

PENGARUH KANDUNGAN ZIRKONIUM PADA ANALISIS URANIUM DENGAN TITROPROCESSOR

Andi Haidir

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN, Kawasan Puspipetek, 15311

ABSTRAK

PENGARUH KANDUNGAN ZIRKONIUM PADA ANALISIS URANIUM DENGAN TITROPROCESSOR. Kandungan uranium dalam Uzr dapat diketahui dengan menggunakan metoda potensiometri. Dengan asumsi bahwa Zr dapat mempengaruhi ketelitian pengukuran uranium dalam paduan Uzr maka dianggap perlu mempelajari seberapa besar pengaruh zirconium dalam analisis uranium. Penggunaan Zr dengan konsentrasi mulai dari 200, 250, 300, 350, dan 400 ppm semuanya memberikan nilai akurasi yang lebih besar dari 95%. Sementara nilai RSDnya semuanya menunjukkan angka yang lebih kecil dari nilai CV Horwitznya. Berdasarkan data yang diperoleh nampak bahwa konsentrasi Zr dari 200 ppm sampai dengan 400 ppm tidak mempengaruhi ketelitian pengukuran. Uji distribusi F yang dilakukan diperoleh hasil bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan antara U yang mengandung Zr dan U tanpa Zr walaupun dari kurva hasil analisis uranium dengan metode Titroprocessor menunjukkan adanya konsentrasi U yang menurun.

Kata kunci : *Uranium, Zirkon, Titroprocessor.*

PENDAHULUAN

Bidang Bahan Bakar Nuklir PTBN BATAN membuat paduan U-Zr sebagai bahan bakar nuklir dengan memvariasikan kandungan Zr antara 2%, 6%, 10% hingga 14% dari bahan baku logam uranium dan zirkonium.

Hipotesa bahwa Zr dapat mempengaruhi ketelitian pengukuran uranium dalam paduan Uzr maka dianggap perlu mempelajari seberapa besar pengaruh zirconium terhadap pengukuran uranium.

Bahan bakar U-Zr ini akan dikaji lebih lanjut untuk digunakan sebagai bahan bakar reaktor riset. Bahan bakar berbasis paduan U-Zr telah digunakan pula sebelumnya sebagai bahan bakar reaktor tipe TRIGA. Hasil penelitian berbagai pihak menunjukkan bahwa bahan bakar U-Zr memiliki karakteristik yang sangat spesifik terutama faktor keamanan yang baik terhadap sifat

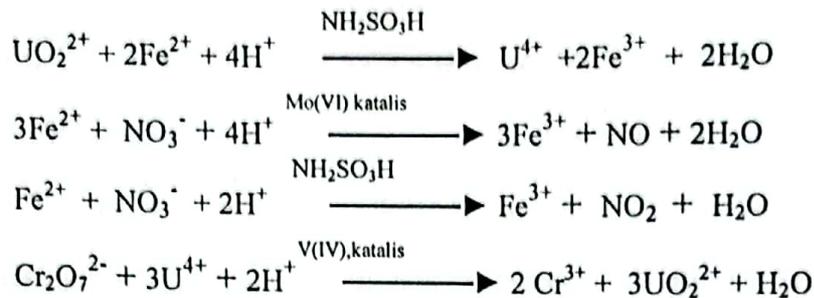
reaktivitas negatif pada elevasi temperatur reaktor. Bahan bakar paduan U-Zr yang dikembangkan oleh *General Atomic* berupa tipe dispersi, yaitu uranium terdispersi secara homogen sebagai logam bebas di dalam matrik zirkonium^[1,2].

Sehubungan dengan itu, kemampuan analisis Uranium seperti yang terkandung dalam Uzr perlu ditingkatkan agar dapat diketahui pula variabel-variabel yang dapat mempengaruhi aspek ketelitian dalam analisis.

