

ANALISIS PENGOTOR KARBON (C) DALAM SERBUK UO_2 HASIL KONVERSI YC LIMBAH PUPUK FOSFAT DENGAN CARBON ANALYZER LECO IR-212

Lilis Windaryati, Ngatijo, Banawa Sri Galuh

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN
Kawasan Puspipetek Serpong, Tangerang 15314
liliswindaryati@batan.go.id

ABSTRAK

ANALISIS PENGOTOR KARBON (C) DALAM SERBUK UO_2 HASIL KONVERSI YC LIMBAH PUPUK FOSFAT DENGAN CARBON ANALYZER LECO IR – 212. Telah dilakukan analisis pengotor karbon (C) dalam serbuk UO_2 hasil konversi *Yellow Cake* (YC) limbah pupuk fosfat dengan *Carbon Analyzer LECO IR-212*. Analisis kadar karbon ini dilakukan dengan tujuan untuk menjamin kelayakan serbuk UO_2 yang dihasilkan pada proses konversi *yellow cake* limbah pupuk fosfat sebagai bahan bakar nuklir. Batasan kadar karbon di dalam serbuk UO_2 sebagai bahan bakar nuklir tidak boleh melebihi 100 ppm. Salah satu alat yang dipakai untuk menganalisis kadar karbon dalam serbuk UO_2 adalah Carbon Analyzer LECO type IR-212 yang berada di Instalasi Elemen Bakar Eksperimental - Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir BATAN. Metode yang dipergunakan mengacu pada ASTM C 1408-09 "*Standard Test Method for Carbon (Total) in Uranium Oxide Powders and Pellets By Direct Combustion-Infrared Detection Method*". Sebelum alat dipakai untuk menganalisis sampel serbuk UO_2 dilakukan kalibrasi dengan menganalisis sampel standar dari pabrikan LECO USA yang mengacu pada NIST (*National Institute of Standards and Technology*), SRM (*Standard Reference Materials*) dengan sertifikat yang tertelusur. Analisis sampel standar dan sampel serbuk UO_2 dilakukan masing-masing 5 kali pengulangan. Perhitungan hasil menurut ASTM C 1408 -09 diperoleh kadar karbon dalam U basis sebesar 113,310 ppm dengan standar deviasi sebesar 0,253. Hal inimenunjukkan bahwa sampel serbuk UO_2 yang dihasilkan pada proses konversi *yellow cake* limbah pupuk fosfat belum memenuhi spesifikasi yang dipersyaratkan sebagai bahan bakar nuklir karena kandungan karbonnya melebihi 100 ppm, sehingga perlu dilakukan proses pemurnian lagi.

Kata kunci : *Yellow cake*, karbon, serbuk UO_2 , pupuk fosfat, *carbon analyzer*

ABSTRACT

THE ANALYSIS OF CARBON AS AN IMPURITY IN UO_2 POWDER PRODUCED FROM YELLOW CAKE OF PHOSPHATE FERTILIZER'S BY-PRODUCT USING IR-212 LECO CARBON ANALYZER. An analysis of carbon as an impurity in UO_2 powder produced from yellow cake of phosphate fertilizer's by-product had been conducted by using an IR-212 LECO Carbon Analyzer. The analysis was a part of a quality control measure to observe whether the UO_2 powder produced from the yellow cake of phosphate fertilizer's by-product would qualify for nuclear fuel. The maximum carbon content in UO_2 for nuclear fuel is 100 ppm. The carbon content analysis was performed using an IR-212 LECO Carbon Analyzer available in the Experimental Fuel Element Installation of the Center for Nuclear Fuel Technology - BATAN. The testing method referred to ASTM C1408-09 "*Standard Test Method for Carbon (Totals) in Uranium Oxide Powders and Pellets By Direct Combustion-Infrared Detection Method*". To ensure the validity, a calibration procedure was performed at the beginning by using a standard sample provided by LECO traceable to the standard reference material in the NIST (*National Institute of Standards and Technology*). Testing was then performed five times on each items of the standard sample and the UO_2 powder. It was found that the UO_2 powder produced from the yellowcake of phosphate fertilizer's by product had a carbon content of 113.310 ppm with a standard deviation of 0,253 ppm. Such a value did not qualify for nuclear fuel. Therefore a further purification process was necessary.

