

## PENENTUAN NILAI LIMIT DETEKSI DAN KUANTISASI ALAT TITRASI POTENSIOMETER UNTUK ANALISIS URANIUM

**Torowati dan Banawa Sri Galuh**  
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir Kawasan Puspipetek, Serpong

### ABSTRAK

**PENENTUAN NILAI LIMIT DETEKSI DAN KUANTISASI ALAT TITRASI POTENSIOMETER UNTUK ANALISIS URANIUM.** Telah dilakukan kegiatan untuk menentukan nilai limit deteksi dan kuantisasi terhadap alat titrasi potensiometri yang digunakan untuk analisis uranium. Penentuan nilai limit deteksi dan kuantisasi dilakukan dengan cara melakukan analisis terhadap larutan blanko secara titrasi potensiometri. Larutan blanko merupakan larutan tanpa adanya analit dalam hal ini uranium. Metode yang digunakan dalam analisis larutan blanko sama seperti untuk melakukan analisis uranium menggunakan potensiometer Mettler Toledo T-90 yang mengacu ASTM C 799. Hal ini dikarenakan penentuan nilai limit deteksi dan kuantisasi dilakukan untuk menentukan limit deteksi dan kuantisasi terhadap alat potensiometer yang digunakan untuk analisis uranium. Dalam kegiatan ini analisis dilakukan terhadap larutan blanko secara titrasi potensiometri dengan pengulangan analisis sebanyak 15 kali setiap hari dan selama 3 hari. Tujuan dari kegiatan ini adalah menentukan nilai limit deteksi dan limit kuantisasi dari potensiometer Mettler Toledo T-90 yang digunakan untuk analisis uranium. Harapan dari kegiatan ini adalah dapat mengetahui konsentrasi atau jumlah analit uranium terkecil/terendah dalam sampel yang masih mampu dideteksi oleh potensiometer mettler toledo T-90. Dari hasil kegiatan diperoleh nilai limit deteksi (LoD) dan limit kuantisasi (LoQ) potensiometer mettler toledo T-90 masing-masing sebesar 0,0144 g/L dan 0,0439 g/L.

### PENDAHULUAN

Uranium baik dalam bentuk  $UO_2$  maupun  $U_3O_8$  merupakan bahan bakar nuklir yang dimanfaatkan untuk pembuatan elemen bakar nuklir baik untuk reaktor daya maupun riset. Khusus untuk bahan bakar reaktor daya tipe cirene menggunakan uranium berbasis pelet  $UO_2$  dalam kelongsong zirkaloi. Bidang Fabrikasi Bahan Bakar Nuklir (BFBBN) merupakan salah satu bidang di lingkungan Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN) yang salah satu tugasnya adalah melakukan penelitian dan pengembangan (litbang) bahan bakar nuklir untuk reaktor daya tipe cirene sehingga menggunakan serbuk  $UO_2$ . Salah satu cara yang dilakukan BFBBN untuk memperoleh serbuk  $UO_2$  adalah dengan melakukan proses konversi *yellow cake* menjadi serbuk  $UO_2$ . Serbuk  $UO_2$  yang dihasilkan selanjutnya dilakukan proses pabrikasi untuk membuat elemen bakar reaktor nuklir daya. Proses pabrikasi diawali dari peletisasi, penyiapan/pembuatan komponen, perakitan elemen bakar (pin) dan perakitan pin bahan bakar hingga membentuk *bundle* bahan bakar nuklir<sup>[1]</sup>.

Selama proses konversi dan pabrikasi perlu dilakukan pengujian kendali kualitas baik terhadap bahan baku maupun serbuk bahan bakar nuklir yang dihasilkan. Salah satu uji kendali kualitas yang harus dilakukan dalam proses pabrikasi elemen bakar nuklir adalah analisis kadar uranium. Kegiatan analisis uranium dilakukan di laboratorium kendali kualitas BFBBN. Salah satu metode untuk analisis kandungan/kadar uranium adalah titrasi potensiometri. Analisis uranium dilakukan dengan mengacu ASTM C 799<sup>[2]</sup>. Alat/instrumen yang digunakan untuk melakukan analisis uranium di laboratorium kendali kualitas BFBBN adalah potensiometer.

