

## PENGEMBANGAN METODA ANALISIS UNSUR KIMIA DAN PELAKSANAAN KENDALI KUALITAS BAHAN BAKAR NUKLIR

Torowati, Deni Mustika, Ngatijo, Asminar, Rahmiati, Lilis Windaryati, Pranjono, Banawa Sri Galuh, Mujinem, Slamet Pribadi, Isfandi, Siti Aidah dan Mu'nisatun Solikhah

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir

### ABSTRAK

Bidang Fabrikasi Bahan Bakar Nuklir (BFBBN) telah melakukan kegiatan pengembangan metoda analisis unsur dan pelaksanaan kendali kualitas bahan bakar nuklir baik secara rutin maupun non rutin. Kegiatan yang telah dilakukan meliputi penentuan kandungan uranium, analisis karbon dan sulfur, uji kekasaran kelongsong zirkaloy-4 dan melakukan pengembangan metoda untuk menentukan nilai *recovery* dan limit deteksi dari pengujian unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam  $U_3O_8$  dengan Spektrofotometri serapan atom (SSA) serta perawatan peralatan kendali kualitas. Tujuan pelaksanaan kegiatan rutin ini adalah untuk mendapatkan tahapan preparasi sampel uranium yang efektif, hasil analisis unsur kimia yang akurat serta verifikasi kesesuaian kekasaran bahan zirkaloy-4 dengan persyaratan yang telah ditetapkan. Selain kegiatan tersebut telah dilakukan juga kegiatan perawatan peralatan, yang bertujuan untuk merawat peralatan kendali kualitas sehingga dapat mengetahui secara cepat apabila alat tidak dapat difungsikan. Kegiatan non rutin berupa pelatihan/selingkung dan *workshop* dilakukan dalam rangka untuk meningkatkan kompetensi sumber daya manusia (SDM) dan pengelolaan limbah radioaktif cair di HR 24 untuk siap tranfer ke PTLR. Hasil dari kegiatan ini adalah kandungan uranium dalam larutan uranyl nitrat hasil pelarutan *yellow cake* sebagai umpan proses pemurnian dan dalam larutan sebagai umpan proses pengendapan masing-masing sebesar  $(263,8079 \pm 8,1593)$  g/L dan  $(258,2365 \pm 1,6890)$  g/L. Nilai kekasaran permukaan kelongsong zirkaloy-4 diperoleh sebesar 0,101- 0,135  $\mu$ m, lebih kecil dari nilai spesifikasi (0,8  $\mu$ m) yang telah ditetapkan. Nilai *recovery* unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, dan Pb diperoleh dalam kisaran 88,83% sampai dengan 99,99%, kecuali unsur Mo dengan nilai 113,11%. Adanya unsur Mo dalam pelarut dan ekstratan yang memungkinkan penyebab nilai rekoverti Mo lebih besar dari 100%. Pada kegiatan non rutin telah dilakukan pelatihan selingkung dan *workshop* dalam rangka meningkatkan kompetensi SDM, selain itu juga telah dilakukan pengelolaan limbah radioaktif cair di HR 24 dengan menaikkan pH menjadi 6-7 dan siap untuk ditranfer ke PTLR.

**Kata kunci:** metoda analisis, unsur kimia, SSA, kendali kualitas, bahan bakar nuklir

### PENDAHULUAN

Tugas pokok dan fungsi (tupoksi) Bidang Fabrikasi Bahan Bakar Nuklir (BFBBN), PTBBN-BATAN adalah melaksanakan penelitian dan pengembangan (litbang) fabrikasi elemen bakar nuklir baik untuk reaktor daya maupun riset. Kegiatan litbang untuk reaktor daya meliputi: proses konversi *yellow cake* menjadi serbuk  $UO_2$  dapat sinter dan fabrikasi elemen bakar nuklir berbasis pelet  $UO_2$  sinter sedangkan untuk reaktor riset meliputi litbang bahan bakar U-Mo dan U-Zr tipe dispersi<sup>[1]</sup>. Didalam melaksanakan litbang selalu didukung oleh kegiatan kendali kualitas.

