

PEMBAKUAN METODE PEMISAHAN DAN ANALISIS Zr DALAM PEB U_3Si_2/Al

Yanlinastuti, Novarty, Iis Haryati, S. Fatimah, Boybul,
Sayyidatun Nisa, Dian Anggraini, Arif Nugroho
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir

ABSTRAK

Pembakuan Metode Pemisahan dan Analisis Zr Dalam PEB U_3Si_2/Al Pra Iradiasi. Telah dilakukan pemisahan ekstraksi zirkonium dalam larutan PEB U_3Si_2/Al pra iradiasi dan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pemisahan dan analisis zirkonium bertujuan untuk mendapatkan metode baku pemisahan dan analisis zirkonium (Zr) dalam larutan PEB U_3Si_2/Al pra iradiasi. Zirkonium merupakan salah satu metode untuk perhitungan *burn-up* dan sebagai bahan bakar berupa uranium zirkonium pada reaktor. Metode yang disiapkan adalah metode pemisahan dengan cara ekstraksi dan dilanjutkan dengan *stripping* menggunakan standar Zr. Ekstraksi dilakukan pada berbagai kondisi diantaranya adalah variasi waktu, variasi keasaman HNO_3 , variasi pengeskrak dengan TBP (Tri Butyl Phosphate) dalam pengencer kerosen, konsentrasi Zr dalam umpan, sedangkan *stripping* dilakukan dengan kondisi variasi waktu dan keasaman H_2SO_4 . Setelah diperoleh larutan ekstraksi dan *stripping* kemudian dilakukan analisis Zr menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan pengompleks arsenazo III, sehingga diperoleh kandungan Zr. Hasil percobaan dengan metode ekstraksi dan *stripping*, diperoleh kondisi ekstraksi yang optimum dengan waktu ekstraksi 50 menit diperoleh koefisien distribusi 0,905 dan efisiensi 47,50%, pada keasaman yang optimum menggunakan HNO_3 5M diperoleh koefisien distribusi 2,560 dan efisiensi 71,91%, pengekrak TBP/Kerosin 50:50 %vol diperoleh koefisien distribusi 0,596 dan efisiensi 37,34%, dan konsentrasi umpan yang optimum pada 50 ppm, diperoleh koefisien distribusi 2,912 dan efisiensi 74,44% sedangkan kondisi yang baik pada *stripping* adalah dengan keasaman H_2SO_4 2M dengan efisiensi 44,10% menggunakan waktu 40 menit diperoleh efisiensi 39,98%. Setelah diperoleh kondisi yang optimum untuk ekstraksi dan *stripping* menggunakan standar, maka dilakukan percobaan ekstraksi-*stripping* zirkonium terhadap larutan PEB U_3Si_2/Al pra iradiasi. Dari percobaan pemisahan secara ekstraksi dan analisis Zr dalam larutan PEB U_3Si_2/Al , dalam fasa air ekstraksi diperoleh hasil koefisien distribusi 6,391 dan efisiensi 86,47% setelah dilakukan *stripping* diperoleh efisiensi 25,68% sedangkan hasil analisis Zr dalam larutan simulasi PEB U_3Si_2/Al menggunakan standar diperoleh hasil Zr pada fasa air dengan koefisien distribusi 9,593 dan efisiensi 90,56%, hasil analisis Zr pada *stripping* diperoleh efisiensi 11,16%. Dengan demikian metode baku untuk pemisahan dan analisis Zr yang sudah diperoleh siap digunakan untuk pemisahan Zr pada bahan bakar PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi. Kemudian hasil pemisahan dan analisis Zr menggunakan spektrofotometri UV-Vis dapat dituangkan dalam bentuk standar operasional prosedur (SOP).

Kata kunci : PEB U_3Si_2/Al , zirkonium, metode pemisahan, *stripping*, spektrofotometer UV-Vis

PENDAHULUAN

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN) mempunyai tugas untuk melaksanakan pengembangan teknologi bahan bakar nuklir menyelenggarakan fungsi pengujian radiometalurgi, analisis fisiko kimia dan teknik uji pasca iradiasi. Instalasi Radiometalurgi (IRM) adalah salah satu bidang yang ada dalam PTBBN. IRM memiliki fasilitas pengujian pra dan pasca iradiasi. Pengujian bahan dan bahan bakar yang ada di IRM meliputi pengujian tak merusak, dan uji merusak serta analisis fisiko kimia terhadap bahan bakar nuklir baik bahan bakar nuklir reaktor riset maupun reaktor daya. Salah satu

sasaran atau capaian renstra PTBBN adalah diperoleh dokumen teknis pengujian pasca iradiasi. Pengujian pasca iradiasi memegang peranan sangat penting dalam keberhasilan penelitian dan pengembangan bahan bakar reaktor riset dan daya. Hasil uji pasca iradiasi yang terdiri dari *Non Destructive Testing*, struktur mikro, kimia dan mekanik dapat dijadikan evaluasi unjuk kerja bahan bakar setelah di iradiasi dalam reaktor, dan sebagai umpan balik bagi fabrikasi bahan bakar untuk mengetahui parameter proses fabrikasi yang optimum^[1].

Diantara kegiatan uji merusak adalah analisis fisikokimia untuk menentukan radiokimia *burn-up* bahan bakar, adapun sebagai monitor *burn-up* bahan bakar di antaranya adalah isotop cesium, uranium, plutonium, Neodium, Cerium, zirkonium dan masih banyak lagi isotop lainnya^[4]. Isotop yang dipilih di sini adalah Zr. Zirkonium (Zr) juga digunakan sebagai bahan bakar reaktor pada reaktor TRIGA (*Training Isotop by General Atomic*), *Advance Boiling Water Reactor* (ABWR), FBR (*Fast Breeder Reaktor*) dan EBR (*Experiment Breeder Reactor*) di USA^[2]. Pemilihan indikator *burn-up* isotop radioaktif harus memenuhi persyaratan di antaranya adalah tidak terjadi migrasi pada saat iradiasi dalam matrik bahan bakar, mempunyai penampang lintang yang rendah, karakteristik emisi yang baik, pembentukan hasil fisi yang baik. Zirkonium merupakan bahan yang tidak mudah menguap dapat bercampur dengan uranium dalam bahan bakar. Dipilihnya logam zirkonium sebagai matrik bahan bakar reaktor jenis TRIGA karena zirkonium termasuk logam yang mempunyai tampang lintang absorpsi neutron termal yang rendah, titik leleh tinggi, kekuatan mekanik tinggi, tahan terhadap korosi air dan uap sehingga sangat sesuai untuk digunakan sebagai matrik ataupun bahan struktur dalam reaktor dan meningkatkan fase transisi temperatur didalam uranium^[3,4,5].

