

PENENTUAN EFISIENSI EKSTRAKSI URANIUM PADA PROSES EKSTRAKSI URANIUM DALAM *YELLOW CAKE* MENGUNAKAN TBP-KEROSIN

Torowati

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

ABSTRAK

PENENTUAN EFISIENSI EKSTRAKSI URANIUM PADA PROSES EKSTRAKSI URANIUM DALAM *YELLOW CAKE* MENGGUNAKAN TBP-KEROSIN. Telah dilakukan kegiatan proses ekstraksi uranium dalam *yellow cake* asal Cogema Perancis. Kegiatan dilakukan untuk menentukan efisiensi ekstraksi uranium yang terekstrak ke dalam fase organik. Jenis ekstraksi yang digunakan adalah ekstraksi pelarut/cair-cair secara *batch* satu *stage*. Pelarut organik dalam proses ekstraksi ini menggunakan TBP yang dicampur dengan kerosin. Tujuan kegiatan ini untuk menentukan perbandingan prosentase TBP terhadap kerosin yang paling baik untuk proses ekstraksi uranium dalam *yellow cake*, hal ini ditandai dengan diperoleh efisiensi ekstraksi uranium yang maksimal. Perbandingan prosentase TBP - kerosin yang digunakan masing-masing adalah 30% : 70%, 40% : 60%, 50% : 50%, 60% : 40%, 70% : 30% dan 90% : 100%. Kandungan uranium yang berada dalam larutan fase air hasil proses ekstraksi dianalisis secara titrasi potensiometri dengan metode *Davies Gray*. Dari hasil proses ekstraksi diperoleh bahwa perbandingan prosentase TBP terhadap kerosin yang paling baik adalah = 40% : 60%. Dengan menggunakan perbandingan TBP-kerosin tersebut, efisiensi ekstraksi diperoleh sebesar 96,48% dengan standar deviasi $\pm 0,08$ %

Kata kunci : ekstraksi, uranium, *yellow cake*

PENDAHULUAN

Yellow cake atau sering disebut dengan konsentrat uranium merupakan hasil pengolahan bijih Uranium. *Yellow cake* disamping mengandung uranium dengan kadar yang cukup tinggi 77,73%, juga masih mengandung unsur-unsur pengotor dengan kadar yang cukup tinggi pula. *Yellow cake* merupakan salah satu bahan utama untuk mendapatkan bahan bakar nuklir uranium oksida baik UO_2 maupun U_3O_8 ^[1,2,3].

Dalam proses untuk mendapatkan serbuk UO_2 atau U_3O_8 dari bahan baku *yellow cake* harus melalui tahapan proses yang cukup panjang dimulai dengan proses pelarutan *yellow cake* menggunakan HNO_3 membentuk larutan uranil nitrat [$UO_2(NO_3)_2$]. Hasil pelarutan, secara berturut-turut dilakukan proses ekstraksi, re-ekstraksi dan pengendapan. Endapan yang dihasilkan selanjutnya di kalsinasi untuk memperoleh serbuk U_3O_8 . Untuk memperoleh serbuk UO_2 , maka U_3O_8 direduksi menjadi serbuk UO_2 (uranium oksida) dan serbuk UO_2 ini difabrikasi menjadi suatu elemen bahan bakar nuklir^[2].

Kandungan uranium dalam *yellow cake* asal cogema Perancis cukup tinggi

yaitu 77,73%^[3]. Dengan demikian *yellow cake* masih mengandung unsur-unsur pengotor dengan kadar yang cukup tinggi pula, oleh karena itu perlu dilakukan proses ekstraksi^[1,2]. Dalam proses ekstraksi terjadi 2 hal penting yaitu dapat memisahkan atau menurunkan unsur-unsur pengotor yang ada didalam *yellow cake* dan dapat mengetahui efisiensi uranium yang terekstrak masuk ke dalam fase organik^[1,4].