Kandungan Uranium dalam Uzr dapat diketahui dengan menggunakan metode titrasi potensiometri. Cuplikan U dalam bentuk ion UO_2^+ direduksi lebih dahulu menjadi ion U^{4+} dengan penambahan ion Fe^{2+} dalam jumlah berlebihan sebagai reduktor di dalam medium asam fosfat pekat. Kelebihan ion Fe^{2+} dioksidasi secara selektif oleh asam nitrat dengan bantuan molibdenum

sebagai katalisator tanpa mempengaruhi ion U^{4+} . Selanjutnya ion U^{4+} dioksidasi dengan larutan standar $K_2Cr_2O_7$ secara akurat yang diikuti oleh perubahan potensial larutan hingga melampaui titik ekuivalennya^[3]. Untuk perubahan pada titik akhir titrasi dan juga sebagai katalisator,

sebelum titrasi dilakukan ditambahkan vanadium. Dengan bantuan potensiometer, perubahan potensial dapat diikuti secara elektronik hingga letak titik ekuivalen dapat dipastikan secara akurat^[4,5]. Adapun tahap reaksi yang terjadi adalah^[6]:



Selanjutnya dihitung kadar Uranium yang terukur dengan menggunakan rumus^[3]:

$$\text{Kadar U} = \frac{VT \times 3,2134 \times K \times F}{VC \times BC} \times 100\% \quad \dots (1)$$

Dimana

- VT = Volume Titran
- VC = Volume Contoh
- BC = Berat contoh
- K = Faktor Pengenceran
- F = Faktor koreksi
- 3,2134 = BM/Valensi x N $K_2Cr_2O_7$

Perhitungan presisi (keterulangan) analisis dengan menggunakan rumus

$$RSD = \frac{SD}{\text{hasil rata-rata analisis}} \times 100\%$$

Dimana RSD = Relatif standar
Deviasi / ketelitian

SD = Standar Deviasi

Perhitungan Akurasi dengan rumus sebagai berikut

$$\text{Akurasi} = \frac{(\text{hasil sertifikat} - \text{hasil analisis})}{\text{Hasil sertifikat}} \times 100\% \quad \dots (2)$$

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan :

Logam uranium spek, larutan zirconium standar, Asam Fosfat, Asam Sulfamat, Fero Sulfat, Larutan A (Campuran HNO_3 , Asam Sulfamat,

Ammonium Molibdat), Vanadyl Sulfat, $K_2Cr_2O_7$ 0,027N.

Peralatan :

Timbangan analitik, labu ukur, pipet ukur, beaker gelas, gelas ukur, botol contoh, pemanas listrik stirrer, seperangkat alat titroprocessor.

Cara Kerja

Pembuatan Larutan Pereaksi

- $VO_2SO_4 \cdot 5H_2O$ ditimbang sebanyak 6,5 gram dilarutkan dalam 150 ml H_2SO_4 0,1N
- Larutan 0,027N $K_2Cr_2O_7$, 1,324 gram $K_2Cr_2O_7$ dilarutkan dalam satu liter air bebas mineral.
- Asam sulfamat 1,5M. Ditimbang 14,55 gr kemudian dilarutkan dalam air bebas mineral 100 ml.
- Larutan Fero sulfat 1M. 280 gram $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dilarutkan dalam H_2SO_4 1,8 M lalu ditepatkan hingga 1 lt dengan air bebas mineral.
- Larutan A dibuat dengan melarutkan 4 gram ammonium heptamolybdat tetrahidrat dilarutkan dalam 400 ml air bebas mineral, ditambah 500 ml HNO_3 pekat. Kemudian ditambah 100 ml asam amidosulfonat 1,5M.

Pengukuran Kadar Uranium dalam larutan Campuran Uzr.

U ditimbang seberat 0,3747 gr dilarutkan ke dalam 100 ml pelarut. Sebanyak 7 buah gelas piala masing-masing diisi dengan 800,6 μ l larutan U tersebut kemudian ditambahkan berturut-turut 100, 125, 150, 175, dan 200 μ l larutan Zr 2000 ppm. Dengan demikian U dengan konsentrasi 3000 ppm di atas ditambahkan Zr berturut-turut 200, 250, 300, 350, dan 400 ppm. Ke dalam masing-masing gelas ditambahkan H_3PO_4 8 ml, asam sulfamat 1ml dan $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 1 ml. Kemudian diaduk 3 menit. Selanjutnya ditambahkan larutan A, 2 ml. (Larutan A dibuat dengan cara : 4 gr ammonium heptamolybdat tetrahidrat dilarutkan dalam 400 ml H_2O , ditambah 500 ml HNO_3 p. Kemudian ditambah 100 ml asam amidosulfonat 1,5M. Larutan diaduk hingga warna hitam hilang. Setelah hilang, didiamkan selama 3 menit. Campuran ditambahkan 1 ml VO_4 kemudian ditambahkan H_2O hingga volumenya menjadi 50 ml. Titrasi dilakukan dengan menggunakan $K_2Cr_2O_7$ 0,027N.