Keywords : *yellow cake*, phosphate fertilizer, *carbon analyzer*

PENDAHULUAN

Pengembangan bahan bakar reaktor daya dewasa ini ditujukan dalam rangka mencari jenis bahan bakar baru dengan *burn up* tinggi untuk memenuhi kebutuhan energi di masa yang akan datang. Program jangka panjang BATAN yaitu pembangunan PLTN (Pembangkit Listrik Tenaga Nuklir) dengan jenis reaktor PWR (*Pressurized Water Reactor*). Untuk maksud tersebut diperlukan penguasaan teknologi pengolahan bahan bakar dan fabrikasi elemen bakar nuklir.

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir salah satu fungsinya adalah melaksanakan Litbang Bahan Bakar Nuklir untuk PLTN. Untuk menunjang tugas dan fungsinya, PTBBN memiliki Instalasi Elemen Bakar Eksperimental yang dapat digunakan untuk proses konversi dan fabrikasi bahan bakar untuk reaktor daya serta melakukan pengembangan teknologi fabrikasi elemen bakar nuklir. Serbuk Uranium Dioksida (UO_2) merupakan bahan utama dalam pembuatan bahan bakar nuklir. Sebagai bahan utama maka serbuk UO_2 harus memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan yaitu serbuk UO_2 berderajat nuklir. Serbuk UO_2 dapat diperoleh secara komersial atau melalui proses konversi dari *Yellow Cake* (YC). Diketahui di fasilitas Instalasi Elemen Bakar Eksperimental (IEBE) ada 2 (dua) jenis YC, yaitu YC komersial dan YC hasil limbah pupuk fosfat dari PT. Petrokimia Gresik. Pupuk fosfat ini diproduksi dari asam fosfat yang berbahan dasar batuan fosfat (*phosphate rock*)

Adapun tahapan proses pemurnian dan konversi UO_2 dari *yellow cake* adalah pelarutan, pemurnian dan oksidasi reduksi. Pada proses konversi ini, ada dua pengendapan yang umum dilakukan yaitu pengendapan melalui jalur Amonium diuranat (ADU) dan Amonium karbonat (AUK). Pada penelitian ini dibuat serbuk UO_2 melalui jalur pengendapan ADU. Agar serbuk UO_2 yang dihasilkan dapat digunakan sebagai bahan bakar nuklir tentunya harus memenuhi persyaratan tertentu. Salah satu persyaratan yang harus dipenuhi sebagai bahan bakar berderajat nuklir diantaranya adalah kandungan unsur pengotor karbonnya tidak boleh melebihi 100 ppm⁽¹⁾. Kandungan karbon dalam serbuk UO_2 yang melebihi batas yang dipersyaratkan akan mempengaruhi sifat

neutronik bahan bakar di teras reaktor. Oleh karbon perlu dilakukan.

Salah satu alat yang dapat dipakai untuk menganalisis kadar karbon dalam serbuk UO_2 adalah *Carbon Analyzer* LECO type IR-212 yang berada di Instalasi Elemen Bakar Eksperimental. Metode analisis yang digunakan mengacu pada ASTM C 1408-09⁽²⁾

TEORI

Alat *Carbon Analyzer* LECO type IR-212 (Gambar 1) merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk menentukan kandungan karbon dalam logam, batuan dan keramik.



Gambar.1. Carbon Analyzer LECO IR - 212

Prinsip kerja alat ini berdasarkan pada penyerapan energi *inframerah* (IR) oleh CO_2 yang dihasilkan dari pembakaran sampel. Bahan/sampel dipanaskan akan menghasilkan karbon, dengan adanya gas oksigen, karbon akan terbentuk menjadi CO_2 . Bersamaan dengan itu cahaya *inframerah* pada panjang gelombang tertentu dilewatkan dan dengan adanya filter panjang gelombang yang khusus hanya untuk karbon dioksida maka hanya spektra untuk karbon dioksida saja yang terserap. Intensitas cahaya yang terserap setara dengan banyaknya karbon dioksida. Banyaknya karbon dioksida setara dengan banyaknya karbon dalam sampel⁽³⁾.