Salah satu jenis ekstraksi yang dapat digunakan adalah ekstraksi pelarut/cair-cair. Berbagai macam pelarut organik yang dapat digunakan untuk proses ekstraksi antara lain : Tri Butil Phosphat (TBP), Metil iso butil keton (MIBK), Tri oktil amin (TOA) dan lain-lain. Dalam proses ekstraksi media larutan yang akan diekstrak sangat menentukan dalam pemilihan pelarut organik sebagai pengesthak, contohnya larutan dalam suasana nitrat maka pelarut organik sebagai pengeesthak digunakan TBP^[1]. Karena berat jenis pelarut organik hampir sama dengan berat jenis air maka perlu dilakukan pengenceran menggunakan pengencer pelarut organik sehingga akan mempermudah dalam pemisahan kedua fase setelah proses ekstraksi. Pelarut yang dapat digunakan sebagai pengencer adalah kerosin, dodekan atau heksan dan lain lain^[1,4].

Kemampuan dalam proses ekstraksi dapat diketahui dengan cara menentukan banyaknya uranium yang terekstrak kedalam fase organik dengan cara menganalisis uranium yang berada dalam fase air hasil ekstraksi. Selanjutnya uranium yang berada dalam fase organik dibandingkan dengan uranium yang berada dalam umpan untuk ekstraksi atau sering disebut dengan efisiensi ekstraksi. Efisiensi ekstraksi yang diperoleh sangat tergantung dari beberapa parameter proses ekstraksi yaitu : perbandingan TBP terhadap volume pengencer larutan organik (seperti kerosin, heksan), keasaman larutan umpan, lama waktu ekstraksi, konsentrasi uranium umpan dan perbandingan fase air terhadap organik dalam proses ekstraksi.

Dalam kegiatan ini dilakukan proses ekstraksi uranium dalam *yellow cake* menggunakan pelarut organik TBP sedangkan sebagai pengencer TBP digunakan kerosin. Pemilihan TBP karena uranium yang diekstrak berada dalam suasana asam nitrat atau berupa larutan uranil nitrat. Perhatian difokuskan untuk menentukan perbandingan prosentase TBP terhadap kerosin dalam proses ekstraksi uranium. Tujuan dari proses ekstraksi ini untuk mendapatkan perbandingan prosentase larutan organik TBP terhadap kerosin yang paling baik yang dapat memberikan efisiensi ekstraksi atau jumlah uranium yang terekstrak ke dalam fase organik yang maksimal.

Proses ekstraksi dilakukan secara *batch* satu *stage* sedangkan pemisahan fase air dan fase organik hasil proses ekstraksi dilakukan menggunakan corong pemisah.

Hipotesa dari kegiatan ini adalah semakin besar prosentase TBP terhadap kerosin yang digunakan untuk proses ekstraksi uranium, maka uranium yang terekstrak kedalam TBP-kerosin akan semakin banyak karena semakin besar prosentase TBP maka kemampuan larutan organik ini untuk menarik uranium semakin besar pula.

TEORI

Ekstraksi Pelarut

Secara umum definisi ekstraksi pelarut/cair-cair adalah proses pemisahan suatu komponen/solut dari larutan fase air menggunakan pelarut organik tertentu^(4,5). Dalam proses ekstraksi dihasilkan 2 jenis larutan yaitu larutan fase organik dan fase air. Larutan fase organik yang dihasilkan dari proses ekstraksi adalah larutan yang kaya dengan solut yang diinginkan dan sering disebut ekstrak sedangkan larutan fase air adalah larutan yang miskin dengan solut disebut rafinat^[4]. Perbandingan antara konsentrasi solut dalam fase organik terhadap solut dalam fase air disebut koefisien distribusi (Kd)^[1,4]. Efisiensi proses ekstraksi atau dapat dinyatakan dengan persen solut yang terekstrak ke dalam fase organik, diperoleh dengan persamaan sebagai berikut:^[4]

$$\text{Eff} = \frac{C1 - C2}{C1} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

dengan :

Eff = efisiensi ekstraksi (%)