Kegiatan kendali kualitas dilakukan secara rutin dan non rutin. Kegiatan rutin antara lain pengujian/karakterisasi bahan bakar nuklir dan bahan komponen/struktur, perawatan peralatan uji, pengembangan metoda. Kegiatan non rutin seperti workshop untuk meningkatkan kompetensi sumber daya manusia (SDM). Tujuan pelaksanaan kegiatan kendali kualitas untuk melakukan pengujian kualitas bahan bakar nuklir dan

struktur dalam rangka mendukung jaminan mutu dalam litbang fabrikasi elemen bakar nuklir. Perawatan peralatan bertujuan merawat alat yang digunakan dalam pengujian agar kondisi peralatan selalu bersih, terkontrol dan siap digunakan sehingga apabila mengalami kerusakan dapat segera diketahui dan ditindak lanjuti.

Pengujian/karakterisasi bahan bakar nuklir dan bahan struktur yang dilakukan ada dua cara yaitu:<sup>[1,2]</sup>

1. Pengujian merusak (*Destructive test*), merupakan pengujian yang dilakukan dengan merusak bahan yang Pengujian merusak meliputi pengujian kandungan uranium, analisis unsur-unsur pengotor.
2. Pengujian tidak merusak (*Non destructive test*) merupakan pengujian tanpa harus merusak dari bahan. Pengujian tidak merusak antara lain meliputi pengujian *bulk density*, *true density*.

Pengujian dalam proses fabrikasi elemen bakar nuklir meliputi:

1. Pengujian kandungan kadar uranium (U), unsur pengotor, rasio O/U, kadar air, *bulk density* dan *tap density* dan *true density* dalam serbuk  $UO_2$  serta pengujian kadar uranium dalam larutan uranil nitrat hasil proses PCP
2. Pengujian pelet  $UO_2$  sinter antara lain: rasio O/U, kandungan C (karbon), H (hidrogen) dan N (nitrogen), struktur mikro (distribusi ukuran partikel, distribusi ukuran pori), dimensi, kekasaran dan densitas;
3. Pengujian bahan komponen seperti kelongsong, tutup atas dan bawah;
4. Pengujian pin dan perakitan bundel elemen bakar nuklir yaitu kebocoran.

Pada makalah ini difokuskan untuk pengujian kandungan U dalam larutan uranil nitrat hasil dari proses konversi yellow cake menjadi serbuk  $UO_2$  dan kekasaran kelongsong Zirkaloy-4 serta pengembangan metoda Perkin Elmer untuk menentukan *recovery* dan limit deteksi unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam  $U_3O_8$  secara Spektrofotometri serapan atom (SSA).

Parameter metoda yang ditentukan pada pengembangan metoda Perkin Elmer adalah untuk analisis unsur kadmium (Cd), kobalt (Co), tembaga (Cu), mangan (Mn), nikel (Ni), molibdenum (Mo) dan timbal (Pb) dalam bahan bakar nuklir serbuk  $U_3O_8$  dilakukan dengan cara adisi. Tujuan pengembangan metoda ini adalah untuk meningkatkan unjuk kerja metoda melalui penentuan *recovery* dan limit deteksi menggunakan metoda Perkin Elmer. Hal ini dikarenakan untuk pengujian ini proses preparasinya panjang seperti pelarutan dan ekstraksi yang memungkinkan hilang atau bertambahnya kandungan unsur yang diuji. Limit deteksi dilakukan juga untuk menentukan konsentrasi terendah dari unsur yang masih mampu dideteksi pada metoda pengujian tersebut. Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Spektrofotometri serapan atom merupakan metoda pengujian unsur secara kuantitatif. Prinsip analisis SSA adalah penyerapan tenaga radiasi oleh atom-atom pada tingkat tenaga dasar (*ground state*). Penyerapan sebagian atau seluruh tenaga radiasi yang diberikan akan menyebabkan tereksitasnya atom ke tingkat tenaga yang lebih tinggi (*excited state*). Penyerapan tersebut menyebabkan berkurangnya intensitas radiasi yang diberikan (dari sumber radiasi). Pengurangan intensitas ini sebanding dengan jumlah atom pada tingkat tenaga dasar. Jumlah atom pada tingkat tenaga dasar sebanding dengan konsentrasi unsur dalam larutan yang dianalisis. Sehingga dengan mengukur intensitas radiasi yang diteruskan (transmitansi) atau intensitas radiasi yang diserap (absorbansi), maka konsentrasi unsur dalam larutan dapat ditentukan.