Untuk menghasilkan Zr *nuclear grade* yang akan digunakan dalam bahan bakar reaktor nuklir, Zr harus dipisahkan dengan cara ekstraksi pelarut dan pertukaran ion^[6]. Sehubungan dengan hal diatas maka pada kegiatan ini diperlukan pembakuan metode pemisahan dan analisis Zr dalam bahan bakar PEB U_3Si_2/Al pra iradiasi. Dalam penelitian ini akan dilakukan pemisahan Zr dengan cara ekstraksi dan *stripping* kemudian analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis, sehingga di peroleh metode baku untuk penentuan Zr sebagai perhitungan *burn-up* dan penentuan Zr dalam bahan bakar. Dari kegiatan ini diharapkan diperoleh metode uji yang valid dan siap digunakan untuk perhitungan *burn-up* dalam PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi. Data pengujian yang dihasilkan harus memberikan informasi yang valid agar dapat digunakan untuk analisis terhadap unjuk kerja bahan bakar tersebut. Sebelum dilakukan uji pasca iradiasi terlebih dahulu percobaan dilakukan menggunakan larutan standar Zr dalam larutan PEB U_3Si_2/Al pra iradiasi.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari parameter-parameter yang berpengaruh terhadap kemurnian hasil pemisahan dengan cara ekstraksi dan *stripping* menggunakan bahan standar, diantaranya adalah keasaman larutan umpan, larutan pengestrak, waktu ekstraksi dan konsentrasi umpan, sedangkan *stripping* dilakukan terhadap waktu *stripping* dan keasaman umpan. Keberhasilan proses pemisahan ini dapat dilihat dari efisiensi, dan koefisien distribusi, setelah diperoleh parameter diatas akan dilakukan untuk analisis zirkonium dalam larutan PEB U_3Si_2/Al pra iradiasi hasil pelarutan dan simulasi larutan campuran menggunakan standar dan analisis dengan spektrofotometer UV-Vis. Metoda spektrofotometer UV-Vis adalah alat untuk analisa unsur-unsur berkadar rendah secara kuantitatif maupun secara kualitatif.

Penentuan secara kualitatif berdasarkan puncak-puncak yang dihasilkan pada penyerapan energi radiasi spektrum suatu unsur tertentu pada panjang gelombang tertentu, sedangkan penentuan secara kuantitatif berdasarkan nilai absorbansi yang dihasilkan dari spektrum senyawa kompleks unsur yang dianalisa dengan pengompleks yang sesuai. Pengomplek yang digunakan dalam percobaan ini adalah arsenazo III. Arsenazo merupakan pengompleks yang mana zirkonium akan dapat membentuk senyawa kompleks yang mempunyai panjang gelombang yang spesifik. Aplikasi tersebut sesuai dengan hukum Lambert-Beer yang melandasi penggunaan spektrofotometer, yaitu bila suatu cahaya monokromatis dilewatkan melalui suatu media yang transparan, maka bertambah-turunnya intensitas cahaya yang ditransmisikan sebanding dengan tebal dan kepekaan media yang digunakan^[10,11]. Peralatan spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrofotometer UV-Vis PERKIN ELMER Lamda 15

Dalam penelitian ini akan dilakukan pemisahan dengan cara ekstraksi. Ekstraksi ialah suatu komponen dari suatucampuran homogen menggunakan pelarut cair (solven) berdasarkan prinsip beda kelarutan. Ekstraksi dapat dipakai untuk memisahkan dari kadar rendah sampai dengan kadar tinggi^[12,13]. Pemisahan U dan Zr pada proses ekstraksi dapat mengubah logam tersebut menjadi senyawa kompleks yang dapat larut dalam fase

organik. Fase organik ini mempunyai gugus ligan yang dapat bereaksi selektif terhadap salah satu atau beberapa unsur logam yang ada dalam fase air. Terpisahnya unsur-unsur logam ini karena perbedaan reaktifitas dan difusifitas. Pada proses ekstraksi cair-cair pemilihan solven karena solven berperan dalam kecepatan pemisahan, peningkatan efisiensi, dan faktor pemisahan^[13]. Beberapa solven yang dapat digunakan pada proses ekstraksi antara lain: TBP, D2EHPA, metil isobutil ketone (MIBK), 3-fenil-4-alkil-5-isoxazolone, dancianex. Pada banyak sistem ekstraksi, ekstraktan dilarutkan dengan suatu pengencer yang tidak saling bereaksi yang disebut diluen. Pemakaian diluenterutama untuk memperbaiki sifat fisika dari fasa organik mempunyai berat jenis dan kekentalan yang tinggi, maka menyebabkan sukarnya proses pemindahan solut dari fasa air ke fasa organik. Untuk mempermudah proses ekstraksi tersebut kekentalan fasa organik harus diturunkan dengan cara penambahan organik. Salah satu pengencer organik yang sering digunakan adalah kerosen^[7,8].

Menurut hukum distribusi Nerst^[7], bila kedalam dua pelarut yang tidak saling bercampur dimaksudkan solut yang dapat larut dalam kedua pelarut tersebut maka akan terjadi pembagian kelarutan. Dalam percobaan solut akan terdistribusi dengan sendirinya ke dalam dua pelarut tersebut setelah dikocok dan dibiarkan terpisah. Perbandingan konsentrasi solut di dalam kedua pelarut tersebut tetap dan merupakan suatu tetapan pada suatu tetapan suhu tetap. Tetapan tersebut disebut tetapan distribusi atau koefisien distribusi. Koefisien distribusi dinyatakan dengan persamaan berikut^[13]:

$$K_d = \frac{C_o}{C_a} \dots\dots\dots (1)$$

dengan : K_d = koefisien distribusi dan C_o dan C_a , masing-masing adalah konsentrasi solut pada pelarut 1,2 organik dan air. Dari persamaan tersebut jika harga K_d besar, solut secara kuantitatif akan cenderung terdistribusi lebih banyak kedalam pelarut organik, sedangkan sebagai ukuran keberhasilan suatu ekstraksi sering digunakan besaran berupa efektifitas dalam proses ekstraksi dapat dinyatakan dengan persen solut yang terekstrak dalam fasa organik yang dapat diperoleh dengan persamaan berikut:

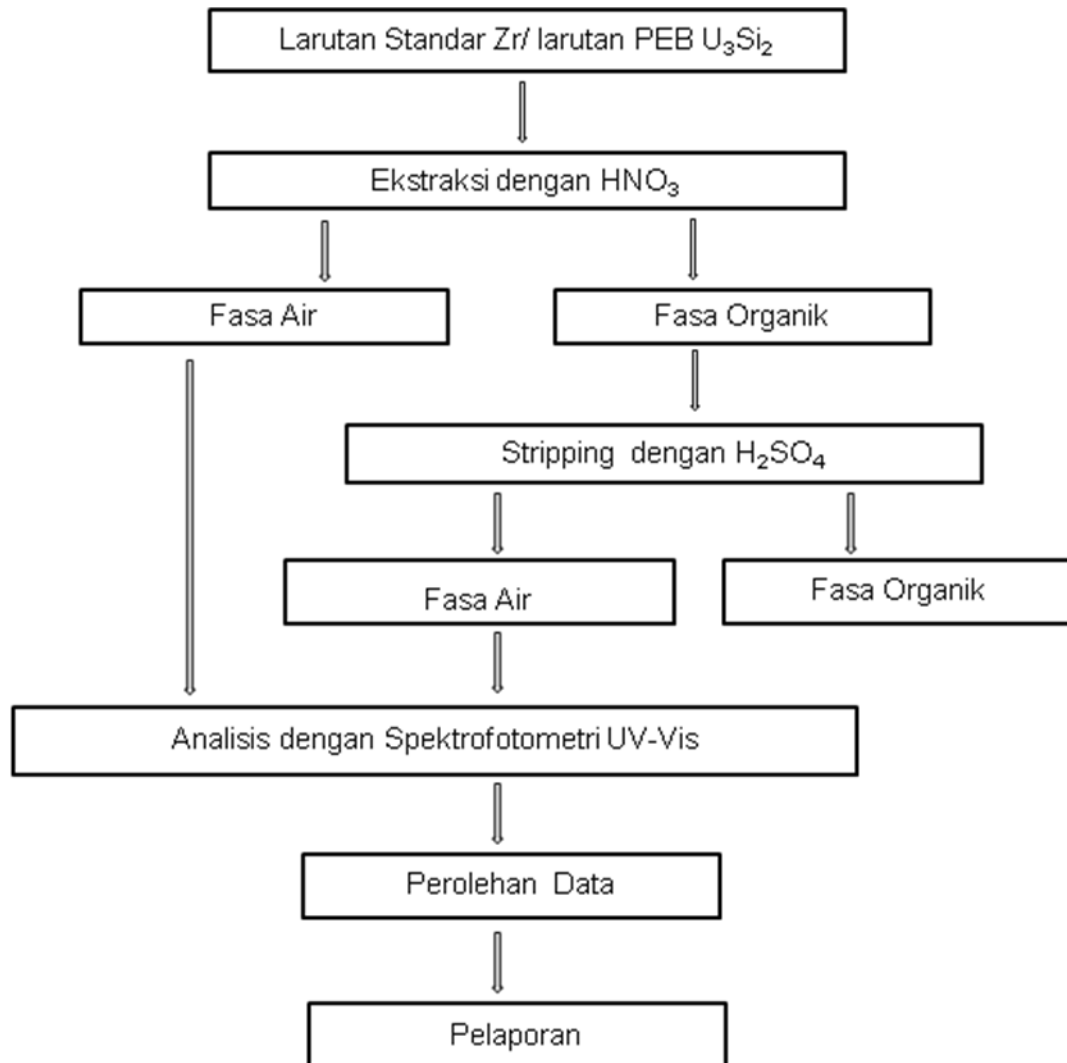
$$E = \frac{C_2}{F} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

dimana E yaitu efisiensi ekstraksi (%), C_2 adalah konsentrasi solut dalam fasa organik dan F adalah konsentrasi umpan untuk ekstraksi, sedangkan untuk melihat keberhasilan dari suatu proses *stripping* dapat menghitung efisiensi yang menggunakan persamaan berikut^[5,6]:

$$Efisiensi stripping = \frac{Zr \text{ fasa air internal}}{Zr \text{ Fasa organik}} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

$$Efisiensi total zirkonium = \frac{Zr \text{ fasa air stripping}}{Zr \text{ Fasa umpan}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

Percobaan ini bertujuan untuk mendapatkan metode baku pemisahan dan analisis Zr dalam larutan PEB U_3Si_2/Al dengan cara ekstraksi memakai solven TBP/kerosen, mempelajari pengaruh parameter proses ekstraksi dan *stripping* agar menghasilkan parameter optimum. Langkah kerja dalam percobaan ini dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Diagram alir proses ekstraksi-*stripping* dan analisis Zr dengan spektrofotometer UV-Vis

METODOLOGI

Bahan yang digunakan adalah larutan PEB U_3Si_2/Al hasil pelarutan, larutan HNO_3 , larutan H_2SO_4 , larutan standar zirkonium, air bebas mineral, TBP, kerosen, larutan HCl dan Arsenazo III

Peralatan yang diperlukanya itu spektrofotometer UV-Vis, gelas kimia, labu ukur, corong pemisah, pipet mikro (*eppendorf*), *shaker* dan *stopwatch*.

Cara Kerja

1. Variasi waktu keseimbangan ekstraksi

Dibuat larutan standar Zr sebanyak 10 ml, dengan konsentrasi 100 ppm, larutan tersebut dilakukan ekstraksi dengan TBP/kerosen, perbandingan fasa air dengan fasa organik 1:1 selama 10 menit. Selesai ekstraksi, fasa air dan fasa organik dipisahkan, konsentrasir masing-masing fasa dianalisis sebelum dan sesudah ekstraksi. Ekstraksi diulang untuk waktu yang berbeda yaitu 20, 30, 40 dan 50 menit.

2. Variasi konsentrasi keasaman HNO_3

Disiapkan larutan fasa air dengan membuat larutan standar Zr sebanyak 10 mL, dengan konsentrasi 100 ppm menggunakan HNO_3 1M, kemudian dilakukan ekstraksi dengan TPB/kerosen, perbandingan fasa air dan fasa organik 1:1 dengan waktu yang optimum. Pisahkan fasa air dan fasa organik, konsentrasi masing-masing fasa sebelum dan sesudah ekstraksi dianalisis. Ekstraksi diulang dengan menggunakan keasaman yang berbeda yaitu 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 M.

3. Variasi ekstraktan TBP/kerosen

Disiapkan larutan fasa air dengan membuat larutan standar Zr sebanya 10 mL, dengan konsentrasi 100 ppm menggunakan keasaman yang optimum, kemudian dilakukan ekstraksi dengan perbandingan TPB/kerosen 10:90% vol, perbandingan fasa air dan fasa organik 1:1 dengan waktu yang optimum. Pisahkan fasa air dan fasa organik, konsentrasi masing-masing fasa sebelum dan sesudah ekstraksi dianalisis. Ekstraksi diulang dengan menggunakan ekstraktan yang berbeda yaitu 20:80; 30:70; 40:60; 50:50 dan 60:40 % vol.