C1 = kandungan uranium dalam umpan (mg)

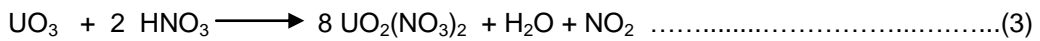
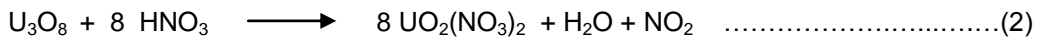
C2 = kandungan uranium dalam fase air/rafinat (mg)

Proses ekstraksi pelarut mempunyai beberapa keuntungan yaitu : selektif, mempunyai daya *recovery* yang tinggi, mudah dikerjakan dan dapat dilakukan dengan peralatan yang sederhana.

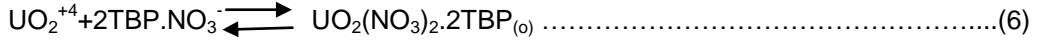
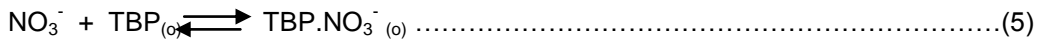
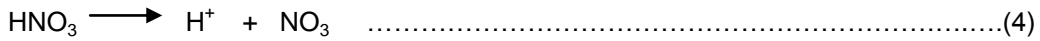
Proses Ekstraksi Uranil Nitrat dengan TBP - kerosin

Dalam proses ekstraksi uranium dalam *yellow cake* terlebih dahulu dilakukan proses pelarutan *yellow cake* menggunakan HNO₃ membentuk larutan uranil nitrat. Larutan uranil nitrat diekstraksi menggunakan pelarut organik TBP-kerosin. Selama proses ekstraksi berlangsung, terjadi perpindahan uranium dari fase air ke fase organik (TBP-kerosin). Proses ekstraksi diharapkan uranium yang semula berada dalam fase air dapat berpindah seluruhnya ke fase organik.

Mekanisme reaksi yang terjadi saat pelarutan *yellow cake* dengan HNO₃ sebagai berikut :^[1,5,6]



Mekanisme reaksi proses ekstraksi yang terjadi adalah sebagai berikut :⁽¹⁾



Uranium yang dihasilkan dari proses ekstraksi masih berada dalam larutan fase organik TBP – kerosin. Untuk mengetahui efisiensi uranium yang yang terekstrak maka dilakukan analisis kandungan uranium yang berada dalam larutan fase air secara titrasi potensiometri dengan metode *Davies Gray*^[5,6].

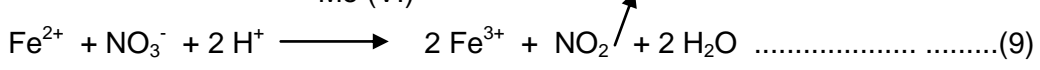
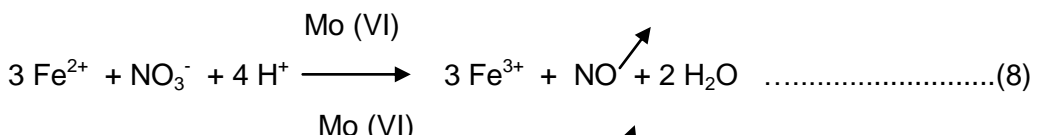
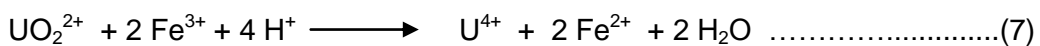
Analisis Kadar Uranium Secara Potensiometri Dengan Metode *Davies Gray*

Analisis kadar Uranium secara titrasi potensiometri dengan metode *Davies Gray* didasarkan atas reaksi reduksi-oksidasi (redoks). Dalam analisis ini laju perubahan potensial terlihat semakin besar saat mendekati dan menjauhi titik ekivalen (TE) pada saat titrasi berlangsung.