Dalam analisis SSA sebelum dilakukan analisis sampel selalu dilakukan kalibrasi terhadap larutan deret standar dari unsur yang akan dianalisis. Pada metoda validasi selain menentukan tingkat akurasi menggunakan bahan standar/*certified reference materials* (CRM), dapat juga dikembangkan dengan melakukan penambahan sejumlah unsur standar ke dalam sampel yang akan dianalisis (adisi). Dari metoda adisi dapat dihitung konsentrasi unsur standar yang di tambahkan. Dengan demikian akan diketahui nilai *recovery* dari metoda tersebut dengan persamaan:<sup>[3]</sup>

$$\text{Recovery (\%)} = \{(C_{SA} - C_A) / C_S\} \times 100 \quad (1)$$

Dengan :

$C_{SA}$  : konsentrasi unsur dalam sampel + unsur standar yang ditambahkan

$C_S$  : konsentrasi unsur dalam sampel

$C_A$  : konsentrasi standar dari unsur yang ditambahkan ke dalam sampel

Dalam pengembangan metoda dilakukan pula penentuan limit deteksi/LoD yang merupakan kemampuan deteksi pada saat analisis dilakukan. Limit deteksi merupakan pengukuran terkecil yang dihasilkan dengan menggunakan alat dan metoda analisis pada saat digunakan untuk analisis. Besarnya limit deteksi ditentukan dengan persamaan<sup>[3]</sup> :

$$\text{LoD} = X + 3 \text{ SD} \quad (2)$$

Dengan

LoD = Limit deteksi

X = Rerata hasil pengukuran blanko

SD = Standar deviasi dari pengukuran blanko.

Pada pengujian kandungan karbon dan sulfur dalam suatu bahan/sampel dilakukan didalam *crucible* dibantu *accelerator* dan gas oxygen akan terinduksi oleh *induction furnace* yang menyebabkan terbakarnya sampel.

Sample terbakar akan melepaskan gas diantaranya adalah carbon dan sulfur. Gas carbon dan Sulfur dari hasil pembakaran sample ini akan berikatan dengan *gas oxygen* membentuk gas  $\text{CO}_2$  dan sebagian kecil gas  $\text{CO}$ . Gas  $\text{CO}$  ini kemudian akan diubah menjadi gas  $\text{CO}_2$  didalam *gatalyst heater assembly*.

Sedangkan gas sulfur didalam sample akan release dan berikatan dengan *oxygen* membentuk  $\text{SO}_2$ . Sulfur diukur sebagai *sulfur dioxide* pada IR cell pertama, dan carbon diukur sebagai *carbon dioxide*.

## METODOLOGI

Pelaksanaan kegiatan kendali kualitas dilakukan dengan pengujian secara merusak dan tidak merusak serta pengembangan metoda analisis unsur logam dengan menentukan *recovery* dan limit deteksi menggunakan metoda Perkin Elmer secara Spektrofotometri serapan atom. Selain itu dilakukan perawatan peralatan kendali kualitas bahan bakar nuklir.

