

## ANALISIS KADAR URANIUM DAN KEASAMAN UNTUK MENENTUKAN KEBUTUHAN SODIUM HIDROKSIDA PADA PENETRALAN LIMBAH URANIUM CAIR DI LABORATORIUM KIMIA INSTALASI ELEMEN BAKAR EKSPERIMENTAL

Ngatijo, Pranjono, Torowati, Waringin Margi Yusmaman

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir  
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong, Banten, Indonesia, 15314  
email : ngatijo@batan.go.id

**ABSTRAK**—Telah dilakukan analisis kadar uranium dan keasaman untuk menentukan kebutuhan sodium hidroksida pada penetralan limbah uranium cair di laboratorium kimia IEBE. Analisis kadar uranium dilakukan untuk mengetahui kandungan uranium dalam limbah sehingga jumlah dan keberadaan bahan nuklir dapat diketahui dalam rangka menjamin pelaksanaan pertanggungjawaban dan pengendalian bahan nuklir. Sedangkan analisis keasaman dilakukan untuk mengetahui tingkat keasaman limbah sehingga dalam pengolahan lebih lanjut dapat dilakukan secara efisien dan aman bagi lingkungan. Disamping itu juga analisis keasaman dimaksudkan untuk menentukan kebutuhan sodium hidroksida yang digunakan dalam penetralan limbah sehingga penggunaan sodium hidroksida lebih efisien dan efektif. Analisis kadar uranium dilakukan dengan metode potensiometri dan analisis keasaman menggunakan metode alkalimetri. Dari hasil analisis diketahui bahwa untuk limbah drum nomor 1 kadar U sebesar 0,8665 g/L dengan keasaman 2,0790 mol/L, drum nomor 2 kadar U sebesar 0,6939 g/L dengan keasaman 1,9076 mol/L, drum nomor 3 kadar U sebesar 2,8901 g/L dan keasaman 8,1309 mol/L. Penetralan limbah uranium cair dilakukan sampai pH 7. Berdasarkan hasil analisis kadar U dan keasaman serta volume limbah uranium cair maka untuk menetralkan limbah uranium cair tersebut diperlukan sodium hidroksida masing-masing untuk drum nomor 1 sebanyak 12.474,44 g, drum nomor 2 sebanyak 11.445,95 g dan drum nomor 3 sebanyak 22.767,98 g. Total kebutuhan sodium hidroksida untuk menetralkan limbah uranium cair sebanyak 46.687,61 g (50 kg).

Kata kunci : analisis, uranium, keasaman, penetralan, limbah cair

**ABSTRACT**— An uranium and acidity analysis was performed to determine the need for sodium hydroxide in neutralization of uranium liquid waste in the IEBE chemical laboratory. The uranium content analysis is performed to determine the uranium content in the waste so that the amount and the presence of nuclear material can be known in order to ensure the implementation of nuclear material responsibility and control. While the acidity analysis is done to determine the level of acidity of waste so that further processing can be done efficiently and safely for the environment. Besides, acidity analysis is also intended to determine the need for sodium hydroxide used in waste neutralization so that the use of sodium hydroxide is more efficient and effective. Analysis of uranium content was done by potentiometric method and acidity analysis using alkalimetric method. From the analysis results it is known that for drum waste number 1 U content of 0.8665 g /L with acidity 2.0790 mol/L, drum number 2 U content of 0.6939 g /L with acidity 1,9076 mol/L, drum number 3 U content of 2.8901 g/L and acidity of 8.1309 mol/L. The neutralization of liquid uranium wastes is done up to pH 7. Based on the results of U-level analysis and the acidity and volume of liquid uranium waste to neutralize the liquid uranium waste is required sodium hydroxide respectively for drum number 1 as much 12,474.44 g, drum number 2 as much 11,445, 95 g and drum number 3 as much 22,767.98 g. Total requirement of sodium hydroxide to neutralize uranium liquid waste as much 46,687,61 g (50 kg).