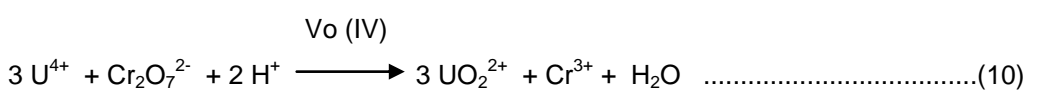
Analisis kadar uranium dengan metode *Davies Gray* yang termodifikasi dibagi menjadi 3 hal pokok yaitu :

1. Proses reduksi Uranium valensi (VI) menjadi Uranium valensi (IV) menggunakan Fe (II) sebagai reduktor. Hal ini dilakukan dalam suasana asam fosfat dan asam sulfamat.
2. Adanya kelebihan Fe(II) akan dioksidasi menjadi Fe (III) oleh asam nitrat dengan Mo (VI) sebagai katalisator.
3. Uranium valensi (IV) yang dihasilkan dari proses reduksi akan dioksidasi menjadi Uranium valensi (VI) dengan dititrasi menggunakan oksidator $K_2Cr_2O_7$ dan sebagai katalisator adalah Vo(IV)

Mekanisme reaksi yang terjadi saat peristiwa reduksi sebagai berikut :^[5,6]



Reaksi yang terjadi saat peristiwa reduksi sebagai berikut :^[5,6]



Jumlah Uranium yang dianalisis dapat diketahui langsung dari hasil pencatatan pada

alat tersebut atau dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :^[2,3]

$$\text{KU dalam sampel} = 119 \times V_t \times N \times F_a \dots\dots\dots(11)$$

$$\text{KU dalam Prosentase} = \frac{V_t \times 119 \times N \times F \times K \times F_a}{E \times V_s} \times 100 \% \dots\dots\dots(12)$$

dengan :

V_t = Volume titran yang digunakan untuk analisis (ml)

N = Normalitas $K_2Cr_2O_7$ yang digunakan adalah 0,025 N

F = Faktor Pengkayaan (untuk U deplesi $F = 1$)

K = Volume labu takar yang digunakan untuk melarutkan sampel (ml)

F_a = Nilai faktor dari alat

F = Berat sampel yang dilarutkan (mg)

V_s = Volume sampel yang dianalisis (ml)

METODOLOGI

Bahan :

Yellow cake berasal dari Cogema Perancis, asam nitrat pekat, TBP, kerosin, 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, corong pemisah, pengaduk magnit, *hot plate*, pH meter, timbangan merk Sartorius, potensiometer merk Metrohm 672.

Langkah Kerja.

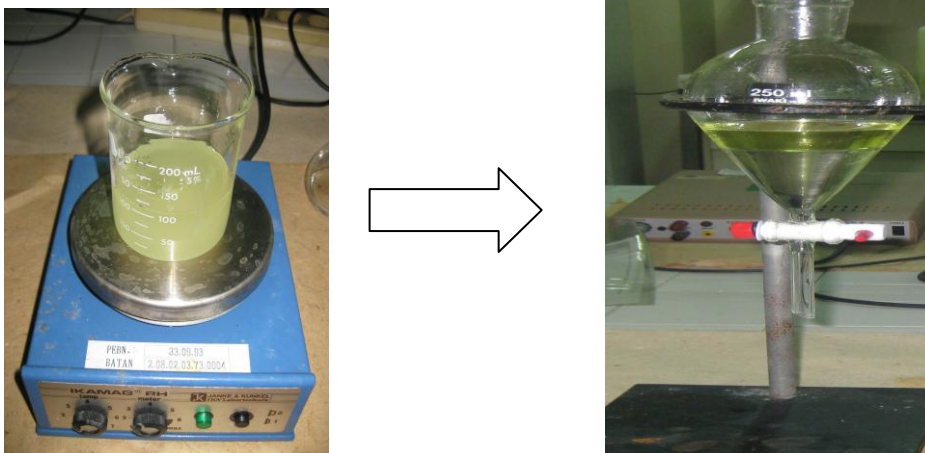
Pelarutan *Yellow Cake*

Yellow cake ditimbang sebanyak 12,9889 gram kemudian dilarutkan dalam HNO_3 3M hingga larut. Hasil pelarutan *yellow cake* ditepatkan sampai volume 1000 ml dalam labu ukur dengan menggunakan air distilasi. Selanjutnya kandungan uranium dalam larutan *yellow cake* hasil pelarutan ini dianalisis secara titrasi potensiometri dengan metode *Davies Gray*.

