

## ANALISIS KADAR URANIUM DAN UNSUR PENGOTOR DI DALAM SERBUK AUK DAN UO<sub>2</sub>

Boybul <sup>(1)</sup> dan Arif Nugroho <sup>(1)</sup>

1. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBN)-BATAN

Kawasan Puspipstek Serpong, Tangerang Selatan 15314

E-mail : [boybul@yahoo.com](mailto:boybul@yahoo.com)

(Naskah diterima tanggal: 18-11-2011, disetujui tanggal: 28-12-2011)

### ABSTRAK

**ANALISIS KADAR URANIUM DAN UNSUR PENGOTOR DI DALAM SERBUK AUK DAN UO<sub>2</sub>.** Telah dilakukan analisis kadar uranium dan unsur-unsur pengotor dalam serbuk amonium uranyl karbonat (AUK) dan uranium dioksida (UO<sub>2</sub>) hasil produksi instalasi produksi elemen bakar reaktor riset, PT. Batan Teknologi. Kadar uranium dalam serbuk dianalisis dengan metode titrasi potensiometri dan kadar unsur pengotor dianalisis dengan spektrophotometer serapan atom (SSA) dan *inductively couple plasma-atomic emission spektrometer* (ICP-AES). Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kadar unsur pengotor dalam serbuk AUK dan UO<sub>2</sub> yang dihasilkan dari proses produksi harus memenuhi spesifikasi yang dipersyaratkan. Hasil analisis menggunakan metode titrasi potensiometri untuk kadar uranium dalam serbuk AUK diperoleh 48,62% dan dalam serbuk UO<sub>2</sub> sebesar 88,08%. Ketelitian dan akurasi analisis kadar uranium 0,235% dan 0,151%. Kadar unsur pengotor dengan menggunakan metode SSA dalam serbuk AUK diperoleh unsur Zn, Ni, Cd, Co, Mn, Mg, Fe, Cu, dan Cr berturut-turut sebesar 10,15 ppm, 1,12 ppm, ttd, ttd, ttd, 0,30 ppm, 216,07 ppm, ttd, dan 31,36 ppm, sedangkan kadar unsur pengotor dalam serbuk UO<sub>2</sub> berturut-turut 11,31 ppm, 72,14 ppm, ttd, ttd, 6,25 ppm, 8,65 ppm, 298,24 ppm, 12,75 ppm, dan 32,23 ppm. Hasil analisis dengan ICP-AES dalam serbuk AUK untuk unsur Zn, Ni, Cd, Co, Mn, Mg, Fe, Cu, dan Cr berturut-turut 11,87 sebesar ppm, 43,53 ppm, ttd, ttd, ttd, 30,17 ppm, 267,61 ppm, 10,39 ppm, dan 31,66 ppm, sedangkan dalam serbuk UO<sub>2</sub> berturut-turut 10,03 ppm, 110,38 ppm, ttd, ttd, ttd, 42,53 ppm, 308,68 ppm, 13,38 ppm, dan 88,40 ppm. Kadar uranium dan unsur pengotor dalam serbuk AUK dan serbuk UO<sub>2</sub> memenuhi spesifikasi bahan bakar nuklir untuk reaktor riset RSG-GAS.

**Kata kunci :** uranium, pengotor, AUK, UO<sub>2</sub>, SSA dan ICP-AES.

### ABSTRACT

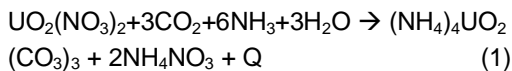
**DETERMINATION OF URANIUM CONTENT AND ITS IMPURITIES IN THE AUC AND UO<sub>2</sub> POWDERS.** *The analysis of uranium (U) content and its impurities in the ammonium uranyl carbonate (AUC) and uranium dioxide (UO<sub>2</sub>) produced from research reactor fuel element production installation, PT. BATAN Teknologi have been carried out. Uranium content in the powders was analyzed by potentiometric titration methods and impurity contents was analyzed by atomic absorption spectrophotometer (AAS) and by inductively coupled plasma-atomic emission spectroscopy (ICP-AES). The purpose of this study was to determine of impurity elements in the*