Keywords: analysis, uranium, acidity, neutralization, liquid waste

## I. PENDAHULUAN

Kegiatan penelitian dan pengembangan fabrikasi bahan bakar nuklir di Instalasi Elemen Bakar Eksperimental (IEBE) akan selalu diikuti dengan kegiatan analisis kimia yang dilakukan di laboratorium kimia IEBE. Frekuensi kegiatan di laboratorium kimia yang semakin tinggi menyebabkan semakin meningkat volume limbah uranium cair yang dihasilkan. Limbah uranium cair yang dihasilkan merupakan cairan buangan bekas analisis baik dalam fasa air maupun organik. Seiring bertambah banyaknya volume limbah akan diperlukan banyak wadah untuk menampungnya, demikian juga dengan ruangan untuk menyimpannya. Mengingat ruang penyimpan limbah di laboratorium kimia IEBE sudah penuh dan uranium dalam limbah tidak ekonomis untuk dipungut kembali[5], maka limbah tersebut akan dikirim ke Instalasi Pengolahan Limbah Radioaktif (IPLR). Kriteria keberterimaan dari Instalasi Pengolahan Limbah Radioaktif mensyaratkan salah satunya nilai pH antara 5,5 – 7,5 [1].

Limbah uranium cair di laboratorium kimia IEBE bersifat asam maka perlu dilakukan pengaturan pH (penetralkan) sesuai persyaratan keberterimaan tersebut. Bahan yang dapat digunakan untuk menetralkan limbah adalah sodium hidroksida. Pemilihan sodium hidroksida dikarenakan mudah diperoleh di pasaran dan harganya relatif murah sehingga sangat ekonomis untuk digunakan. Sebelum dilakukan penetralkan perlu dilakukan analisis kadar uranium dan keasaman pada limbah tersebut. Analisis kadar uranium dilakukan untuk mengetahui kandungan uranium dalam limbah sehingga jumlah dan keberadaan bahan nuklir dapat diketahui dalam rangka menjamin pelaksanaan pertanggungjawaban dan pengendalian bahan nuklir[2]. Sedangkan analisis keasaman dilakukan untuk mengetahui tingkat keasaman limbah sehingga dalam pengolahan lebih lanjut dapat dilakukan secara efisien dan aman bagi lingkungan. Disamping itu juga analisis keasaman dimaksudkan untuk menentukan kebutuhan sodium hidroksida yang digunakan dalam penetralkan limbah sehingga penggunaan sodium hidroksida lebih efisien dan efektif.

Dengan diketahui kadar uranium dan konsentrasi keasaman serta volume limbah maka jumlah mol uranium dan mol asam dapat diketahui, sehingga berdasarkan persamaan reaksi jumlah bahan penetral yang dibutuhkan dapat ditentukan.

Reaksi yang terjadi dalam penetralkan limbah uranium dengan NaOH sebagai berikut :

### 1. Penetralkan asam



## 2. Pembentukan natrium diuranat



Dari persamaan reaksi (1) dan (2) terlihat bahwa jumlah mol NaOH setara dengan jumlah mol asam ditambah banyaknya mol U dapat dituliskan sebagai berikut :

$$\text{mol NaOH} = (\text{M asam} \times \text{V limbah}) + 2 (\text{U}/238 \times \text{V limbah}) \quad (3)$$

dengan :

M asam : molaritas keasaman, mol/L

V limbah : volume limbah, L

U : kadar Uranium, g/L

238 : massa atom relatif U, g/mol

Sedangkan berat NaOH yang dibutuhkan dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\text{W NaOH} = \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH} \quad (4)$$

dengan :

W : berat NaOH, gram

Mr : berat molekul relatif NaOH, g/mol

## II. TEORI

Dalam menentukan jumlah mol Uranium dan molaritas keasaman menggunakan metoda:

