 . Reaksi yang terjadi pada proses hidriding dan dehidriding dapat ditulis sebagai berikut:



Dalam pelaksanaan penelitian banyak dijumpai kendala disebabkan karena sifat piroporik serbuk UH_3 . Setiap kali serbuk UH_3 hasil hidriding dikeluarkan dari tabung reaktor, secara spontan bereaksi dengan udara dan diikuti dengan terbakarnya serbuk UH_3 yang diindikasikan dengan timbulnya percikan api. Untuk mengatasi hal diperlukan *glove box* untuk menghindari kontak langsung serbuk dengan udara.



(a)

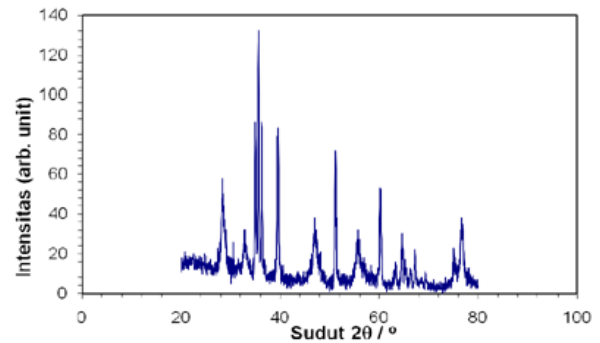


(b)

Gambar 1. Potongan logam U sebelum dihidriding (a) dan serbuk U hasil hidriding pada suhu $300^\circ C$.

Gambar 2 menampilkan sampel sebelum hasil uji difraksi sinar-X untuk uranium sebelum dilakukan proses hidriding menjadi senyawa UH_3 . Dari gambar dilakukan analisis puncak dan diperoleh 15 puncak yang diidentifikasi sebagai puncak-puncak dari logam U seperti tercantum dalam *JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)* dan hasilnya

ditampilkan pada Tabel 1. Dari Tabel 1 terlihat bahwa puncak-puncak tersebut berasal dari uranium. Tidak adanya logam-logam lain dalam sampel ini menunjukkan bahwa uranium yang digunakan dalam penelitian ini memiliki kemurnian cukup tinggi.

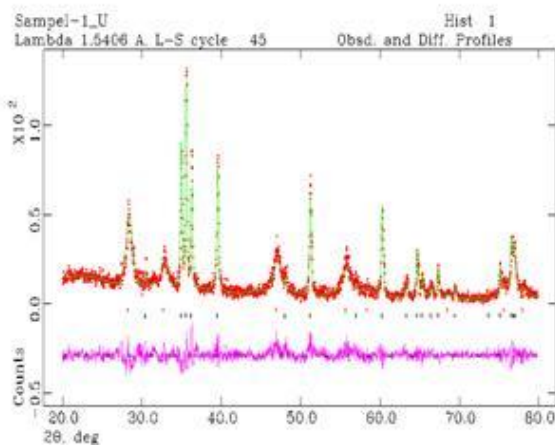


Gambar 2. Hasil difraktogram logam U.

Gambar 3 menampilkan hasil difraktogram yang sudah di-*refined* untuk serbuk U yang telah diproses hidriding dan dehidriding pada suhu $500^\circ C$. Gambar 3 memiliki profil yang mirip dengan Gambar 2 dan hanya ada sedikit perbedaan. Dari analisa *refinement* diperoleh hasil kuantitatif berupa α fasa α -U dan Uraninite, UO_2 , seperti ditampilkan pada Tabel 2. Dari hasil analisis menunjukkan bahwa adanya senyawa oksida pada serbuk hasil dehidriding disebabkan oleh penanganan serbuk yang kurang sempurna. Di masa datang hal ini akan diatasi dengan menghindari kontak langsung serbuk dengan udara terbuka dengan menyediakan *glove box*. Lama waktu proses hidriding dan dehidriding tidak diperhitungkan dalam penelitian ini karena jumlah sampel kurang representatif.

Tabel 1. Hasil difraksi logam U

No.	Posisi [°2Th.]	Spasi-d [Å]	Intensitas Relatif [%]	FWHM [°2Th.]	Luasan [cts*°2Th.]	Latar [cts]	Tinggi [cts]
1	28.2844	3.15531	34.97	0.3149	13.53	8	43.56
2	32.8126	2.72949	16.39	0.4723	9.52	7	20.42
3	34.9828	2.56498	63.32	0.1968	15.31	7	78.89
4	35.5991	2.52197	100	0.1968	24.19	7	124.59
5	36.2837	2.47595	61.49	0.1968	14.87	7	76.61
6	39.56	2.27812	58.26	0.1968	14.09	6	72.59
7	46.8683	1.93851	18.66	0.551	12.64	4	23.25
8	51.1853	1.7847	50.66	0.2362	14.7	4	63.11
9	55.7452	1.64904	17.6	0.6298	13.62	4	21.92
10	60.2157	1.53687	36.44	0.1968	8.81	3	45.39
11	63.2789	1.46965	8.03	0.4723	4.66	3	10.01
12	64.7066	1.44063	17.94	0.2362	5.21	3	22.35
13	67.3009	1.39127	13.19	0.2362	3.83	2	16.43
14	75.2143	1.26333	12.47	0.4723	7.24	1	15.53
15	76.7581	1.24069	25.39	0.768	32.4	0	31.64



Gambar 3. Hasil *refinement* logam U setelah dehidriding pada suhu 500 °C.