Bahan-bahan yang digunakan adalah bahan bakar nuklir, larutan uranil nitrat, asam nitrat, asam sulfat, ferro sulfat, asam pospat, amonium sulfamat, ammonium hepta molybdat, kalium bikromat, vanasil sulfat, TBP,  $\text{CCl}_4$ , gas nitrogen oksida, gas acetilen. Peralatan yang digunakan : potensiometer, AAS, *hot plate*, alat analisis carbon dan sulfur, neraca, oven, *roughnes test*, dan peralatan gelas.

### Tata Kerja:

#### 1. Pengujian Merusak<sup>[4,5,6]</sup>

##### a. Analisis kandungan U dalam larutan uranil nitrat hasil proses pelarutan *yellow cake* dengan menggunakan potensiometer

Larutan U sebanyak 1 mL dimasukkan ke dalam labu ukur dan diencerkan menggunakan air bebas mineral hingga tanda batas (10 mL). Selanjutnya larutan hasil pengenceran diambil 1 mL dan ditambah asam sulfamat dan asam fosfat, masing-masing dengan jumlah 0,5 mL dan 4 mL. Larutan diaduk hingga warna larutan menjadi putih susu, setelah itu ditambah larutan ferro sulfat serta amonium heptamolybdat berturut-turut sebanyak 0,5 mL dan 1 mL. Larutan diaduk sehingga larutan menjadi jernih. Larutan yang telah jernih kemudian ditambah dengan vanadil sulfat sebanyak 1 mL, selanjutnya dititrasi dengan titran berupa larutan kalium bikromat. Kemudian larutan dititrasi secara potensiometri menggunakan potensiometer.

##### b. Penentuan *recovery* dan limit deteksi unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb menggunakan SSA

Sampel serbuk  $\text{U}_3\text{O}_8$  yang telah dipanaskan pada suhu  $115\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam ditimbang sebanyak  $\pm 11\text{g}$ . Kandungan uranium dalam sampel serbuk tersebut

sekitar  $\pm$  10g. Penimbangan serbuk  $U_3O_8$  dilakukan sebanyak 14 buah, kemudian pada 7 buah sampel masing-masing ditambah larutan standar unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dengan konsentrasi masing-masing sebesar ; 2,0 ; 0,1 ; 0,5 ; 1,0 ; 2,0 ; 8,0 dan 1,0 mg/L. Selanjutnya pada 14 sampel tersebut dilarutkan dalam 10 mL  $HNO_3$  pekat dan dipanaskan hingga larut dan hampir kering. Residu dilarutkan dalam 100 mL  $HNO_3$  6 N selanjutnya diekstraksi dengan 125 mL TBP, kemudian fasa organik dan fasa air dipisahkan. Fasa air ditampung pada gelas I dan larutan fasa organik (TBP) dicuci menggunakan 30 mL  $HNO_3$  6 N. Selanjutnya larutan hasil pencucian (fasa air) dipisahkan, dari fasa organik dengan memasukkan fasa air ke dalam gelas I. Langkah ini diulangi satu kali lagi. Fasa air dicuci dengan 50 mL 20 % TBP dalam  $CCl_4$ . Kemudian dikocok selama 2 menit dan pisahkan. Kemudian cuci fasa air dengan 25 mL  $CCl_4$  dan kocok lalu pisahkan. Langkah ini diulangi satu kali lagi. Pindahkan fasa air ke beaker teflon atau cawan platina dan panaskan hingga hampir kering. Larutkan residu menggunakan 100 mL HCl 0,2 N dalam labu ukur dan larutan siap dianalisis menggunakan SSA.

Penyiapan blanko dilakukan dengan cara yang sama seperti sampel. Kemudian larutan deret standar dibuat 5 deret dengan tingkatan konsentrasi unsur yang akan dianalisis dengan mengencerkan standar induk deret<sup>[7,10]</sup>.