### 1. Metoda Potensiometri

Potensiometri merupakan salah satu metode analisis titrimetri dengan titik akhir ditemukan dengan menentukan volume titran yang menyebabkan perubahan relatif besar dalam potensial apabila ditambahkan[3]. Dalam pengukuran potensial larutan sel, diperlukan suatu elektroda yang potensialnya sedemikian rupa sehingga potensial tersebut tergantung pada aktivitas dari ion yang akan ditentukan. Hubungan antara potensial elektroda dengan aktivitas dinyatakan dengan persamaan *Nerst* yaitu :

$$E = E^\circ + (2,303 \text{ RT}/\text{ZF}) \log a \quad (5)$$

dengan :

E = Potensial Sel, V

$E^\circ$  = Potensial Elektroda Standar, V

R = Konstanta gas, J/mol.K

T = Temperatur absolut, K

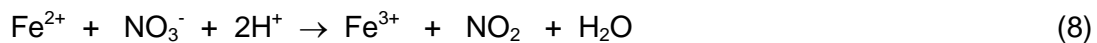
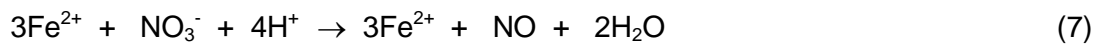
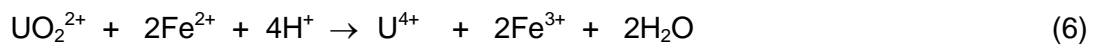
a = Aktivitas ion

Z = Elektron valensi

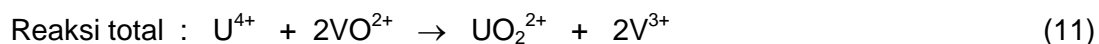
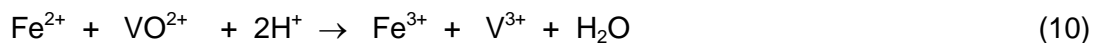
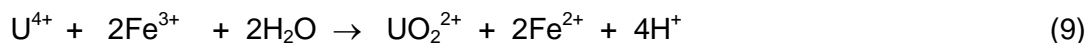
F = Konstanta Faraday, C/mol

Penentuan kadar uranium secara potensiometri didasarkan atas reaksi reduksi-oksidasi (redoks). Mula-mula uranium (VI) direduksi menjadi uranium (IV) oleh zat pereduksi fero sulfat di dalam larutan asam fosfat pekat yang mengandung asam sulfamat. Kelebihan besi (II) sulfat dioksidasi oleh asam nitrat dengan Mo(VI) sebagai katalisator. Setelah larutan diencerkan dengan air dan ditambahkan vanadium (IV). Vanadium (IV) direduksi oleh uranium (IV) menjadi vanadium (III). Selama titrasi dengan larutan kalium dikromat terjadi reaksi redoks antara vanadium (III) dengan Chromium (VI). Reaksi yang terjadi seperti berikut :

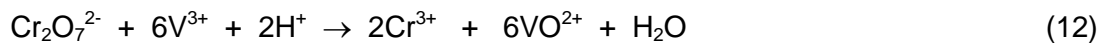
a. Di dalam larutan asam fosfat pekat



b. Di dalam asam fosfat encer :



c. Reaksi selama titrasi dengan larutan kalium dikromat :



d. Kesetaraan reaksi antara  $\text{U}^{4+}$  dengan larutan dikromat :



Kadar uranium dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut :

$$U = \frac{119 \times V \times N \times F}{V_c} \quad (14)$$

dengan :

U = Kadar uranium, g/L

V = Volume titran  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , mL

N = Normalitas  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , g/L

F = Faktor koreksi metoda

$V_c$  = Volume cuplikan, mL

119 = Berat Ekuivalen Uranium, g/grek

## 2. Metoda Alkalimetri

Alkalimetri adalah suatu analisis penetapan secara volumetri kadar atau jumlah total suatu asam/basa dalam suatu larutan yang dilakukan dengan cara larutan standar basa/asam diteteskan ke dalam larutan asam/basa dengan indikator asam-basa.