4. Variasi konsentrasi umpan

Disiapkan larutan fasa air dengan membuat larutan standar Zr sebanya 10 mL, dengan konsentrasi 50 ppm menggunakan keasaman yang optimum, kemudian dilakukan ekstraksi dengan perbandingan TPB/kerosen yang optimum, perbandingan fasa air dan fasa organik 1:1 dengan waktu yang optimum. Pisahkan fasa air dan fasa organik,

konsentrasi masing-masing fasa sebelum dan sesudah ekstraksi dianalisis. Ekstraksi diulang dengan menggunakan variasi konsentrasi umpan yang berbeda yaitu 100; 150; 200; dan 250 ppm.

5. Variasi keasaman *stripping*

Larutan fasa organik dipipet sebanyak 10 mL, ditambahkan dengan asam H_2SO_4 0,5M, kemudian dilakukan *stripping* dengan perbandingan fasa organik dan fasa air 1:1 selama 10 menit. Pisahkan fasa air dan fasa organik. *Stripping* diulang dengan menggunakan variasi keasaman H_2SO_4 1, 2, 3 dan 4M.

6. Variasi waktu kesetimbangan

Larutan fasa organik dipipet sebanyak 10 mL, ditambahkan dengan asam H_2SO_4 yang optimum, kemudian dilakukan *stripping* dengan perbandingan fasa organik dan fasa air 1:1 dengan waktu 10 menit. Pisahkan fasa air dan fasa organik. *Stripping* diulang dengan menggunakan variasi waktu yaitu 20, 30, 40 dan 50 menit.

Penyiapan Larutan PEB U_3Si_2/Al

Dibuat larutan PEB U_3Si_2/Al yang sudah dilarutkan, dipipet larutan sebanyak 400 μ L ditambahkan dengan larutan standar zirkonium dengan konsentrasi 100 ppm masukkan kedalam labu 10 mL tepatkan dengan HNO_3 hasil yang optimum. Lakukan ekstraksi menggunakan kondisi yang optimum. Pisahkan fasa air dan fasa organik. Fasa organik dilakukan *stripping* menggunakan konsentrasi H_2SO_4 2M dengan waktu stripping selama 40 menit. Tentukan konsentrasi zirkonium sebelum dan sesudah *stripping*. Dengan cara yang sama dilakukan pemisahan dengan cara ekstraksi dan *stripping* larutan untuk simulasi menggunakan campuran standar. Dibuat larutan standar campuran sebagai simulasi terdiri dari campuran U, Si, Al, Mg dan Zr, masing-masing dengan konsentrasi 609,4; 49,2; 1223,84; 17,56 dan 100 ppm tepatkan dengan air bebas mineral ke dalam labu 50 mL. Dipipet larutan campuran sebanyak 10 ml lalu dikeringkan dan ditepatkan ke dalam labu 10 mL dengan konsentrasi HNO_3 5N. Masing-masing larutan tersebut dilakukan ekstraksi dengan perbandingan TPB/kerosen 50:50% Vol, dengan waktu 40-50 menit perbandingan fasa air dan fasa organik 1:1. Pisahkan fasa air dan fasa organik, Fasa organik *distripping* menggunakan konsentrasi H_2SO_4 2M menggunakan waktu *stripping* selama 40 menit. Fasa air dan fasa organik hasil *stripping* dipisahkan. Konsentrasi masing-masing fasa sebelum dan sesudah ekstraksi dan *stripping* dianalisis.

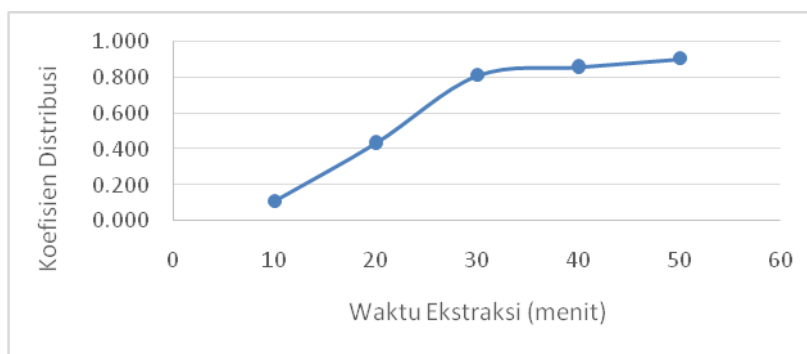
Analisis Zr Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Analisis zirkonium dengan spektrofotometer UV-Vis menggunakan senyawa kompleks, sampel yang mengandung Zr ditambahkan zat pengompleks arsenazo III 0,1% yang berwarna merah keunguan kedalam labu 5 mL ditepatkan hingga tanda batas dengan HCL 9N. Selanjutnya masing-masing sampel diukur absorbansinya dengan panjang gelombang optimum, dari nilai absorbansi yang diperoleh konsentrasi zirkonium dalam larutan sampel dapat dihitung.

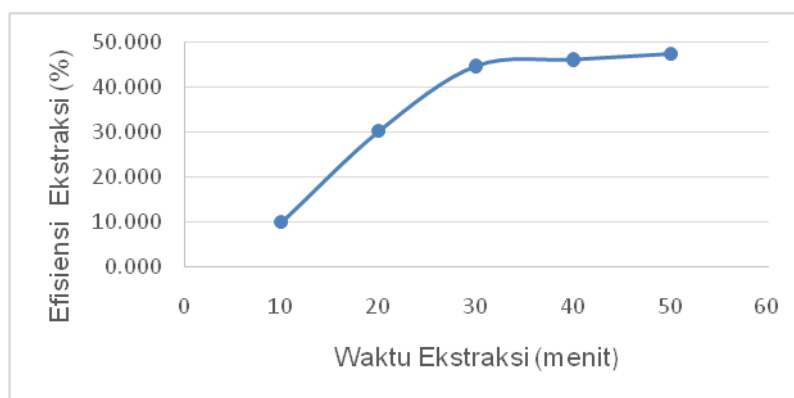
HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Pengaruh waktu ekstraksi

Variasi waktu ekstraksi dimulai dari 10 hingga 50 menit, diperoleh koefisien distribusi sebesar 0,113 hingga 0,905 dan efisiensi ekstraksi sebesar 10,17 hingga 47,50% dicapai dengan waktu 50 menit.



