

# Pembuatan Bahan Acuan Standar (Standard Reference Material/SRM) untuk Pengujian Kadar Pengotor Co, Al, Be, B dan Cd di dalam Serbuk $UO_2$ dan $U_3O_8$

Purwadi Kasino Putro

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN  
Kawasan PUSPIPTEK SERPONG  
[purwadi@batan.go.id](mailto:purwadi@batan.go.id)

**ABSTRAK** — PEMBUATAN BAHAN ACUAN STANDAR (STANDARD REFERENCE MATERIAL/SRM) UNTUK PENGUJIAN KADAR PENGOTOR Co, Al, Be, B dan Cd, DI DALAM SERBUK  $UO_2$  DAN  $U_3O_8$ . Dalam upaya untuk menerapkan sistem ketertelusuran pada pengujian kimia terhadap standar nasional, terutama dalam pengujian analisis kandungan pengotor uranium dalam bahan bakar nuklir di Indonesia. Telah dibuat serbuk standar kadar pengotor Co, Al, Be, Cd dan B di dalam uranium oksida yaitu serbuk  $UO_2$  dan  $U_3O_8$  standar acuan bersertifikat (Certified Reference Material / CRM) yang akan menyediakan ketertelusuran pengukuran terhadap standar Nasional. Standar acuan ini diperlukan oleh laboratorium Bahan Bakar Nuklir untuk mengkalibrasi alat instrumen pada analisis kandungan pengotor uranium dalam Bahan Bakar Nuklir dan kontaminan serta polutan logam uranium di dalam padatan dan cairan. Serbuk standar logam ini dibuat dengan cara melakukan homogenisasi selama lebih kurang 8 jam, kemudian bahan tersebut dipanasi dengan temperatur 150 °C untuk serbuk  $UO_2$  dan 400 °C untuk serbuk  $U_3O_8$ . Bahan acuan standar yang akan dibuat tersebut diperoleh dari serbuk  $U_3O_8$  dan  $UO_2$  uranium alam curah yang ada di PTBN-BATAN, lalu dipanaskan selama 4 jam hingga beratnya konstan, kemudian dianalisis kadar uraniumnya dengan menggunakan metoda potensiometri guna mengetahui sifat homogenisasi dan kestabilan dari masing-masing bahan baku acuan standar tersebut. Untuk mengetahui kadar pengotor Co, Al, Be, Cd dan B didalam uranium tersebut digunakan metoda spektrometri serapan atom (AAS) dan *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission spectroscopy* (ICP-AES). Untuk membandingkan hasil kadar pengotor Co, Al, Cd, Be dan B di dalam bahan acuan tersebut, maka digunakan bahan acuan standar yang diperoleh dari New Brunswick Laboratory (NBL) Amerika 124 [1-7] sebagai standar primer untuk ketertelusuran pengukurannya. Dengan membandingkan nilai hasil uji dari sertifikat NBL laboratory dengan hasil uji bahan acuan yang kita buat, dan melakukan uji profisiensi antar laboratorium uji, maka nilai sertifikat dari bahan acuan kadar pengotor Co, Al, Be, Cd dan B di dalam serbuk  $UO_2$  dan  $U_3O_8$  yang telah diperoleh tersebut dapat digunakan sebagai bahan acuan.