AUC and  $UO_2$  powder resulting from the production process if it meets the required specifications. It is reported that U content in the AUC is 48.62 wt% and that in the  $UO_2$  is 88.08 wt%. The precision and accuracy analysis of the U content is 0,235% and 0,151%. In case of impurities in the AUC powders, it is reported that the analytical results of Zn, Ni, Cd, Co, Mn, Mg, Fe, Cu and Cr at 10.15 ppm, 1.12 ppm, not detection, not detection, not detection, 0.30 ppm, 216.07 ppm, not detection, and 31.36 ppm, respectively, while that  $UO_2$  are 11.31 ppm, 72.14 ppm, not detection, not detection, 6.25 ppm, 8.65 ppm, 298.24 ppm, 12.75 ppm and 32, 23 ppm. The U and impurity contents in both the AUC and  $UO_2$  fulfill the specification of nuclear fuel for RSG-GAS research reactor.

**Keywords:** uranium, impurities, AUC,  $UO_2$ , AAS, and ICP-AES.

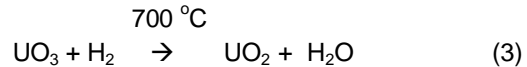
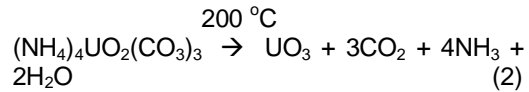
## PENDAHULUAN

Amonium uranil karbonat (AUK) dan uraniu oksida ( $UO_2$ ) adalah bahan baku untuk pembuatan bahan bakar nuklir logam uranium. Amonium uranil karbonat merupakan bahan induk dalam pembuatan  $UO_2$ . Amonium uranil karbonat ini dihasilkan dari proses konversi kimia yang menggunakan bahan baku  $UF_6$  atau uranil nitrat (UNH). Larutan uranil nitrat (UNH) dihasilkan dari proses pemungutan uranium dari gagal produk, baik dari gagal pelat elemen bakar maupun inti elemen bakar yang tidak memenuhi spesifikasi. Uranil nitrat direaksikan dengan pereaksi gas  $NH_3$  dan  $CO_2$  dalam media air menjadi endapan AUK. Proses pengendapan dilakukan secara catu dan reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan reaksi (1) berikut <sup>[1]</sup>:



Endapan AUK yang dihasilkan berwarna kuning dan endapan ini dikeringkan dengan pemanas dan disimpan dalam baki pada boks (kotak) pengumpulan tungku kalsinasi atau reduksi tergantung dari produk yang diinginkan yaitu  $U_3O_8$  atau  $UO_2$ .

Dalam memproduksi serbuk  $UO_2$  dari serbuk AUK dilakukan dengan cara mereduksi serbuk AUK kering dalam tungku reduksi dengan cara mengalirkan gas  $H_2$ . Selama proses reduksi terjadi reaksi (2-3) seperti berikut <sup>[1]</sup>:



Serbuk AUK dan serbuk  $UO_2$  yang dihasilkan dari jalur produksi harus memenuhi spesifikasi sebagai bahan bakar nuklir dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Kadar uranium yang terkandung dalam bahan bakar tersebut harus memenuhi syarat dan juga kandungan unsur-unsur pengotor tidak boleh melebihi spesifikasi yang telah ditentukan <sup>[1,2]</sup>.

Untuk mengetahui tingkat kemurnian bahan bakar serbuk AUK maupun serbuk  $UO_2$  yang dihasilkan dari jalur produksi maka dilakukan analisis atau kendali kualitas terhadap produk tersebut. Analisis yang dikenakan terhadap produk tersebut adalah analisis kadar uranium dan analisis kadar unsur-unsur pengotor. Kadar uranium dianalisis dengan metode potensiometri dan unsur-unsur pengotor dianalisis dengan metode spektrofotometri serapan atom (AAS) yang dibandingkan dengan menggunakan metode inductively couple plasma-atomic emission spektrometri (ICP-AES).