Kadar U dihitung dengan menggunakan rumus (1)

HASIL DAN PEMBAHASAN**A. Verifikasi Analisis Kadar Uranium**

Kadar Uranium sampel yang diuji = 0,3000 gr/100 ml. = 3,000 gr/lit. Dari hasil eksperimen, hasil perhitungan diperoleh kadar U seperti tertera dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan Uranium dalam U spek

Ulangan	Kandungan U Hasil Analisis (gr/lit)
1	2,9892
2	3,1620
3	3,0515
4	2,9183
5	2,9666
6	3,2612
7	3,0243
Rata-rata	3,0533
SD	0,1397
RSD, %	3,91
Akurasi, %	1,77
CV Horwitz	4,7819

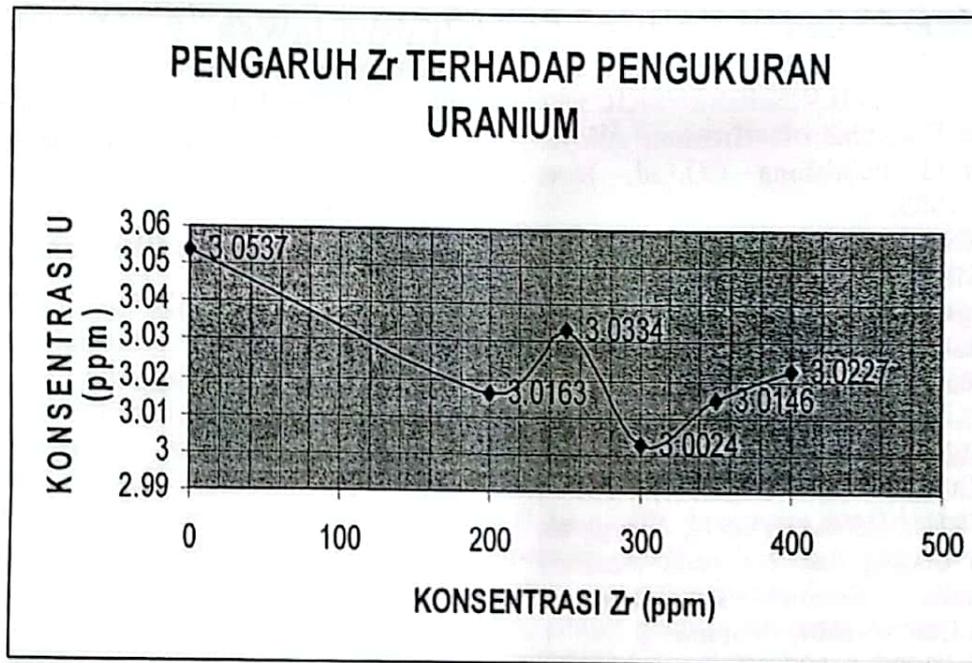
Dari hasil analisis (Tabel 1 di atas) diperoleh Relatif Standar Deviasi sebesar 3,91 % dan akurasi metode sebesar 1,77%. Hal ini menunjukkan bahwa metode dan peralatan yang digunakan untuk analisis mempunyai ketelitian dan akurasi dalam batas yang dapat diterima karena akurasinya lebih besar dari 95 % sementara presisi analisis sebesar 3,91% jauh dibawah nilai CV Horwitz 4,7909% sehingga dapat dikatakan bahwa metode yang dipakai dapat diterima.

B. Pengaruh Zr terhadap pengukuran Uranium

Pengaruh kandungan Zr terhadap analisis Uranium disajikan seperti terlihat pada Tabel 2 di bawah ini.

Tabel 2. Pengaruh Kandungan Zr Terhadap ketelitian Pengukuran Uranium

Zr yang ditambahkan (ppm)	Kandungan U hasil Analisis (gr/l)	Rerata	SD	RSD (%)	Akurasi (%)	CV Horwitz, (%)
200	2,9523	3.0163	0.0914	3,0302	99,46	4,7909
	3,0402					
	2,873					
	3,1563					
	3,0288					
	3,0799					
2,9835						
250	2,9041	3.0334	0.0833 7	2.7484	98,89	4,7866
	3,1081					
	3,0741					
	3,0783					
	3,0232					
	3,1109					
2,9353						
300	3,0432	3,0024	0.1411	4.7005	99,92	4,794
	2,8803					
	2,8674					
	3,0259					
	2,9353					
	2,9807					
3,2838						
350	3,1082	3.0146	0.0681	2,2590	99,51	4,7909
	3,0232					
	3,0033					
	3,9721					
	3,1025					
	2,9410					
2,9523						
400	2,9325	3.0227	0.1121	3,7086	99,25	4,7866
	2,9608					
	2,9212					
	3,0402					
	3,1563					
	3,1960					
2,9523						



