
ANALISIS KOMPOSISI UNSUR, DENSITAS, MAKROSTRUKTUR, DAN FASA PADUAN U-6Zr-xNb PASCA UJI KOROSI

Masrukan¹, Deni Mustika¹, Deninta Andara Perdana², Jumaeri²

¹Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

Kawasan PUSPIPTEK Serpong Gd 20, Tangerang Selatan, 15314

²Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Lantai 2, Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang, 50229

e-mail: masrukan2006@yahoo.com

(Naskah diterima: 20-9-2020, Naskah direvisi: 14-10-2020, Naskah disetujui: 27-10-2020)

ABSTRAK

ANALISIS KOMPOSISI UNSUR, DENSITAS, MAKROSTRUKTUR, DAN FASA PADUAN U-6Zr-xNb PASCA UJI KOROSI. Penelitian mengenai komposisi unsur, densitas, makrostruktur, dan fasa paduan U-6Zr-xNb pasca uji korosi telah dilakukan. Analisis komposisi paduan dilakukan sebelum uji korosi yang meliputi uji kadar uranium dengan titrasi potensiometri, uji kadar pengotor dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) serta uji kadar Zr dan Nb dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Analisis komposisi paduan bertujuan untuk memastikan bahwa bahan bakar U-6Zr-xNb memenuhi syarat kualitas bahan bakar nuklir. Uji densitas dilakukan untuk menjadi salah satu parameter dalam menghitung laju korosi, sedangkan pengamatan makrostruktur dan fasa paduan dilakukan untuk mengetahui kerusakan atau produk korosi serta lapisan/fasa yang terbentuk setelah terjadi korosi. Hasil uji komposisi paduan U-6Zr-xNb dengan XRF maupun titrasi potensiometri menunjukkan bahwa kadar uranium sudah mendekati kadar yang syaratkan, sedangkan untuk uji pengotor dengan AAS menunjukkan adanya kadar pengotor melebihi yang disyaratkan untuk bahan bakar nuklir antara lain Al, Fe dan Si. Berdasarkan hasil tersebut, bahan bakar U-6Zr-xNb masih memenuhi persyaratan. Dilihat dari sifat neutroniknya, unsur Al, Fe dan Si memiliki tampang serapan neutron yang rendah. Hasil uji densitas sampel U-6Zr, U-6Zr-1Nb, U-6Zr-4Nb, dan U-6Zr-7Nb masing-masing sebesar 16,9798 g/mL, 16,6115 g/mL, 15,594 g/mL, dan 15,3564 g/mL. Pengamatan makrostruktur paduan pasca korosi menunjukkan adanya bercak hitam yang merupakan hasil oksidasi U (IV) menjadi U (VI). Paduan U-6Zr-xNb mengalami korosi paling besar pada media air bebas mineral. Kerusakan pada permukaan paduan semakin menurun seiring bertambahnya presentase berat Nb dalam paduan. Hasil karakterisasi paduan pasca korosi menggunakan XRD menunjukkan bahwa sampel U-6Zr dan U-6Zr-1Nb terbentuk fasa α , sedangkan untuk sampel U-6Zr-4Nb dan U-6Zr-7Nb terbentuk fasa γ . Lapisan oksida protektif Nb₂O₅ yang terbentuk sangat kecil, sehingga tidak terdeteksi oleh XRD.

Kata kunci: Paduan UZrNb, komposisi, pengotor, korosi, densitas, makrostruktur, pembentukan fasa.

ABSTRACT

ANALYSIS OF ELEMENTAL COMPOSITION, DENSITY, MACROSTRUCTURE, AND PHASE FORMATION OF U-6Zr-xNb ALLOY POST CORROSION TEST. *Research on the elemental composition, density, macrostructure, and phase formation of U-6Zr-xNb alloy have been done after corrosion test. The alloy composition analysis had been done before the corrosion test which included uranium content analysis by potentiometric titration, impurity analysis with Atomic Absorption Spectroscopy (AAS), and U, Zr and Nb content analysis with X-Ray Fluorescence (XRF). The alloy composition analysis was aimed to ensure that U-6Zr-xNb fuel meets the quality requirements of nuclear fuel specifications. The density, macrostructure and phase test were done after the corrosion test. The density test is required as one of the parameters in calculating the corrosion rate, and the microstructure and alloy phase observations are required to determine the damage or corrosion products and the layers/phases formed after the occurrence of corrosion. The results of the U-6Zr-xNb alloy composition analysis with XRF and potentiometric titration show that the uranium content is close to the expected level, whereas the impurity test with AAS shows high levels of impurities including Al, Fe and Si. Based on these results, U-6Zr-xNb fuel meets the requirements because the elements of Al, Fe and Si have low neutron absorption cross-section. The sample density test results of U-6Zr, U-6Zr-1Nb, U-6Zr-4Nb, and U-6Zr-7Nb were 16.9798 g/mL, 16.6115 g/mL, 15.594 g/mL, and 15.3564 g/mL respectively. Macrostructure observation of the post-corrosion alloy shows black spots which are the result of oxidation of U (IV) to U (VI). The U-6Zr-xNb alloy experiences the greatest corrosion in mineral-free water media. The damage to the alloy surface decreases as the weight percentage of Nb in the alloy increases. The results of post-corrosion alloy characterization using XRD show that the U-6Zr and U-6Zr-1Nb samples formed an α phase, while the U-6Zr-4Nb and U-6Zr-7Nb samples formed γ phase. The protective Nb_2O_5 oxide layer formed, however, is minute and unlikely to be detected by XRD.*

Keywords: *UZrNb alloy, elemental composition, impurities, corrosion, density, macrostructure, phase formation.*

PENDAHULUAN

Bahan bakar nuklir adalah bahan yang dapat menghasilkan energi melalui proses fisi, dan merupakan komponen pokok pada reaktor nuklir. Faktor kunci untuk pengembangan bahan bakar nuklir adalah sifatnya yang aman dan ekonomis [1]. Pengembangan bahan bakar di Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN), BATAN ditujukan untuk mendapatkan bahan bakar yang mempunyai densitas tinggi. Hingga saat ini, reaktor riset G. A. Siwabessy menggunakan bahan bakar uranium silisida (U_3Si_2/Al). Bahan bakar U_3Si_2/Al tersebut memiliki kekurangan, yaitu sulitnya memisahkan limbah Si dari fabrikasi bahan bakar dan keterbatasan densitas yang dapat dicapai saat difabrikasi. Densitas bahan bakar U_3Si_2/Al yang dapat dicapai pada saat proses fabrikasi adalah sebesar $4,8 \text{ gU/cm}^3$ [2]. Salah satu upaya untuk mengatasi hal tersebut adalah dengan membuat inovasi bahan bakar baru [3]. Untuk itu, diupayakan mencari bahan bakar baru yang mempunyai densitas tinggi dengan salah satunya adalah bahan bakar berbasis uranium zirkonium (U-Zr) selain uranium molybdenum (U-Mo).