Kualitas bahan bakar nuklir merupakan persyaratan utama yang harus dipenuhi yang pada akhirnya mengarah pada keselamatan dan ekonomi. Untuk memenuhi

hal tersebut, maka selama proses produksi harus dilakukan pengujian secara akurat terhadap bahan baku, produk tengah dan produk akhir. Dalam usaha untuk mendukung hal tersebut maka pengujian yang harus dilakukan adalah penentuan kadar uranium dan unsur-unsur logam

pengotor di dalam bahan baku, produk tengah dan produk akhir. Data hasil analisis akan sangat menentukan apakah suatu produk hasil proses tersebut memenuhi spesifikasi atau tidak, sehingga produk tersebut dapat diteruskan untuk diproduksi lebih lanjut sebagai bahan bakar nuklir.

Tabel 1. Persyaratan unsur pengotor dalam bahan bakar RSG-GAS dan boron ekivalen<sup>[2,3]</sup>

No.	Unsur	Maksimum (ppm)	Boron ekivalen faktor	Maksimum Boron Ekivalen
1	Al	600	0,00012	0,072
2	B	4	1,00000	4
3	Ba	100	0,00012	0,012
4	Be	0,2	0,00001	0,000002
5	Ca	100	0,00016	0,016
6	Cd	10	0,31044	3,1044
7	Co	10	0,00899	0,0899
8	Cu	80	0,00085	0,068
9	Mn	5	0,00345	0,01725
10	Mg	50	0,00004	0,002
11	Li	10	0,14507	1,4507
12	Zn	1000	0,00024	0,24
13	Fe	1000	0,00065	
	Cr		0,00045	1,07
	Ni		0,00107	
Maksimum boron ekivalen				10,00

Sehubungan dengan semakin besarnya tuntutan hasil analisis yang diperoleh dan dapat dipercaya, maka diperlukan metode analisis yang valid. Sehubungan dengan hal itu maka metode yang digunakan untuk analisis harus mempunyai ketelitian dan akurasi tinggi. Oleh karena itu untuk mengetahui apakah suatu metode mempunyai ketelitian dan akurasi yang tinggi maka perlu diuji dengan menggunakan *standard reference materials (SRM)* yang telah diketahui kandungannya dari sertifikat.

Akurasi metode dilakukan untuk mengetahui apakah metode tersebut dapat menghasilkan hasil analisis yang mendekati nilai benar atau hasil yang sama dengan nilai yang tercantum dalam sertifikat dari CRM. Akurasi metode dinyatakan dengan nilai perolehan kembali (% recovery), sedangkan ketelitian analisis adalah suatu kedapatulangan hasil analisis yang dinyatakan dengan relativ standar deviasi (RSD). Akurasi dan ketelitian dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Recovery, \%} = \frac{(\text{Nilai CRM} - \text{Hasil Analisis})}{\text{Nilai CRM}} \times 100\% \quad (4)$$

$$\text{RSD, \%} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (5)$$

Analisis kadar uranium dilakukan secara titrasi potensiometri dengan metoda Davies-Gray. Cuplikan U dalam bentuk ion  $\text{UO}^{2+}$  direduksi lebih dahulu menjadi ion  $\text{U}^{4+}$  di dalam medium asam fosfat pekat dengan bantuan penambahan ion besi  $\text{Fe}^{2+}$  dalam jumlah berlebihan sebagai reduktor. Kelebihan  $\text{Fe}^{2+}$  dioksidasi secara selektif oleh asam nitrat dengan bantuan molibdenum tanpa mempengaruhi ion  $\text{U}^{4+}$ . Selanjutnya ion  $\text{U}^{4+}$  dioksidasi dengan larutan standar  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  secara akurat diikuti dengan perubahan potensial larutan hingga melampaui titik ekivalennya. Dengan bantuan potensiometer-titraliser, perubahan potensial dapat diikuti secara elektronik hingga letak titik ekuivalen secara akurat dapat dipastikan [4,5].