Pada kegiatan ini difokuskan untuk mengetahui kemampuan alat potensiometer dalam melakukan analisis uranium dengan kadar uranium yang terendah yaitu dengan cara menentukan nilai limit deteksi dan kuantisasi dari potensiometer yang digunakan. Potensiometer yang digunakan untuk analisis adalah potensiometer Mettler Toledo T-90. Penentuan nilai limit deteksi dan kuantisasi dilakukan dengan cara melakukan analisis larutan blanko secara titrasi potensiometri. Larutan blanko merupakan larutan tanpa ada analit dalam hal ini adalah tanpa ada uranium. Metode untuk menentukan nilai limit deteksi dan kuantisasi sama seperti untuk melakukan analisis uranium menggunakan potensiometer Mettler Toledo T-90<sup>[2]</sup>. Hal ini dikarenakan kegiatan dilakukan untuk menentukan limit deteksi dan kuantisasi terhadap alat potensiometer yang digunakan untuk analisis uranium.

Tujuan dari kegiatan ini adalah menentukan nilai limit deteksi dan limit kuantisasi dari potensiometer Mettler Toledo T-90 yang digunakan untuk analisis uranium. Harapan dari kegiatan ini adalah dapat mengetahui konsentrasi atau jumlah analit uranium terkecil/terendah dalam sampel yang masih mampu dideteksi oleh potensiometer Mettler Toledo T-90.

## TEORI

### 1. Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi

Limit Deteksi (LoD) adalah konsentrasi atau jumlah terkecil/terendah dari analit dalam sampel yang dapat terdeteksi, tetapi tidak perlu terkuantisasi sehingga nilai yang dihasilkan tidak harus memenuhi kriteria akurasi dan presisi. Nilai batas keberterimaan untuk akurasi kurang dari 5%, sedangkan untuk presisi batas keberterimaannya apabila nilai RSD (Standar Deviasi Relatif) lebih kecil dari nilai  $2/3 (CV_{\text{Horwitz}})^{[2,3]}$ .

Limit deteksi (LoD) merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat/instrumen. Limit Kuantisasi (LoQ) adalah konsentrasi atau jumlah terendah dari analit yang masih dapat ditentukan dan memenuhi kriteria akurasi dan presisi. Limit kuantisasi biasa disebut limit pelaporan (*limit of reporting*)<sup>[3]</sup>.

Penentuan nilai limit deteksi dan kuantisasi tergantung pada analisis yang dilakukan menggunakan alat/instrumen atau tidak menggunakan instrumen. Apabila kegiatan analisis dilakukan tidak menggunakan instrumen maka limit deteksi dan kuantisasi ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel dengan pengenceran secara bertingkat<sup>[4,5]</sup>. Apabila kegiatan analisis dilakukan menggunakan alat/instrumen maka limit deteksi dan kuantisasi ditentukan dengan mengukur respon blanko beberapa kali (minimal 7 kali pengukuran/analisis) selanjutnya ditentukan simpangan baku respon blanko. Nilai limit deteksi dan kuantisasi dapat ditentukan dengan persamaan<sup>[3]</sup>:

$$\text{LoD} = A + 3 \text{ SD} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{LoQ} = A + 10 \text{ SD} \dots\dots\dots (2)$$

Dengan:

LoD = Limit Deteksi

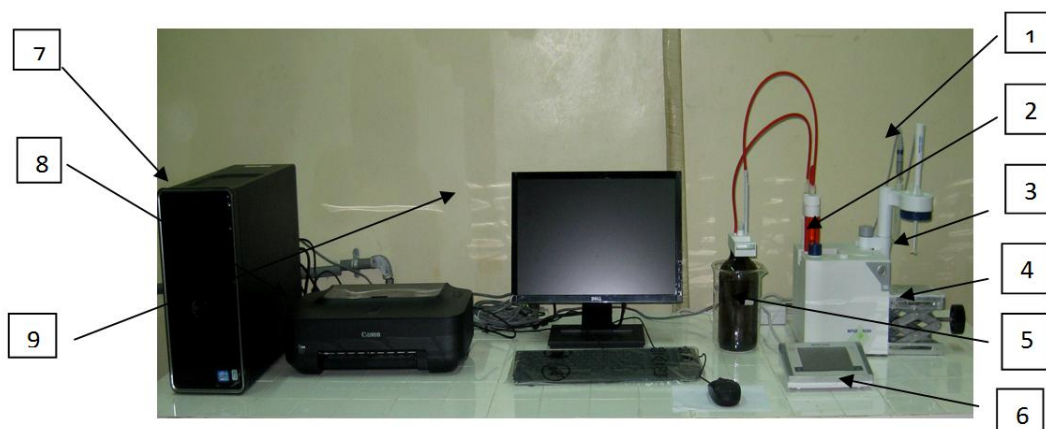
LoQ = Limit Kuantisasi

A = Nilai rata-rata hasil analisis blanko

SD = Standar Deviasi (simpangan baku) hasil analisis blanko

## 2. Potensiometer

Salah satu alat yang dapat digunakan untuk melakukan analisis uranium adalah potensiometer. Prinsip kerja potensiometer berdasarkan perubahan potensial elektroda yang berada dalam larutan yang dianalisis karena adanya penambahan volume titran. Elektroda yang digunakan dalam analisis menggunakan potensiometer ini adalah elektrode kerja berupa elektrode Platina (Pt) dan elektrode pembanding. Dalam kegiatan ini alat potensiometer yang digunakan sudah dilengkapi dengan elektrode kombinasi Platina yang merupakan gabungan dari ke dua macam elektrode Pt dan pembanding.



Gambar 1. Alat Potensiometer T-90 Merk Tolendo

Keterangan gambar:

- |                                |                     |
|--------------------------------|---------------------|
| 1. Elektrode kombinasi         | 6. Monitor manual   |
| 2. Buret tempat larutan titran | 7. CPU              |
| 3. Pengaduk gantung            | 8. Printer          |
| 4. Meja sampel                 | 9. Monitor komputer |
| 5. Botol tempat titran         |                     |

## METODOLOGI

### Bahan dan Alat

#### Bahan :

Asam nitrat pekat, asam sulfat pekat, ammonium heptamolibdat, kalium bikromat, asam amido sulfonat, asam perklorat pekat, vanadil sulfat, air destilasi.

#### Alat :

Gelas ukur, beker gelas, labu ukur, pipet ukur, corong, pengaduk magnet, *hot plate*, pH meter, timbangan merk Sartorius, potensiometer Mettler Toledo T-90.

### Langkah Kerja.

#### 1. Preparasi pereaksi

Pembuatan larutan asam sulfamat 1,5 M dengan cara menimbang 15 gram asam sulfat kemudian dilarutkan dengan air destilasi menjadi 100 ml. Pembuatan larutan ferro sulfat 1 M dengan cara menimbang 28 gram serbuk ferro sulfat tambah 10 ml asam sulfat pekat kemudian volume ditepatkan menjadi 100 ml dengan air destilasi.

Pembuatan larutan ammonium heptamolybdat 0,4 % dengan cara menimbang 0,4 gram ammonium heptamolybdat tambah 50 ml asam nitrat pekat kemudian tepatkan volumenya menjadi 100 ml dengan air destilasi. Pembuatan larutan vanadil sulfat 0,1 % dengan cara menimbang 1,25 gram tambah 5 ml asam sulfat pekat dan tepatkan volumenya menjadi 100 ml dengan air destilasi.

## 2 . Analisis Blanko

Larutan  $\text{HNO}_3$  encer ditambah asam sulfamat dan asam fosfat pekat. Selanjutnya campuran larutan diaduk hingga berwarna putih keruh kemudian ditambah larutan ferro sulfat dan amonium heptamolibdat sambil diaduk sampai larutan yang semula berwarna coklat tua berubah menjadi jernih. Setelah larutan jernih ditambah larutan vanadil sulfat kemudian dititrasi menggunakan Kalium bikromat konsentrasi 0,025 N sampai terjadi titik ekuivalen. Dalam kegiatan ini pengujian/analisis seperti langkah tersebut diatas dilakukan pengulangan hingga 15 kali analisis per hari selama 3 hari .

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan nilai limit deteksi dan kuantisasi suatu alat/instrumen yang digunakan untuk melakukan analisis sangat diperlukan, hal ini untuk mengetahui kemampuan alat tersebut dalam mendeteksi analit uranium dengan jumlah uranium terkecil/terendah yang masih dapat/mampu analisis dengan menggunakan alat tersebut. Dalam kegiatan ini dilakukan penentuan nilai limit deteksi dan kuantisasi terhadap potensiometer. Hal ini dikarenakan alat potensiometer di laboratorium kendali kualitas digunakan untuk melakukan pengujian/analisis uranium dalam suatu sampel. Dalam penentuan limit deteksi dan kuantisasi ini ditentukan dengan cara melakukan analisis terhadap blanko (larutan tanpa adanya analit/uranium). Langkah untuk analisis larutan blanko sama seperti untuk analisis uranium menggunakan potensiometer Mettler Toledo T-90. Pada kegiatan ini pengukuran/analisis dilakukan dengan pengulangan sebanyak 15 kali analisis setiap hari selama 3 hari. Hasil analisis yang diperoleh disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis larutan blanko menggunakan potensiometer Mettler Toledo T-90

