

# PENENTUAN RECOVERY DAN LIMIT DETEKSI UNSUR KADMIUM, KOBALT, TEMBAGA, MANGAN, NIKEL, MOLIBDENUM DAN TIMBAL PADA URANIUM OKSIDA MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

Deni Mustika<sup>1)</sup>, Asminar, Rahmiati, Torowati

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir  
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong, Banten, Indonesia, 15313  
<sup>1)</sup>dmustika@batan.go.id

**ABSTRAK**– Telah dilakukan Penentuan *Recovery* dan Limit Deteksi Unsur Kadmium, Kobalt, Tembaga, Mangan, Nikel, Molibdenum dan Timbal pada Uranium Oksida Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom - *flame* yang didahului dengan proses ekstraksi menggunakan TBP, TBP + CCl<sub>4</sub> 20 % dan CCl<sub>4</sub>. Validasi metode dilakukan untuk menentukan unjuk kerja suatu metode pengujian yang dikembangkan diantaranya perolehan kembali (*recovery*) dan limit deteksi. Penelitian ini bertujuan menentukan perolehan kembali (*recovery*) dan limit deteksi unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam Uranium Oksida (U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) menggunakan alat spektrofotometer serapan atom - *flame* yang didahului dengan proses ekstraksi menggunakan TBP, TBP + CCl<sub>4</sub> 20 % dan CCl<sub>4</sub>. Pada penelitian ini Uranium Oksida dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub>, dilakukan ekstraksi menggunakan TBP, TBP + CCl<sub>4</sub> 20 % dan CCl<sub>4</sub>, selanjutnya fase air dalam asam encer dianalisis menggunakan SSA – *flame*, *recovery* ditentukan dengan metode adisi (*spike*). Diperoleh persentase *recovery* antara 81,84 % hingga 113 %, penurunan persentase *recovery* menunjukkan adanya kehilangan analit selama berlangsungnya proses preparasi, kenaikan persentase *recovery* menandakan adanya penambahan analit yang berasal dari pelarut atau ekstrak selama proses preparasi. Limit deteksi pengujian yang diperoleh adalah antara 0,0021 mg/L dan 0,8998 mg/L, lebih tinggi dibanding limit deteksi instrumen.

**Kata kunci**– Spektrofotometer Serapan Atom – Flame (SSA - *flame*), Uranium Oksida, Impuritas, Bahan bakar nuklir, ekstraksi, TBP, TBP + CCl<sub>4</sub>, CCl<sub>4</sub>, perolehan kembali (*recovery*), limit deteksi

**ABSTRACT**- Studies on the determination recovery and detection limit of Cadmium, Cobalt, Copper, Manganese, Nickel, Molybdenum and Lead in Uranium Oxide using Atomic Absorption Spectrophotometer - Flame are described. A method developed should be validated to verify its performance parameter. The studies aim to determine the recovery and detection limit of Cadmium, Cobalt, Copper, Manganese, Nickel, Molybdenum and Lead in Uranium Oxide using Atomic Absorption Spectrophotometer – Flame. In this study, the bulk of the matrix is dissolved with nitric acid and separated by batch extraction using TBP, TBP +CCl<sub>4</sub> 20 % and CCl<sub>4</sub>. The final aqueous phase containing the metallic impurities is fed to AAS – flame, the recovery is determined by spike method. It is found that the recovery for various elements is in range 81,84 % - 113 % while the limit of detection for various elements is in range 0.0021 mg/L – 0.8998 mg/L.

**Keywords** – Atomic absorption Spectrophotometry – Flame (AAS – *flame*), Uranium oxide, Impurities, nuclear fuel extraction, TBP, TBP + CCl<sub>4</sub>, CCl<sub>4</sub>, Recovery, Detection limit.