Proses ekstraksi

Larutan *yellow cake* hasil pelarutan dilakukan proses ekstraksi

menggunakan TBP - kerosin dengan perbandingan TBP : kerosin sebesar 30% : 70% selama 20 menit dan perbandingan volume fase air terhadap fase organik = 1:1. Kandungan uranium dalam larutan fase air hasil proses ekstraksi dianalisis secara titrasi potensiometri dengan metode *Davies Gray*. Selanjutnya proses ekstraksi dilakukan lagi dengan perbandingan TBP : kerosin yang berbeda-beda yaitu : 40%:60%, 50%:50%, 60%:40%, 70%:30% dan 90%:10%. Dalam kegiatan ini masing-masing parameter perbandingan TBP:kerosin dilakukan 3 kali proses ekstraksi. Analisis uranium dalam fase air masing-masing yang dihasilkan dari proses ekstraksi dilakukan 3 kali analisis/titrasi.



Gambar 1. Proses ekstraksi dan pemisahan fase air dan organik secara *batch*

Pembuatan Reagen Untuk Analisis Uranium Dengan Titrasi Potensiometri

- Pembuatan larutan asam sulfamat 1,5 M : timbang 15 gram asam sulfat kemudian dilarutkan dengan air demineral menjadi 100 ml.
- Pembuatan larutan ferro sulfat 1 M : timbang 28 gram serbuk ferro sulfat tambah 10 ml asam sulfat pekat kemudian volume ditepatkan menjadi 100 ml dengan air demineral.
- Pembuatan larutan ammonium heptamolybdat 0,4 % : timbang 0,4 gram ammonium heptamolybdat tambah 50 ml asam nitrat pekat kemudian tepatkan volumenya menjadi 100 ml dengan air demineral.
- Pembuatan larutan vanadil sulfat 0,1 % : timbang 1,25 gram tambah 5 ml asam sulfat pekat dan tepatkan volumenya menjadi 100 ml dengan air demineral.
- Membuat larutan uranil nitrat standar 10.000 ppm : timbang 2,1092 gram dilarutkan dalam asam nitrat 1:1 kemudian ditepatkan menjadi 100 ml dengan air demineral.

Analisis U Secara Potensiometri ^[3,5,6]

Diambil larutan uranium ditambahkan asam sulfamat dan asam fosfat pekat, diaduk hingga larutan menjadi berwarna putih keruh. Selanjutnya ditambahkan larutan ferro sulfat dan amonium heptamolibdat sambil diaduk sampai larutan yang tadinya berwarna coklat tua berubah menjadi jernih. Setelah larutan jernih ditambahkan dengan larutan vanadil sulfat dan dititrasi menggunakan kalium bikromat 0,025 N sampai terjadi titik ekuivalen. Analisis dilakukan berulang sampai 3 kali analisis/titrasi.