Bahan bakar paduan uranium dengan fasa γ merupakan kandidat yang menjanjikan untuk dijadikan bahan bakar LEU karena stabilitasnya lebih baik terhadap iradiasi serta lebih tahan terhadap kondisi swelling. Akan tetapi uranium memiliki sifat fisik dasar berupa fasa α , yang hanya stabil pada temperatur ruang atau di bawahnya. Fasa γ -U dapat dipertahankan hingga temperatur kamar dengan cara memadukan uranium dengan unsur logam lain seperti zirkonium, niobium, molibdenum, platinum dan lain-lain [4]. Dalam proses fabrikasi bahan bakar nuklir, terdapat proses konversi bahan bakar dari ingot menjadi serbuk, dimana teknik yang umum digunakan untuk membuat serbuk adalah *hydride-dehydride* (HD). Teknik *hydride-dehydride* digunakan untuk bahan yang ulet untuk dibuat serbuk dengan cara *dimilling*/dihancurkan. Yang

perlu diperhatikan dalam proses *hydride-dehydride* adalah pembentukan UH_3 pada proses *hydriding-dehydriding* yang dapat menghasilkan produk korosi yang bersifat piroforik sehingga menjadi salah satu masalah dalam hal keselamatan operasionalnya [5].

Paduan uranium untuk dapat digunakan sebagai bahan bakar nuklir selain harus mempunyai kemurnian dan densitas yang tinggi juga dituntut mempunyai sifat korosi yang cukup baik. Beberapa teknik telah dilakukan untuk meningkatkan performa bahan bakar nuklir terhadap korosi, termasuk memadukan antar logam, pelapisan permukaan dan implan ion. Beberapa logam (seperti Ti, Nb, Zr, dan Ru) telah dipadukan dengan uranium untuk meningkatkan resistensi terhadap korosi [6]. Dalam penelitian ini, logam Nb akan dipadukan dengan U-6Zr untuk meningkatkan ketahanan korosinya, selain logam Nb memiliki penampang lintang serapan neutron yang rendah, memiliki kompatibilitas yang baik dengan logam cair alkali, sifat mekanik suhu tinggi, dan dapat difabrikasi dengan baik, sehingga Nb cocok untuk dikembangkan dalam bidang nuklir [7]. Selain itu, paduan uranium-zirkonium-Niobium (U-Zr-Nb) dianggap sebagai salah satu bahan bakar nuklir yang menarik untuk reaktor riset, karena memiliki sifat yang menguntungkan seperti densitas dan konduktivitas termalnya yang lebih tinggi, kemudahannya saat difabrikasi, serta kompatibilitasnya yang baik dengan kelongsong bahan bakar [8]. Presentase niobium yang umumnya dapat dipadukan dengan uranium berkisar antara 2% sampai dengan 7% berat paduan [9], sehingga pada penelitian ini akan menggunakan variasi berat niobium sebesar 0%, 1%, 4%, dan 7%.

METODOLOGI

Paduan U-6Zr-xNb hasil pepaduan logam U, Zr dan Nb dipotong-potong untuk dilakukan beberapa pengujian diantaranya uji korosi, komposisi kimia, densitas, fasa dan

makrostruktur. Pengujian korosi dilakukan dalam media yang berbeda-beda yaitu media asam media larutan HNO_3 dengan pH 1,30; media air bebas mineral dengan pH 8,28; dan dalam larutan basa NaOH dengan pH 10,96.

a. Analisis Kadar Uranium dengan Titrasi Potensiometri

Sebelum dilakukan pengujian kadar U dengan menggunakan titrasi potensiometri, potongan $\pm 0,5$ g paduan U-6Zr-xNb dilarutkan dalam HNO_3 pekat : HF pekat = 2500 : 1 dan ditepatkan hingga memiliki konsentrasi 10 g/L. Larutan yang terbentuk direduksi menjadi U (IV) dengan ferro sulfat dengan bantuan katalis Mo (IV), dilanjutkan proses titrasi menggunakan titroprocessor (Metler Toledo T90) dengan kalium bikromat dan katalis vanadil sulfat sebagai agen oksidator U (IV) menjadi U (VI). Analisis Kadar U, Zr dan Nb dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Sampel dipotong hingga mempunyai sisi rata. Sisi rata dari sampel kemudian dihaluskan dan diletakkan dalam *chamber* dengan menghadap ke sumber sinar X dan detektor. Pada penelitian ini, metode pengukuran yang digunakan adalah Uni Quant, dalam media udara, waktu selama 60 detik/sampel, dan tegangan kerja 4-40 kV. Hasil pengujian kemudian dianalisis.

b. Analisis Kadar Pengotor dengan Atomic Absorption Spectroscopy

Sebagian sampel U-6Zr-xNb yang telah dipotong dengan berat $\pm 0,5$ g dilarutkan menggunakan HF pekat : HNO_3 pekat dalam perbandingan 3 : 7 dengan microwave digester (Milestone Ethos Easy) pada temperatur 240°C selama 15 menit. Hasil larutan diekstrak menggunakan TBP : Heksana = 7 : 3 untuk mengikat uranium dalam fasa nonpolar. Fasa polar dan nonpolar kemudian dipisahkan dalam corong pisah. Fasa polar yang didapatkan kemudian diencerkan dan dianalisis menggunakan AAS.