Analisis kadar unsur-unsur pengotor yang terkandung dalam bahan bakar nuklir dilakukan dengan metode spektrofotometri serapan atom (SSA). Larutan contoh diaspirasikan ke dalam nyala, selanjutnya di dalam nyala akan terurai menjadi atom-atom bebas dari unsur yang dianalisis, dengan adanya sinar dari lampu katoda cekung yang mempunyai panjang gelombang yang sama dengan unsur yang dianalisis, maka akan terjadi penyerapan sinar oleh atom-atom unsur tersebut yang mengakibatkan atom-atom tersebut tereksitasi. Banyaknya sinar yang diserap oleh atom-atom tersebut berbanding lurus dengan konsentrasi unsur dalam larutan cuplikan sehingga kadar unsur dalam contoh dapat diketahui [6]. Selain dengan SSA, analisis unsur pengotor dalam bahan bakar nuklir juga dilakukan dengan metode ICP-AES. Analisis unsur pengotor dengan metode ICP-AES didasarkan dengan pengukuran

intensitas energi/emisi yang dipancarkan oleh atom atom dari unsur- unsur yang mengalami peristiwa perubahan tingkat energi atom (eksitasi dan ionisasi). Ion logam dijadikan aerosol homogen dan selanjutnya diatomisasi dalam keadaan gas Argon. Pada keadaan gas, terjadi eksitasi dan deeksitasi elektron berikut memancarkan radiasi/energi yang dapat diukur dengan detektor. Radiasi atau energi yang dipancarkan merupakan karakteristik dari setiap unsur sehingga fenomena ini dijadikan metode untuk analisa kualitatif. Analisis kuantitatif unsur analit dalam sampel dapat diketahui dari hubungan kesebandingan antara konsentrasi unsur dengan intensitas pancaran energi dari setiap unsur [7]. Berdasarkan pustaka [7], alat ICP-AES memiliki spesifikasi yang dapat menganalisis 80% unsur yang ada dalam sistim periodik dengan kemampuan deteksi mencapai kandungan *part per million* (ppm) sehingga alat ini dimungkinkan mampu menganalisis unsur pengotor dalam serbuk AUK maupun serbuk  $\text{UO}_2$ , seperti unsur-unsur yang tercantum pada Tabel 1. Kelebihan pengukuran ICP-AES dibanding AAS adalah memiliki selektivitas yang tinggi dan pada setiap analisis dapat mendeteksi beberapa unsur sekaligus secara berurutan.

## METODOLOGI

### 1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk AUK dan  $\text{UO}_2$  produksi PT. Batan Teknologi, larutan standar unsur Fe, Cr, Cu, Mn, Mg, Ni, Co, Cd dan Zn., asam nitrat, p.a., Air bebas mineral, Gas asetilen HP, Gas argon HP, Udara tekan, pereaksi kimia untuk analisis uranium.

### 2. Peralatan

Potensiometer Metrohm 682, Alat-alat gelas, Pemanas listrik, Elektroda kombinasi Pt kalomel, Spektrophotometer Serapan Atom (AAS) dan Inductively Couple

Plasma-Atomic Emission Spektrometer (ICP-AES)

### 3. Cara kerja

- a. Penyiapan larutan contoh untuk analisis kadar uranium

Serbuk  $U_3O_8$  standar (SRM), AUK dan  $UO_2$  ditimbang dengan berat masing-masing 0,1000 gram. Kemudian dilarutkan dengan 10 ml asam nitrat 6M sambil dipanaskan hingga larut sempurna, kemudian didinginkan. Setelah dingin dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml dan tepatkan hingga tanda garis dengan air bebas mineral.

- b. Penyiapan larutan contoh untuk analisis kadar pengotor

Serbuk  $U_3O_8$  standar (SRM), AUK dan  $UO_2$  ditimbang dengan berat masing-masing 0,5000 gram, kemudian dilarutkan dengan 15 ml asam nitrat 6M sambil dipanaskan hingga larut sempurna, pemanasan dilanjutkan sampai kering, dinginkan. Kemudian dilarutkan kembali dengan 15 mL asam nitrat 3M dan dipanaskan sampai mendidih, didinginkan. Setelah dingin dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml dan tepatkan hingga tanda garis dengan asam nitrat 3M. Selanjutnya diekstraksi dengan 25 ml TBP/Heksan (7:3), fasa air dipisahkan dan diekstraksi sekali lagi dengan 25 ml TBP/Heksan (7:3). Setelah fasa air dipisahkan dari fasa organik selanjutnya dianalisis kadar unsur pengotor dengan SSA dan ICP-AES.