Gambar 1 : Pengaruh berbagai konsentrasi Zr terhadap konsentrasi U

Untuk mengetahui handal tidaknya suatu analisis dapat dilakukan dengan menggunakan metode Coefficient of Variation (CV) Horwitz. Nilai presisi pengukuran ditunjukkan dengan nilai RSD (Relative Standard Deviation) yang dihitung dari hasil bagi nilai simpangan baku (SD) dengan nilai konsentrasi rerata dari 7 kali pengulangan pengukuran. Suatu pengukuran dinyatakan presisi bila nilai RSD lebih rendah dibanding dengan nilai CV Horwitz yang dihitung^[7] menggunakan rumus : $HW = 2^{(1-0,5 \times \log C)}$ Penggunaan Zr dengan konsentrasi mulai dari 200, 250, 300, 350, dan 400 ppm semuanya memberikan nilai akurasi yang lebih besar dari 95%. Sementara nilai RSDnya semuanya menunjukkan angka yang lebih kecil dari nilai CV Horwitznya. Terkecuali untuk Zr 300 ppm. RSDnya hampir sama dengan harga CV Horwitznya. Namun karena harga RSDnya lebih kecil dari harga CV Horwitznya sehingga masih dapat diterima. Dari hasil uji distribusi F diketahui bahwa tidak ada perbedaan signifikan antara Uranium tanpa Zr dengan Uranium yang ditambahkan Zr mulai dari 200, 250, 300, 350 dan 400 ppm.

Dengan demikian berdasarkan data yang diperoleh nampak bahwa ketelitian analisis U dengan berbagai konsentrasi Zr sebagai variabel ternyata tidak mempengaruhi ketelitian pengukuran hasil analisis U.

KESIMPULAN

Berdasarkan data yang diperoleh dengan uji statistik nampak bahwa konsentrasi Zr dari 200 ppm sampai dengan 400 ppm tidak berpengaruh secara signifikan terhadap ketelitian pengukuran hasil analisis uranium dengan metode Titroprocessor.

DAFTAR PUSTAKA

1. OS.IVANOV,TA.BADAEVA,RM.SO FRONOVA,VB.KISHENEVSKIL.:
Phase Diagrams of Uranium Alloys,
Amerind Publishing CO.Ltd, New
York 1983.
2. ASLINA Br. GINTING,
MASRUKAN, M.HUSNA AL HASA,
"Pengaruh Temperatur Terhadap Sifat
Termal Paduan U-Zr Dengan Variasi
Kandungan Zr",Buletin Urania Vol. 13
No 3, BADAN TENAGA NUKLIR
NASIONAL, PUSAT TEKNOLOGI
BAHAN BAKAR NUKLIR, Hal 124.
3. BOYBUL, IIS HARIYATI, "Pengaruh
unsur Al,Mg dan Na pada Analisis
Uranium Secara Potensiometri"
J.Tek.Bhn. Nuklir, Volume 3 No 1
Januari 2007 hal 29-37.
4. ANONIM,Instruction for Use 682
Titroprocessor Series 01, Metrohm
Ltd. CH-9100 HERISAU, Switzerland
5. "1973 Annuall Book of ASTM
Standards,"Part 3.2(Philadelphia :
American Society for Testing and
materials, 1973), pp. 2-4 Method
696-72.
6. IIS HARYATI"Validasi Metode
Analisis Kadar Uranium dalam Serbuk
 U_3O_8 , Hasil-hasil Penelitian EBN
Tahun 2007 Hal. 177-184.
7. ROBERT L. ANDERSON,"Practical
Statistic for Analytical Chemist" Van
Nostrand Reinhold Company, New
York, 1987.

TANYA JAWAB

Pertanyaan Hendro Wahyono :

- Pernahkah analisis dengan metode
yang lain dan jika dibandingkan ?

Jawaban :

- ✓ Belum pernah dilakukan.