## I. PENDAHULUAN

Performa bahan bakar nuklir di reaktor sangat bergantung pada komposisi kimia dari impuritas dan estimasi dari sudut pandang keekonomian neutron. Adanya bahan mikro dengan tampang lintang tinggi menyebabkan terjadinya serapan neutron termal dan menurunkan efisiensi bahan bakar. Impuritas lain dengan tampang lintang rendah

namun dengan konsentrasi tinggi seperti alkali dan alkali tanah dan logam transisi dapat menurunkan efisiensi bahan bakar, sebagai contoh menurunkan densitas bahan bakar. Logam alkali cenderung membentuk oksida yang akan mempengaruhi rasio oksigen / logam. Logam alkali dan alkali tanah, beberapa logam tanah jarang, Mangan (Mn) dan Kobalt (Co) teraktivasi menghasilkan radionuklida setelah iradiasi di reaktor. Oleh karena itu, Impuritas konsentrasi logam dalam bahan bakar harus dibawah tingkat maksimal yang diizinkan [1].

Penentuan unsur-unsur secara kuantitatif dalam matriks uranium diperlukan sebelum digunakan sebagai bahan bakar nuklir. Unsur pengotor yang harus diketahui dan dibatasi kandungannya dalam suatu bahan bakar nuklir dengan basis uranium adalah Aluminium (Al), Karbon (C), Kalsium (Ca) + Magnesium (Mg), Klor (Cl), Kromium (Cr), Kobalt (Co), Tembaga (Cu), Fluor (F), Besi (Fe), Timbal (Pb), Mangan (Mn), Molibdenum (Mo), Nikel (Ni), Nitrogen (N), Pospor (P), Silikon (Si), Talium (Ta), Thorium (Th), Timah (Sn), Titanium (Ti), Tungsten (W), Vanadium (V) dan Seng (Zn), dengan maksimum kandungan pengotor total tidak boleh melebihi 1500 µg/g [2]. Penentuan konsentrasi impuritas yang rendah dengan kisaran mg/g hingga µg/g dengan matriks kompleks uranium seperti  $UO_2$ ,  $U_3SiO_2$ ,  $U_3O_8$ , U - Mo perlu dikembangkan dan metode analitik yang sesuai harus divalidasi. Kendali kualitas yang teliti sangat diperlukan untuk memproduksi bahan bakar dengan basis uranium [1]. Diantara teknik analitik yang biasa digunakan untuk penentuan impuritas pada senyawa uranium adalah teknik spektrometri karena banyak unsur dapat ditentukan secara simultan dengan waktu singkat dan jumlah sampel relatif kecil. Teknik spektrometri yang digunakan seperti Spektrofotometri Serapan Atom – *flame* (SSA - *flame*), Spektrofotometri Serapan Atom – *Graphite Furnace Atomization* (SSA – *GFA*), *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP OES), dan *Inductively coupled plasma mass spectrometry* (ICP-MS) [1]. SSA – *flame* sampai saat ini merupakan metoda yang paling banyak digunakan untuk analisis unsur runutan (unsur dengan kadar kecil) [3].

Dalam ASTM C 1022, memuat langkah – langkah standar metode pengujian terhadap Ca, Fe, Mg, Mo, Ti and V pada sampel batuan konsentrat uranium secara SSA, konsentrat uranium dilarutkan dalam asam nitrat dan tidak dilakukan proses ekstraksi uranium <sup>[4]</sup>. Dengan tidak diekstraksinya uranium, interferensi kimia dari uranium dapat mengganggu proses analisis. Resiko kontaminasi pada instrumen dan peralatan lainnya akan dapat terjadi selain resiko keselamatan terhadap operator [1].

Beberapa penelitian melakukan proses ekstraksi dengan Tributyl Posfat : Heksana (7 : 3) pada penentuan kandungan pengotor pada senyawa Uranium Oksida

menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom [5, 6]. Proses ekstraksi lain yang dapat digunakan untuk proses ekstraksi uranium yaitu TBP, TBP + CCL<sub>4</sub> 20 % dan CCL<sub>4</sub> [7], sebagai alternatif ekstraktan pada proses penentuan kandungan pengotor pada bahan Uranium. Validasi metode dilakukan untuk menentukan unjuk kerja suatu metode pengujian yang telah dikembangkan diantaranya akurasi, perolehan kembali (*recovery*) dan limit deteksi. *Recovery* perlu diketahui dalam suatu pengujian dengan proses preparasi panjang (pelarutan dan ekstraksi) yang memungkinkan hilang atau bertambahnya kandungan unsur yang diuji. Limit deteksi juga diperlukan untuk menentukan konsentrasi terendah dari unsur yang dapat terdeteksi pada metode pengujian yang digunakan [8]. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan menentukan perolehan kembali (*recovery*) dan limit deteksi unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam Uranium Oksida (U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) menggunakan alat spektrofotometer serapan atom - *flame* yang didahului dengan proses ekstraksi menggunakan TBP, TBP + CCL<sub>4</sub> 20 % dan CCL<sub>4</sub>.