Tabel 2. Hasil analisis kuantitatif logam U paska dehidriding.

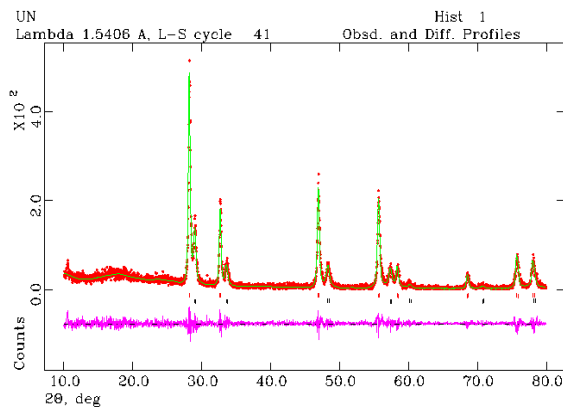
No	Nama Senyawa	Fasa	Fraksi Massa (%wt)	Referensi
1	Quartz	α -U	57,99	AMCSD 96-900-8585 ^[15]
2	Uraninite	UO ₂	42,01	AMCSD 96-900-9050 ^[16]

Gambar 4 menampilkan hasil difraktogram yang sudah di-*refined* serbuk U hasil dehidriding dan diproses nitriding pada

suhu 800 °C. Terjadi perubahan bentuk puncak yang cukup signifikan serta menunjukkan adanya perubahan fasa. Dari *refinement* atas hasil cacah menunjukkan bahwa fasa UN sudah terbentuk dengan fraksi masa sebesar 30,26 % untuk UN dan 69,74% untuk UO₂, seperti ditampilkan pada Tabel 3. Hasil ini menunjukkan bahwa akibat penanganan sampel menyebabkan serbuk mengalami oksidasi lanjut yaitu ketika sampel UN hasil nitriding dikeluarkan dari tabung reaktor terjadi kontak langsung dengan udara dan mengakibatkan sampel terbakar membentuk uraninite, UO₂. Untuk menghindari hal tersebut, maka diperlukan alat bantu berupa *glove box* sehingga penanganan sampel dapat dilakukan dalam atmosfer bebas oksigen. Lama waktu proses nitriding tidak diperhitungkan dalam penelitian ini karena jumlah sampel kurang representatif.

Dilihat dari diagram fasa paduan U-N tampak bahwa senyawa UN memiliki fasa stabil sebagai UN dengan komposisi 5,5% berat nitrogen^[16]. Fasa UN memiliki kestabilan tinggi pada fasa α -U, α -U, maupun α -U. Suhu nitriding dipilih pada 800 °C, yaitu pada fasa α -U sehingga kestabilan fasa UN dapat dipertahankan dalam

pemakaiannya di reaktor nuklir. Meskipun senyawa α - U_2N_3 juga merupakan fasa stabil dengan kandungan fraksi masa nitrogen hingga 8,5 % berat, tetapi dalam percobaan ini tidak terbentuk. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh adanya fasa stabil uraninite UO_2 yang mengganggu terbentuknya fasa α - U_2N_3 meskipun reaksi berlangsung dalam suasana nitrogen berlebihan.



Gambar 4. Hasil *refinement* logam U setelah dehidriding pada suhu 500 °C dan nitriding pada suhu 800 °C.

Tabel 3. Hasil analisis kuantitatif logam U setelah nitriding pada suhu 800 °C.

No	Nama Senyawa	Fasa	Fraksi Massa (%wt)	Referensi
1	Uranium Nitrida	UN	30,26	AMCSD 96-900-9049 ^[17]
2	Uraninite	UO_2	69,74	AMCSD 96-900-9050 ^[17]

IV. KESIMPULAN

Senyawa UN dalam bentuk serbuk dapat dibuat dengan mereaksikan logam uranium masif dengan gas hidrogen pada suhu 300 °C dan nitrogen pada suhu 800 °C. Reaksi U menjadi UH_3 dapat diamati dengan terjadinya perubahan bentuk fisik logam dari masif menjadi serbuk. Suhu dehidriding pada 500 °C cukup untuk menguraikan senyawa UH_3 menjadi U logam. Reaksi nitriding pada suhu 800 °C mampu mengubah U logam

menjadi paduan UN. Waktu hidriding, dehidriding, dan nitriding tidak diperhitungkan dalam percobaan ini karena jumlah sampel tidak representatif. Terjadi proses oksidasi cepat saat pengeluaran sampel dari tabung reaksi karena serbuk UH_3 bersifat piroporik. Hasil hidriding, dehidriding, dan nitriding perlu penanganan yang spesifik untuk mengatasi sifat piroporik serbuk, diantaranya menggunakan *glove box*.

V. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada semua pihak yang telah membantu penelitian ini, khususnya kepada para tenaga teknis di Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, BATAN. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada Direksi PT. BATAN Teknologi yang telah menyediakan fasilitas untuk penelitian ini. Penelitian ini didanai oleh DIPA 2010-2012. Ucapan terima kasih khusus disampaikan kepada Bp. Wisnu Ari Adi yang telah membantu pekerjaan analisis.

VI. DAFTAR PUSTAKA

1. Anonymous, (1988), U.S. Nuclear Regulatory Commission, Safety Evaluation Report Related to the Evaluation of Low-Enriched Uranium Silicide Dispersion Fuel for Use in Non-Power Reactors, U.S. Nuclear Regulatory Commission Report NUREG-1313, Bethesda, MD
2. G.L. Hofman, (1986), Crystal Structure Stability And Fission Gas Swelling In Intermetallic Uranium Compounds, J. Nucl. Mater. 140, 256
3. J.-P. Durand, Y. Fanjas, and A. Tissier, (1993). "Development of Higher-Density Fuel at CERCA, Proc. 1992 International Meeting on Reduced Enrichment for Research and Test Reactors—Status as of Oct.1992, Roskilde, Denmark, September 27-October 1, 1992, Argonne National Laboratory Report ANL/RERTR/TM-19, CONF-9209266, Argonne, IL

4. J.-P. Durand, J.-C. Cottone, M. Mahe, and G. Ferraz, (1998), LEU Fuel Development at CERCA—Status as of October 1998, Proc. 1998 International Meeting on Reduced Enrichment for Research and Test Reactors, Sao Paulo, Brazil, Argonne National Laboratory Report, Argonne, IL
5. Anonymous, International Atomic Energy Agency, Guidelines for Qualification and Licensing of Very-High-Density Fuels, International Atomic Energy Agency Report, Vienna, Austria.
6. M. Chen, Y.F. Xiong, W.Y. Jing, J.P. Jia, and P.C. Zhang, (2010), Characterization of c-U-10 wt.%Mo Alloy Powders Obtained by Hydride-Milling-Dehydride Process, *J. Nucl. Mater.*, 400, 69–72
7. J. Gan, D.D. Keiser Jr., B.D. Miller, A.B. Robinson, J.F. Jue, P. Medvedev, and D.M. Wachs, (2012), TEM Characterization of U-7Mo/Al-2Si Dispersion Fuel Irradiated to Intermediate and High Fission Densities, *J. Nucl. Mater.*, 424, 43–50
8. Y.A. Stetskiy, Y.I. Trifonov, A.V. Mitrofanov, and V.I. Samarin, Manufacturing and Investigation of U-Mo LEU Fuel Granules by Hydride-Dehydride Processing, <http://www.rertr.anl.gov/Web2002/2003Web/FullPapers-PDF/Trifonov2.pdf>, Retrieved 26/6/2012.
9. Y. S. Kim, G.L. Hofman, A.B. Robinson, D.M. Wachs, H.J. Ryu, J.M. Park, J.H. Yang, Irradiation performance of U–Mo–Ti and U–Mo–Zr dispersion fuels in Al–Si matrixes, *J. Nucl. Mater.*, 427 (2012) 233–238
10. J. L. Snelgrove, G. L. Hofman, C. L. Trybus, and T. C. Wiencek, Development of Very-High-density Fuels by the RERTR Program, <http://www.rertr.anl.gov/FUELS96/SNELGR96.PDF>, retrieved 27/6/2012
11. P.D. Takkunen, Fabrication of Cermet of Uranium Nitrides And Tungsten or Molybdenum From Mixed Powders And From Coated Particles, NASA Technical Note, TN – D-5136.
12. D. Rafaja, L. Havelab, R. Kužel, F. Wastin, E. Colineau, and T. Gouder, (2005), Real Structure and Magnetic Properties of UN Thin Films, *J. Nucl. Mater.*, 386, 87–95
13. Chubb et. al., (1972), Non-swelling Uranium Nitride Fuels, United States Patent No. 3,661,709
14. Potter et al., (1976), Preparation of uranium nitrides, United States Patent No. 3,953,355
15. Wyckoff R. W. G., (1963), 2nd ed., Interscience Publishers, New York, New York, *Crystal Structures* 1, 7-83
16. T.B. Massalki, (1990), Binary Alloy Phase Diagrams, 2nd ed., Vol. 3, pp. 2709-2710
17. Wyckoff R. W. G., (1963), 2nd ed., Interscience Publishers, New York, New York *Fluorite Structure, Crystal Structures* 1, 239-444