c. Uji Densitas U-6Zr-xNb dengan Autopycnometer

Pengujian densitas dilakukan dengan metode adisi volume karena sampel berukuran mikroskopis. *Spheremicromerities* ditimbang menggunakan neraca analitik, kemudian diukur volumenya dengan *Autopycnometer* (Ultrapyc 1200e). Langkah selanjutnya, sampel ditimbang bersama *spheremicromerities* dalam satu wadah, dan diukur volumenya lagi. Hasil pengukuran massa dan volume total selanjutnya dikurangi dengan massa dan volume *spheremicromerities*, sehingga diperoleh data massa dan volume sampel, sehingga nilai densitas masing-masing sampel dapat diketahui.

d. Pengamatan Makrostruktur Paduan U-6Zr-xNb Pasca Uji Korosi

Sampel U-6Zr-xNb yang telah diuji korosi diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 50x tanpa perlakuan apapun. Adanya bercak hitam di permukaan sampel merupakan pertanda terjadi korosi di permukaan paduan.

e. Analisis Pembentukan Fasa dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Sampel U-6Zr-xNb pasca uji korosi masing-masing diuji menggunakan XRD (PANalytical) dengan pengamatan 2θ dari 30° hingga 80°. Pola difraksi yang terbentuk kemudian dianalisis menggunakan *software HighScore Plus*, sehingga diperoleh fasa yang terbentuk pada paduan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Hasil Analisis Kadar Uranium

Hasil analisis kadar U di dalam paduan U-6Zr-xNb yang dianalisis dengan menggunakan titroprocessor tertera pada Tabel 1. Dalam Tabel 1 terlihat bahwa konsentrasi uranium yang diuji mendekati konsentrasi yang direncanakan. Kadar uranium pada paduan U-6Zr, U-6Zr-1Nb, U-6Zr-4Nb, dan U-6Zr-7Nb masing-masing memiliki standar deviasi relatif sebesar

0,0866%; 1,0140%; 0,7593%; dan 1,0536%. Nilai standar deviasi relatif tersebut di bawah 5% sehingga hasil analisis dianggap akurat. Dari pengukuran ini, dapat kita ketahui kadar

uranium setelah dipadukan dengan logam lain secara lebih teliti mendekati kadar uranium yang diharapkan pada masing-masing paduan yang dibuat.

Tabel 1. Hasil analisis kadar uranium pada paduan U-6Zr-xNb

No.	Sampel	Konsentrasi uranium yang direncanakan (%)	Konsentrasi uranium terukur rata-rata (%)	Selisih (%)
1	U-6Zr	94%	95,13	1,13
2	U-6Zr-1Nb	93%	93,02	0,02
3	U-6Zr-4Nb	90%	89,26	0,74
4	U-6Zr-7Nb	87%	85,85	2,85

b. Analisis Kadar U, Zr dan Nb dengan XRF

Uji komposisi kimia dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) digunakan untuk mengukur kadar U, Zr dan Nb, dimana unsur-unsur logam tersebut memiliki presentase yang cukup tinggi sehingga lebih mudah dan cepat dalam proses analisis tanpa merusak sampel. Hasil uji kadar U, Zr dan Nb tertera pada Tabel 2.

Tabel 2 menunjukkan bahwa presentase masing-masing logam setelah

dipadukan berbeda dengan yang direncanakan. Hal ini disebabkan selain karena adanya proses pemaduan perbedaan hasil uji dengan hasil yang direncanakan juga dapat disebabkan oleh cara kerja XRF yang mengukur pada sisi tertentu saja sehingga antara sisi satu dan sisi lainnya memberikan hasil berbeda karena perbedaan distribusi logam padu. Terlihat pula bahwa pada uji komposisi kimia menggunakan XRF, selisih konsentrasi logam yang direncanakan dan yang terukur cukup kecil (< 5 %) sehingga dapat dikatakan bahwa hasil uji masih akurat.

Tabel 2. Data Hasil Analisis Komposisi Kimia dengan XRF

No.	Sampel	Unsur	Konsentrasi yang direncanakan (%)	Konsentrasi Terukur (%)	Selisih (%)
1	U-6Zr	U	94%	90,168 ± 1,636	2,832
		Zr	6%	9,177 ± 1,433	1,744
		Nb	-	-	-
2	U-6Zr-1Nb	U	93%	90,317 ± 2,055	0,628
		Zr	6%	9,020 ± 1,876	1,144
		Nb	1%	0,958 ± 0,024	0,24
3	U-6Zr-4Nb	U	90%	89,780 ± 0,537	0,317
		Zr	6%	9,562 ± 0,344	3,218
		Nb	4%	4,923 ± 0,047	0,876
4	U-6Zr-7Nb	U	87%	83,353 ± 0,632	3,015
		Zr	6%	8,043 ± 0,698	1,345
		Nb	7%	8,057 ± 0,038	1,019

c. Analisis Kadar Pengotor dengan AAS

Hasil analisis kadar pengotor menggunakan AAS yang ditampilkan pada Tabel 3 menunjukkan terdapat beberapa unsur yang melebihi ambang batas maksimum yang disyaratkan, antara lain Al, Fe dan Si. Namun, keberadaan unsur-unsur tersebut masih dapat diterima karena tidak cukup untuk membentuk fasa baru baik dengan logam U, logam Zr maupun Nb. Selain itu, unsur Al, Fe, dan Si mempunyaiampang lintang rendah sehingga dari sisi neutronik tidak mengkhawatirkan. Pengotor dalam bahan bakar nuklir dapat mengganggu operasi di reaktor, terutama apabila unsur pengotor memilikiampang serapan neutron yang tinggi [10], serta kemungkinan pengaruh ketahanan korosinya apabila ditinjau dari aspek elektrokimia. Unsur yang perlu diperhatikan dari sisi sifat neutronik/ampang lintang serapan neutron mikroskopik adalah unsur B, Cd dan Hf. Ketiga unsur tersebut mempunyaiampang lintang yang cukup besar yakni masing-masing sebesar 3863,7 barn, 2520 barn, 115 barn [11, 12, 13] dan keberadaan di dalam bahan bakar masing-masing tidak boleh lebih besar dari 4,

2, dan 100 ppm [14,13]. Apabilaampang lintang serapan neutron mikroskopik tinggi dikhawatirkan reaktivitas reaktor akan turun dan mengakibatkan reaktor terhenti. Ketiga unsur tersebut tidak dapat terdeteksi melalui pengujian AAS yang ada karena keterbatasan limit deteksi. Peralatan yang digunakan untuk mendeteksi unsur-unsur tersebut adalah *Inductively coupled plasma optical emission spectroscopy* (ICP-OES) yang mempunyai limit deteksi besar sehingga mampu mendeteksi keberadaan unsur-unsur tersebut. Adanya pengotor bahan bakar nuklir seperti Al, Fe dan Si dalam bahan bakar nuklir dapat berasal dari bulk material logam sebelum dipadukan, adanya kontaminasi saat proses pembuatan paduan, maupun pada saat proses preparasi analisis destruktif.