Pada penelitian ini, perolehan kembali (*recovery*) ditentukan dengan metode *spike*, dengan menambahkan sejumlah analit yang telah diketahui ke dalam Uranium Oksida. Uranium Oksida dan Uranium Oksida yang sudah diadisi dilarutkan, diekstraksi, dianalisis, dan selanjutnya ditentukan nilai *recovery*. Limit deteksi pengujian dihitung berdasarkan rerata blanko sampel dan standar deviasinya [8]. Matriks uranium dilarutkan dengan asam nitrat, selanjutnya dilakukan proses ekstraksi pelarut bertingkat dengan menggunakan fasa organik TBP, TBP + CCL<sub>4</sub> 20 % dan CCL<sub>4</sub> [7], sehingga diharapkan uranium sebagai matriks utama terekstrak ke dalam fasa organik. Dalam asam cukup tinggi, ion logam divalen hampir tidak terekstraksi dengan TBP sedangkan uranium diekstraksi selektif dalam fasa organik sebagai kompleks netral UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.2TBP [1]. Untuk meminimalisir terekstraksinya kandungan pengotor ke dalam fasa organik bersama dengan uranium dilakukan proses pencucian fasa organik hasil ekstraksi dengan asam nitrat (fasa air), yang tidak dilakukan oleh penelitian sebelumnya [5, 6], sehingga diharapkan unsur pengotor yang berpindah ke fasa organik sangat kecil [7].

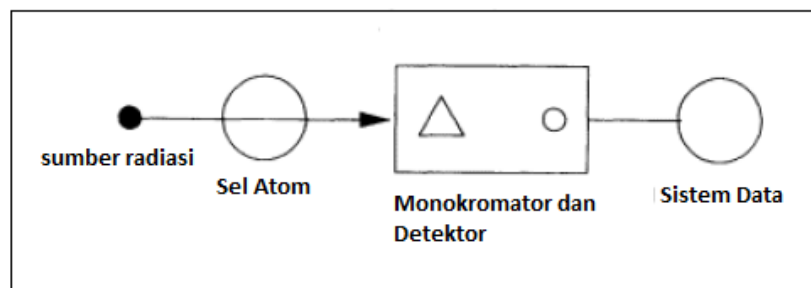
## II. TEORI

Spektroskopi serapan atom adalah suatu istilah yang digunakan jika radiasi diserap oleh atom – atom yang diukur. Sebuah atom memiliki beberapa tingkat energi. Pada kondisi normal, sebagian besar atom berada pada tingkat dasar (tidak tereksitasi). Untuk tingkat energi  $E_0$  (tingkat dasar) dan  $E_j$  (tereksitasi), sebuah transisi dari  $E_0 \rightarrow E_j$  menandakan terjadinya serapan radiasi. Cahaya dengan panjang

gelombang yang tepat (energi) diserap oleh elektron tingkat dasar, sehingga berubah menjadi tereksitasi. Intensitas cahaya berkurang setelah melewati analit. Jumlah cahaya yang berkurang proporsional dengan jumlah atom yang menyerapnya yang analog dengan Hukum Lambert – Beer, yang dinyatakan sebagai berikut :

$$A = \log (I_0/I) = k_v l \log e \dots \dots \dots (1)$$

Dengan  $A$  adalah absorban,  $I_0$  adalah intensitas cahaya datang,  $I$  adalah intensitas cahaya yang diteruskan,  $k_v$  adalah koefisien absorpsi dan  $l$  adalah panjang lintasan. Sistem instrumentasi dasar dari SSA digambarkan pada Gambar 1 [3].



