

## **ANALISIS Zr DALAM PADUAN UZr (6%) MELALUI PENGUKURAN SENYAWA Zr-ARSENAGO III MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

**Dian.A, Yanlinastuti, Noviarthy, Masrukan**

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

Kawasan Puspipstek, Serpong, Tangerang Selatan 15314

E-mail: ad\_09@ymail.com

(Naskah diterima tanggal: 04 April 2012, disetujui tanggal: 07 Mei 2012)

### **ABSTRAK**

**ANALISIS Zr DALAM PADUAN UZr (6%) MELALUI PENGUKURAN SENYAWA KOMPLEK Zr-ARSENAGO III TELAH DILAKUKAN DENGAN MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI.** Larutan sampel dibuat melalui pelarutan ingot Uzr 6% menggunakan pelarut HF 1 M dan HNO<sub>3</sub> 1 M dipanaskan pada temperatur 95 °C. Pembentukan senyawa kompleks Uzr dilakukan dengan mereaksikan larutan Uzr (6%) dengan arsenazo III (0,1%). Verifikasi terhadap pembentukan dan pengukuran senyawa kompleks Zr-arsenazo III dilakukan dengan menggunakan larutan standar Zr SRM Spek pada berbagai konsentrasi, bahan pengomplek arsenazo III (0,1%) dan bahan pelarut HCl. Hasil verifikasi menunjukkan bahwa kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks Zr-arsenazo III diperoleh pada panjang gelombang 666,3 nm, pelarut HCl 9 N, waktu stabil 30 menit sampai dengan 3,5 jam dan konsentrasi arsenazo III (0,1%) sebesar 80 ppm. Daerah kerja analisis diperoleh mulai dari 0,04 ppm sampai 0,5 ppm dengan akurasi dan presisi masing- masing sebesar 1,846% dan 0,868%. Sebelum analisis perlu dilakukan proses pemisahan Zr dari matrik U karena adanya uranium di dalam sampel dapat mengakibatkan kenaikan nilai absorbansi. Proses pemisahan Zr dari paduan Uzr dilakukan dengan cara ekstraksi menggunakan TBP/Kerosin (7:3) dengan waktu kontak selama 10 menit. Hasil analisis Zr dalam larutan fasa air diperoleh sebesar 5,82% dengan rekoverti 91,84% dan presisi metode (RSD) 0,08%.

**Kata kunci:** analisis Zr, paduan Uzr, kompleks Zr-arsenazo III, spektrofotometri UV-Vis.

### **ABSTRACT**

**ANALYSIS OF Zr IN UZr (6%) ALLOY HAS BEEN DONE BY MEASURING COMPLEX COMPOUNDS OF Zr-ARSENAGO III WITH SPECTROPHOTOMETRIC METHOD.** Sample solutions were prepared by dissolving Uzr 6% ingot using 1 M HF and 1 M HNO<sub>3</sub> solvent at 95 °C. Complex formation of Uzr was made by the reaction of Uzr (6%) with arsenazo III (0.1%). Verification of parameters for the formation and measurement of Zr-arsenazo III complex was performed by using standard solution of SRM SPEK Zr at various concentrations, arsenazo III (0.1%) and HCl. The result showed that the optimum condition for the formation of Zr-arsenazo III complex was at a wavelength of 666.3 nm, 9 N HCl, which was stable at 30 minutes to 3.5 hours and at a concentration of arsenazo III (0.1%) of 80 ppm. The analysis was done in the range of

0.04 ppm to 0.5 ppm with an accuracy and precision of 1.846% and 0.868% respectively. The Separation process of Zr from UZr alloy was required before the analysis because the presence of uranium in the sample might affect the analysis result significantly. The separation of Zr from uranium matrix was done by extraction using TBP/kerosene (7:3) with contacting time of 10 minutes. The analysis of Zr in the aqueous phase shows that the content of Zr is 5.28% with 91,84% recovery and 0,08% method precision (RSD).