Gambar 3. Hubungan waktu ekstraksi terhadap koefisien distribusi



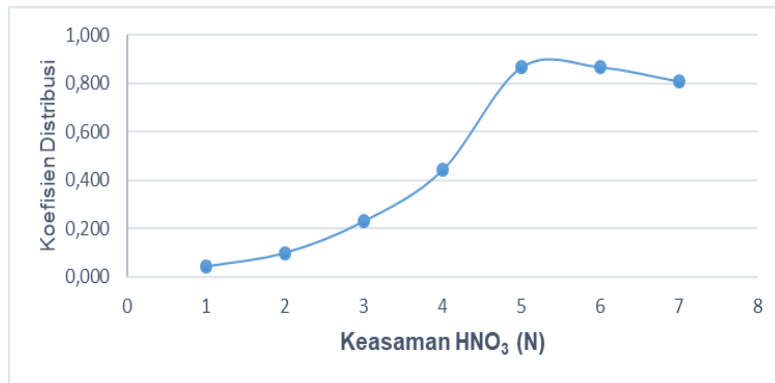
Gambar 4. Hubungan waktu ekstraksi terhadap efisiensi ekstraksi

Dari Gambar 3-4 dan Tabel 1 menunjukkan dengan meningkatnya waktu ekstraksi Zr yang terekstraksi kedalam fasa organik semakin besar. Kenaikan ini akan mencapai maksimum apabila waktu kesetimbangannya tercapai, yaitu bila konsentrasi Zr yang terdistribusi dari

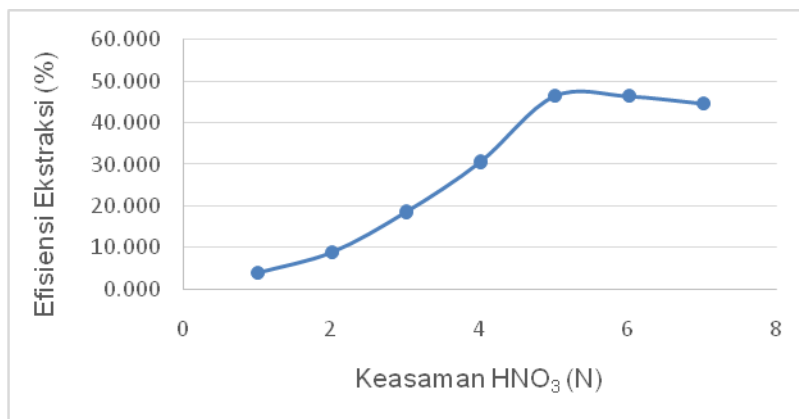
fasa air ke fasa organik sama dengan konsentrasi Zr yang terdistribusi dari fasa organik dan fasa air. Setelah ekstraksi berlangsung selama 40-50 menit, terlihat bahwa dengan bertambahnya waktu ekstraksi, Zr yang masuk ke dalam fasa organik relatif sama. Hal ini berarti bahwa waktu kesetimbangan sudah tercapai. Untuk percobaan selanjutnya, ekstraksi dilakukan selama 40-50 menit.

2. Pengaruh keasaman larutan umpan

Pengaruh keasaman HNO₃ terhadap koefisien distribusi dan koefisien ekstraksi terhadap variasi keasaman HNO₃ dari 0,5 sampai dengan 7 N. Pengaruh keasaman larutan umpan merupakan faktor koefisien distribusi yang tinggi Zr dalam proses ekstraksi, dengan berubahnya konsentrasi keasaman dapat menentukan sifat dari ekstraksinya.



Gambar 5. Hubungan keasaman ekstraksi terhadap koefisien distribusi



Gambar 6. Hubungan keasaman ekstraksi terhadap efisiensi

Terlihat pada Grafik 5-6 dan Tabel 2 ditunjukkan bahwa konsentrasi keasaman cukup berpengaruh terhadap koefisien distribusi dan efisiensi zirkonium. Percobaan keasaman umpan dari 0,5 hingga 5N. Tampak semakin tinggi konsentrasi keasaman semakin tinggi pula harga koefisien distribusi dan efisiensi ekstraksi. Koefisien distribusi dan efisiensi

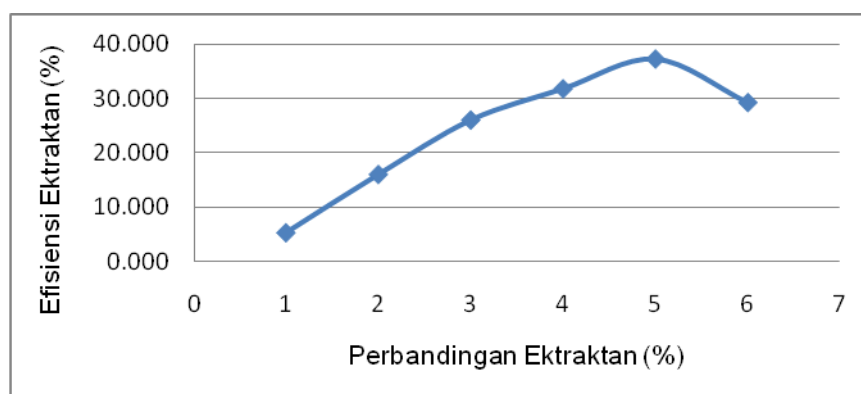
ekstraksi diperoleh pada keasaman 5N masing-masing sebesar 2,560 dan 71,91%. Keasaman umpan berfungsi sebagai *salting out agent* yang turut mendorong impuritas keluar dari fasa organik, setelah bereaksi dengan pelarutnya yaitu TBP/kerosin, akibatnya efisiensi bertambah besar. Apabila keasaman umpan proses ekstraksi ditingkatkan lebih dari 5N, efisiensi ekstraksi justru semakin menurun. Hal ini disebabkan *solvent* TBP/kerosin yang semestinya berfungsi sebagai pengikat lebih dahulu terdekomposisi menjadi *onobuthylphosphate* (MBP) dan *Dibuthylphosphate* (DBP), akibatnya konsentrasi asam tinggi dan koefisien distribusi serta efisiensi ekstraksi semakin menurun.

3. Pengaruh ekstraktn

Konsentrasi ekstraktn dalam percobaan ini dinyatakan dalam satuan % TBP dalam pengencer kerosin. Ekstraksi umpan dengan fasa organik pada kondisi optimum dapat ditentukan.