Gambar 1. Sistem Instrumen Dasar Spektrometri Serapan Atom

Pada SSA – *flame*, larutan sampel biasanya dinebulisasikan secara pneumatik menuju *spray chamber* dan aerosol diproduksi bersamaan dengan adanya campuran gas pembakar dan oksidan pada *burner* yang sesuai. Dengan campuran udara - asetilen temperatur yang dapat dicapai adalah 2300 K dan *nitrous oxide* – asetilen adalah 2750 K. Nyala udara – asetilen yang paling sering digunakan karena temperaturnya cukup tinggi untuk menghasilkan atomisasi banyak unsur namun tidak terlalu tinggi sehingga interferensi ionisasi tidak signifikan [9].

Teknik spektroskopi memerlukan kalibrasi standar dari konsentrasi analit yang diketahui. Pengecekan akurasi analisis harus dilakukan menggunakan *certified reference materials* (CRM), dengan mencocokkan nilai sertifikat CRM dan hasil analisis sehingga validitas analisis dapat diverifikasi. Selain itu teknik validasi dengan melakukan adisi sejumlah analit terhadap sampel juga dapat dilakukan. Perolehan kembali atau *recovery* harus diperhitungkan jika metode analisis menggunakan prosedur preparasi cukup panjang. Dengan diketahuinya *recovery* maka dapat diketahui jika analit ada yang lepas saat proses preparasi (destruksi atau ekstraksi) [8]. *Recovery* dapat diketahui dengan rumus :

$$Recovery (\%) = \{(C_{spike} - C_{sampel}) / C_{adisi}\} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

Dengan  $C_{spike}$  adalah konsentrasi analit dalam campuran (sampel + adisi),  $C_{sampel}$  adalah konsentrasi analit dalam sampel dan  $C_{adisi}$  adalah konsentrasi analit yang ditambahkan ke dalam sampel [8].

Kemampuan deteksi analisis metode spektrometri biasa dinyatakan dengan limit deteksi dari unsur yang dianalisis. Limit deteksi merupakan pengukuran terkecil yang dapat diterima dengan keyakinan bahwa merupakan nilai yang asli bukan hanya pengukuran blanko, dengan persamaan :

$$X = X_{bl} + 3 S_{bl} \dots \dots \dots (3)$$

Dengan  $X_{bl}$  adalah rata – rata pengukuran blanko dan  $S_{bl}$  adalah perkiraan standar deviasi dari pengukuran blanko. Dengan demikian limit deteksi dapat didefinisikan sebagai jumlah unsur yang dapat memberikan peningkatan pada pembacaan yang sama dengan standar deviasi dari sedikitnya 10 x pengujian yang mendekati nilai blanko [3].

Dalam analisis kandungan impuritas pada matriks Uranium diperlukan proses pemisahan uranium karena Uranium pada konsentrasi lebih dari 1000 mg/L mengabsorpsi radiasi pada panjang gelombang banyak unsur. selain itu, Uranium dengan konsentrasi tinggi menyebabkan peningkatan densitas dan viskositas pada larutan sampel dan menyebabkan interferensi transportasi (*transport interferences*). Uranium juga menurunkan absorpsi beberapa unsur dan penggunaan larutan uranium secara langsung pada analisis dapat menyebabkan kontaminasi [1].

### III. METODA

Alat dan Bahan : seperangkat instrumen SSA - *flame* (Agilent Technologies), seperangkat peralatan ekstraksi pelarut, *hotplate magnetic stirrer* (Torrey Pines Scientific), neraca analitik (Mettler Toledo), *oven* (*ultraclean 100*), dan peralatan gelas, serbuk  $U_3O_8$  (Cogema - Perancis),  $HNO_3$  pekat (Merck),  $HNO_3$  6 N (Merck), n-TBP (Merck), larutan TBP dalam  $CCL_4$  (20 % v/v) (Merck), HCl 0,2 N (Merck), air demineral, standar unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb (merck).