Analisis keasaman di dalam limbah uranium cair dilakukan dengan menambahkan ammonium oksalat jenuh sebagai larutan penyangga dan dititrasi menggunakan larutan standar NaOH 0,3 N dengan indikator phenolphthalein/PP. Konsentrasi keasaman di dalam limbah uranium cair ditentukan menggunakan persamaan :

$$N_c = \frac{N_s \times V_s \times F_e}{V_c} \quad (15)$$

dengan :

$N_c$  = keasaman limbah, N

$V_c$  = volume cuplikan, mL

$N_s$  = normalitas larutan standar NaOH, N

$V_s$  = volume larutan standar NaOH yang digunakan, mL

$F_e$  = Faktor pengenceran

Menentukan konsentrasi NaOH dengan cara melakukan standarisasi terhadap larutan NaOH menggunakan asam oksalat. Persamaan yang digunakan untuk menentukan konsentrasi NaOH sebagai berikut :

$$N_{NaOH} = \frac{(A/63,035) \times 1000}{V_{NaOH}} \quad (16)$$

dengan :

$N_{NaOH}$  : Konsentrasi NaOH, N

$V_{NaOH}$  : Volume NaOH, mL

A : Berat Asam oksalat, g

63,035 : Berat ekuivalen asam oksalat, g/grek

1000 : Angka konversi satuan volume, mL/L

### III. TATA KERJA

Bahan dan Alat

a. Bahan yang digunakan adalah :

Limbah uranium cair di laboratorium kimia IEBE,  $K_2Cr_2O_7$ ,  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ,  $H_2SO_4$  96 %,  $HNO_3$  65%,  $H_3PO_4$  85%,  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ ,  $NH_2HSO_3$ ,  $VO_2SO_4 \cdot 5H_2O$ , NaOH,  $H_2C_2O_4$ ,  $K_2C_2O_4$ , Indikator phenolphthalein (PP) dan air bebas mineral (ABM).

b. Peralatan yang digunakan adalah :

gelas piala, pemanas, pengaduk magnet, gelas ukur, labu ukur, pipet volume, pipet mikro, pH meter, Multidosimat dan Titroprosesor.

### Cara Kerja

#### 1. Analisis Kadar Uranium[4]

Diambil sampel dalam tiap wadah/drum secara acak sebanyak 100 mL, dihomogenkan menggunakan pengaduk magnet. Kemudian dianalisis kadar uraniumnya secara potensiometri menggunakan alat Titroprosesor.

#### 2. Standarisasi larutan NaOH

Menimbang serbuk asam oksalat kemudian dilarutkan dengan air bebas mineral dan ditambah indikator PP. Selanjutnya larutan dititrasi menggunakan NaOH yang akan distandarisasi tersebut hingga titik ekuivalen.

#### 3. Analisis keasaman[5]

Diambil 0,2 – 1 mL larutan sampel masukkan dalam gelas piala 100 mL ditambah ABM sampai volume 20 mL ditambah potasium oksalat sampai pH 4,7 – 4,9 dan ditambah 2 tetes indikator PP kemudian dititrasi menggunakan larutan standar sodium hidroksida 0,3 N. Analisis dilakukan menggunakan alat multidosimat.

#### 4. Pengukuran volume

Melihat secara visual permukaan limbah di dalam drum penampung yang telah diketahui kapasitasnya.

## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sebelum dilakukan analisis kadar uranium di dalam limbah uranium cair, terlebih dahulu dilakukan analisis larutan standar uranium dengan konsentrasi 10 g/L untuk menentukan faktor koreksi metode menggunakan alat Titroprosesor. Hasil analisis standar diketahui faktor koreksi sebesar 1,0026 dan ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1 . Hasil analisis Uranium standar

No.	Berat U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (g)	Pengenceran (L)	Konsentrasi U teoritis (g/L)	Konsentarsi U terukur (g/L)	Faktor koreksi metoda
1	0,1183	0,010	10,0283	10,1219	0,9907
2	0,1183	0,010	10,0283	10,0043	1,0024
3	0,1183	0,010	10,0283	9,8993	1,0130
4	0,1183	0,010	10,0283	9,9589	1,0070
5	0,1183	0,010	10,0283	10,0093	1,0019
6	0,1183	0,010	10,0283	9,9515	1,0077
7	0,1183	0,010	10,0283	10,0710	0,9958
Rata-rata					1,0026