- c. Pengukuran kadar uranium dengan potensiometri

Ke dalam masing-masing 7 buah gelas piala dipipet 1 ml larutan cuplikan (cuplikan standar, cuplikan contoh uranil nitrat hasil pelarutan dan cuplikan simulasi dengan penambahan unsur pengotor). Kemudian ditambah 4 ml asam perklorat, dan dipanaskan sampai timbul uap putih, pemanasan dilanjutkan sampai 1 menit, kemudian dilakukan pendinginan.

Selanjutnya ditambah 10 ml air bebas mineral, 2 ml asam amido sulfonat, 16 ml asam fosfat pekat, dan 2 ml ferro sulfat, dan dipanaskan sampai suhu  $40\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 menit sambil diaduk. Kemudian ditambah 4 ml larutan A (4 gram ammonium heptamolybdat tetrahidrat dilarutkan dalam 400 ml air bebas mineral, ditambah 500 ml asam nitrat pekat. Kemudian ditambah 100 ml asam amido sulfonat 1,5 M) sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama tiga menit. Kemudian ditambahkan 40 ml larutan Vanadium 0,4 g/l, dan dititrasi dengan 0,027 N kalium bikromat sampai tercapai titik akhir titrasi.

- d. Pengukuran kadar unsur pengotor dengan SSA dan ICP-AES

Analisis dengan SSA, pertama dibuat larutan deret standar dari unsur-unsur yang dianalisis, dan kemudian larutan cuplikan tersebut dialirkan ke dalam nyala maka akan didapatkan nilai absorbansi dari unsur-unsur yang dianalisis. Dari data konsentrasi larutan standar dan absorbansi kemudian dibuat kurva kalibrasi atau persamaan regresi linier dari unsur-unsur tersebut. Dengan memplotkan absorbansi larutan standar SRM dan larutan contoh ke dalam kurva kalibrasi atau dihitung dengan persamaan regresi linier maka konsentrasi unsur-unsur tersebut dalam larutan contoh dapat diketahui. Sedangkan analisis dengan ICP-AES, dibuat larutan deret standar dari unsur-unsur yang dianalisis dan larutan cuplikan dialirkan ke dalam nyala plasma maka akan didapatkan nilai intensitas dari unsur-unsur yang dianalisis. Dari data konsentrasi larutan standar dan intensitas kemudian dibuat kurva kalibrasi atau persamaan regresi linier dari unsur-unsur tersebut. Dengan memplotkan intensitas larutan standar SRM dan larutan contoh ke dalam kurva kalibrasi atau dihitung dengan persamaan regresi linier maka diperoleh konsentrasi unsur-unsur tersebut dalam larutan contoh.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Telah dilakukan analisis kadar uranium di dalam uranium standar (CRM  $U_3O_8$ ) dengan metode titrasi potensiometri

dan analisis unsur-unsur pengotor dengan metode spektrometri serapan atom. Hasil analisis kadar uranium dan unsur pengotor di dalam  $U_3O_8$  dituangkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisis kadar uranium dan unsur pengotor Zn, Ni, Cd, Co, Mn, Mg, Fe, Cu, dan Cr dalam uranium standar (SRM  $U_3O_8$ )

No.	Unsur	Kadar (ppm)		Akurasi (%)	RSD (%)
		Sertifikat	Hasil analisis		
1	Zn	202.0	199.880	1,05	0.68
2	Ni	202.0	196.749	2,60	0.99
3	Cd	5.2	4.990	4,04	3.61
4	Co	25.0	24.727	1,09	2.38
5	Mn	51.0	49.262	3,41	1.04
6	Mg	101.0	98.850	2,13	2.54
7	Fe	210.0	200.680	4,44	0.88
8	Cu	50.0	48.642	2,72	0.99
9	Cr	102.0	99.800	2,16	1.80
10	Uranium	84.798%	84.670	0,15	0.24

Dari Tabel 2 untuk analisis kadar uranium didapatkan relatif standar deviasi (RSD) sebesar 0.24% dan akurasi metode sebesar 0,15%.