Adapun langkah yang dilakukan yaitu sampel  $U_3O_8$  kering (sebelumnya dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 115 °C dalam *oven*) ditimbang  $\pm 11$  g (kandungan Uranium  $\pm 10$  g) sebanyak 14 sampel. Selanjutnya 7 buah sampel ditambahkan unsur adisi Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dengan konsentrasi tertentu. 14 sampel diatas dilarutkan dengan asam nitrat pekat (1 mL asam per gram Uranium Oksida). Larutan dievaporasi hingga hampir kering dan residu dilarutkan dalam 100 mL  $HNO_3$  6N. Dilakukan proses ekstraksi dengan 125 mL TBP. Fasa TBP dicuci menggunakan  $HNO_3$  6 N 30 mL, selanjutnya fasa *aqueous* (air) diekstraksi dengan 50 mL TBP dalam  $CCL_4$  (20 % v/v). Setelah itu, fasa air dicuci dengan  $CCL_4$  25 mL

sebanyak 2 kali. Selanjutnya fasa air dievaporasi hingga kering dan residu dilarutkan dalam 0,2 N HCl dan diencerkan, Sampel siap dianalisis menggunakan SSA – *flame*. Sebagai pembanding, blanko diperlakukan dengan cara yang sama dengan sampel. Deret standar unsur yang akan dianalisis dibuat dengan mengencerkan standar induk dan membuat deret konsentrasi standar sebanyak 5 tingkat sesuai dengan kisaran pengukuran. Selanjutnya sampel dilakukan pengujian dengan alat SSA – *flame*. [7, 10].

#### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Serbuk  $U_3O_8$  yang telah dihilangkan kadar airnya, ditimbang dan selanjutnya dilarutkan dan diekstraksi. Fasa air yang diharapkan sudah tidak mengandung Uranium dikisatkan dan diencerkan dengan asam HCl encer. Dari hasil pengujian kandungan unsur dengan alat spektrofotometer serapan atom – *flame* (SSA – *flame*) diperoleh data seperti yang ada di dalam Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Pengujian Kandungan Unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam  $U_3O_8$  Menggunakan SSA

Unsur	Massa penimbangan Rerata (g)	Volume Penepatan (mL)	Konsentrasi Analit sebelum Adisi (mg/L)	Konsentrasi Adisi (mg/L)	Konsentrasi Analit setelah Adisi (mg/L)	Recovery Rerata (%)
Kadmium (Cd)	11,7929	100	$0,0004 \pm 0,0005$	2,0	$1,9990 \pm 0,0006$	99,93
Kobalt (Co)	11,7929	100	$0,0089 \pm 0,0028$	0,1	$0,1023 \pm 0,0048$	93,43
Tembaga (Cu)	11,7929	100	$0,1591 \pm 0,0171$	0,5	$0,6168 \pm 0,0501$	91,53
Mangan (Mn)	11,7929	100	$0,1728 \pm 0,0217$	1,0	$0,9911 \pm 0,0343$	81,84
Nikel (Ni)	11,7929	100	$0,5270 \pm 0,0978$	2,0	$2,2520 \pm 0,3198$	86,25
Molibdenum (Mo)	11,7929	100	$0,2619 \pm 0,0241$	8,0	$9,3110 \pm 0,5792$	113,11
Timbal (Pb)	11,7929	100	$0,2219 \pm 0,0714$	1,0	$1,1248 \pm 0,1009$	90,29

Dari Tabel 1. terlihat bahwa dengan massa penimbangan rerata 11,7929 g sampel  $U_3O_8$ , dan penepatan volume 100 mL, konsentrasi analit Cd sebelum adisi adalah 0,0004 mg/L dan setelah adisi dengan konsentrasi 2,0 mg/L Cd diperoleh hasil analisis adalah 1,9990 mg/L. Dari data itu diketahui bahwa *recovery* rerata yang diperoleh adalah 99,93 %. *Recovery* dihitung dengan membandingkan konsentrasi

analit hasil analisis (hasil pengurangan konsentrasi analit pada sampel dengan adisi dan sebelum adisi) dengan konsentrasi analit yang diadisi dan dikali 100 % [8].

Pada Tabel 1 dapat diketahui untuk unsur Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb masing – masing diperoleh persentase *recovery*-nya adalah 93,43 %, 91,53 %, 81,54 %, 86,25 %, 113,11 % dan 90,29 %. Dari 7 (tujuh) unsur yang ditambahkan adisi dan dilakukan analisis, penurunan *recovery* terjadi pada sebagian besar unsur analit (6 dari 7) dengan kisaran *recovery* antara 81,54 % hingga 99,93 %. Satu unsur dengan rekoveri lebih besar dari 100 % yaitu untuk unsur Mo dengan persentase *recovery* 113,11 %. Hasil persentase *recovery* yang diperoleh untuk unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni dan Pb berkisar antara 81,54 % dan 99,93 % lebih tinggi dibanding dengan hasil dari penelitian oliveira dkk., yang memperoleh akurasi antara 15 % dan 37 % atau persentase *recovery* adalah 63 % - 85 % [11].