Nilai faktor koreksi ini digunakan untuk mengoreksi data hasil analisis sampel sehingga hasil analisis dapat dipertanggung jawabkan. Hasil analisis kadar uranium di dalam limbah uranium cair di laboratorium kimia IEBE ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Data hasil analisis kadar Uranium dalam limbah uranium cair

No.	Limbah	Volume Cuplikan (mL)	U Titrasi (g/L)	Kadar U (g/L)	Rata-rata (g/L)	STDEV (g/L)
1	Drum 1	1	0,8574	0,8596	0,8665	0,0202
		1	0,8379	0,8401		
		1	0,8767	0,8790		
		1	0,8587	0,8609		
		1	0,8905	0,8928		
2	Drum 2	1	0,7109	0,7127	0,6939	0,0129
		1	0,6823	0,6841		
		1	0,6825	0,6843		
		1	0,7002	0,7020		
		1	0,6847	0,6865		
3	Drum 3	1	2,9330	2,9406	2,8901	0,0518
		1	2,8402	2,8476		
		1	2,8738	2,8813		
		1	2,9532	2,9609		
		1	2,8201	2,8274		
		1	2,8752	2,8827		

Tabel 2. Terlihat bahwa kadar uranium dalam limbah uranium cair lebih dari 50 ppm dan kadar uranium paling besar ada pada drum nomor 3 sebesar 2,8901 g/L atau 2890,1 ppm. Walaupun kadar uranium dalam limbah cukup tinggi namun uraniumnya tidak ekonomis untuk dipungut kembali[6] sehingga limbah tersebut akan dikirim ke Instalasi Pengolahan Limbah Radioaktif (IPLR). Hal ini dimungkinkan karena kriteria limbah tidak ditentukan oleh seberapa kadar uraniumnya namun ditentukan oleh bisa atau tidak bisa digunakan lagi bahan tersebut[7]. Untuk bisa dikirim ke IPLR limbah harus mempunyai pH antara 5,5 – 7,5 sehingga perlu dilakukan analisis keasaman. Analisis dilakukan menggunakan larutan titran NaOH 0,3 N. Larutan titran NaOH 0,3 N sebelum digunakan untuk analisis, harus distandarisasi terlebih dahulu dengan asam oksalat. Hasil standarisasi larutan NaOH 0,3 N dan hasil analisis keasaman limbah uranium cair tersebut seperti pada Tabel 3 dan Tabel 4.

Tabel 3 Standarisasi larutan NaOH 0,3 N

No	Berat H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (g)	Volume NaOH (mL)	Normalitas (grek/L)	Rata-rata (grek/L)
1	0,3353	17,62	0,3019	0,3007
2	0,3077	16,29	0,2997	
3	0,3059	16,18	0,2999	
4	0,3104	16,32	0,3017	
5	0,3049	16,12	0,3001	

Tabel 4 Hasil analisis keasaman

No	Limbah	Volume sampel (mL)	V NaOH 0.3N (mL)	Keasaman (N)	Rata-rata (N)	STDEV (N)
1	Drum 1	1	6,80	2,0448	2,0790	0,0221
		1	6,97	2,0959		
		1	6,88	2,0688		
		1	6,96	2,0929		
		1	6,96	2,0929		
2	Drum 2	1	6,36	1,9125	1,9076	0,0050
		1	6,32	1,9004		
		1	6,36	1,9125		
		1	6,34	1,9064		
		1	6,34	1,9064		
3	Drum 3	0,2	5,43	8,1640	8,1309	0,0641
		0,2	5,36	8,0588		
		0,2	5,47	8,2241		
		0,2	5,39	8,1039		
		0,2	5,39	8,1039		