Berdasarkan analisis kadar U, Zr dan kandungan unsur pengotor, didapatkan bahwa kadar U, Zr dan Nb mendekati yang direncanakan dengan selisih <5% serta kandungan unsur pengotor relatif kecil, maka ditinjau dari komposisi kimia, bahan bakar yang diuji masih memenuhi persyaratan sebagai bahan bakar reaktor riset.

Tabel 3. Hasil analisis pengotor paduan U-6Zr-xNb dan batas maksimal yang diijinkan

Unsur	Konsentrasi Pengotor dalam Sampel (ppm)				Batas maksimum
	U-6Zr	U-6Zr-1Nb	U-6Zr-4Nb	U-6Zr-7Nb	
Ag	<LOD 0,00003	<LOD 0,00003	<LOD 0,00003	<LOD 0,00003	1
Al	298,8093 ± 0,01	51,7464 ± 0,001	8,5847 ± 0,01	943,3685 ± 0,01	250
Ca	2,8084 ± 0,05	2,5873 ± 0,04	51,9990 ± 0,07	14,3779 ± 0,04	200
Cr	87,2838 ± 0,04	64,6831 ± 0,04	50,5273 ± 0,01	109,4484 ± 0,06	200
Cu	24,9382 ± 0,01	22,3157 ± 0,02	39,2445 ± 0,01	38,2923 ± 0,03	250
Fe	110,0876 ± 0,06	75,5175 ± 0,09	32,2541 ± 0,07	250,7336 ± 0,04	250
Li	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	-
Mg	9,5259 ± 0,03	<LOD 0,0002	4,3046 ± 0,05	2,8022 ± 0,03	200
Mn	6,5154 ± 0,01	3,5576 ± 0,05	2,4528 ± 0,06	6,1620 ± 0,07	250
Mo	<LOD 0,00003	<LOD 0,00003	<LOD 0,00003	<LOD 0,00003	-
Ni	189,1710 ± 0,04	171,5718 ± 0,04	157,3461 ± 0,01	163,4390 ± 0,06	200
Pb	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	200
Si	1875,9830 ± 0,03	194,0492 ± 0,01	<LOD 0,0001	381,4554 ± 0,06	60
Sn	<LOD 0,00001	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	<LOD 0,0001	50
Zn	11,5592 ± 0,04	13,4702 ± 0,02	2,1094 ± 0,01	7,9079 ± 0,03	250

d. Uji Densitas Paduan U-6Zr-xNb

Hasil uji densitas paduan U-6Zr-xNb menggunakan autopiknometer ditampilkan pada Tabel 4. Berdasarkan data tersebut, semakin tinggi komposisi Nb, maka kecenderungan densitas sampel akan semakin menurun. Perlu diketahui bahwa unsur Nb mempunyai densitas lebih rendah daripada unsur U sehingga penambahan unsur Nb yang semakin besar mengakibatkan densitas paduan U-6Zr-xNb semakin menurun. Nilai densitas unsur U, Zr, dan Nb

masing-masing adalah sebesar 19,1 g/mL [15], 6,52 g/mL [16] dan 8,57 g/mL [17]. Selain dipengaruhi oleh densitas masing-masing komposisi logam yang dipadukan, adanya sampel yang memiliki pori serta pengotor dari logam lain juga dapat mempengaruhi densitas paduan, sehingga densitas sampel secara real nilainya menjadi lebih kecil dibandingkan dengan densitas teoritisnya. Hasil uji densitas selanjutnya digunakan menjadi salah satu parameter dalam menghitung laju korosi paduan U-6Zr-xNb.

Tabel.4. Hasil Uji Densitas Paduan U-6Zr-xNb

Sampel	Massa (g)	Volume (mL)	Densitas (g/mL)
<i>Spheremicromerities</i>	11,6926	1,55422 ± 4,32e-4	7,5231 ± 2,09e-3
U-6Zr	8,8679	0,52226 ± 8,36e-5	16,9798 ± 2,72e-3
U-6Zr-1Nb	9,2556	0,55718 ± 4,47e-4	16,6115 ± 1,33e-2
U-6Zr-4Nb	8,723	0,55938 ± 1,22e-4	15,594 ± 3,41e-3
U-6Zr-7Nb	7,4887	0,48766 ± 4,14e-4	15,3564 ± 1,36e-2

e. Makrostruktur Paduan U-6Zr-xNb Pasca Uji Korosi

Pengujian korosi yang dilakukan dalam tiga media yang berbeda yaitu larutan HNO₃ dengan pH 1,30; air bebas mineral dengan pH 8,28; dan larutan NaOH dengan pH 10,96. Hasil pengamatan makrostruktur ditampilkan pada Gambar 1 hingga 3.

e.1. Hasil Pengamatan Produk Korosi U-6Zr-xNb Dalam Media Larutan HNO₃ dengan pH 1,30

Hasil pengamatan makrostruktur pada sampel yang telah diuji korosi menggunakan mikroskop optik seperti ditampilkan pada Gambar 1 menunjukkan terjadinya jenis korosi *uniform attack* yang ditandai dengan rusaknya permukaan logam secara merata. Hal ini terjadi karena elemen terkorosi bekerja bersamaan, kemudian area katodik dan anodik secara konstan berpindah tempat dan bergerak di sepanjang permukaan logam [18]. Sampel U-6Zr dan U-6Zr-1Nb mengalami kerusakan paling kecil karena hanya terdapat sedikit bercak hitam