### c. Analisis Karbon

Bahan yang akan dianalisis berupa padatan sebanyak 1 g dianalisis dimasukkan kedalam krusibel keramik dan ditimbang, kemudian ditambah *accelerator* dan Lecocel II masing-masing 1 sendok katalis dan kemudian krusibel ditutup. Data berat sampel yang akan dianalisis dituliskan kedalam alat analisis carbon yang telah siap untuk melakukan analisis. Kemudian I krusibel ditempatkan pada dudukan pedestal pada alat dan selanjutnya dimasukkan kedalam ruang pembakaran dengan cara menekan tombol *Analyzer* pada alat, maka proses analisis dimulai secara otomatis

## 2. Pengujian Tidak Merusak

### Pengujian Kekasaran Kelongsong

Kelongsong zirkaloy-4 yang akan diuji dibersihkan permukaannya dari debu maupun lemak. Kemudian menyakinkan bahwa tempat pengukuran terbebas dari getaran dan melakukan seting alat untuk pengujian sesuai Standar operasional prosedur (SOP), selanjutnya melakukan pengukuran kekasaran standar : 0,1 $\mu$ m dan diteruskan pengukuran kelongsong.

## 3. Perawatan Peralatan

Perawatan peralatan kendali kualitas dilakukan secara rutin sesuai dengan jadwal perawatan dan standar operasional prosedur (SOP) yang telah ditetapkan untuk masing-masing alat.

**4. Pengelolaan limbah radioaktif**

Larutan limbah radioaktif cair diukur pH nya menggunakan kertas pH selanjutnya ditambahkan sedikit demi sedikit kristal NaOH hingga pH larutan limbah radioaktif cair menjadi pH pada kisaran 6-7.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Pengujian Secara Merusak**

Pelaksanaan pengujian secara merusak yang dilakukan meliputi penentuan kandungan U, karbon dan sulfur serta pengembangan metoda Perkin Elmer dengan menentukan *recovery* dan limit deteksi secara SSA. Pengujian kandungan U dalam larutan hasil pelarutan dan proses pemurnian *yellow cake* dari Kalan serta larutan dari proses PCP dilakukan menggunakan metoda potensiometri. Untuk penentuan *recovery* unsur- unsur dalam serbuk U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> dilakukan menggunakan SSA dengan metoda adisi.

Pengujian kandungan U dilakukan terhadap larutan uranil nitrat hasil proses konversi *yellow cake* (YC) dengan skala laboratorium. Larutan uranil nitrat tersebut merupakan larutan umpan untuk proses pemurnian dan pengendapan pada proses konversi. Hasil pengujian kandungan U dalam larutan nitrat seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis pengujian secara merusak

No	Kegiatan	Kandungan U Hasil
1.	Analisis kadar U larutan hasil pelarutan YC PTBGN	(263,8079 ± 8,1593) g/L
2.	Analisis kadar U dalam larutan Fasa Air hasil ekstraksi ke-1 YC PTBGN	148,6948 ± 2,2615 g/L
3.	Analisis kadar U dalam larutan Fasa Air hasil ekstraksi ke-2 YC PTBGN	41,4030 ± 1,5926 g/L
4.	Analisis kadar U dalam larutan Fasa Air hasil ekstraksi ke-3 YC PTBGN	2,5908 ± 0.1526 g/L
5.	Analisis kadar U dalam larutan Fasa Air hasil ekstraksi ke-4 YC PTBGN	0,1459 ± 0.0926 g/L
6.	Analisis kadar U dalam larutan umpan pengendapan ADU/AUK dari Yellow Cake PTBGN	258,2365 ± 1,6890 g/L
7.	Analisis kadar U dalam larutan V 606 PCP	365,8279 ± 1,593 g/L