**Key words:** Zr analysis, UZr alloy, Zr-arsenazo III complex, UV-Vis spectrophotometry.

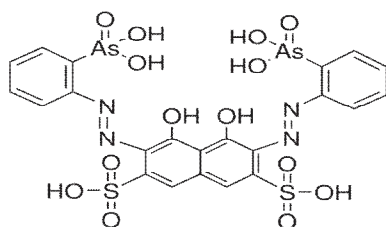
## PENDAHULUAN

Pengembangan bahan bakar reaktor riset dewasa ini ditujukan dalam rangka mencari jenis bahan bakar baru, untuk menggantikan bahan bakar uranium pengkayaan tinggi atau HEU (*High Enrich Uranium*) dengan bahan bakar uranium pengkayaan rendah atau LEU (*Low Enrich Uranium*). Salah satu bahan bakar baru yang sedang dikembangkan di Pusat Teknologi Bahan Nuklir (PTBN) – BATAN adalah bahan bakar paduan uranium zirkonium (UZr). Pembuatan bahan bakar UZr dilakukan melalui beberapa tahapan proses yaitu pembuatan paduan UZr dalam bentuk ingot, pengubahan ingot UZr menjadi serbuk UZr, pembuatan komposit bahan bakar dan selanjutnya fabrikasi menjadi rakitan elemen bakar<sup>[1]</sup>. Sebelum dilakukan tahapan pembuatan komposit bahan bakar, terlebih dahulu dilakukan analisis kimia terhadap serbuk UZr yang meliputi analisis unsur U dan Zr serta unsur pengotor. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui kesesuaian kandungan unsur - unsur yang terkandung dalam serbuk UZr dengan spesifikasi bahan bakar yang dapat digunakan dalam reaktor riset. Hal ini sangat diperlukan sebagai masukan data dalam kaitannya dengan kinerja bahan bakar tersebut selama operasi reaktor. Pada kegiatan ini akan difokuskan pada analisis unsur pepadu Zr, yang keberadaannya sangat berpengaruh terhadap karakteristik bahan bakar UZr. Selain itu, sebagai upaya untuk meningkatkan kemampuan analisis di laboratorium penguji IRM (Instalasi Radiometalurgi) dalam menunjang

pengembangan teknologi bahan bakar baru. Alat uji yang akan digunakan untuk analisis unsur Zr adalah spektrofotometer UV-Vis, yang memiliki kemampuan analisis selektif, simpel dan murah<sup>[2]</sup>.

Metode spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu metode kimia untuk menentukan kandungan unsur logam dalam suatu bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Prinsip pengukuran spektrofotometri UV-Vis berdasarkan penyerapan cahaya ultra violet (180–350 nm) dan tampak (350-800 nm) oleh suatu senyawa. Penyerapan sinar ultra violet (UV) dan tampak (visibel) oleh suatu senyawa dibatasi pada sejumlah gugus fungsi yang mengandung elektron valensi dengan tingkat eksitasi yang rendah dengan melibatkan 3 jenis elektron yaitu sigma, phi dan non bonding elektron. Bagian molekul yang dapat menyerap sinar disebut sebagai gugus kromofor. Kromofor organik yang mampu menyerap sinar ultraviolet dan sinar tampak antara lain yaitu karbonil, alken, azo, nitrat dan karboksil<sup>[3]</sup>. Salah satu grup senyawa organik azo yaitu arsenazo III bila direaksikan dengan suatu unsur logam yang memiliki jari - jari ion lebih besar dari 0,7-0,8<sup>o</sup>A. akan membentuk senyawa kompleks berwarna. Berdasarkan data tersebut maka unsur Zr yang memiliki jari - jari ion sebesar 0,87<sup>o</sup>A<sup>[4]</sup> dimungkinkan dapat bereaksi dengan arsenazo III membentuk senyawa kompleks warna. Hal ini didukung pula dari peneliti sebelumnya<sup>[5]</sup> yang menyatakan bahwa analisis Zr dalam bahan matrik molybdenum dapat dilakukan melalui pengukuran senyawa kompleks Zr-

arsenazo III pada panjang gelombang serapan 666 nm. Berdasarkan fakta ini maka diduga analisis Zr dalam paduan uranium-zirkonium dapat dilakukan melalui pengukuran senyawa kompleks Zr-arsenazo III. Untuk itu maka pada kegiatan ini akan dilakukan verifikasi terhadap parameter kondisi pengukuran Zr dalam matrik molybdenum dan data hasil verifikasi tersebut selanjutnya diterapkan pada analisis Zr dalam bahan paduan UZr. arsenazo III memiliki struktur molekul seperti yang terlihat pada Gambar 1<sup>[3]</sup>.



Gambar 1. Struktur molekul pengompleks arsenazo III.