Gambar 2. Alat Potensiometer

HASIL DAN PEMBAHASAN

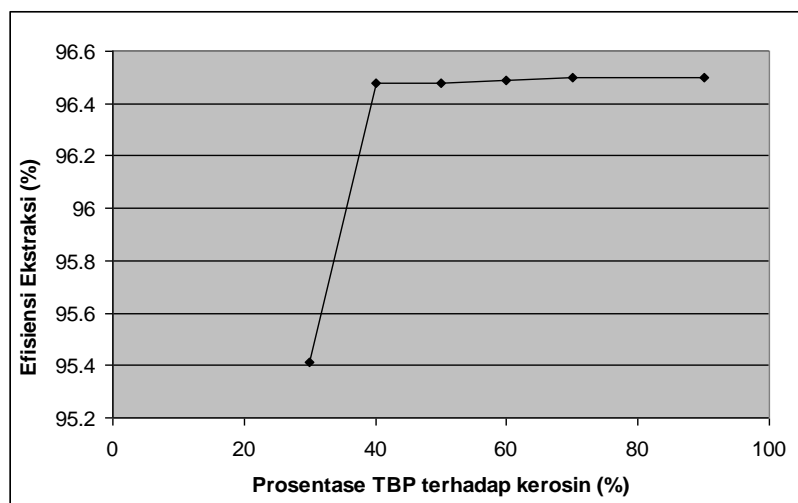
Dalam proses ekstraksi uranium dalam *yellow cake* terlebih dahulu melarutkan *yellow cake* menggunakan HNO_3 3M sehingga akan membentuk larutan uranil nitrat. Larutan uranil nitrat diekstraksi menggunakan TBP-kerosin dengan perbandingan yang berbeda-beda yaitu : 40%:60%, 50%:50%, 60%:40%, 70%:30% dan 90%:10%. Proses ekstraksi dilakukan secara *batch* dan pemisahan larutan fase air terhadap fase organik menggunakan corong pemisah. Kandungan uranium dalam larutan fase air hasil proses ekstraksi di analisis secara titrasi potensiometri dengan metode *Daves Gray* (data analisis uranium terlampir). Dengan mengetahui kandungan uranium yang berada dalam fase air dan dengan menggunakan persamaan (1), maka efisiensi ekstraksi atau uranium yang terekstrak ke-dalam larutan fase organik (TBP-kerosin) dapat ditentukan. Berikut tabel hasil efisiensi ekstraksi dengan variasi

perbandingan TBP terhadap kerosin.

Tabel 1. Data hasil efisiensi ekstraksi uranium dalam *yellow cake* dengan variasi perbandingan volume TBP:kerosin

No.	Perbandingan TBP:kerosin (%)	Efisiensi ekstraksi rerata (%)
1.	30 : 70	95,41 ± 0,07
2.	40 : 60	96,48 ± 0,08
3.	50 : 50	96,48 ± 0,05
4.	60 : 40	96,48 ± 0,20
5.	70 : 30	96,50 ± 0,10
6.	90 : 10	96,51 ± 0,10

Dari Tabel 1. terlihat bahwa proses ekstraksi dengan perbandingan TBP - kerosin = 30% : 70% masih mengalami kenaikan efisiensi, tetapi mulai menggunakan perbandingan TBP - kerosin = 40% : 60% tidak terjadi lagi kenaikan efisiensi ekstraksi atau penambahan uranium yang terekstrak ke fase organik konstan. Dengan melihat hasil perbandingan TBP-terhadap kerosin tersebut maka perbandingan TBP terhadap kerosin dalam proses ekstraksi sangat mempengaruhi besarnya hasil efisiensi ekstraksi atau banyaknya uranium yang terekstrak kedalam larutan fase organik. Dengan demikian maka mulai perbandingan volume TBP-kerosin = 40%:60% mulai diperoleh efisiensi ekstraksi yang konstan. Keadaan ini dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hubungan antara volume TBP-kerosin terhadap Efisiensi ekstraksi