Untuk melakukan proses permurnian YC, larutan umpan uranil nitrat dipersyaratkan mengandung U antara 200 – 300 g/L. Hasil analisis U dalam larutan hasil pelarutan YC diperoleh sebesar (263,8079 ± 8,1593) g/L seperti yang terlihat pada Tabel 1 (No.1) sehingga larutan umpan uranil nitrat tersebut dapat langsung dilakukan

proses ekstraksi. Tabel 1 pada no. 2 sampai no 5 menunjukkan hasil analisis U dalam fasa air hasil ekstraksi uranyl nitrat. Pengujian ini dilakukan untuk menentukan jumlah tingkat ekstraksi sampai proses ekstraksi sudah tidak efektif untuk dilakukan lagi. Pada kegiatan ini, proses ekstraksi dilakukan sampai 4 tahap karena dalam proses ekstraksi ke 4 kandungan U dalam fasa air diperoleh sebesar  $(0,1459 \pm 0.0926)$ g/L seperti yang terlihat pada Tabel 1 (No. 5). Hal ini menunjukkan bahwa tidak diperlukan proses ekstraksi pada tahap ke 5.

Larutan fasa organik dari proses ekstraksi dilakukan proses stripping yang merupakan proses untuk mengembalikan kembali U ke fasa air. Larutan hasil proses stripping setelah dilakukan penyusutan volume dengan cara pemanasan kemudian dilakukan pengujian kandungan U. Larutan hasil stripping ini merupakan umpan untuk proses pengendapan. Pengendapan akan efektif apabila kandungan uranium yang diendapkan berkisar 200 – 300 g/L. Hasil analisis mendapatkan kandungan U dalam larutan hasil proses stripping sebesar  $(258,2365 \pm 1,6890)$  g/L seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1 (No. 6). Besarnya kandungan U dalam larutan hasil proses stripping berada dalam kisaran kandungan U yang dipersyaratkan ( 200 -300 g/L) sehingga larutan hasil proses stripping dapat langsung digunakan sebagai umpan pada proses pengendapan.

Dalam kegiatan kendali kualitas juga melakukan kegiatan pengujian unsur Carbon dan Sulfur sampel dari luar Batan. Dari hasil analisis diperoleh kandungan karbon dan sulfur masing-masing sebesar :  $(91,867 \pm 0,961)$  % dan  $(0,254 \pm 0,032)$  %.

Pada kegiatan pengembangan metoda analisis telah dilakukan pengembangan metoda Perkin Elmer untuk analisis unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam  $U_3O_8$  Menggunakan SSA. Dalam pengembangan metoda ini ditentukan *recovery* dan limit deteksi terhadap unsur yang dianalisis dengan menggunakan cara adisi. Metoda adisi dilakukan dengan menambahkan standar dari unsur-unsur yang dianalisis kedalam sampel serbuk  $U_3O_8$ . Pengujian dilakukan terhadap sampel  $U_3O_8$  tanpa adisi dan setelah adisi. Dari hasil Pengujian kandungan unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam  $U_3O_8$  tanpa adisi dan setelah adisi selanjutnya ditentukan besarnya *recovery* menggunakan persamaan (2). Hasil analisis dan nilai *recovery* unsur-unsur tersebut seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Kandungan unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb dalam  $U_3O_8$  tanpa dan dengan metoda adisi menggunakan SSA

No.	Unsur	Hasil pengujian rerata dalam serbuk $U_3O_8$ tanpa Adisi (mg/L)	Konsentrasi untuk Adisi (mg/L)	Hasil Pengujian rerata dalam serbuk $U_3O_8$ setelah Adisi (mg/L)	Recovery rerata (%)
1.	Cd	0,0004 ± 0,0005	2,0	1,9990 ± 0,0006	99,93
2.	Co	0,0089 ± 0,0028	0,1	0,1023 ± 0,0048	93,43
3.	Cu	0,1591 ± 0,0171	0,5	0,6168 ± 0,0501	91,53
4.	Mn	0,1728 ± 0,0217	1,0	0,9911 ± 0,0343	81,84
5.	Ni	0,5270 ± 0,0978	2,0	2,2520 ± 0,3198	86,25
6.	Mo	0.2619 ± 0,0241	8,0	9,3110 ± 0,5792	113,11
7.	Pb	0,2219 ± 0,0714	1,0	1,1248 ± 0,1009	90,29