Persentase *recovery* ideal adalah 100 %, adanya penurunan persentase *recovery* menunjukkan adanya kehilangan analit selama berlangsungnya proses preparasi, kenaikan persentase *recovery* menandakan adanya penambahan analit yang berasal dari pelarut atau ekstraktn selama proses preparasi [8]. *Recovery* ideal cukup sulit diperoleh karena proses preparasi yang panjang serta penggunaan pelarut dan ekstraktn yang memiliki kemurnian 99,9 %. Selain itu, analit dengan tingkat konsentrasi sangat rendah (mg/L) dalam matriks yang kompleks sangat sensitif dengan interferensi. Interferensi kimia dalam SSA diantaranya atomisasi yang tidak sempurna, pembentukan senyawa yang sulit didisosiasi dan penurunan akibat terbentuknya senyawa refraktori serta ketidakstabilan logam analit dalam larutan, interferensi fisika diantaranya adalah perbedaan viskositas larutan [3, 9]. Apabila persentase *recovery* berbeda signifikan dengan *recovery* 100 %, maka data *recovery* perlu dipakai untuk melakukan koreksi terhadap data mentah menjadi data uji yang dilaporkan [8].

Pada pengujian ini, efek dari terekstraksnya sebagian kecil unsur analit bersama dengan matriks uranium diperkirakan menjadi faktor utama yang menyebabkan *recovery* kurang dari 100 %. Selain itu, penambahan 7 (tujuh) unsur pada sampel menyebabkan perbedaan nilai viskositas sehingga jumlah sampel yang masuk ke dalam nebulizer tidak sama (adisi dan non adisi). *Recovery* yang lebih dari 100 % dimungkinkan terjadi karena kontaminasi unsur analit pada proses preparasi sampel sehingga kandungan analit yang terukur bertambah. Faktor kemurnian bahan yang digunakan sangat berpengaruh, bahan kimia yang digunakan untuk analisis SSA dipersyaratkan menggunakan bahan dengan kemurnian sangat tinggi (kemurnian 99,999 %) [7].

Tabel 2. Limit Deteksi Pengujian Unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

Unsur	Konsentrasi Blanko Rerata (mg/L)	Standar Deviasi (mg/L)	Limit Deteksi (mg/L)
Kadmium (Cd)	0,0005	0,0006	0,0021
Kobalt (Co)	0,0085	0,0020	0,0160
Tembaga (Cu)	0.0585	0,0033	0,0684
Mangan (Mn)	0.1588	0,0309	0,2517
Nikel (Ni)	0,7060	0,0646	0,8998
Molibdenum (Mo)	0,2050	0,0351	0.3102
Timbal (Pb)	0,0167	0,0103	0,0476

Kemampuan deteksi metode analisis dinyatakan dengan limit deteksi yang diperoleh berdasarkan hasil analisis konsentrasi blanko. Nilai limit deteksi untuk unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb yang diperoleh pada penelitian ini masing – masing adalah 0,0021 mg/L, 0,0160 mg/L, 0,0684 mg/L, 0,2517 mg/L, 0,8998 mg/L, 0,3102 mg/L dan 0,0478 mg/L. Jika dibanding dengan limit deteksi instrumen (Cd 0,0007 mg/L, Co 0,007 mg/L, Cu 0,002 mg/L, Mn 0,002 mg/L, Ni 0,008 mg/L, Mo 0,030 mg/L, Pb 0,015 mg/L) [3], limit deteksi yang dihasilkan pada pengujian ini, Tabel 2. memperlihatkan nilai limit deteksi yang lebih besar, hal ini disebabkan oleh langkah preparasi yang panjang sehingga kontaminasi banyak terjadi. Hal ini menyebabkan nilai konsentrasi blanko sampel cukup besar dan memberikan limit deteksi pengujian diatas limit deteksi instrumen. Selain itu, penggunaan air demineral dengan konduktivitas diatas 0,058  $\mu$ S/cm juga menjadi salah satu faktor yang dapat menaikkan limit deteksi. Limit deteksi akan dapat berubah sesuai dengan kondisi instrumen dan kondisi bahan yang digunakan, sehingga dari waktu ke waktu dapat memberikan hasil yang berbeda.