Analisis kadar unsur pengotor dalam serbuk uranium standar didapatkan bahwa akurasi dan ketelitian (presisi) analisis berkisar antara 1,05% sampai dengan 4,44% dan 0,68% sampai dengan 3,61%, hal ini menunjukkan bahwa metode analisis unsur-unsur pengotor dengan SSA mempunyai akurasi dan ketelitian yang tinggi karena akurasi dan ketelitian lebih kecil dari 5%.

Akurasi metode dilakukan dengan menganalisis kadar unsur-unsur dalam  $U_3O_8$  standar dan untuk setiap unsur dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Hasil analisis untuk uji akurasi metode seperti tercantum pada Tabel 2. Hasil akurasi metode yang diperoleh dicantumkan seperti yang tertera pada Table 2, didapatkan bahwa metode yang digunakan untuk menganalisis unsur-unsur pengotor dalam uranium cukup akurat.

Hal ini ditunjukkan dari nilai akurasi analisis lebih kecil dari 5%.

Ketelitian yang dimaksudkan untuk melihat metode tersebut dapat menghasilkan kedapatulangan yang baik, yang dilihat dari relatif standar deviasinya. Uji ini dilakukan dengan menganalisis kadar unsur-unsur dalam  $U_3O_8$  standar, untuk setiap unsur dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Hasil analisis kadar uranium dan unsur pengotor dan perhitungan ketelitian dalam  $U_3O_8$  standar tercantum pada Tabel 2. Dari hasil penentuan ketelitian seperti tercantum pada Tabel 2 di atas didapatkan bahwa ketelitian metode pengujian untuk unsur-unsur tersebut mempunyai ketelitian yang tinggi.

Dalam usaha untuk mengetahui unjuk kerja dari metode ini, maka dihitung ketelitian (presisi) dan akurasi dari metode tersebut. Perhitungan dilakukan berdasarkan besaran hasil analisis uranium standar, yang dibandingkan dengan nilai yang tercantum dalam sertifikat. Kadar uranium dari sertifikat (CRM) dari NBL adalah 84.798%.

Sedangkan dari hasil analisis kadar uranium dalam uranium standar (CRM U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) dengan metode titrasi potensiometri adalah 84,670% seperti pada Tabel 2.

Analisis uranium dan unsur pengotor juga dilakukan terhadap serbuk AUK dan serbuk UO<sub>2</sub> hasil produksi instalasi produksi elemen bakar reaktor riset menggunakan potensiometri dan SSA. Hasil analisis kadar uranium dan unsur pengotor seperti tercantum pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis uranium dan unsur-unsur pengotor dalam serbuk AUK dan UO<sub>2</sub>

No.	Unsur	AUK	UO <sub>2</sub>
		Kadar (ppm)	Kadar (ppm)
1	Zn	10,15	15,18
2	Ni	1,12	8874,87
3	Cd	ttd	ttd
4	Co	ttd	ttd
5	Mn	ttd	8,24
6	Mg	0,30	10,53
7	Fe	216,07	6993,34
8	Cu	ttd	12,75
9	Cr	31,36	1613,94
10	Uranium	48,62%	87,83%

Catatan:

ttd = tidak terdeteksi

limit deteksi analisis Cd = 0,1 ppm

limit deteksi analisis Co = 1,0 ppm

limit deteksi analisis Mn = 0,02 ppm

limit deteksi analisis Cu = 0,05 ppm

Hasil analisis kadar uranium dan unsur-unsur pengotor dalam serbuk AUK terlihat bahwa kadar unsur-unsur pengotor berkisar antara 0,3 ppm untuk unsur Mg sampai dengan 216,07 untuk unsur Fe, kadar tersebut memenuhi spesifikasi bahan bakar untuk reaktor riset RSG-GAS seperti tercantum pada Tabel 1<sup>[2]</sup>. Hasil analisis kadar uranium dalam serbuk AUK juga memenuhi syarat karena nilainya mendekati

nilai kadar uranium secara teoritis dalam serbuk AUK. Sedangkan kadar unsur pengotor dalam serbuk UO<sub>2</sub> berkisar antara 8,24 ppm untuk unsur Mn sampai dengan 8874,87 untuk unsur Ni. Dari Tabel 3 terlihat bahwa untuk unsur Ni, Fe, dan Cr melebihi nilai yang tercantum dalam spesifikasi yaitu berturut-turut 8874,87 ppm, 6993,34 ppm, dan 1613,94 ppm. dan kadar uranium memenuhi syarat dimana nilainya mendekati nilai kadar uranium secara teoritis dan stokiometri dalam serbuk UO<sub>2</sub>.