Sebelum alat dipakai untuk menganalisis sampel serbuk UO_2 , dilakukan kalibrasi untuk menjamin kinerja alat dan untuk mengetahui sejauh mana kemampuan alat *Carbon Analyzer*. Dengan dilakukannya kalibrasi ini kinerja alat dapat terpantau dan pada saat terjadi penyimpangan hasil pengukuran yang berada diluar batas toleransi yang

diperbolehkan maka dapat segera diketahui dan segera dilakukan evaluasi. Kalibrasi dilakukan dengan menganalisis sampel standar dari pabrikan LECO USA yang mengacu pada NIST (National Institute of Standards and Technology), SRM (Standard Reference Materials) dengan sertifikat yang tertelusur. Analisis sampel standar dilakukan 5 kali pengulangan. Metode kalibrasi yang digunakan mengacu pada *Application Bulletin Leco Corporation* ⁽⁴⁾. Metode yang digunakan untuk analisis karbon dalam serbuk UO_2 mengacu pada ASTM C 1408-09. Setelah alat terkalibrasi dan hasil pengukuran sampel standar berada dalam batas toleransi, maka pengukuran dilanjutkan dengan mengukur sampel blanko sebelum pengukuran sampel serbuk UO_2 dilakukan. Analisis karbon yang dihasilkan pada sampel serbuk UO_2 merupakan kadar total karbon, sehingga harus dihitung kadar karbon dalam Uranium. Untuk menghitung kadar karbon dalam serbuk UO_2 menggunakan rumus (1) dan kadar C dalam U basis rumus (2).

$$\text{Kadar C dalam } UO_2, \text{ ppm} = \left(\frac{C_s - C_b}{W} \right) \quad (1)$$

dengan :

C_s = Kadar C dalam sampel analisis, ppm

C_b = Kadar C dalam analisis blanko, ppm

W = Berat sampel, g

$$\text{Kadar C dalam U basis, ppm} = \frac{\text{Kadar C dalam } UO_2 \times 100}{\% \text{ U dari sampel } UO_2} \quad (2)$$

METODE

Bahan :

1. Sampel standar LECO 0,0097 ± 0,0014 %
2. Sampel serbuk UO_2 hasil konversi *yellow cake* limbah pupuk fosfat
3. *Accelerator* (Lecocel II)
4. Gas oksigen
5. Udara tekan

Peralatan :

1. Seperangkat alat *Carbon Analyzer* LECO type IR-212
2. Krusibel keramik
3. Penjepit krusibel
4. Penjepit sampel standar
5. Sendok *accelerator*

Pada Gambar 2 dapat dilihat Standar Karbon dan sampel serbuk UO_2



Gambar.2. Sampel Standar Karbon dan sampel serbuk UO_2

Langkah kerja :

Sampel standar karbon dalam logam, dalam bentuk *O-ring* dengan berat kurang lebih 1 gram dimasukkan ke dalam krusibel keramik menggunakan penjepit sampel dan ditambah 1 sendok *accelerator* (Lecocel II). Fungsi dari *accelerator* adalah sebagai pemercepat dalam proses pembakaran. Krusibel yang telah berisi sampel standar dan *accelerator* diletakkan pada *pedestal furnace* (dudukan krusibel), untuk selanjutnya dimasukkan ke dalam ruang pembakaran.

Proses analisis berlangsung setelah terjadi proses *purging* untuk menghilangkan gas-gas yang berada di dalam krusibel dan ruang pembakaran. Analisis dilakukan dengan pilihan secara otomatis dan dilakukan 5 kali pengulangan. Perlakuan yang sama dilakukan untuk analisis karbon dalam blanko dan dalam sampel serbuk UO_2 .

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil pengukuran terhadap standar karbon dengan pengulangan 5 kali diperoleh hasil pengukurannya disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Data hasil analisis sampel standar karbon

No	Kadar C, %		Keterangan (%)
	Sertifikat	Hasil analisis	
1.	0,0097	0,00982	Rerata = 0,00965 SD = 0,000175
	±	0,00956	
	0,0014	0,00986	
		0,00954	
		0,00948	

Dari Tabel 1, dapat dilihat bahwa hasil rata-rata analisis karbon dari sampel standar 0,0097 ± 0,0014% diperoleh hasil 0,00965% dengan standar deviasi 0,000175, dengan demikian terdapat selisih kadar karbon antara hasil analisis dengan kadar karbon yang tertera pada sertifikat sebesar 0,00035%. Penyimpangan tersebut masih dalam batas toleransi yang diijinkan sesuai dengan spesifikasi yang tertuang dalam sertifikat. Hal ini menunjukkan alat dalam keadaan siap dipergunakan untuk analisis sampel dan dapat dikatakan bahwa alat mempunyai kestabilan serta akurasi yang tinggi.