Tabel 2 dan Tabel 4 menunjukkan kadar U dan keasaman tertinggi terdapat pada drum nomor 3 yaitu kadar U sebesar 2,8901 g/L dan keasaman sebesar 8,1309 N. Sedangkan pada drum nomor 1 kadar U sebesar 0,8665 g/L dan keasaman sebesar 2,0790 N. Pada drum nomor 2 kadar U sebesar 0,6939 g/L dan keasaman sebesar 1,9076 N. Dengan mengacu pada hasil analisis kadar uranium dan keasaman serta volume limbah tiap drum dapat dihitung jumlah mol NaOH dengan menggunakan persamaan (3) dan jumlah kebutuhan NaOH dengan menggunakan persamaan (4). Hasil perhitungan tersebut ditunjukkan pada Tabel 5.



**Tabel 5 Hasil perhitungan jumlah mol NaOH dan kebutuhan NaOH**

No	Limbah	Volume limbah (L)	Keasaman (mol/L)	Jumlah mol asam	Kadar U (g/L)	Berat U (g)	Jumlah mol U	Jumlah mol NaOH	Kebutuhan NaOH(g)
1	Drum 1	150	2,0790	311,85	0,8665	129,975	0,0036	311,86	12.474,29
2	Drum 2	150	1,9076	286,14	0,6939	104,085	0,0029	286,15	11.445,83
3	Drum 3	70	8,1309	569,16	2,8901	202,307	0,0121	569,19	22.767,49
Jumlah Total		370		1.167,15		436,37	0,0186	1.167,19	46.687,61

Tabel 5 menunjukkan jumlah mol U relatif sangat kecil dibanding jumlah mol asam sehingga jumlah mol NaOH sangat ditentukan oleh jumlah mol asam. Jumlah kebutuhan NaOH untuk menetralkan/menaikkan pH menjadi 7 masing-masing limbah drum nomor 1 sebanyak 12.474,29 g, drum nomor 2 sebanyak 11.445,83 g dan drum nomor 3 sebanyak 22.767,49. Dengan demikian jumlah NaOH yang dibutuhkan untuk menetralkan 3 drum (370 mL) atau menaikkan pH larutan limbah uranium cair menjadi pH 7 sebesar 46.687,61 g dibulatkan menjadi 50.000 g (50 kg).

## V. KESIMPULAN

Kadar uranium dalam limbah cair di laboratorium kimia IEBE rata-rata cukup tinggi, namun karena uraniumnya tidak ekonomis untuk dipungut kembali maka limbah cair tersebut akan dikirim ke PTLR. Molaritas keasaman juga cukup tinggi untuk menetralkan limbah sampai pH 7 diperlukan NaOH sebanyak 46.687,61 g atau 50.000 g (50 kg).

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. ANONIM : Dokumen Kriteria Keberterimaan Limbah Bahan Nuklir, Pusat Teknologi Limbah Radioaktif, BATAN, Edisi/Revisi : 1/0, 2016
- [2]. PERKA BAPETEN No. 4 Tahun 2011 tentang Sistem Seifgard, Jakarta, 11 April 2011.
- [3]. NURYATINI : Diktat Dasar-dasar Analisis Titrimetri (Volumetri), P3KT – LIPI, 1999.
- [4]. ASTM C1267-11 : Standard Test Method for Uranium by Iron (II) Reduction in Phosphoric Acid Followed by Chromium (VI) Titration in the Presence of Vanadium.
- [5]. ASTM C799-12 : Standard Test Methods for Chemical, Mass Spectrometric, Spectrochemical, Nuclear, and Radiochemical Analysis of Nuclear-Grade Uranyl Nitrate Solutions.

- [6]. Ngatijo, Pranjono : Pengaruh Konsentrasi Ekstraktan TBP, D2EHPA dan TOA terhadap Efisiensi Ekstraksi Uranium dalam Limbah Cair, Buletin Urania, Vol. 13 No. 1, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, Januari 2007.
- [7]. Peraturan Pemerintah Nomor 61 Tahun 2013 tentang Pengelolaan Limbah Radioaktif, Bab I Pasal 1 Ayat (2), Jakarta, 12 September 2013.