Unsur matrik merupakan salah satu faktor yang perlu dipertimbangkan dalam analisis menggunakan metode spektrometri, dalam hal ini spektrofotometri UV-Vis. Uranium sebagai unsur matrik paduan UZr diduga akan sangat mempengaruhi hasil analisis. Hal ini berdasarkan pustaka<sup>[3]</sup>, yang menerangkan bahwa pereaksi arsenazo dapat bereaksi dengan uranium, thorium, hafnium membentuk senyawa kompleks warna. Fakta ini sesuai dari pustaka<sup>[6]</sup> yang menyatakan bahwa uranium memiliki jari-jari ion (IV) dan (VI) lebih besar dari  $0,8 \text{ \AA}$  yaitu sebesar  $116 \text{ \AA}$  dan  $106 \text{ \AA}$  sehingga mampu membentuk senyawa kompleks warna dengan arsenazo III. Oleh karena itu, untuk mengantisipasi gangguan matrik uranium terhadap analisis Zr maka pada kegiatan ini akan dipelajari pengaruh keberadaan uranium dalam analisis unsur Zr. Kegiatan ini meliputi *scanning* larutan uranium standar

dan larutan Zr dengan adanya uranium pada berbagai konsentrasi. Jika adanya uranium akan mempengaruhi analisis Zr maka selanjutnya dilakukan proses pemisahan menggunakan metode ekstraksi. Metode ekstraksi menggunakan ekstraktan TBP/Kerosin telah umum digunakan dalam pemisahan uranium dari unsur logam lainnya sehingga diharapkan uranium dalam fasa air tidak berpengaruh secara signifikan dalam analisis Zr.

Hasil penelitian ini diharapkan dapat menentukan Zr dengan metode spektrofotometri sehingga data analisis Zr di dalam sampel bahan paduan UZr dengan berbagai konsentrasi Zr dapat diketahui secara tepat dan benar.

## TATA KERJA

### Bahan dan peralatan

Bahan standar yang digunakan pada kegiatan ini berupa larutan standar Zr 10 ppm dari pengenceran larutan Standar Zr SRM (Standard Reference Material) dari Spek 10000 ppm. Sedangkan sebagai sampel adalah bahan paduan (ingot) UZr 6% yang dilarutkan dengan pelarut  $\text{HNO}_3$  dan HF. Bahan pereaksi kompleks adalah bahan arsenazo serbuk yang dilarutkan sehingga memiliki konsentrasi 0,1%.

Analisis dilakukan menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis yang merupakan salah satu alat uji untuk pengujian komponen bahan bakar nuklir pra-irradiasi yang berada di laboratorium IRM.

### Cara kerja

Sebelum larutan sampel diatas diukur dengan spektrofotometri, terlebih dahulu dilakukan kegiatan verifikasi metode meliputi penentuan kondisi pengukuran dari senyawa kompleks Zr-arsenazo III (panjang gelombang optimum senyawa kompleks Zr-arsenazo III, pH, perbandingan mol Zr/arsenazo III, kestabilan kompleks) serta

penentuan unjuk kerja metode spektrofotometri yaitu akurasi, presisi, limit deteksi dan daerah kerja pengukuran. Untuk itu dilakukan beberapa tahapan kerja sbb:

- a. Larutan standar Zr dengan konsentrasi 0,5 ppm dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml. Kemudian ditambahkan larutan pengomplek arsenazo III (0,1%) sebanyak 2 ml dan ditepatkan sampai tanda batas dengan menggunakan larutan HCl 9 N. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam *cuvet* spektrofotometer dan dilakukan *scanning* mulai dari panjang gelombang 190 nm sampai 900 nm untuk menentukan panjang gelombang optimum (absorbansi maksimum).
- b. Keasaman media senyawa kompleks Zr-arsenazo III ditentukan oleh konsentrasi pelarut HCl. Untuk itu dilakukan pengukuran absorbansi dari larutan yang dibuat dari larutan standar Zr (0,5 ppm) dan arsenazo III (0,1%) dengan menggunakan konsentrasi HCl bervariasi 2 N, 5 N, 7 N, 9 N dan 10 N.
- c. Pengaruh waktu kestabilan pembentukan kompleks antara zirkonium dan arsenazo III dilakukan dengan penambahan larutan standar zirkonium sebanyak 100  $\mu$ L di masukkan ke dalam labu ukur 25 ml, kemudian ditambahkan arsenazo III (0,1%) 2 ml. Selanjutnya ditepatkan dengan HCl dengan konsentrasi optimum. Pengukuran dilakukan dengan variasi waktu mulai 0 menit sampai 180 menit dengan interval waktu 15 menit.
- d. Penentuan daerah kerja pengukuran dilakukan dengan mengukur absorbansi dari beberapa larutan standar Zr variasi konsentrasi dari 0,4 ppm sampai 10 ppm, pada kondisi panjang gelombang, pH,