Kadar unsur pengotor Ni, Fe, dan Cr dalam serbuk UO<sub>2</sub> berada jauh di atas batasan maksimum yang diizinkan. Oleh sebab itu serbuk tersebut harus dirijek dan tidak dapat diproses lebih lanjut. Tingginya kadar unsur pengotor Ni, Fe, dan Cr dalam serbuk UO<sub>2</sub> kemungkinan disebabkan kontaminasi oleh unsur-unsur tersebut pada saat proses reduksi AUK menjadi UO<sub>2</sub>. Untuk menghindari terjadi rijeksi bahan bakar nuklir dilakukan pembersihan tungku reduksi kemudian dilanjutkan lagi dengan proses reduksi serbuk AUK batch, sehingga diperoleh serbuk UO<sub>2</sub> yang baru. Hasil analisis serbuk UO<sub>2</sub> hasil proses reduksi setelah tungku reduksi dibersihkan dan wadah serbuk AUK dilapisi wadah tambahan dari porselen ditampilkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil analisis uranium dan unsur-unsur pengotor dalam serbuk UO<sub>2</sub> setelah dilakukan proses penggantian wadah tungku reduksi

No.	Unsur	UO <sub>2</sub>	
		Kadar (ppm)	RSD (%)
1	Zn	11,31	0.880
2	Ni	72,14	1.030
3	Cd	ttd	-
4	Co	ttd	-
5	Mn	6,25	1.453
6	Mg	8,65	2.874
7	Fe	298,24	1.254
8	Cu	12,75	1.314
9	Cr	32,23	2.251
10	Uranium	88,08%	0.515

Hasil analisis unsur pengotor dalam serbuk  $UO_2$  hasil reduksi AUK setelah tungku reduksi dibersihkan dan wadah bahan tempat reduksi dilapisi dengan cawan porselen menunjukkan penurunan kadar unsur pengotor yang signifikan, dimana kadar unsur pengotor Ni, Fe, dan Cr berkisar antara 32,23 ppm sampai dengan 298,24 ppm. Kadar unsur pengotor ini berada jauh dibawah batasan yang ditetapkan dalam spesifikasi yaitu sebesar 1000 ppm dan hasil analisis kadar uranium sebesar 88,08% dengan ketelitian sebesar 0,515%.

Sebagai perbandingan analisis kadar unsur pengotor dalam serbuk AUK dan  $UO_2$  juga dilakukan analisis dengan menggunakan ICP-AES. Hasil analisis kadar unsur pengotor dalam serbuk AUK dan  $UO_2$  menggunakan metode ICP-AES ditampilkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil analisis uranium dan unsur-unsur pengotor dalam serbuk AUK dan serbuk  $UO_2$  dengan metoda ICP-AES

No.	Unsur	AUK	$UO_2$
		Kadar (ppm)	Kadar (ppm)
1	Zn	11.87	10.03
2	Ni	43.53	110.38
3	Cd	ttd	ttd
4	Co	ttd	ttd
5	Mn	ttd	ttd
6	Mg	30.17	42.53
7	Fe	267.61	308.68
8	Cu	10.39	13.38
9	Cr	31.66	88.40