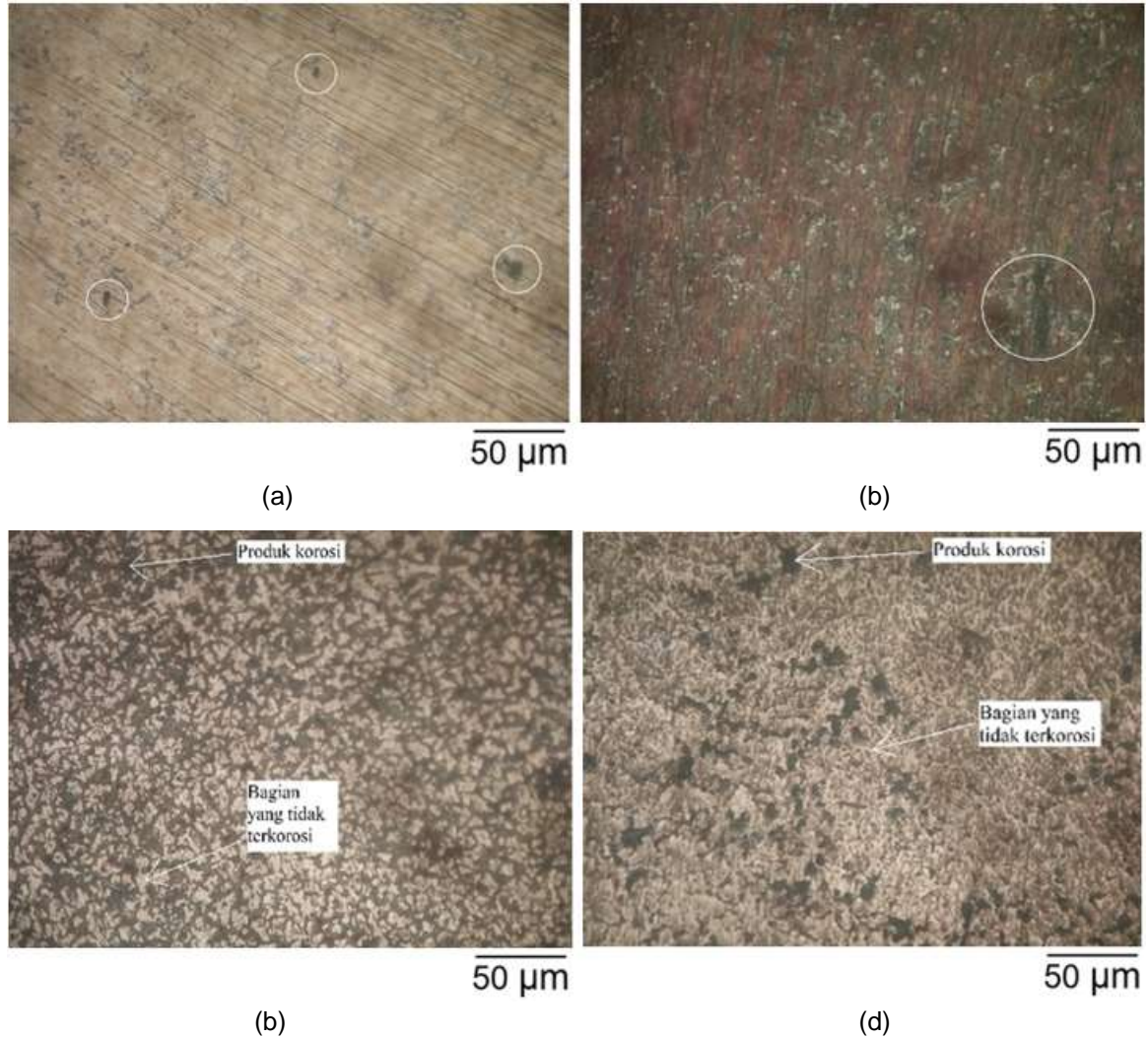
produk korosi, sedangkan pada sampel U-6Zr-4Nb dan U-6Zr-7Nb terdapat bercak hitam yang tersebar secara merata di permukaan sampel. Bercak hitam di permukaan sampel merupakan hasil oksidasi U (IV) menjadi U (VI).

e.2. Hasil Pengamatan Makrostruktur Produk Korosi U-6Zr-xNb Dalam Media Air Bebas Mineral Dengan pH 8,28

Hasil pengamatan makrostruktur pada sampel U-6Zr-xNb pasca uji korosi seperti yang dditampilkan pada Gambar 2 menunjukkan bahwa, sampel U-6Zr-xNb memiliki laju korosi yang lebih tinggi di dalam media air bebas mineral pada pH 8,28 dibandingkan dengan media lain. Hasil pengamatan makrostruktur menggunakan mikroskop optik pada keempat sampel terdapat bercak berwarna hitam di permukaan sampel yang merupakan hasil oksidasi dari U (IV) menjadi U (VI). Sampel U-6Zr memiliki area teroksidasi paling besar, dan seiring bertambahnya persentase Nb