Gambar 7. Hubungan konsentrasi ekstraktn ekstraksi terhadap koefisien distribusi

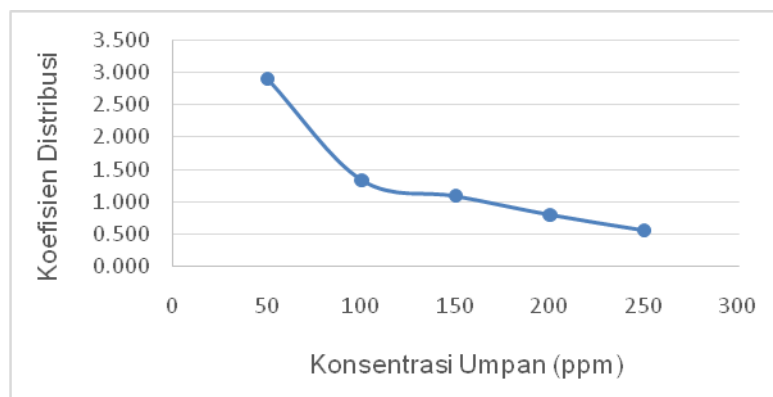


Gambar 8. Hubungan konsentrasi ekstraktn ekstraksi terhadap efisiensi

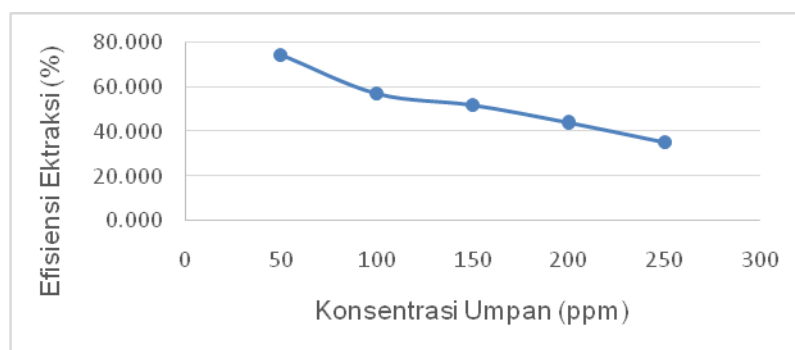
Dari Gambar 7-8 dan Tabel 3 ditunjukkan bahwa hasil analisis terhadap koefisien distribusi dan efisiensi ekstraksi berpengaruh terhadap ekstraksi, pada ekstraksi ini zirkonium terikat dalam fasa organik terlihat pada grafik bahwa semakin tinggi konsentrasi ekstrak semakin tinggi koefisien distribusi dan koefisien ekstraksi yang diperoleh, karena ekstrak semakin kuat mengikat zirkonium, namun pada saat konsentrasi ekstrak dinaikkan hasil koefisien distribusi dan efisiensi zirkonium menurun, hal ini disebabkan bahwa ekstrak sudah mulai mengalami kejenuhan sehingga tidak dapat mengikat Zr dengan baik sehingga berpengaruh terhadap hasil koefisien distribusi dan koefisien ekstraksinya.

4. Pengaruh konsentrasi fasa umpan

Ekstraksi umpan dalam fasa air pada variasi konsentrasi 50 hingga 250 ppm diperoleh hasil koefisien distribusi dan efisiensi ekstraksi yang ditunjukkan pada Gambar 9-10 dan Tabel 4.



Gambar 9. Hubungan konsentrasi umpan ekstraksi terhadap koefisien distribusi

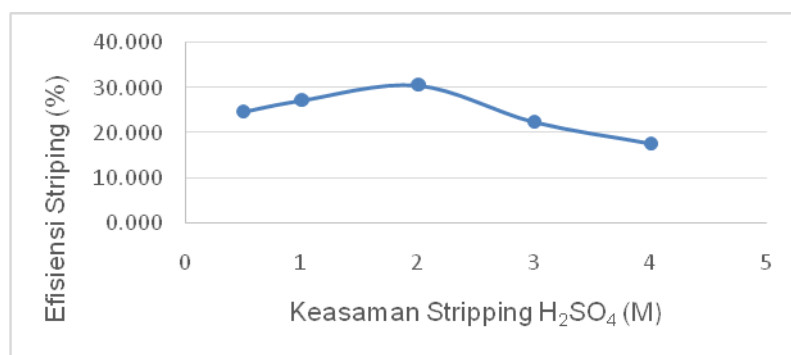


Gambar 10. Hubungan konsentrasi umpan ekstraksi terhadap efisiensi

Variasi konsentrasi zirkonium dalam umpan akan memberikan tingkat kejenuhan ekstraktan TBP-kerosen yaitu banyaknya molekul TBP yang telah mengikat Zr membentuk kompleks Zr-TBP sehingga mempengaruhi koefisien distribusi dan efisiensi ekstraksi. Kenaikan konsentrasi zirkonium dalam fase air akan menurunkan koefisien distribusi dan efisiensi ekstraksi zirkonium. Hal ini disebabkan oleh molekul TBP bebas yang sebagian besar telah mengalami kejenuhan dengan membentuk kompleks dengan zirkonium, sehingga TBP bebas yang akan membentuk kompleks dengan zirkonium berkurang. Kenaikan konsentrasi Zr dalam umpan 50 sampai dengan 250 ppm menurunkan koefisien distribusi Zr dari 2,912 menjadi 0,545 dan efisiensi ekstraksi dari 74,44 menjadi 35,27%.

5. Pengaruh keasaman pada *stripping*

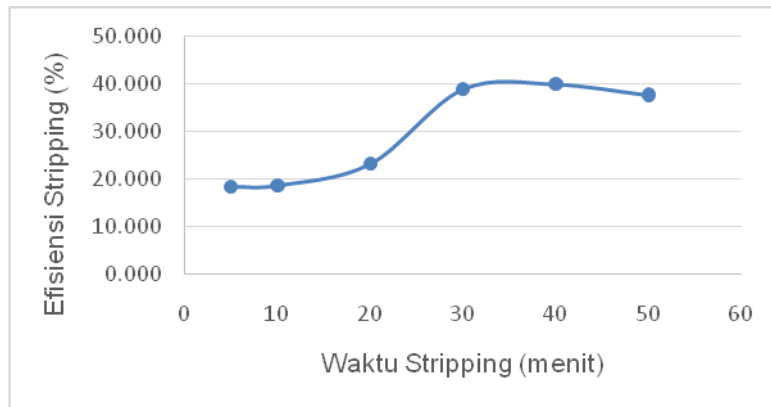
Pengaruh keasaman pada *stripping* hasil pengukurandengan spektrofotometri UV-Vis ditunjukkan pada Gambar 11 dan Tabel 5 dalam Lampiran.



Gambar 11. Hubungan konsentrasi keasaman *stripping* terhadap efisiensi

Dari Gambar 11 dan Tabel 5 menunjukkan bahwa pengaruh konsentrasi keasaman *stripping* pada variasi 0,5 sampai dengan 4M semakin tinggi konsentrasi keasaman semakin tinggi efisiensi yang diperoleh, namun setelah keasaman dengan konsentrasi 2M, efisiensi Zr menurun. Hal ini disebabkan bahwa zirkonium dalam keasaman yang lebih tinggi mengakibatkan kejenuhan terhadap zirkonium, sehingga efisiensi zirkonium cenderung menurun.

6. Pengaruh waktu *stripping*



Gambar 12. Hubungan waktu umpan *stripping* terhadap efisiensi

Dalam proses *stripping* Zr pada kondisi optimum diperoleh hasil seperti Gambar 12 dan Tabel 6 di Lampiran, ditunjukkan bahwa pengaruh waktu pada variasi *stripping* yang dilakukan dari 5 hingga 50 menit, semakin lama waktu yang digunakan cenderung efisiensi *stripping* meningkat, kenaikan ini akan mencapai maksimum jika waktu kesetimbangannya tercapai, yaitu bila konsentrasi Zr yang terdistribusi dari fasa organik ke fasa air sama.