**Kata Kunci:** Bahan acuan standar, Sertifikasi, analisis kandungan pengotor.

**ABSTRACT** — THE PREPARATION REFERENCE MATERIAL STANDARD FOR DETERMINATION OF IMPURITIES CONTENT OF Co, Al, Be, B AND Cd, IN  $UO_2$  AND  $U_3O_8$  POWDER. In an effort to apply the system to test chemical traceability against national standards, especially in the analysis of impurities in uranium content in the nuclear fuel in Indonesia. Have been made the impurities content of Co, Al, Cd, Be and B in powdered uranium oxide  $UO_2$  and  $U_3O_8$  certified reference standard (Certified Reference Material / CRM) which will provide measurements of traceability national standards. This reference standard is required by the Nuclear Fuel laboratory to calibrate the instrument on the analysis of the impurities content in uranium okside in Nuclear Fuel and contaminants and pollutants of uranium metal in solid and liquid. Standard material uranium oxide powder are made by doing homogeneous for about 8 hours, then the material is heated to 150 °C temperature for  $UO_2$  powder and 400 °C for  $U_3O_8$  powder. The standard reference material will be obtained from  $U_3O_8$  and  $UO_2$  powder of natural uranium bulk in PTBN-BATAN, then heated for 4 hours until a constant weight, then analyzed the uranium content by using a potentiometry method to determine the homogenization and stability of each reference material standards. To determine of impurities content of Co, Al, Cd, Be and B in the uranium oksida powder are using by Atomic Absorption Spectrometry (AAS) and *Inductively Coupled plasma - Atomic Emission Spectroscopy* (ICP-AES). To compare the levels of impurities Co, Al, Cd, Be and B in the uranium oksida ( $U_3O_8$  dan  $UO_2$ ) powder material, then the use of standard reference materials obtained from the New Brunswick Laboratory (NBL) United States 124 [1-7] as the primary standard for measurement traceability. By comparing the value of the test results from NBL Laboratory of existing certificates with test results of reference materials that we make, and to conducting the proficiency testing, then the value of certificates of reference materials impurity levels Co., Al, Be, Cd and B in the  $UO_2$  and  $U_3O_8$  powder obtained can be used as reference material

**Key words:** Reference material standard, Certification, Impurities content analysis.

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Kadar pengotor Co, Al, Cd, Be dan B di dalam bahan bakar uranium yang akan digunakan sebagai bahan bakar nuklir di dalam elemen bakar reaktor nuklir perlu diketahui dengan benar guna menjaga keselamatan operasi reaktor nuklir. Kadar Pengotor tersebut akan mengganggu jalannya operasi yang terjadi di dalam teras reaktor nuklir, dikarenakan bahan-bahan pengotor tersebut di atas merupakan penangkap neutron (*neutron capture*) yang ada di dalam bahan bakar tersebut. Untuk mengetahui jumlah kadar pengotor Co, Al, Cd, Be dan B di dalam bahan bakar uranium yang akan digunakan sebagai bahan bakar nuklir secara benar diperlukan adanya bahan acuan standar yang mempunyai hasil uji pengotor tersebut dengan nilai benar dan tertelusur.

Dalam rangka menjamin mutu hasil analisis, diperlukan suatu ketertelusuran (*traceability*) dari hasil pengukuran tersebut ke suatu standar yang diakui baik secara nasional maupun internasional. Standar yang dimaksud di sini adalah SI (Standar Internasional satuan Ukuran). Apabila ketertelusuran ke SI tidak memungkinkan, dan hal ini sering terjadi dalam analisis kimia, maka diperlukan CRM (*Certified Reference Materials*) sebagai standar penggantinya.

### B. Permasalahan

1. Kasus kasus pencemaran dan kecelakaan nuklir yang memerlukan penyelesaian secara /melalui jalur hukum memerlukan barang bukti berupa hasil analisis yang akurat.
2. Bahan acuan (*reference materials*) yang dapat dipakai untuk pengendalian mutu. Hasil analisis masih sangat terbatas kesediaannya di luar negeri, apalagi di dalam negeri dan bila untuk diterapkan di Indonesia mempunyai masalah harga yang tak terjangkau dan pada sifat kestabilannya (masalah pengadaan yang menyita waktu akan menyebabkan " *expire date* " cepat habis masanya). Adanya kelangkaan ini sama sekali tidak diharapkan di Indonesia, dimana jaminan dan pengendalian mutu hasil pengujian itu semakin mutlak diperlukan oleh Industri Bahan Bakar Nuklir. Hal ini dapat diatasi apabila bahan acuan tersebut dapat dibuat di Indonesia, sehingga masalah pengadaan dan sifat kestabilannya jauh lebih mudah diatasi.
3. Dalam penelitian pembuatan standar bahan acuan serbuk uranium oksida ini sertifikasi standar acuan /*reference standard* adalah kunci kegiatan yang dapat menentukan dapat tidaknya bahan tersebut digunakan sesuai dengan tujuannya. Untuk itu diperlukan metode primer, yaitu metode analisis yang tertelusur langsung ke standar nasional/internasional satuan ukuran (S I)

### C. Tujuan

1. Meningkatkan keandalan (*reliability*) dan Validitas data analisis kadar uranium yang dihasilkan oleh laboratorium - laboratorium Industri Elemen Bahan Bakar Nuklir melalui penggunaan bahan acuan.
2. Meningkatkan keandalan dan validitas nilai bahan acuan untuk pengujian kadar uranium dalam bahan bakar nuklir melalui cara sertifikasi menggunakan metode analisis primer yang memiliki ketertelusuran ke standar internasional (SI), atau ke bahan bersertifikat (CRM) yang diakui secara internasional.
3. Membuat dan mensertifikasi serbuk standar uranium oksida sebagai standar acuan (*reference standard*) untuk pengujian unsur kadar uranium.