waktu optimum. Pengukuran dilakukan dengan pengulangan 3 kali pada setiap pengukuran. Setelah diperoleh daerah kerja dilakukan pengukuran ulang pada salah satu standar sebanyak 5 kali pengulangan untuk menentukan akurasi dan presisi.

Pembuatan larutan sampel UZr dilakukan dengan menimbang potongan ingot UZr (6%) dengan berat 1,0167 gram. Kemudian dilarutkan dengan larutan HF 1 M dan HNO<sub>3</sub> 1 M masing-masing 5 ml dan dipanaskan pada temperatur 95 °C hingga larut sempurna. Kemudian larutan sampel tersebut disaring dan dimasukkan ke dalam labu 50 ml dan ditepatkan sampai tanda batas menggunakan air distilasi.

Proses pemisahan matrik U dan Zr dilakukan menggunakan metode ekstraksi dengan bahan ekstraktan adalah TBP/Kerosin dengan perbandingan 7:3 dan pengocokkan selama 10 menit sehingga terpisah antara fasa organik yang banyak mengandung uranium dan fasa air dengan kandungan Zr lebih besar.

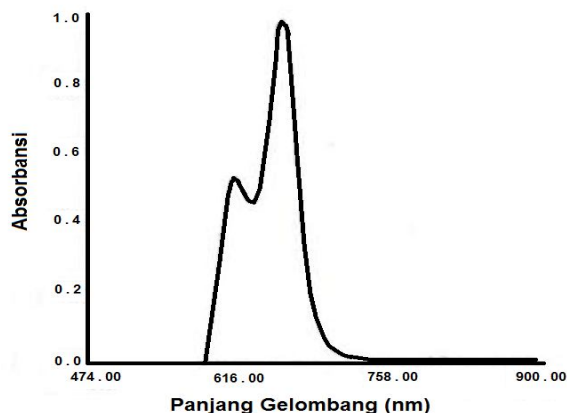
Pengukuran sampel untuk analisis Zr dilakukan berdasarkan data unjuk kerja optimum yang diperoleh dari hasil kegiatan verifikasi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan pengamatan secara visual senyawa kompleks Zr-arsenazo III yang terbentuk berwarna biru kemerahan. Penentuan panjang gelombang optimum dilakukan dengan melakukan *scanning* larutan senyawa kompleks Zr-arsenazo III dari 190 nm sampai 900 nm dan hasil *scanning* berupa spektrum seperti yang terlihat pada Gambar 2. Pada Gambar 2 terlihat bahwa absorbansi atau serapan maksimum terjadi pada panjang gelombang 666,3 nm sehingga untuk pengukuran selanjutnya dilakukan pada panjang

gelombang tersebut. Pengukuran absorbansi senyawa kompleks pada panjang gelombang optimum dilakukan untuk mengurangi kesalahan atau meningkatkan

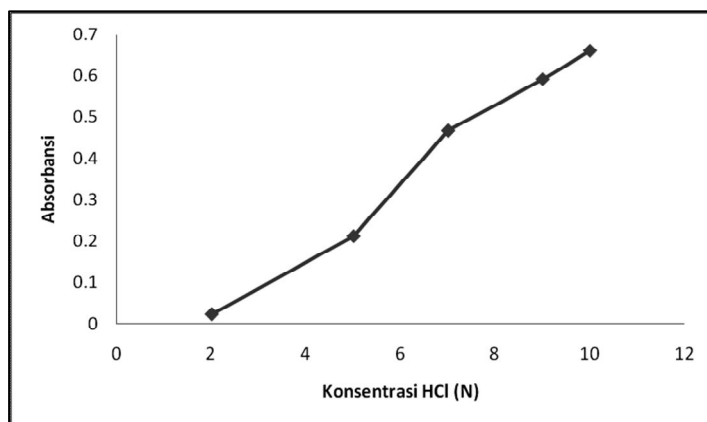
sensitifitas karena pada panjang gelombang tersebut perubahan konsentrasi yang kecil dapat menyebabkan perubahan absorbansi besar [7].