Didalam proses pemisahan larutan fase air terhadap fase organik hasil proses ekstraksi dengan perbandingan TBP-kerosin = 40% : 60% dan 50% : 50% tidak memerlukan waktu yang lama (kurang dari 10) sudah terjadi pemisahan 2 fase larutan yang sempurna, tetapi untuk perbandingan TBP-kerosin mulai 60%:40% sampai 90%:10% dalam pemisahan fase air terhadap fase organik memerlukan waktu yang lebih lama (lebih dari 20 menit). Hal ini disebabkan karena mulai perbandingan TBP-kerosin = 60%:40% diduga berat jenis larutan organik yang digunakan semakin besar karena prosentase TBP lebih banyak dari kerosin, sehingga berat jenis larutan organik yang diekstraksi dengan larutan uranium yang diekstraksi hampir sama, sebab berat jenis TBP ; 0,973 g/ml dan kerosin 0,8 g/ml.⁽¹⁾ Dengan demikian semakin besar prosentase TBP yang digunakan dalam proses ekstraksi maka proses pemisahan fase organik terhadap fase air hasil proses ekstraksi akan membutuhkan waktu pemisahan yang lebih lama dibandingkan dengan perbandingan prosentase TBP lebih kecil dari volume kerosin.

Dengan didasarkan hasil dari proses ekstraksi secara *batch* satu *stage* tersebut, maka perbandingan TBP terhadap kerosin yang paling baik adalah = 40% : 60% dan diperoleh efisiensi sebesar $(96,48 \pm 0,08) \%$

KESIMPULAN

Proses ekstraksi uranium dari *yellow cake* asal Cogema Perancis dengan metode ekstraksi pelarut secara *batch* satu *stage* diperoleh perbandingan TBP - kerosin yang paling baik adalah = 40% : 60% dan dihasilkan efisiensi ekstraksi sebesar 96,48 % dengan standar deviasi sebesar $\pm 0,08 \%$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Sdri. Andin Mahasiswi Universitas Purwokerto yang telah membantu dalam kegiatan ini.

PUSTAKA

1. BENEDICT, M., PIGFORD, and LEVI., H., W., "Nuclear Chemical Engineering", Mc., Graw Hill Book, W., New York, 1981.
2. TRI YULIANTO, "Proses Fabrikasi Elemen Bakar Nuklir IEBE" Diktat Pelatihan Operator dan Supervisor IEBE, PTBN, Batan, Serpong, 2009.
3. TOROWATI, dkk, " Analisis Kadar Uranium Dalam Yellow Cake Dengan Titrasi Secara Potensiometri", Majalah Ilmiah PIN No. 03/Th II, April 2009, PTBN, Batan, Serpong, 2009.

4. TARWITA," Pemisahan Ce, Zr dan Re dari U Dengan Cara Ekstraksi Pelarut, Skripsi Jurusan Teknik Nuklir, UGM, Yogyakarta, 1981.
5. PUTRO KP, "Penerapan Cara Analisis Potensiometri Davies Gray Termodifikasi untuk Penentuan Kandungan Uranium" Proseding Pertemuan Ilmiah I, PPNY-Batan, Yogyakarta, 1998.
6. ASMEDI S., "Titration penentuan Kadar Uranium Dalam Bahan Bakar", Diklat Diklat Keahlian Dasar, PUSDIKLAT- BATAN, Jakarta, 1993.

Lampiran 1.

Tabel 1. Data hasil analisis uranium dalam larutan fase air hasil proses ekstraksi dengan umpan sebesar 10 g U/l

No.	Perbandingan TBP:Kerosin (%)	Proses ekstraksi	Hasil analisis U dalam larutan fase organik (g/l)
1	30 : 70	1	0,478
			0,463
			0,470
		2	0,474
			0,474
			0,478
		3	0,490
			0,411
			0,488
2.	40 : 60	1	0,361
			0,349
			0,359
		2	0,350
			0,367
			0,351
		3	0,363
			0,366
			0,374
3.	50 : 50	1	0,386
			0,351
			0,348
		2	0,353
			0,376
			0,375
		3	0,367
			0,343
			0,404
4.	60 : 40	1	0,359
			0,376
			0,303
		2	0,382
			0,384
			0,341
		3	0,396
			0,350
			0,384
5.	70 : 30	1	0,344
			0,350
			0,347
		2	0,345
			0,350
			0,347
		3	0,386
			0,354
			0,368
6.	90 : 10	1	0,366
			0,329
			0,319
		2	0,330
			0,377
			0,292
		3	0,326
			0,385
			0,403