Dengan data yang andal dan valid itu, maka komparabilitas data analisis antar laboratorium akan baik, yang berarti pula bahwa kemampuan pengujian meningkat.

Pada penelitian ini yang akan dilakukan adalah membuat kandidat bahan acuan serbuk standar uranium oksida (UO<sub>2</sub> dan U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) yang mengandung kadar unsur pengotor logam Co, Al, Cd, Be dan B untuk digunakan sebagai standar acuan (*reference standar*) dalam pengujian kadar pengotor uranium oksida yang akan digunakan sebagai bahan bakar nuklir dan juga dapat digunakan untuk mengkalibrasi peralatan ukurnya.

Untuk mengetahui tingkat kestabilan dari bahan acuan yang telah dibuat digunakan metoda potensiometri dengan menggunakan acuan ISO 35. Metode Titration Potensiometri diatas digunakan karena merupakan metode primer, artinya memiliki *traceability* (ketertelusuran) langsung ke SI (Standar internasional satuan ukuran) sehingga mempunyai akurasi yang tertinggi. Dengan demikian validasi sertifikasi bahan acuan akan lebih terjamin

Sedangkan untuk menentukan kadar pengotor Co, Al, Be, Cd dan B didalam uranium tersebut digunakan metoda spektrometri serapan atom (AAS) dan Inductively coupled plasma- Atomic Emission spectroscopy (ICP-AES). Untuk membandingkan hasil kadar pengotor Co, Al, Cd, Be dan B didalam bahan acuan tersebut, maka digunakan bahan acuan standar yang diperoleh dari New Brunswick Laboratory (NBL) Amerika 124 (1-7) sebagai standar primer untuk ketertelusuran pengukurannya. Dengan membandingkan nilai hasil uji dari sertifikat NBL laboratory dengan hasil uji bahan acuan yang kita buat, dan melakukan uji profisiensi antar laboratorium uji, maka nilai sertifikat dari bahan acuan kadar pengotor Co, Al, Be, Cd dan B di dalam serbuk UO<sub>2</sub> dan U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> yang telah diperoleh tersebut dapat digunakan sebagai bahan acuan.

## II. METODOLOGI

### A. Bahan dan Alat

#### Bahan yang digunakan:

- Serbuk  $U_3O_8$
- $FeSO_4$
- $H_3PO_4$  pekat
- $K_2Cr_2O_7$  0,027 N
- $NH_2SO_3H$  1,5M
- $HNO_3$  pekat 65%, 15,9 M
- $HClO_4$
- Tritrosol Vanadilsulfat
- Air demineral

#### Alat-alat:

- Titroprosesor 672-Methrohm Switzerland
- Dosimat 655
- Pengaduk magnit (stirer)
- Elektroda Pt dan Elektroda Kalomel (elektroda ganda)
- Stop Watch
- Alat-alat gelas lainnya
- Pemanas
- Timbangan

#### Pembuatan Pereaksi:

- Larutan  $K_2Cr_2O_7$  0,027 N  
1,324 g kalium bikromat dilarutkan dalam 1 liter air demineral.
- Larutan asam amidosulfonat 1,5M  
146 g amidosulfonat dilarutkan dalam 1 liter air demineral.
- Larutan  $FeSO_4$  1,0 M  
280 g  $FeSO_4$  dilarutkan dalam larutan 1,8 M asam sulfat, yaitu 600 mL air demineral ditambah 100 mL asam sulfat pekat 95-97% kemudian ditepatkan menjadi 1 liter dengan air suling.
- Larutan 0,4 g/l Vanadium dalam larutan 4,8%  $H_2SO_4$   
2150 mL air demineral ditambahkan 125 mL  $H_2SO_4$  pekat, ditambah 1 ampul tritrosol 1,0 g Vanadium, kemudian ditepatkan menjadi 2,5 l dengan air demineral.
- Larutan  $U_3O_8$  100 ppm  
Ditimbang 1,1800 g  $U_3O_8$  dilarutkan dalam  $HNO_3$  pekat 65% 1:1 secukupnya dipanaskan hingga larutan sempurna, setelah dingin dilarutkan menjadi 10 mL dengan air demineral.
- Larutan A  
Ditimbang 4 g amonium heptamolibat  $4H_2O$  dilarutkan dalam 400 mL air demineral, ditambah 500 mL  $HNO_3$  pekat 65%, kemudian ditambahkan 100 mL asam amido sulfonat 1,5 M.