Gambar 2. Spektrum serapan pengomplek zirkonium dengan arsenazo III.

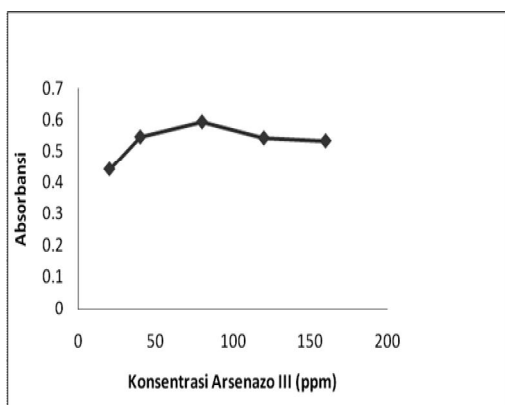
Salah satu faktor yang berpengaruh pada pembentukan senyawa kompleks adalah pH dari media larutan. Pada kegiatan ini telah dilakukan pengukuran absorbansi senyawa kompleks Zr-arsenazo III pada berbagai variasi larutan pengontrol pH yaitu HCl (5 N, 7 N, 9 N dan 10 N). Hasil pengukuran absorbansi senyawa kompleks Zr-arsenazo III tersebut seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3. Pada Gambar 3. terlihat bahwa semakin besar konsentrasi HCl, nilai absorbansi dari

senyawa kompleks Zr-arsenazo III semakin besar. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar pH, reaksi kompleks Zr dan arsenazo III yang terjadi semakin cepat sehingga jumlah senyawa Zr-arsenazo III yang terbentuk semakin banyak. Pada Gambar 3 menunjukkan bahwa pada konsentrasi HCl sebesar 10 N jumlah senyawa kompleks Zr-arsenazo III yang terbentuk juga besar, namun untuk mengantisipasi sifat keasaman yang tinggi digunakan HCl dengan konsentrasi 9 N.



Gambar 3. Hubungan konsentrasi HCl dan absorbansi.

Jumlah pereaksi arsenazo III perlu dioptimasi untuk mengetahui jumlah arsenazo III minimum, yang dapat membentuk kompleks dengan seluruh Zr yang ada di dalam sampel. Hasil absorbansi dari pengukuran senyawa kompleks Zr-arsenazo III dengan variasi konsentrasi arsenazo III dilakukan mulai dari konsentrasi 20 ppm sampai dengan 150 ppm ditunjukkan pada Gambar 4.

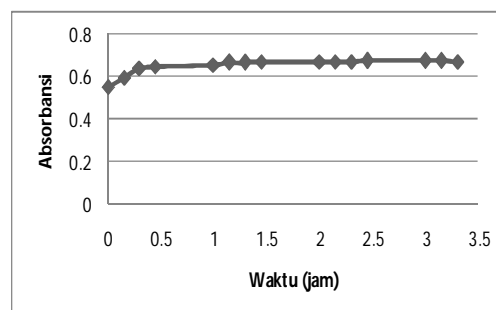


Gambar 4. Hubungan absorbansi dengan perbandingan Zr/arsenazo III.

Gambar 4 menunjukkan bahwa nilai absorbansi maksimum tercapai pada konsentrasi arsenazo III sebesar 80 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi arsenazo III tersebut, perbandingan mol Zr/arsenazo III mencapai stokhiometri sehingga terjadi kesetimbangan reaksi pembentukan senyawa kompleks Zr-arsenazo III, yang menghasilkan senyawa kompleks Zr-arsenazo III yang maksimum.

Pengamatan pengaruh waktu terhadap nilai absorbansi juga dilakukan dalam kegiatan ini, karena dalam proses analisis dengan metode spektrofotometri diperlukan rentang waktu untuk proses preparasi sampel warna dan pengukuran serapan larutan. Bila senyawa kompleks yang terbentuk mengalami perubahan warna beberapa waktu setelah proses pembentukan warna, hal ini akan

mengakibatkan hasil pengukuran menjadi tidak akurat. Untuk itu pada kegiatan ini dilakukan pengamatan stabilitas senyawa kompleks Zr-arsenazo III melalui pengamatan serapan maksimum dengan variasi waktu. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa kestabilan senyawa kompleks Zr-arsenazo III mulai terjadi 30 menit setelah waktu pencampuran larutan Zr dengan arsenazo III dan terlihat konstan selama waktu pengamatan sampai 3,5 jam. Fenomena stabilitas senyawa kompleks Zr-arsenazo III ini terlihat pada Gambar 5.