Catatan: ttd = tidak terdeteksi

Limit deteksi analisis Cd = 0,08 ppm

Limit deteksi analisis Co = 0,22 ppm

Limit deteksi analisis Mn = 0,03 ppm

Pada Tabel 5 terlihat bahwa, untuk unsur Cd, Co, dan Mn tidak terdeteksi secara baik di dalam sampel uji AUK maupun di dalam  $UO_2$ . Jika dibandingkan hasil analisis

ini dengan hasil analisis menggunakan SSA menunjukkan sama-sama tidak terdeteksi kecuali untuk unsur Mn yang terdeteksi dengan SSA sebesar 6,25 ppm dalam serbuk  $UO_2$  sedangkan didalam serbuk AUK tidak terdeteksi. Hasil analisis unsur Zn, Ni, Mg, Fe, Cu, dan Cr berturut-turut 11,87 ppm, 43,53 ppm, 30,17 ppm, 267,61 ppm, 10,39 ppm, dan 31,66 ppm untuk kadar pengotor didalam serbuk AUK dan berturut-turut 10,03 ppm 110,38 ppm, 42,53 ppm, 308,68 ppm, 13,38 ppm, dan 88,40 ppm kadar impuritas dalam serbuk  $UO_2$ . Bila dibandingkan dengan hasil analisis unsur pengotor dalam serbuk AUK dan serbuk  $UO_2$  menggunakan ICP-AES dengan menggunakan SSA tidak ada perbedaan yang signifikan untuk sebgaiian besar unsur yang dianalisis, namun untuk unsur Mn dalam serbuk  $UO_2$  terdapat perbedaan dimana analisis dengan metoda AAS terdeteksi yaitu sebesar 6,25 ppm sedangkan analisis dengan metoda ICP-AES tidak terdeteksi.

## SIMPULAN

Kadar uranium dalam serbuk AUK dan serbuk  $UO_2$  memenuhi spesifikasi bahan bakar nuklir. Kadar unsur pengotor dalam serbuk AUK memenuhi spesifikasi, sedangkan kadar unsur pengotor dalam serbuk  $UO_2$  hasil proses reduksi sebelum dilakukan pembersihan tungku reduksi dan wadah serbuk tidak memenuhi spesifikasi untuk unsur pengotor Fe, Ni, dan Cr. Setelah dilakukan pembersihan tungku reduksi dan wadah serbuk dilapisi cawan porselen kadar unsur pengotor dalam serbuk  $UO_2$  hasil yang diperoleh telah memenuhi spesifikasi serbuk bahan bakar nuklir untuk reaktor riset RSG-GAS.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. PT. BATAN TEKNOLOGI. (2005). Proses Olah Ulang Gagal Produk (5F). BT.121-A01-30306, Petunjuk Pelaksanaan.



- [2]. ANONYMOUS. IAEA-TEC DOC. (1998). Standardization of Spesification and Inspection Procedures for LEU Plate-Type Research Reactor Fuels, IAEA. April 16-18.
- [3]. ANONIM. PT. BATAN TEKNOLOGI. Spesifikasi dan Prosedur Inspeksi Produksi Elemen Bakar Reaktor Riset. Serpong.
- [4]. ANONYMOUS. (1985). Instructions for Use 682 Titroprocessor. Series 01, Metrohm Ltd. CH-9100 HERISAU, Switzerland.
- [5]. ANONYMOUS. (1982). NUKEM GmbH. Description of the Nukem Quality Control of Fuel Element Fabrication, part 3.
- [6]. ANONYMOUS. ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS. (1973). Part 3.2 (Philadelphia: American Society for Testing and Materials), pp. 2-4, Method 696-72.
- [7]. ANONYMOUS. (1987). Operation Manual ICP-AES Plasma 40. Perkin Elmer.
- [8]. P. W. J. M. BOUMANS. (1987). Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy, Methodology, Instrumentation, and Performance, John Wiley & Son.
- [9]. HOBART H. WILLARD. (1988). Instrumental Method of Analysis. Wadsworth Inc.
- [10]. F. B. STEPHENS, R. G. GUTMACHER, K. ERNST, and J. E. HARRAR. (1975). Method for Accountability of Uranium Dioxide. Lawrence Livermore Laboratory, General Chemistry Division, U. S. Nuclear Regulatory Commission Office of Standards Development, pp. 4-20.
- [11]. ROBERT L. ANDERSON. (1987). Practical Statistic for Analytical Chemist. Van Nostrand Reinhold Company, New York.