### B. Metode

#### 1) Titrasi Potentiometri

Ambil cuplikan alikot 50 mL, kemudian masukan kedalam beker gelas 400 mL, panaskan hingga kering. Kemudian tambahkan beberapa mL air, dan 2 mL  $HClO_4$

panaskan hingga  $HClO_4$  berasap, pemanasan ini bermaksud untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang mengganggu dalam proses reaksi ini.

Setelah dingin tambahkan 10 mL air, lalu masukan 2 mL asam amido sulfonat dan 16 mL  $H_3PO_4$  pekat serta 2 mL  $FeSO_4$  kemudian panaskan sampai  $40^\circ C$ . Setelah itu tambahkan 4 mL larutan A, kemudian diaduk selama 3 menit. Pemanasan dan pengadukan dilakukan agar reaksi berjalan cepat dan sempurna.

Tambahkan Vanadil Sulfat 40 mL, kemudian elektroda dicelupkan dalam larutan dan dititrasi dengan  $K_2Cr_2O_7$  0,027 N(2)

Kadar uranium (%) dihitung dengan menggunakan rumus:

$$U\% = \frac{VT \times 3,2134 \times 100 \times K}{I \times V}$$

di mana,

VT = Volume titran (mL)

I = Berat total (mg)

V = Volume alikot (mL)

K = Pengenceran (mL)

#### 2) Penentuan Homogenitas

Penentuan Homogenitas Serbuk Uranium Oksida yang akan digunakan sebagai bahan acuan standar material dilakukan sebagai berikut:

1. Ambil serbuk uranium oksida dalam wadah, kemudian dihomogenisasikan dengan alat pencampur (blending machine), setelah selesai kemudian diambil.
2. Ambil secara statistik sampel masing-masing 0,5 gram sebanyak 10 buah
3. Sampel yang ada dianalisis dengan menggunakan alat Titrasi Potensiometrik dengan metoda Davies-Gray termodifikasi
4. Hasi yang diperoleh dihitung menggunakan statistik uji homogenitas

#### 3) Rumus yang digunakan

Kriteria 1.:

$$F_{hitung} < F_{tabel}(p, db_1, db_2)$$

di mana:  $F_{hitung} = MSB/MSW$

Kriteria 2.:

$$SD_{sampling} / \sigma < 0,3$$

di mana:  $SD_{sampling} = \sqrt{(MSB-MSW) / 2}$

$$\sigma = 1,1$$

Kriteria-kriteria yang digunakan sesuai dengan ISO 35

#### 4) Prosedur Analisis pengotor (impurities) dalam serbuk $UO_2$ dan $U_3O_8$

1. Ditimbang serbuk  $UO_2$  dalam beaker gelas sebanyak 1.0020 gram
2. Tambah dengan 10 ml  $HNO_3$  3M lalu panaskan sampai larut dan kisas
3. Tambah lagi 10 ml  $HNO_3$  3 M lalu panaskan lagi sampai kisas, dinginkan

4. Masukkan ke dalam labu ukur 25 ml, tambahkan  $\text{HNO}_3$  3 M sampai tanda batas
5. Ekstraksi dengan 25 ml campuran TBP:Hexan (7:3) selama 5 menit, kemudian diadukan sampai terpisah antara fase air dan fasa organik.
6. Pisahkan fasa air dan organiknya
7. Ulangi ekstraksi sampai diperoleh fasa air yang betul-betul tidak mengandung uranium lagi (larutan sudah tidak berwarna lagi).
8. Fasa air siap diukur dengan Alat AAS dan ICP - AES

5) Pengukuran dengan menggunakan alat AAS dan ICP - AES

Air demineral dialirkan melewati kapiler masuk kedalam ke dalam nyala dari alat burner pada AAS dan penunjukan alat ukur dibuat nol, kemudian lakukan optimasi alat absorbansi terhadap unsur-unsur yang akan dianalisis. Setelah itu ke dalam nyala berturut-turut dialirkan larutan standar dari unsur yang akan dianalisis mulai dari konsentrasi yang kecil hingga yang terbesar. Dicatat absorbansi dari setiap larutan standar yang telah di analisis. Kemudian larutan contoh dialirkan ke dalam nyala, dan dicatat nilai absorbansi dari unsur yang telah dianalisis. Kemudian dihitung konsentrasi cuplikan yang ada dalam larutan dengan menggunakan regresi linear