Selanjutnya dilakukan pengukuran blanko dengan 5 kali pengulangan. Hasil pengukuran blanko ditayangkan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisis karbon dalam blanko

Analisis Ke-	Hasil analisis sampel blanko (%)	Keterangan (%)
1.	0,0033	Rerata = 0,00332 SD = 0,00013
2.	0,0034	
3.	0,0032	
4.	0,0035	
5.	0,0032	

Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa hasil analisis blanko diperoleh kadar C rata-rata 0,00332% dengan standar deviasi 0,00013. Hasil pengukuran blanko ini digunakan untuk koreksi pada pengukuran sampel.

Setelah dilakukan pengukuran blanko, dilakukan pengukuran sampel serbuk UO₂. Hasil pengukuran sampel serbuk UO₂ disajikan dalam Tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis sampel serbuk UO₂

Analisis Ke-	Hasil analisis sampel serbuk UO ₂ (%)	Keterangan (%)
1.	0,01466	Rerata = 0,01463 SD = 0,000026
2.	0,01465	
3.	0,01461	
4.	0,01463	
5.	0,01460	

Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa hasil analisis sampel serbuk UO₂ hasil konversi *yellow cake* limbah pupuk fosfat diperoleh rata-rata sebesar 0,01463% dengan standar deviasi 0,000026. Dari data yang diperoleh tersebut kemudian dihitung berdasarkan rumus yang tertera pada ASTM C 1408-09. Hasil perhitungan disajikan pada tabel 4.

Tabel 4. Perhitungan hasil ASTM C 1408 - 09

Analisis ke	C dalam UO ₂ , ppm	C dalam U basis, ppm	Keterangan, ppm
1.	95,352	113,608	Rerata= 113,310 SD = 0,253
2.	95,265	113,508	
3.	94,917	113,112	
4.	95,091	113,310	
5.	94,830	113,013	

Dari perhitungan hasil menurut ASTM C 1408 - 09 diperoleh kadar karbon dalam U basis sebesar 113,310 ppm dengan standar deviasi 0,253. Hasil ini menunjukkan bahwa kadar karbon dalam serbuk UO₂ hasil konversi *yellow cake* limbah pupuk fosfat belum memenuhi persyaratan sebagai bahan bakar nuklir karena kadar karbonnya melebihi 100 ppm. Ini dimungkinkan karena pengaruh dari beberapa faktor diantaranya kadar pengotor yang tinggi pada bahan baku *yellow cake*-nya maupun proses pemurnian yaitu ekstraksi dan re-ekstraksi yang belum maksimal, sehingga perlu dilakukan proses pemurnian kembali.

KESIMPULAN

Alat *Carbon Analyzer* LECO type IR-212 dapat dipakai untuk menganalisis kandungan kadar karbon serbuk UO₂ dan mempunyai kestabilan serta akurasi yang tinggi. Dari hasil analisis kadar karbon sampel serbuk UO₂ hasil konversi *yellow cake* limbah

pupuk fosfat diperoleh kadar C rata-rata dalam U basis sebesar 113,310 ppm dengan standar deviasi standar 0,253. Hal ini menunjukkan bahwa serbuk UO_2 yang dihasilkan pada proses konversi *yellow cake* limbah pupuk fosfat tersebut belum memenuhi spesifikasi yang dipersyaratkan sebagai bahan bakar nuklir karena kadar karbonnya melebihi 100 ppm.

DAFTAR PUSTAKA

1. Sasongko, H, "Petunjuk Pelaksanaan Kendali Mutu Laboratorium Fabrikasi Bahan Bakar", PTBN Serpong, (1988).
2. ASTM C 1408-09, "Standard Test Method for Carbon (Total) in Uranium Oxide Powders and Pellets by Direct Combustion-Infrared Detection Method" United States, (2009).
3. Anonim, "Instruction Manual 200-312, Carbon Analyzer IR-212, 784-400 System", USA: Leco Corporation, (1982).
4. Anonim, "Application Bulletin, Carbon in steel", USA: Leco Corporation, (1986).