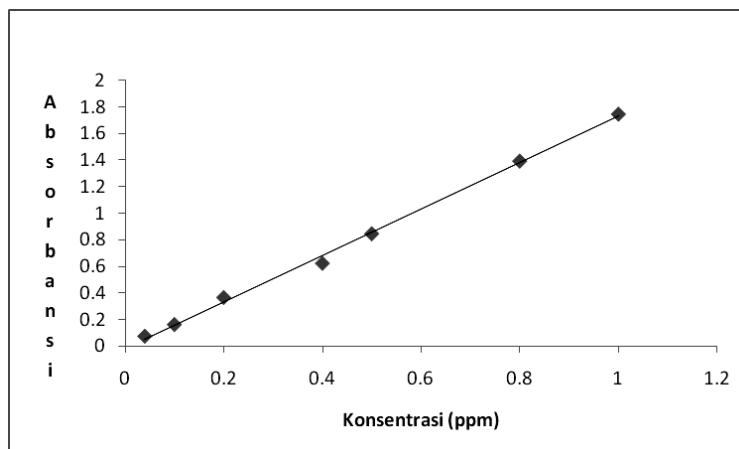
Gambar 5. Hubungan waktu pengompleks dengan zirkonium.

Dalam upaya untuk mengetahui tingkat kemampuan (kinerja) analitik metode spektrofotometri telah ditentukan beberapa unjuk kerja analisis yaitu linieritas, akurasi, presisi dan batasan pengukuran. Linieritas merupakan jangkauan konsentrasi yang memenuhi hukum *Lambert Beer*, yang menyatakan adanya hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi sbb<sup>[8]</sup>:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Dengan  $A$  = Absorbansi,  $\epsilon$  = Koefisien absorbtivitas molar ( $\text{molar}^{-1}$ ,  $\text{L}^{-1}$ ),  $b$  = ketebalan media yang dilewati sinar (cm),  $c$  = Konsentrasi larutan sampel (ppm).

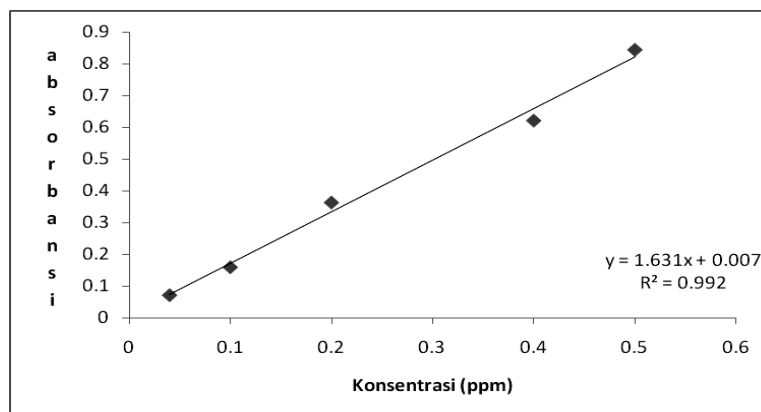
Hasil pengukuran dari larutan Zr variasi konsentrasi mulai dari 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 ppm memberikan nilai absorbansi seperti yang terlihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Hubungan konsentrasi Zr dengan nilai absorbansi pada panjang gelombang 666,3 nm.

Gambar 6. menunjukkan bahwa hubungan linier antara konsentrasi Zr dengan absorbansi terjadi pada daerah konsentrasi 0,04 ppm sampai dengan 1 ppm. Berdasarkan pustaka <sup>[9]</sup> dijelaskan bahwa pembacaan absorbansi hendaknya berada diantara 0,2-0,8 atau 15-70% jika dibaca sebagai Transmittan (T). Hal ini karena pada kisaran daerah tersebut kesalahan

fotometrik yang terjadi akibat pembiasan cahaya paling minimal sehingga penyimpangan yang terjadi sangat rendah (0,005% atau 0,5%). Oleh karena itu, daerah kerja diambil maksimum pada konsentrasi Zr sebesar 0,5 ppm dengan absorbansi 0,844 sehingga linieritas dan persamaan regresi linieritas seperti terlihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Hubungan konsentrasi Zr dengan absorbansi.