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Validasi metode untuk analisis uranium didalam bahan bakar  $\text{U}_3\text{O}_8$  secara titrasi Potensiometrik dapat dilihat dibawah ini:

1) Uji Presisi metoda

Untuk mengetahui unjuk kerja dari metode ini dihitung ketelitian dan akurasi dari metode tersebut berdasarkan hasil analisis uranium standar, yang dihitung berdasarkan nilai yang tercantum dalam sertifikat dari uranium standar. Kadar uranium dari sertifikat (CRM) dari NBL adalah 84.798 %. Hasil analisis kadar uranium dalam uranium standar (CRM  $\text{U}_3\text{O}_8$ ) dengan metode titrasi potensiometri seperti pada Tabel 1.

TABEL 1.  
HASIL ANALISIS KADAR URANIUM  
DALAM SERBUK  $\text{U}_3\text{O}_8$  STANDAR

Ulangan	Kadar U (%)
1	84.784
2	84.855
3	84.519
4	84.567
5	84.952
6	84.615
7	84.399
Rata-rata	84.670
SD	0.199
RSD,%	0.235
Akurasi,%	99.998

Dari hasil analisis yang tercantum pada Tabel 1 di atas didapatkan Relatif Standar Deviasi sebesar 0.235 % dan akurasi metode sebesar 99.998 %.

2) Uji Akurasi

Uji akurasi dari metode ini dilakukan dengan uji rekoveri, yaitu dengan mengukur larutan standar acuan primer  $\text{U}_3\text{O}_8$  NBL yang konsentrasinya 100 mg/l U

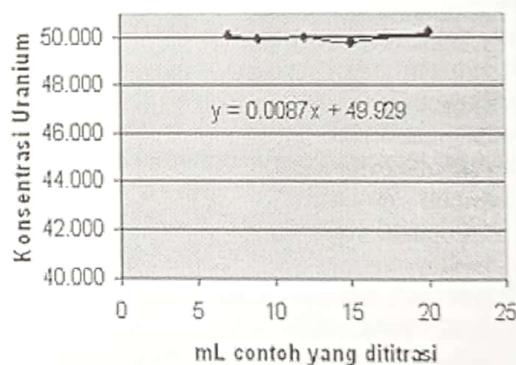
Dari hasil analisis larutan standar acuan primer Uranium yang dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan, dihasilkan data yang dapat dilihat pada tabel 1, jadi nilai % recovery adalah  $(84,670 / 84,798) \times 100 \% = 99,80 \%$

3) Uji Linieritas

Uji linieritas dilakukan dengan cara membuat kurva hubungan antara mL, contoh yang dititrasi terhadap konsentrasi. Data hasil percobaan ini dapat dilihat pada tabel 2 dibawah ini.

TABEL 2.  
DATA Uji LINIERITAS LARUTAN STANDAR URANIUM

Contoh yang dititrasi (mL)	Konsentrasi Uranium yang diperoleh (mg/L)
7	50,129
9	49,936
12	50,065
15	49,808
20	50,258



Gambar 1. Kurva Linieritas larutan standar Uranium

Dari data pada Tabel 2 didapatkan garis linier (Gambar 1) dengan persamaan garis  $Y = bX + a$ , yaitu  $Y = 0,0087 + 49,929X$ . Dari persamaan tersebut didapat nilai intersep yaitu 49,929 mg/L dan nilai slope 0,0087 mg/L. Dikatakan tidak linier apabila perbandingan slope dengan intersep  $> 0,1\%$  [5].

Dari persamaan diatas, maka diperoleh hasil perbandingan nilai intersep dengan nilai slope adalah 0,0174%. Maka dari hasil tersebut dapat dikatakan bahwa hasil titrasi memberikan hubungan yang linier pada volume 7 sampai 20 mL.

4) Uji Kesalahan Sistemik Metoda

Penentuan kesalahan sistemik dilakukan dengan cara melakukan titrasi terhadap berbagai volume (mL) larutan standar Uranium, kemudian dibuat kurva antara volume standar Uranium yang dititrasi terhadap

volume titran  $K_2Cr_2O_7$  dan ditentukan persamaan garis regresi serta intersepnya.