## V. KESIMPULAN

Setelah dilakukan Penentuan *Recovery* dan Limit Deteksi Unsur cadmium, Kobalt, Tembaga, Mangan, Nikel, Molibdenum dan Timbal pada Uranium Oksida Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom - *flame* yang didahului dengan proses



ekstraksi menggunakan TBP, TBP + CCL<sub>4</sub> 20 % dan CCL<sub>4</sub>, dapat disimpulkan bahwa nilai *recovery* yang diperoleh untuk unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb masing – masing adalah 99,93 %, 93,43 %, 91,53 %, 81,84 %, 86,25 %, 113,11 % dan 90,29 %. Penurunan persentase *recovery* menunjukkan adanya kehilangan analit selama berlangsungnya proses preparasi, kenaikan persentase *recovery* menandakan adanya penambahan analit yang berasal dari pelarut atau ekstraktn selama proses preparasi. Untuk persentase *recovery* yang berbeda signifikan dengan *recovery* 100 %, maka data *recovery* perlu dipakai untuk melakukan koreksi terhadap data mentah menjadi data uji yang dilaporkan. Limit deteksi pengujian berkisar antara 0,0021 % hingga 0,8998 %, lebih tinggi dibanding dengan limit deteksi instrumen yang disebabkan oleh cukup banyaknya langkah preparasi sehingga kontaminasi banyak terjadi.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kami ucapkan kepada Bapak Prof. Dr. Ridwan sebagai Ka. PTBBN dan Ibu Ir. RR. Ratih Langenati, MT, sebagai Ka. BFBBN yang sudah memberikan kesempatan untuk kami melakukan penelitian ini. Terima kasih kepada semua rekan – rekan IEBE yang sangat membantu dan mendukung kelancaran penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Alexandre Luiz de Souza, Marycel Elena Barboza Cotrim, Maria Aparecida Faustino Pires. *.Review article: An Overview of spectrometric techniques and sample for the determination of impurities in uranium nuclear fuel grade.* Microchemical Journal 106. Elsevier. Hal. 194 – 201. 2013.
- [2] ASTM C 753. *Standard Specification for Nuclear-grade, Sinterable Uranium Dioxide Powder.* ASTM International. Hal. 83 – 86.
- [3] L. Ebdon, E.H. Evans. A.Fisher. S.J. Hill. *An Introduction to Analytical Atomic Spectrometry.* England: John Wiley & Sons Ltd. 1998 Hal. 2 – 31.
- [4] ASTM C 1022. *Standard Test Methods for Chemical and Atomic Absorption Analysis of Uranium Ore Concentrate.* 2010. ASTM Internasional.
- [5] Boybul dan Arif Nugroho. *Analisis Kadar Uranium dan Unsur Pengotor didalam Serbuk AUK dan UO<sub>2</sub>.* Urania Vol. 18 No 1. 2012.
- [6] Rahmiati, Asminar dan Purwadi Kasino Putro. *Penentuan Kandungan Pengotor dalam serbuk UO<sub>2</sub> Hasil Konversi Yellow Cake Petrokimia Gresik dengan AAS.* Seminar Nasional IX SDM Teknologi Nuklir. 2013.
- [7] Perkin Elmer. *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy.* United States : Perkin Elmer. 1996. Hal 242 – 244
- [8] Julia Kantasubrata. *Validasi Metode.* Diktat Pelatihan Validasi Metode Uji dan Jaminan Mutu Hasil Uji. PTBBN - BATAN. 2015
- [9] Jose A. C. Broekaert. *Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas.* Wiley – VCH Verlag GmbH &Co. KGaA. 2002. Hal 158-164.

- [10] Agilent Technologies. *Flame Atomic Absorption Spectrometry Analytical Methods*. Australia : Agilent Technologies.2015.
- [11] Oliveira Junior dan J. Sarkis. *Determination of Impurities in Uranium Oxide by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICPMS) by The Matrix Matching Method*. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry Vol. 254. 2002 Hal. 519 – 526.