Akurasi dan presisi pengukuran dalam daerah kerja dilakukan dengan menggunakan larutan standar SRM Spek Zr pada konsentrasi 0,4 ppm dengan 7 kali pengulangan. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa nilai akurasi dan presisi

memenuhi persyaratan analisis dengan nilai masing - masing sebesar 1,846% dan 0,868% (RSD). Batas minimum daerah kerja atau limit deteksi pengukuran ditentukan berdasarkan pengukuran larutan Zr mulai dari larutan blangko sampai pada

konsentrasi Zr terdeteksi dengan presisi yang dapat diterima. Tabel 1 menunjukkan bahwa pada konsentrasi standar 0,04 ppm merupakan limit kuantisasi pengukuran karena pada konsentrasi tersebut dapat diperoleh nilai nominal konsentrasi terukur

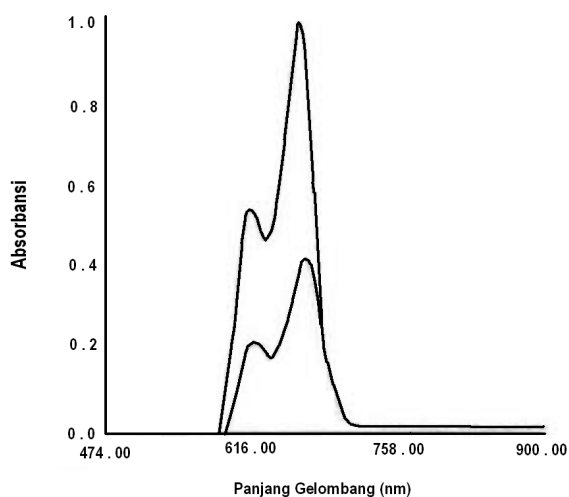
dengan presisi yang memenuhi persyaratan analisis. Hal ini dapat dilihat dari nilai RSD yang diperoleh dari pengukuran lebih kecil dari nilai CV Horwitz. Berdasarkan fakta ini maka daerah kerja untuk analisis Zr mulai dari 0,04 ppm sampai dengan 0,5 ppm.

Tabel 1. Data limit deteksi dari larutan standar Zr dengan variasi konsentrasi.

No	Konsentrasi Standar (ppm)	Absorbansi					Rerata	Konsentrasi Terukur	RSD (%)	CV (%) Horwitz
1	0,000	-0,009	-0,009	-0,009	-0,008	-0,008	-0,009	-	-	
2	0,004	-0,011	-0,011	-0,011	-0,011	-0,011	-0,011	-	-	
3	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	-	-	
4	0,020	0,001	0,001	0,001	0,002	0,002	0,001	-	-	
5	0.040	0,071	0,071	0,071	0,072	0,072	0,071	0,039	0,850	3,25

Pengaruh matrik uranium diamati dengan melakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang absorbansi 666,3 nm terhadap larutan standar Zr yang

mengandung uranium dengan konsentrasi 4 ppm. Hasil pengukuran absorbansi Zr ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektrum absorbansi Zr dengan adanya uranium.

Gambar 8 menunjukkan bahwa adanya uranium sekitar 4 ppm dalam sampel dapat menaikkan intensitas serapan Zr cukup signifikan. Berdasarkan data pada Tabel 2 kenaikan tersebut secara

kuantitatif sekitar 118,7%. Data kenaikan intensitas serapan atau absorbansi Zr dengan naiknya kandungan uranium dapat ditunjukkan pada Tabel 2.



Tabel 2. Data Intensitas Serapan Zr dengan Kandungan uranium.