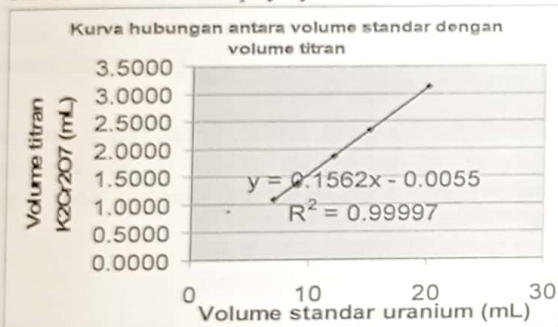
Titration dikatakan tidak memberikan kesalahan sistematis yang cukup berarti apabila nilai intersep dari persamaan garis regresi  $>10\mu L$  [5]. Data yang diperoleh pada uji kesalahan sistematis dapat dilihat pada Tabel 3.

TABEL 3.

DATA Uji KESALAHAN SISTEMATIK LARUTAN STANDAR URANIUM

Volume larutan standar Uranium (mL)	Volume titran $K_2Cr_2O_7$ (mL)
7	1,0892
9	1,4004
12	1,8672
15	2,3340
20	3,1200

Kurva hasil pengujian kesalahan sistematis dapat dilihat pada Gambar 2 dan diperoleh persamaan garis  $Y = 0,1562X - 0,0055$  dengan nilai  $R^2 = 0,99997$ . Dari persamaan tersebut menunjukkan bahwa pada titration ini tidak terjadi kesalahan sistematis yang cukup berarti, karena intersep =  $0,0055 \text{ mL} = 5,5 \mu L$ . Jadi apabila dilihat hasil intersep dari hasil persamaan garis diatas, maka metoda Davies-Gray termodifikasi tidak memberikan kesalahan sistematis. Hal ini dapat dilihat dari hasil nilai intersepnya yaitu lebih kecil dari  $10 \mu L$ .



Gambar 2. Kurva hasil pengujian kesalahan sistematis

5) Hasil Uji Homogenitas Bahan Bakar Uranium Oksida ( $U_3O_8$  dan  $UO_2$ )

CONTOH :  $U_3O_8$

Parameter yang di uji : Konsentrasi uranium

Contoh	Konsentrasi (mg/L)		A+b (C)	A-b (D)	$(C-C_c)^2$	$(D-D_c)^2$
	A	b				
1	3,553	3,538	7,091	0,015	0,002	0,001
2	3,554	3,559	7,113	-0,005	0,004	0,002
3	3,518	3,312	6,83	0,206	0,049	0,027
4	3,538	3,53	7,068	0,008	0,000	0,001
5	3,534	3,527	7,061	0,007	0,000	0,001
6	3,553	3,516	7,069	0,037	0,000	0,000
7	3,576	3,556	7,132	0,020	0,006	0,000
rata-rata	3,547	3,505	$C_c = 7,052$	$D_c = 0,041$		
jumlah					$E = 0,0616$	$F = 0,0327$
s	0,018	0,087				

Standar Deviasi (mg/L):  $A = 0,018492$  ;  $b = 0,086683$

$MSB = E/2(n-1) : 0,005129$

$MSW = F/2n : 0,002$

F hitung =  $MSB/MSW : 2,19478$

F tabel (tingkat kepercayaan 95%) : 4,28

F hitung < F tabel : Sampel homogen menggunakan perhitungan kriteria 1

CONTOH :  $UO_2$

Parameter yang di uji : Konsentrasi uranium

Contoh	Konsentrasi (mg/L)		A+b (C)	A-b (D)	$(C-C_c)^2$	$(D-D_c)^2$
	A	b				
1	8,972	9,742	18,714	-0,77	0,038	0,013
2	8,993	9,836	18,829	-0,843	0,096	0,034
3	8,913	9,411	18,324	-0,498	0,038	0,026
4	9,069	9,517	18,586	-0,448	0,005	0,044
5	8,92	9,558	18,478	-0,638	0,002	0
6	8,858	9,741	18,599	-0,883	0,007	0,051
7	8,873	9,447	18,32	-0,574	0,039	0,007
8	8,844	9,453	18,297	-0,609	0,049	0,002
rata-rata	8,930	9,588	18,518	-0,658		
jumlah					0,274	0,177
s	0,077	0,162				