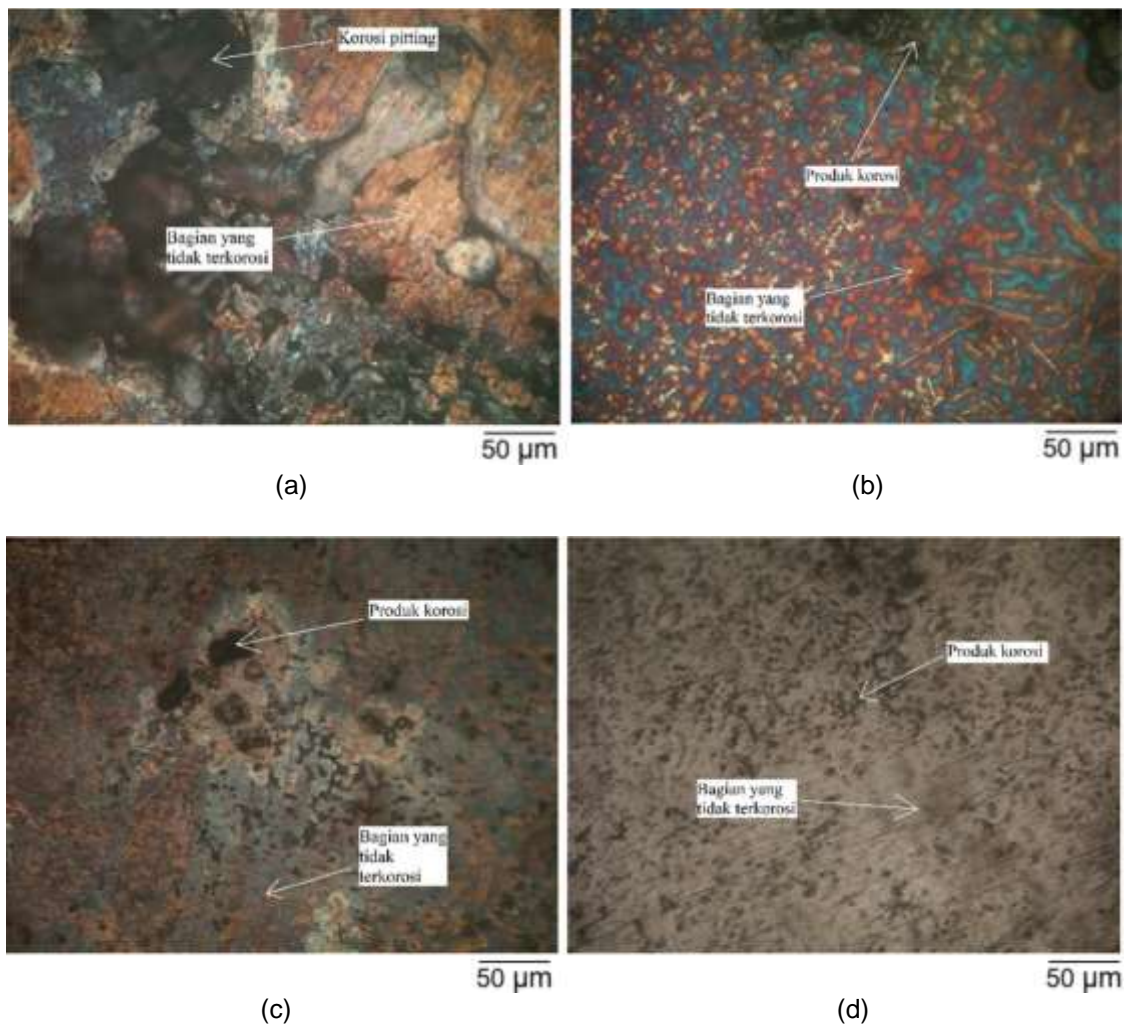
dalam paduan, area teroksidasi semakin kecil. Hal ini disebabkan adanya Nb yang membentuk lapisan Nb_2O_5 dan bersifat protektif pada permukaan sampel [19].

Sampel U-6Zr mengalami korosi *pitting* yang ditunjukkan adanya lubang cukup dalam pada area teroksidasi.



Gambar 1. Hasil pengamatan makrostruktur menggunakan mikroskop optik hasil uji korosi dalam media larutan HNO_3 dengan pH 1,30 untuk paduan:

- (a) U-6Zr
- (b) U-6Zr-1Nb
- (c) U-6Zr-4Nb
- (d) U-6Zr-7Nb



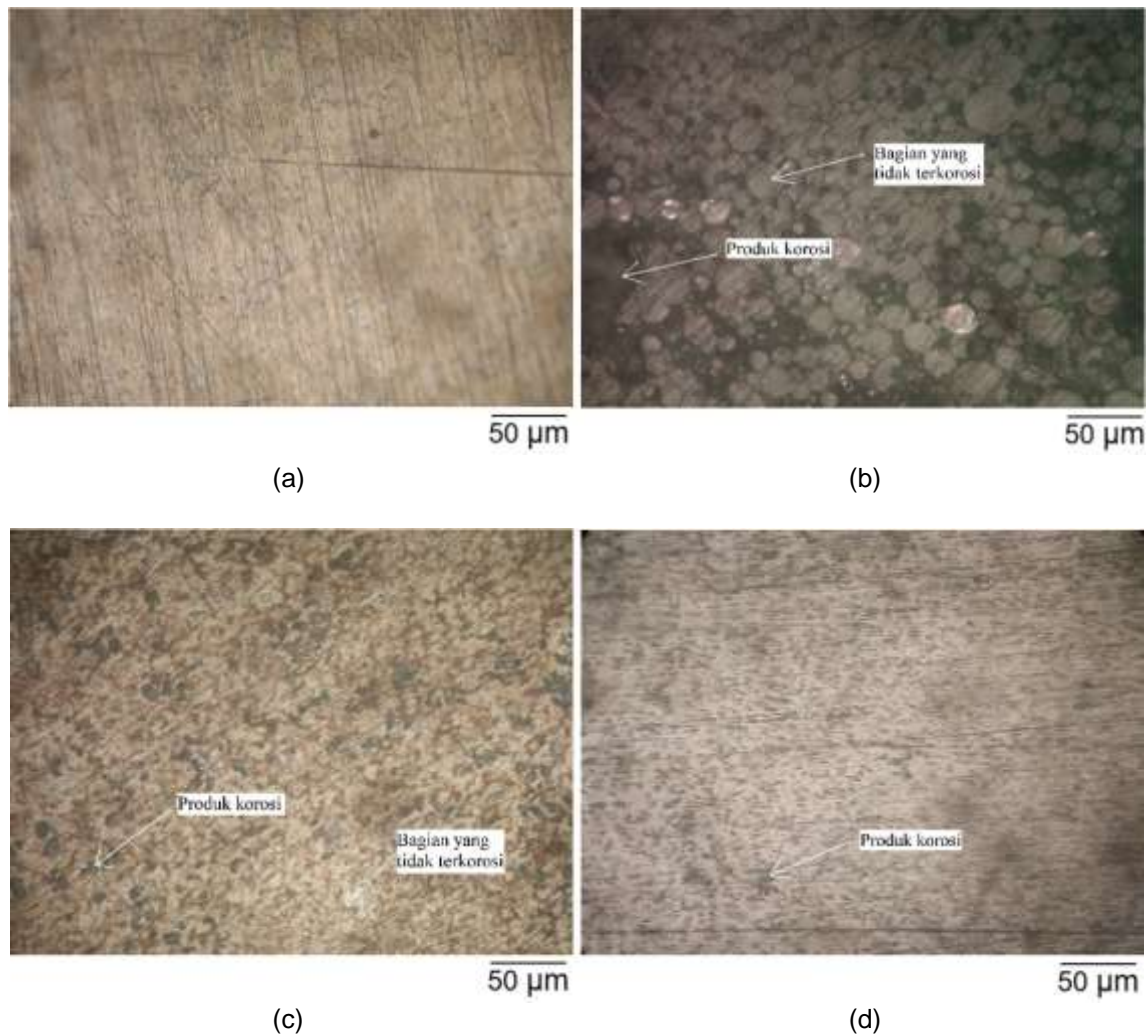
Gambar 2. Hasil Pengamatan makrostruktur menggunakan mikroskop optik hasil uji korosi dalam media air bebas mineral dengan pH 8,28 untuk paduan:

- (a) U-6Zr
- (b) U-6Zr-1Nb
- (c) U-6Zr-4Nb
- (d) U-6Zr-7Nb

e.3. Hasil Pengamatan Makrostruktur Produk Korosi U-6Zr-xNb Dalam Larutan NaOH dengan pH 10,96

Hasil Pengamatan sampel U-6Zr-xNb pada media larutan NaOH pH 10,96 yang ditunjukkan pada Gambar 3 menunjukkan bahwa jenis korosi yang terjadi adalah *uniform attack*. Bercak hitam hasil oksidasi U (IV) menjadi U (VI) memiliki ukuran yang seragam dan tersebar merata. Hasil penelitian Petrukin et al, menunjukkan

bahwa terbentuk koloid hitam yang diduga merupakan campuran dari U(IV) dan U(VI), dimana koloid tersebut sebagian besar adalah U(VI). Penelitian mengenai pembentukan U(IV) dan U(VI) pada bercak hitam tersebut hanya dilakukan pada larutan dengan pH lebih besar dari 8 [20]. Berdasarkan uji korosi, sampel U-6Zr-xNb memiliki laju korosi yang rendah dalam media larutan NaOH dengan pH 10,96 sehingga kerusakan yang terjadi di permukaan sampel tidak terlalu terlihat.



Gambar 3. Hasil pengamatan makrostruktur menggunakan mikroskop optik hasil uji korosi dalam media larutan NaOH pH 10,96 untuk paduan:

- (a) U-6Zr
- (b) U-6Zr-1Nb
- (c) U-6Zr-4Nb
- (d) U-6Zr-7Nb

f. Analisis Pembentukan Fasa Paduan U-6Zr-xNb Pasca Uji Korosi

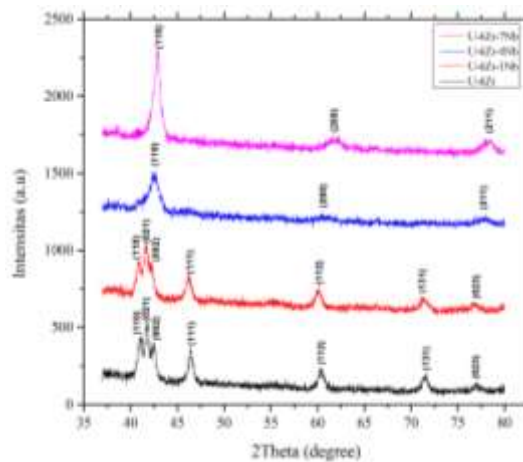
Hasil pengujian dengan menggunakan XRD ditampilkan dalam bentuk pola difraksi U-6Zr-xNb seperti pada Gambar 5.

Karakterisasi paduan U-6Zr-xNb telah dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) pasca perlakuan korosi untuk mengamati fasa yang terbentuk pada paduan. Adanya Nb pada paduan U-Zr-Nb akan membentuk lapisan protektif selain fasa γ U [21]. Pengujian menggunakan XRD,

diharapkan muncul *peak* yang menandakan adanya lapisan Nb_2O_5 .

Paduan U-6Zr dan U-6Zr-1Nb menunjukkan pola fasa α -U sesuai dengan *database* JCPDS 98-004-3419, sedangkan paduan U-6Zr-4Nb dan U-6Zr-7Nb menunjukkan pola difraksi fasa γ U sesuai dengan *database* JCPDS 96-900-8557. Penambahan unsur Nb dengan presentase kecil tidak terlalu mempengaruhi pembentukan fasa U- γ [22],[8]. Paduan uranium yang mengandung presentase penstabil fasa γ cukup tinggi akan lebih tahan

terhadap korosi [8]. Berdasarkan pengamatan pola difraksi, dapat diperkirakan bahwa sampel U-6Zr-4Nb dan U-6Zr-7Nb memiliki ketahanan korosi yang baik karena pola difraksinya menunjukkan bahwa sampel tersebut memiliki fasa U- γ . Berdasarkan pola difraksi yang terlihat, tidak ditemukan *peak* untuk oksida Nb₂O₅ sebagai lapisan protektif yang terbentuk selama terjadi korosi. Hal ini disebabkan jumlah lapisan protektif Nb₂O₅ yang terbentuk terlalu kecil sehingga tidak terdeteksi oleh XRD.



Gambar 1. Pola difraksi paduan U-6Zr-xNb pasca uji korosi.

SIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa, komposisi kimia paduan U-6Zr-xNb hampir mendekati persentase yang diharapkan. Beberapa unsur pengotor yang melebihi ambang batas antara lain Al, Fe, dan Si. Hasil pengujian densitas menunjukkan bahwa semakin tinggi presentase berat Nb, maka densitas semakin menurun. Pengamatan makrostruktur menunjukkan bahwa produk korosi paling besar terdapat pada media air bebas mineral dengan pH 8,28. Pengamatan pola difraksi dari pengujian XRD menunjukkan bahwa sampel U-6Zr dan U-6Zr-1Nb membentuk fasa U- α , sedangkan sampel U-6Zr-4Nb dan U-6Zr-7Nb membentuk fasa U- γ . Lapisan protektif Nb₂O₅ tidak nampak pada pola difraksi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada Kelompok Kendali Kualitas Bidang Fabrikasi Bahan Bakar Nuklir (BFBBN) dan Kelompok Metalografi dan Korosi Bidang Uji Radiometalurgi (BUR) Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN) yang telah membantu selama proses penelitian. Ucapan terima kasih khususnya kepada bapak Yatno D.A yang telah membantu menyiapkan ingot U-6Zr-xNb, bapak Slamet Pribadi, dan bapak Setia Permana yang telah membantu menyiapkan sampel untuk uji korosi.

PERNYATAAN KONTRIBUTOR

Sebagai kontributor utama adalah Masrukan dan Deninta Andara Perdana, Deni Mustika dan Jumaeri sebagai kontributor anggota.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. S. Banerjee and T. R. Govindan Kutty, "Nuclear fuels," in *Functional materials*, first edition, Elsevier Inc., 2012, pp. 387–466.
- [2]. Supardjo, "Pengembangan paduan uranium berbasis UMo sebagai kandidat bahan bakar nuklir untuk reaktor riset menggantikan bahan bakar dispersi U₃Si₂-Al", *Prosiding Seminar Nasional Pengembangan Energi Nuklir IV, 2011 Pusat Pengembangan Energi Nuklir, Badan Tenaga Nuklir Nasional*, hal. 443-451.
- [3]. Masrukan, T. Yulianto, da Sungkono, "Pengaruh unsur Nb pada bahan bakar paduan UZrNb terhadap densitas, kekerasan dan mikrostruktur," *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir Urania*, vol. 16, no. 3, pp. 115–121, 2010.
- [4]. J. Lisboa, *et.al*, "Engineering of fuel plates on uranium-molybdenum monolithic: Critical issues," *World J. Nucl. Sci. Technol.*, vol. 5, no. 4, pp. 274–286, 2015.

- [5]. A. Banos, N. J. Harker, and T. B. Scott, "A review of uranium corrosion by hydrogen and the formation of uranium hydride," *Corros. Sci.*, vol. 136, pp. 129–147, 2018.
- [6]. R. Li and X. Wang, "Effect of niobium additions on initial hydriding kinetics of uranium," *Journal of Nuclear Material.*, vol. 449, no. 1–3, pp. 49–53, 2014,
- [7]. L. L. Snead, D. T. Hoelzer, M. Rieth, and A. A. N. Nemith, "Refractory alloys: vanadium, niobium, molybdenum, tungsten," in *Structural Alloys for Nuclear Energy Applications*, pp. 585–640, 2019.
- [8]. S. Kaity, J. Banerjee, S. C. Parida, and V. Bhasin, "Structural, microstructural and thermal analysis of U-(6-x)Zr-xNb Alloys (x = 0, 2, 4, 6)," *Journal of Nuclear Material.*, vol. 504, pp. 234–250, 2018.
- [9]. S. B. Lyon, "Corrosion of uranium and its alloys," *Shreir's Corros.*, vol. 1, pp. 2181–2191, 2010.
- [10]. Masrukan, T. Yulianto, and A. Muchsin, "Komparasi hasil analisis komposisi kimia di dalam paduan U-Zr-Nb dengan menggunakan teknik XRF dan AAS," *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir Urania*, vol. 17, no. 3, pp. 152–159, 2011.
- [11]. J. R. Lamarsh, and A. J. Baratta, "Introduction to nuclear engineering, 3th edition," Prentice Hall, Inc., New Jersey, 2001.
- [12]. Masrukan, M. H. Alhasa, Yanlinastuti, "Korelasi komposisi unsur terhadap sifat termal serbuk bahan bakar U-ZrH_x," *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir Urania*, vol. 22, no. 2, pp. 65 – 132, 2016.
- [13]. N. Aziz, N. A. Kundari, D. Biyantoro, "Pemisahan zirkonium dan hafnium dengan metode sir (Solvent Impregnated Resins)," *Jurnal Forum Nuklir*, vol. 11, no. 1, 2017.
- [14]. Anonim, "Sertifikat uji elemen bakar dan elemen kendali bahan bakar U₃Si₂-Al", PT Inuki (Persero), INI -01-F01-060, Revisi 0, 2020.
- [15]. L. S. Keith, O. M. Faroon, and B. A. Fowler, "Uranium," in *Handbook on the Toxicology of metals: Fourth edition*, vol. 1, Elsevier, pp. 1307–1345, 2015.
- [16]. R. B. Adamson and P. Rudling, "Properties of zirconium alloys and their applications in light water reactors (LWRs)," *Woodhead Publishing Limited*, 2013.
- [17]. C. Nico, T. Monteiro, and M. P. F. Graça, "Progress in materials science niobium oxides and niobates physical properties : Review and prospects," *J. Prog. Mater. Sci.*, vol. 80, pp. 1–37, 2016.
- [18]. J. Riskin, and A. Khentov, "*Corrosion basics, electrocorrosion and protection of metals*, Elsevier Inc., 2019.
- [19]. Y. Wu, *et al.* "Effect of niobium element on the electrochemical corrosion behavior of depleted uranium," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 478, pp.7–12, 2016.
- [20]. V. F. Peretrukhin, *et.al.*, "Corrosion of uranium and its low content Zr, Nb, and Ru alloys in aqueous solutions," *Protection of Metals*, vol. 44, no. 3, pp. 211–232, 2008.
- [21]. Y. Wu *et al.*, "Effect of niobium element on the electrochemical corrosion behavior of depleted uranium," *Journal of Nuclear Material*, vol. 478, pp. 7–12, 2016.
- [22]. K. Ghoshal, S. Kaity, S. Mishra, and A. Kumar, "Microstructural investigation of uranium rich U–Zr–Nb ternary alloy system," *Journal of Nuclear Material*, vol. 446, no. 1–3, pp. 217–223, 2014.