Salah satu contoh perhitungan *recovery* seperti yang terlihat pada Tabel 2 bahwa hasil pengujian konsentrasi unsur Cd dalam serbuk  $U_3O_8$  tanpa adisi diperoleh sebesar 0,0004 mg/L dan setelah adisi dengan konsentrasi awal unsur Cd 2,0 mg/L diperoleh hasil analisis sebesar 1,9990 mg/L. Nilai tersebut disubstitusikan pada persamaan (1) maka diperoleh nilai *recovery* rerata sebesar 99,93 %.

Pada Tabel 2 terlihat bahwa hasil *recovery* unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni dan Pb 81,84% hingga 99,93 % kecuali unsur Mo diatas 100% yaitu 113,11 %. *Recovery* unsur Mo lebih dari 100%, hal ini berarti adanya penambahan unsur Mo yang bisa berasal dari pelarut atau ekstrak yang digunakan selama proses preparasi sampel. Analisis unsur dengan menggunakan SSA sangat dipengaruhi oleh kemurnian bahan kimia yang digunakan sebagai *reagent* (pereaksi) dan dipersyaratkan bahan kimia dengan kemurnian 99,999%<sup>[5]</sup>.

Pengujian untuk menentukan nilai limit deteksi pada metoda ini dilakukan dengan menguji larutan blanko dengan langkah preparasi sama seperti sampel tetapi tanpa adanya sampel  $U_3O_8$ . Hasil pengujian blanko untuk masing-masing unsur dengan menggunakan persamaan (2) diperoleh nilai limit deteksi seperti pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai Limit Deteksi Unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Mo dan Pb

No.	Unsur	Konsentrasi blanko rerata (mg/L)	Standar deviasi (mg/L)	Limit deteksi (mg/L)
1	Cd	0,0005	0,0006	0,0021
2	Co	0,0085	0,0020	0,0160
3	Cu	0.0585	0,0033	0,0684

4	Mn	0.1588	0,0309	0,2517
5	Ni	0,7060	0,0646	0,8998
6	Mo	0,2050	0,0351	0.3102
7	Pb	0,0167	0,0103	0,0476

Apabila dibandingkan dengan nilai limit deteksi instrumen (Cd 0,0007 mg/L, Co 0,007 mg/L, Cu 0,002 mg/L, Mn 0,002 mg/L, Ni 0,008 mg/L, Mo 0,030 mg/L, Pb 0,015 mg/L) maka nilai limit deteksi yang dihasilkan lebih besar (Tabel 4). Hal ini bisa disebabkan akibat adanya kontaminasi dan bahan kimia yang digunakan untuk proses preparasi tidak mempunyai kemurnian tinggi, sehingga akan memberikan nilai limit deteksi besar. Limit deteksi akan dapat berubah sesuai dengan kondisi instrumen dan bahan kimia yang digunakan, sehingga dari waktu ke waktu dapat memberikan hasil yang berbeda.

### **Pengujian Tidak Merusak**

Pengujian tidak merusak telah dilakukan terhadap kekasaran permukaan kelongsong zirkaloy-4. Hasil pengujian kekasaran kelongsong Zirkaloy-4 diperoleh sebesar ; 0,101 - 0,135  $\mu\text{m}$ . Berdasarkan hasil pengujian tersebut maka nilai kekasaran kelongsong yang diuji memenuhi spesifikasi karena nilai kekasaran kelongsong dalam spesifikasi < 0,8  $\mu\text{m}$ .