Standar Deviasi (mg/L):  $A = 0,018492$ ;  $b = 0,086683$

$MSB = E/2(n-1) : 0,0195$

$MSW = F/2n : 0,011$

F hitung =  $MSB/MSW : 1,767$

F tabel (tingkat kepercayaan 95%) : 3,44

F hitung < F tabel : Sampel homogen menggunakan perhitungan kriteria 1

Dari hasil hasil perhitungan uji homogenitas terhadap sampel serbuk uranium oksida yang akan digunakan sebagai kandidat bahan acuan dan telah mengalami perlakuan hpmogenisasi dengan cara blending secara mekanik, terlihat bahwa hasil perhitungan menunjukkan sampel homogen. Hal ini dinyatakan dalam hasil perhitungan bahwa F hitung < F tabel, sehingga bahan bakar uranium oksida yang digunakan sebagai kandidat bahan acuan standar dapat digunakan sebagai bahan yang akan di uji komposisi pengotornya.

6) Hasil Penentuan Kadar Pengotor di dalam Bahan Bakar Uranium Oksida

Penentuan kadar pengotor/impuritas logam B, Be, Cd, Co dan Al di dalam Bahan Bakar uranium oksida ( $UO_2$  dan  $U_3O_8$ ) dengan metoda AAS dan ICP - AES dapat dilihat pada tabel 4.

Pada Tabel 4 terlihat bahwa nilai  $R^2$  dari persamaan regresi unsur Be, Co, Cd, B dan Al berkisar antara 90% sampai 99%. Pustaka ASTM menyatakan bahwa nilai  $R^2$  pada metode spektrometri dalam kisaran atau lebih besar 98% dan bila berada lebih kecil dari 90% ketepatan antara persamaan dan data ukur kurang baik. Untuk meningkatkan nilai  $R^2$  dapat dilakukan dengan menambah konsentrasi bahan standar dengan cara

TABEL 4.

DATA PERSAMAAN, KOEFISIEN REGRESI DAN LIMIT DETEKSI DARI PENGUKURAN BAHAN STANDAR B, Be, Cd, Co DAN Al

Unsur	ICP-AES			
	Daerah Kerja (ppm)	Persamaan	R <sup>2</sup>	LD (ppm)
B	0 - 0,2	y = 432,5x - 31,25	0,9651	0,012
Be	0 - 0,4	y = 40569x - 1427,3	0,9492	0,036
Cd	0 - 0,2	y = 122,5x - 24,217	0,9050	0,072
Co	0 - 0,4	y = 63,943x - 7,64	0,9847	0,247
Al	0 - 4	y = 55,182x - 10,556	0,9958	0,303
AAS				
Be	0 - 4	y = 0,0301x - 0,0036	0,9953	0,001
Cd	0 - 0,4	y = 0,1203x + 0,0012	0,9963	0,007
Co	0 - 2	y = 0,0084x	0,9982	0,002
Al	0 - 100	y = 0,0008x + 0,0019	0,9979	0,004

penguapan. Untuk menentukan limit deteksi dapat digunakan rumus sebagai berikut :

$$LD = BLK + 3 SD$$

LD : Limit Deteksi  
BLK : Blangko  
SD : Standar Deviasi

Hasil perhitungan seperti yang tercantum pada Tabel 4. Pada tabel tersebut terlihat bahwa limit deteksi unsur pengotor menggunakan metoda ICP-AES lebih besar daripada dengan metoda AAS. Hal ini disebabkan oleh daerah kerja metoda AAS lebih lebar daripada metoda ICP-AES.

Pengukuran unsur-unsur pengotor B, Be, Cd, Co dan Al dalam serbuk bahan bakar UO<sub>2</sub> dan U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> dengan menggunakan metoda ICP-AES dan AAS dapat dilihat pada Tabel-5 dibawah ini.