Percobaan ekstraksi-*stripping* menggunakan parameter optimum yaitu pengestrak 50:50, waktu ekstraksi 40-50 menit dan kesamaan 5 M serta konsentrasi yang optimum akan dilakukan percobaan untuk larutan PEB U_3Si_2/Al dan simulasi larutan PEB U_3Si_2/Al diperoleh fasa air dan fasa organik, diperoleh efisiensi ekstraksi adalah 86,47% dan efisiensi *stripping* yaitu 25,68% sedangkan hasil analisis untuk larutan simulasi PEB U_3Si_2/Al dengan efisiensi ekstraksi sebesar 90,56%, efisiensi *stripping* adalah 11,16%, diperoleh efisiensi *stripping* dari kedua percobaan ditunjukkan kecil, hal ini disebabkan bahwa Zr masih terikat pada fasa organik, kemungkinan pada saat melakukan *stripping* dilakukan hanya satu kali sehingga zirkonium masih berada dalam fasa organik, dengan demikian dapat mempengaruhi baik hasil analisis terhadap koefisien distribusi maupun efisiensi *stripping*.

KESIMPULAN

Dari hasil analisis disimpulkan bahwa pada pelaksanaan kegiatan DIPA tahun 2017 untuk pemisahan dan analisis Zr dalam larutan PEB U_3Si_2 diperoleh kondisi yang optimum untuk ekstraksi dengan keasaman HNO_3 5M, ekstraktnan TBP/kerosen dengan perbandingan 50:50% vol, diperoleh koefisien distribusi 0,596 dan efisiensi 37,34%, waktu

pemisahan adalah 50 menit diperoleh koefisien distribusi sebesar 0,905 dan efisiensi 47,50%, konsentrasi umpan yang optimum adalah 50 ppm diperoleh koefisien distribusi 2,912 dan efisiensi 74,44%, sedangkan proses *stripping* diperoleh kondisi optimum pada keasaman dengan konsentrasi H_2SO_4 2M dengan efisiensi 30,60% dan waktu *stripping* dicapai pada 40 menit diperoleh efisiensi 39,98%. Dengan diperolehnya kondisi optimum terhadap standar maka pemisahan dan analisis zirkonium dapat dilakukan terhadap larutan PEB U_3Si_2/Al pra iradiasi diperoleh hasil koefisien distribusi 6,391 dan efisiensi 86,47% setelah dilakukan *stripping* diperoleh efisiensi 25,68% dan larutan PEB U_3Si_2/Al secara simulasi masing-masing koefisien distribusi 9,593 dan efisiensi 90,56%, hasil analisis Zr pada *stripping* diperoleh efisiensi 11,16%. Dengan demikian metode ini akan diterapkan untuk pengujian PEB U_3Si_2-Al pasca iradiasi.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih diucapkan kepada Bapak Ka. PTBBN, Bapak Ir. Sungkono, MT sebagai Kepala Bidang Uji Radiometalurgi yang telah memberi arahan sehingga terlaksananya kegiatan penelitian DIPA tahun 2017, Ibu Ir. Aslina Br. Ginting yang telah memberikan masukan dalam penyusunan makalah dan rekan kerja di IRM yang telah ikut membantu kegiatan ini hingga dapat diselesaikan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Maman Kartaman, Junaedi, Anditania Sari, Ely Nurlaily. Pembakuan Metode Uji Metalografi PEB U-Mo/Al Pasca Iradiasi. Hasil-Hasil Penelitian EBN Tahun 2015 ISSN 0854-5561 158. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN. Hasil-Hasil Penelitian EBN Tahun 2015 ISSN 0854-5561 168
2. Tadashi IKEHARA, Yoshihira ANDO, and Munenari YAMAMOTO, Fission Product Model for BWR Analysis With Improved Accuracy in High Burnup. Journal of Nuclear Science and Technology Vol 35 No.8 p. 527-537. August 1998
3. Kiyoshi Inoue, Kaoru Taniguchi, Toshifumi Murata, Hidehiko Mitsui and A Kira Doi. Burnup Determination of Nuclear Fuel. Mass Spectroscopy, Original Papers. Vol 17 No. 4. Desember 1969
4. L.A.A. Terramoto, C.A. Zeituni, J.A. Perrotta, J.E.R. da Silva. Gamma-ray Spectroscopy on Irradiated MTR Fuel Elements. Nuclear Instruments & Methods In Physics Research. A.450 (2000) Instituto de Pesquisas Energeticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP)

5. Dwi Biyantoro, M.V. Purwani. Optimasi Pemisahan Zr-Hf Dengan Cara Ekstraksi Memakai Solven TOPO. J. Tek Bhn Nukl, Vol 9 No.1 Januari 2013, ISSN 1907-2635, 416/AU2/P2MI-LIPI/04/2012
6. Dwi Biyantoro, R. Subagiono, Kris Tri Basuki, Rosyidin. Pemisahan U Dari Unsur-unsur Pengotor Zr dan Ru Dengan Cara Membran Emulsi Memakai D2EHPA. Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V, ISSN 1410-1998. P2TBDU dan P2BGN Batan Jakarta, 22 Februari 2000
7. Kris Tri Basuki, Dwi Biyantoro, Kinetika Reaksi Pemisahan Zr-Hf Pada Ekstraksi Cair-cair Dalam Media Asam Nitrat. J.Tek Bhn Nuklir Vol 7 No 1, Januari 2011 1-73. ISSN 1907 – 2635, 261/AU1/P2MBI/05/2010
8. MV Purwani, Suyanti, Muhadi AW, Ekstraksi Konsentrat Neodimium Memakai Asam Di-2-Etil Hexil Fosfat. Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir, Yogyakarta, 25-26 Agustus 2008, ISSN 1978-0176. PTAPB-BATAN
9. Noviarty, Andi Haidir, Yanlinastuti, Sutri Indaryati, Dian A, Rosika, Boybul, Pembakuan Metode Uji Fisiko Kimia Pelat Elemen Bakar U-7Mo/Al Dan U-6Zr/Al Pasca Iradiasi.Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN Hasil-Hasil Penelitian EBN. Tahun 2015 ISSN 0854-5561
10. Yanlinastuti, Noviarty, S. Fatimah, Iis Haryati, Sutri Indaryati, Boybul, Sayydatun Nisa, Arif Nugroho. Metode Pemisahan Unsur Uranium Dan Molibdenum Dalam PEB U7Mo-Al Pra Iradiasi Menggunakan Metode Ekstraksi. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-PTBBN. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN Hasil-Hasil Penelitian EBN. Tahun 2015 ISSN 0854-5561
11. Yanlinastuti, Dian Anggraini, S. Fatimah, Yusuf Nampira, Penentuan Kadar Zirkonium Dalam Paduan U-Zr Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Dengan Pengompleks Arsenazo III.Seminar Nasional SDM Teknologi Nuklir VII. Yogyakarta, 16 November 2011 ISSN 1978-0176
12. R. Didiek Herhady, Busron Masduki, Sigit. Pemisahan Uranium Dari Hasil Belah Zr Dan Ru Dengan Menggunakan TBP 30%Dodekan Dalam Medium Asam Nitrat Sebagai Bahan Ekstraktor. Hasil Pertemuan Ilmiah Penelitian dan Pengembangan Teknologi Isotop dan Radiasi 2000. Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta, Pusat Elemen Bakar Nuklir, BATAN
13. Kris Tri Basuki, Dwi Biyantoro, Kinetika Reaksi Pemisahan Zr – Hf Pada Ekstraksi Cair – Cair Dalam Media Asam Nitrat. Tek. Bhn. Nukl. Vol. 7 No. 1 Januari 2011: 1 – 73, ISSN 1907 – 2635, 261/AU1/P2MBI/05/2010. Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir – BATAN, Yogyakarta, Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan – BATAN, Yogyakarta