No.	Hasil analisis (g/L)		
	Hari 1	Hari 2	Hari 3
1	0	0	0
2	0	0	0
3	0	0	0
4	0	0,0127	0
5	0	0	0
6	0,0114	0	0
7	0	0	0,0107
8	0	0	0
9	0	0,0112	0
10	0	0	0
11	0,0103	0	0
12	0	0	0,0114
13	0	0	0
14	0,0112	0	0
15	0	0	0
rerata	<b>0,0022</b>	<b>0,0016</b>	<b>0,0015</b>
SD	<b>0,0045</b>	<b>0,0042</b>	<b>0,0039</b>

Pada Tabel 1. terlihat bahwa; tidak semua hasil analisis larutan blanko diperoleh hasil 0 g/L, tetapi diperoleh nilai hasil analisis rerata dari hari 1 sampai 3 sebesar = 0,0018 g/L dengan Standar Deviasi (SD): 0,0042 g/L. Dengan diperoleh hasil analisis rerata sebesar 0,0018 g/L pada larutan blanko tersebut, dapat diartikan bahwa dimungkinkan analisis dengan menggunakan instrumen elektrik ini terdapat penyimpangan yang disebabkan oleh gangguan dari luar seperti gangguan elektrik dari alat/instrumen itu sendiri (gangguan listrik). Dengan demikian maka perlunya dilakukan penentuan nilai limit deteksi terhadap alat yang digunakan untuk analisis.

Setelah diperoleh hasil analisis dan SD rerata dari larutan blanko maka dengan menggunakan persamaan (1) dan (2) nilai limit deteksi (LoD) dan limit kuantisasi (LoQ) alat potensiometer Mettler Toledo T-90 dapat ditentukan. Dari hasil perhitungan diperoleh nilai LoD sebesar: 0,0144 g/L dan LoQ : 0,0439 g/L. Dari hasil nilai limit deteksi sebesar 0,0144 g/L dapat diartikan bahwa alat potensiometer yang digunakan ini mampu memberikan respon/data/hasil untuk analisis uranium dengan jumlah analit uranium terkecil yang masih mampu untuk dianalisis sebesar 0,0144 g/L. Hasil analisis uranium yang diperoleh dari sampel sebesar 0,0144 g/L ini belum tentu

memenuhi kriteria keberterimaan akurasi dan presisi yang diharapkan. Nilai batas keberterimaan untuk nilai akurasi adalah  $< 5\%$  sedangkan untuk presisi batas keberterimaannya apabila nilai RSD lebih kecil dari nilai  $2/3 (CV_{\text{Horwitz}})^{[2,3]}$ . Nilai limit kuantisasi dari kegiatan ini diperoleh sebesar 0,0439 g/L artinya alat potensiometer ini apabila digunakan untuk analisis uranium dengan menghasilkan sebesar 0,0439 g/L mampu memberikan respon/data/hasil dengan nilai akurasi dan presisi yang dapat diterima atau yang diharapkan dalam analisis uranium.

## KESIMPULAN

Dari hasil kegiatan untuk menentukan nilai limit deteksi (LoD) dan kuantisasi (LoQ) dari potensiometer Mettler Toledo T-90 yang digunakan untuk analisis uranium masing-masing diperoleh nilai LoD sebesar 0,0144 g/L dan LoQ: 0,0439 g/L.

## PUSTAKA

- [1]. TRI YULIANTO "Proses Pabrikasi Elemen Bakar Nuklir" Pelatihan Operator - Supervisor IEBE PTBN, Pusdiklat, 3 – 25 Maret 2009.
- [2]. ANONIM, "Uranium By Ferrous Sulfate Reduction-Potassium Dichomate Titrimetry" ASTM C799.
- [3]. YULIA " Validasi Metode" Diktat Validasi Metode, Pusat Penelitian Kimia-LIPI, Bandung, 2010.
- [4]. HARMITA, "Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya", Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. I, No.3, Desember 2004, 117 – 135.