TABEL-5

HASIL ANALISIS UNSUR Al, Be, Co, Cd DALAM U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> SRM DAN UO<sub>2</sub> DENGAN AAS

No.	Unsur	SRM U3O8 124-1		Serbuk UO2	
		Nilai Sertifikat	Praktis	Sertifikat Uji	Praktis
1.	Al	197 - 229	199.273	< 5	3.050
2.	Be	43 - 50	42.438	-	0.000
3.	Co	10 - 45	34.842	-	0.000
4.	Cd	4.8 - 7.0	6.154	< 0.2	0.660
5.	B	5.0 - 7.0	4.9	< 2	ttd

#### 7) Hasil Uji Akurasi

Akurasi dimaksudkan untuk melihat apakah metode analisis tersebut dapat menghasilkan hasil analisis yang mendekati nilai benar atau hasil yang sama dengan nilai yang tercantum dalam sertifikat dari SRM. Akurasi metode dinyatakan dengan nilai perolehan kembali (% recovery) yang dihitung dengan rumus sebagai berikut [3]:

$$Recovery = \frac{\text{Hasil analisis}}{\text{Nilai SRM}} \times 100\%$$

Uji ini dilakukan dengan menganalisis kadar unsur-unsur dalam U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> standar, untuk setiap unsur dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Hasil analisis untuk uji akurasi analisis dicantumkan pada tabel 6.

TABEL-6.

HASIL PENENTUAN AKURASI ANALISIS UNSUR Al, Be, Co, B dan Cd DALAM U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> STANDAR

No.	Unsur	Kadar (ppm)		Akurasi, %
		Sertifikat	Hasil analisis	
1	Al	207.0	199.273	96.27
2	Be	47.0	42.438	90.29
3	Co	32.0	34.842	91.84
4	Cd	6.0	6.154	102.57
5	B	5.1	4.9	96.08

Dari hasil pengujian kadar impuritas unsur B, Be, Cd, Co dan Al dalam kandidat bahan acuan serbuk uranium oksida (U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) dengan metoda AAS dan ICP-AES diatas terlihat bahwa akurasi dari hasil pengujian ini adalah antara 90 sampai 97 %

#### IV. KESIMPULAN

1. Metode penentuan kadar uranium dalam bahan bakar oksida secara titrasi kompleksometri dengan metoda Davies-Gray termodifikasi telah divalidasi.
2. Hasil validasi menunjukkan bahwa metode tersebut memberikan data yang cukup baik untuk digunakan pada sertifikasi.bahan acuan dengan ketelitian 99,99%
3. Konsentrasi Uranium dalam U3O8 bahan acuan standar = 84,67 ± 1,61% gram
4. Hasil homogenisasi pengambilan serbuk standar bahan bakar uranium oksida secara statistik menunjukan homogen.Pembuatan bahan acuan larutan standard Ni masih dalam pengerjaan karena keterlambatan bahan bakunya.
5. Pengambilan sampling serbuk bahan bakar uranium oksida di dalam wadah setelah di homogenisasi dengan blanding machine, memberikan hasil yang baik.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] BECK C.M, "Toward a revival of classical analysis", Metrologia,34,19-29, 1997.
- [2] DAY.R.A AND UNDERWOOD A.L, "Quantitative Analysis",4<sup>th</sup> edition,Prentice hall,Inc, Engelwood Cliffs,NJ,USA. Terjemahan oleh Soendoro.R, Widyarningsih dan Rahadjeng,S, 197-208, 1980.
- [3] Eurachem/ Citac, Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2 nd Ed.,52-58, 2000.
- [4] ISO guide to The expression of Uncertainty of measurement,International Organization for Standardization, Geneva Switzerland, 1993.
- [5] ISO Guide 30, Term and definition used in connection with Reference materials, Second edition,3.;6, 1992.
- [6] ISO Guide 35, Certification of Reference Material, General and statistical principle, ISO, Geneva, Switzerland, 1989.
- [7] MAY WE AND TRAHEY N.M, Certificate of analysis. Standard reference material 3136 Nickel Standard Solution, National Institute of standard & Technology.
- [8] STANLEY D. RASBERRY, Certificate of Analysis. Standard reference material 682 High Purity Zinc, National Bureau of Standards.1, 1988.
- [9] MAY WE AND TRAHEY N.M, Certificate of analysis,Standard reference material 3168 a Zinc Standard Solution, National Institute of standard & Technology, 1, 2000.

- [10] MEITES L, *Handbook of analytical chemistry*, Mc Graw-Hill Book Company, First Edition, New York, 3-185,172,179, 1962.
- [11] METTLER TOLEDO, *Titration Application brochure 16, validation of titration method a guideline for customer of Mettler*, Toledo titrator, 5-9.
- [12] PAN X.R., Hierarchy of Reference materials certified for chemical composition, *Metrologia*,34,1997,37-38, 1997.
- [13] WILSON C.L AND WILSON DL, *Comprehensive Analytical Chemistry*, Elsevier Publishing Company, Amesterdam, 1960.