14. Ghaib Widodo, Sigit, Kris Tri Basuki, Kasmudin, Antony S. Pengaruh Keasaman Umpan, Pengadukan , Waktu, Dan Suhu Terhadap Efisiensi Proses Ekstraksi-Stripping. Uranium-Molibdenum/Aluminium. Urania Vol. 19 No. 3, Oktober 2013 : 119 – 174 ISSN 0852-4777. 1. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN. Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, 15314. 2. Pusat Teknologi Aselelator dan Proses Bahan-BATAN, Yogyakarta

Lampiran

Tabel 1. Pengaruh waktu ekstraksi Zr terhadap koefisien distribusi dan efisiensi

| No | Waktu | Ekstraksi Zr | | Kd | Efisiensi (%) |
|----|---------|--------------|---------|-------|---------------|
| | (menit) | FA, ppm | FO, ppm | | |
| 1 | 10 | 89,833 | 10,167 | 0,113 | 10,17 |
| 2 | 20 | 69,600 | 30,400 | 0,437 | 30,40 |
| 3 | 30 | 55,167 | 44,833 | 0,813 | 44,83 |
| 4 | 40 | 53,750 | 46,250 | 0,860 | 46,25 |
| 5 | 50 | 52,500 | 47,500 | 0,905 | 47,50 |

Tabel 2. Pengaruh keasaman ekstraksi Zr terhadap koefisien distribusi dan efisiensi

| No | Konsentrasi asam | Ekstraksi Zr | | Kd | Efisiensi (%) |
|----|----------------------|--------------|--------|-------|---------------|
| | HNO ₃ (M) | FA, ppm | FO | | |
| 1 | 1,0 | 91,402 | 8,598 | 0,094 | 8,61 |
| 2 | 2,0 | 80,585 | 19,415 | 0,241 | 19,42 |
| 3 | 3,0 | 66,714 | 33,286 | 0,499 | 33,29 |
| 4 | 4,0 | 46,229 | 53,771 | 1,163 | 53,77 |
| 5 | 5,0 | 28,087 | 71,913 | 2,560 | 71,91 |
| 6 | 6,0 | 53,578 | 46,422 | 0,866 | 46,42 |
| 7 | 7,0 | 55,323 | 44,677 | 0,808 | 44,68 |

Tabel 3. Pengaruh ekstrak dan ekstraksi Zr terhadap koefisien distribusi dan efisiensi

| No | Konsentrasi | Ekstraksi Zr | | Kd | Efisiensi (%) |
|----|-------------|--------------|---------|-------|---------------|
| | TBP/OK | FA, ppm | FO, ppm | | |
| 1 | 10:90 | 94,649 | 5,351 | 0,057 | 5,35 |
| 2 | 20:80 | 83,905 | 16,095 | 0,192 | 16,10 |
| 3 | 30:70 | 73,897 | 26,103 | 0,353 | 26,10 |
| 4 | 40:60 | 68,137 | 31,863 | 0,468 | 31,86 |
| 5 | 50:50 | 62,663 | 37,337 | 0,596 | 37,34 |
| 6 | 60:40 | 70,670 | 29,330 | 0,415 | 29,33 |

Tabel 4. Pengaruh konsentrasi umpan ekstraksi Zr terhadap koefisien dirtribusi dan efisiensi

| No | Konsentrasi Umpan (ppm) | Ekstraksi Zr | | Kd | Efisiensi (%) |
|----|-------------------------|--------------|---------|-------|---------------|
| | | FA, ppm | FO, ppm | | |
| 1 | 50 | 12,782 | 37,218 | 2,912 | 74,44 |
| 2 | 100 | 42,921 | 57,079 | 1,330 | 57,08 |
| 3 | 150 | 72,114 | 77,886 | 1,080 | 51,92 |
| 4 | 200 | 111,803 | 88,197 | 0,789 | 44,10 |
| 5 | 250 | 161,831 | 88,169 | 0,545 | 35,27 |

Tabel 5. Pengaruh keasaman *stripping* Zr terhadap efisiensi

| No | Konsentrasi H ₂ SO ₄ (M) | <i>Stripping</i> Zr | | Efisiensi (%) | Efisiensi Total Total (%) |
|----|--|---------------------|---------|---------------|---------------------------|
| | | FA, ppm | FO, ppm | | |
| 1 | 0,5 | 20,161 | 61,377 | 32,847 | 20,161 |
| 2 | 1,5 | 22,197 | 59,341 | 37,406 | 22,197 |
| 3 | 2,0 | 24,952 | 56,586 | 44,096 | 24,952 |
| 4 | 3,0 | 18,340 | 63,198 | 29,019 | 18,340 |
| 5 | 4,0 | 14,435 | 67,103 | 21,511 | 14,435 |

Tabel 6. Pengaruh waktu *stripping* Zr terhadap efisiensi

| No | Waktu (menit) | <i>Stripping</i> Zr | | | Efisiensi Total (%) |
|----|---------------|---------------------|---------|---------------|---------------------|
| | | FA, ppm | FO, ppm | Efisiensi (%) | |
| 1 | 5 | 8,681 | 38,401 | 18,44 | 8,68 |
| 2 | 10 | 8,789 | 38,293 | 18,67 | 8,79 |
| 3 | 20 | 10,927 | 36,155 | 23,21 | 10,93 |
| 4 | 30 | 18,342 | 28,740 | 38,96 | 18,34 |
| 5 | 40 | 18,823 | 28,259 | 39,98 | 18,82 |
| 6 | 50 | 17,754 | 29,328 | 37,71 | 17,75 |