### **Perawatan Peralatan Kendali Kualitas**

Kegiatan perawatan peralatan telah dilakukan sesuai jadwal dan SOP masing-masing alat. Adanya perawatan dapat mengetahui kondisi alat dan apabila terjadi kerusakan akan segera diketahui dan dapat segera ditindak lanjuti sehingga kegiatan kendali kualitas berjalan lancar. Dari hasil perawatan dinyatakan bahwa semua peralatan yang digunakan selama kegiatan dilakukan berfungsi serta tidak ada yang mengalami kerusakan.

### **Kegiatan Non Rutin**

Kegiatan non rutin telah dilakukan dalam rangka meningkatkan kompetensi sumber daya manusia (SDM) dengan mengadakan pelatihan berupa selingkung pengukuran dimensi komponen untuk bahan bakar reaktor nuklir daya dan batang kendali reaktor nuklir serta mengadakan *workshop* penentuan nilai ketidakpastian hasil pengujian kimia dan fisika. Selain kegiatan tersebut diatas, juga telah dilakukan penanganan limbah radioaktif cair yang berada di HR 24 dengan cara menaikkan pH larutan limbah radioaktif cair dari pH 1-2 menjadi pH 6-7. Limbah radioaktif tersebut diharapkan dalam waktu dekat limbah radioaktif siap ditranfer ke PTLR.

## KESIMPULAN

Hasil pengujian kandungan U dalam larutan uranil nitrat pada setiap tahapan proses ekstraksi menunjukkan bahwa kandungan U diperoleh dalam kisaran 200 – 300 gU/ setelah dilakukan 4 kali proses ekstraksi. Fakta ini menunjukkan bahwa larutan uranil nitrat (hasil pelarutan *yellow cake*) memenuhi persyaratan sebagai umpan proses pemurnian dan pengendapan setelah dilakukan 4 tahapan proses ekstraksi.

Dalam pengembangan metoda Perkin Elmer untuk analisis unsur Cd, Co, Cu, Mn, Ni dan Pb menggunakan metoda adisi diperoleh nilai *recovery* sekitar 88,84 % sampai dengan 99,93%. *Recovery* unsur Mo diperoleh sebesar 113%, hal ini dimungkinkan karena adanya unsur Mo dalam pelarut atau ekstratan yang digunakan dalam proses.

Hasil pengujian kekasaran kelongsong zirkaloy-4 jmenunjukkan bahwa kekasaran permukaan zirkaloy-4 sesuai dengan spesifikasi yang dipersyaratkan dengan nilai < 0,8 µm. Perawatan peralatan uji dilakukan secara rutin dan tidak ditemukan peralatan yang mengalami kerusakan.

Kegiatan non rutin telah dilakukan selingkung dan *workshop* untuk meningkatkan kompetensi SDM disamping itu telah dilakukan pengelolaan limbah radioaktif cair di HR-24 dengan menaikkan pH 1-2 menjadi 6-7 dan siap untuk ditranfer ke PTLR.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada kepala BFBBN yang telah memotivasi dalam melakukan kegiatan dan juga kepada seluruh teman-teman kendali kualitas atas kerjasamanya dalam melakukan kegiatan dalam mendukung litbang fabrikasi elemen bakar nuklir.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Bambang H., Proses Produksi Bahan Bakar Nuklir di IEBE-BATAN, [http://www:Google/Bahan Bakar Nuklir](http://www:Google/Bahan%20Bakar%20Nuklir), 2013.
2. Anonim, Dokumen ANSALDO No. IND-700-00-Q-0498 Rev.0.
3. Yulia, Validasi Metoda, Diktat Validasi Metoda, Pusat Penelitian Kimia-LIPI, Bandung, 2010.
4. ASTM C1267-11, *Standard Test Method For Uranium by Iron (II) Reduction in Phosphoric Acid Followed by Chromium (VI) Titration in the Presence of Vanadium*, 2011.
5. Anonim, *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy*. United States Perkin Elmer,1996, 242 – 244.
6. ASTM C1022-05, *Standard Test Methode For Chemical And Atomic For Absorption Analysis of Uranium-Ore Concentrate*, 2005.