Konsentrasi zirkonium (ppm)	Konsentrasi uranium (ppm)	Absorbansi zirkonium	% Kenaikan intensitas serapan zirkonium
0,5	0,0	0,438	-
0,5	0,2	0,512	17,580
0,5	0,5	0,562	28,310
0,5	1,0	0,618	41,095
0,5	2,0	0,713	62,785
0,5	4,0	0,958	118,721

Fenomena ini menunjukkan bahwa untuk mendapatkan analisis Zr yang tepat perlu terlebih dahulu dilakukan proses pemisahan Zr dari matrik uranium. Pada kegiatan ini telah dilakukan proses pemisahan Zr dari U dari larutan sampel Uzr (6%), yang dibuat menjadi konsentrasi 0,4 ppm secara triplo. Larutan sampel ini kemudian dikenakan proses ekstraksi

menggunakan ekstrak TBP/kerosin dengan perbandingan 7:3 dan waktu pengocokkan selama 10 menit. Metode ekstraksi dapat memisahkan uranium dengan rekoverti sebesar 95% dalam fasa organik dan 5% terdapat dalam fasa air. Hasil pengukuran dan perhitungan seperti yang terlihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Data hasil pengukuran dan perhitungan larutan Zr dalam fasa air.

Konsentrasi Teoritis (sampel Uzr), ppm	Absorbansi	Konsentrasi Zr Terukur, ppm	Besaran
0,400	0,717	0,4353	
0,400	0,717	0,4353	
0,400	0,718	0,4359	
Rerata		0,4355	
RSD (%)			0,080
CV Horwitz (%)			2,260
Rekoverti (%)			91,840
Kadar Zr (%)			5,470

Tabel 3 menunjukkan bahwa analisis Zr dalam Uzr 6% menggunakan metode spektrofotometri dengan pengomplek arsenazo III cukup presisi. Hal ini ditunjukkan dari nilai RSD lebih kecil dari nilai CV Horwitz, rekoverti metode diperoleh 91,84%, berada dalam tingkat kepercayaan  $2\sigma$  dan  $3\sigma$  ( $\leq 10\%$ ).

## SIMPULAN

Metode spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk analisis unsur Zr di dalam paduan Uzr 6% dengan kemampuan rekoverti sebesar 91,84%. Hal ini dicapai pada kondisi

optimum pengukuran senyawa kompleks Zr-arsenazo III dengan panjang gelombang 666,3 nm, pH pelarut HCl 9 N, waktu 30 menit sampai dengan 3,5 jam, konsentrasi arsenazo III (0,1%) sebesar 80 ppm pada daerah kerja 0,04 s/d 0,5 ppm dengan akurasi dan presisi masing-masing sebesar 1,846% dan 0,868%. Matrik uranium di dalam sampel berpengaruh cukup signifikan terhadap analisis Zr sehingga sebelum analisis perlu dilakukan proses pemisahan. Proses pemisahan uranium dan Zr cukup efektif menggunakan metode ekstraksi dengan TBP/Kerosin (7:3) sebagai ekstraktan

dengan waktu kontak selama 10 menit. Hasil kegiatan ini diharapkan dapat dikembangkan lebih lanjut khususnya dalam proses pemisahan agar jumlah uranium dalam fasa air dapat sekecil mungkin sehingga dapat meningkatkan nilai rekovery metode.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Masrukan, Yulianto T., Sungkono, (2010), Pengaruh Unsur Nb Pada Bahan Bakar Paduan UZrNb Terhadap Densitas, Kekerasan dan Mikrostruktur, Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir URANIA, Vol.16 No.3, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, Serpong.
- [2]. Hobart H. Willard, (1988), Instrumental Methods of Analysis, 7<sup>th</sup> Edition, Publish Company, Hobart H. Willard, Wadsworth.
- [3]. S.B. Savvin, (2001), Analytical Application of Arsenazo III-II, The Mechanism of Complex Formation between Arsenazo III and Certain Elements, V.I. Vernadskii Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry U.S.S.R, Academy of Sciences, Moscow, U.S.S.r.
- [4]. Anonim, (n.d), <http://www.webelements/ionic/Zr/atomsizes.html>.
- [5]. Duprau.W.A, (1972) A Simple Spectrophotometric Method For Determination Of Zirconium Or Hafnium In Selected Molybdenum-Base Alloys, National Aeronautics and Space Administration-Washington D.C.
- [6]. Anonim, (n.d), <http://www.webelements/ionic/U/atomsizes.html>.
- [7]. Choirul Amri, Dwi Siswanta, and Mudasir, (2009), Determination of Trace Nitrites 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaphthalene Complex By Extraction-Spectrophotometry, Indo.J.Chem, 2009,9(2).
- [8]. Anonim, (n.d) <http://www.wikipedia.org/Ultraviolet-Visible,Spectroscopy>.
- [9]. Anonim, (n.d), <http://www.scribd.com/doc/7250/Simultan-PK2>.