PENENTUAN UNSUR-UNSUR DI DALAM BIJIH URANIUM MENGGUNAKAN ICP AES PLASMA 40

Arif Nugroho¹, Ngadenin², Rosika Kriswarini¹, Syamsul Fatimah¹, Iis Haryati¹

- 1) PTBBN-BATAN, Serpong-TangSel 15310, Indonesia, arif52@batan.go.id
- 2) PTBGN-BATAN, Pasar Jum'at Jakarta 12440, Indonesia, ngadenin@batan.go.id

ABSTRAK

PENENTUAN UNSUR-UNSUR DI DALAM BIJIH URANIUM MENGGUNAKAN ICP AES Plasma 40. Telah dilakukan analisa unsur impuritas As, Cd, Ce, Co, Cr, Dy, Eu, Fe, Gd, Hf, La, Ni, Sb dan Sm pada bijih batuan uranium. Analisa ini bertujuan untuk mengetahui kandungan impuritas yang ada dalam bijih batuan uranium di berbagai daerah di Indonesia, diantaranya Eko Remaja Kalan Kalimantan Barat, Tor Siandulimat Sibolga Sumatera Utara, Boteng Mamuju Sulawesi Barat, dan Kawat Mahakam Hulu Kalimantan Timur. Proses analisa dimulai dengan melakukan penggerusan terhadap bijih uranium untuk mendapatkan serbuk bijih uranium, kemudian dilakukan sampling terhadap serbuk bijih uranium hasil penggerusan. Serbuk bijih uranium kemudian ditimbang sebanyak 2 g dan dilakukan proses pelarutan menggunakan pelarut asam. Pemisahan uranium dan impuritas yang terkandung di dalam serbuk bijih uranium dilakukan dengan proses ekstraksi menggunakan larutan campuran Tri Buthyl Phospat dan Hexane. Kandungan impuritas dalam bijih uranium dianalisa menggunakan alat Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometer (ICP AES) Plasma 40. Analisa menggunakan ICP AES Plasma 40 terlebih dahulu dilakukan validasi pengukuran meliputi konfirmasi identitas dan pembatasan spektrum, pengukuran limit deteksi, limit kuantitasi dan linieritas standar, penentuan presisi dan akurasi pengukuran menggunakan larutan standar. Hasil analisis diperoleh kandungan unsur tanah jarang seperti Dy, Eu, Gd, Hf, La, Sm dan non unsur tanah jarang seperti Fe ditemukan ada di daerah Eko Remaja Kalan Kalimantan Barat, Tor Siandulimat Sibolga Sumatera Utara, Boteng Mamuju Sulawesi Barat, dan Kawat Mahakam Hulu Kalimantan Timur, sedangkan unsur yang lain tidak ditemukan atau mempunyai kandungan yang sangat kecil. Data hasil pengukuran ini dapat dipakai sebagai data base untuk perpustakaan nuklir forensik nasional yang menyimpan data karakteristik dan informasi lainnya terkait dengan semua bahan nuklir dan zat radioaktif yang ada di Indonesia.

Kata Kunci : Impuritas unsur, bijih batuan uranium, ICP AES Plasma 40

ABSTRACT

DETERMINATION OF ELEMENTS IN URANIUM ORE USING ICP AES PLASMA 40. It has been done the analysis of impurities element of As, Cd, Ce, Co, Cr, Dy, Eu, Fe, Gd, Hf, La, Ni, Sb and Sm from uranium ore. The purpose of analysisis to determine the impurities contained in uranium ores invarious regions in Indonesia, including Eko Remaja Kalan West Kalimantan, Tor Siandulimat Sibolga North Sumatra, Boteng Mamuju West Sulawesi, and Kawat Mahakam Hulu East Kalimantan. The analysis was started by grinding the uranium ores to obtain the uranium powder. About 2 gr uranium powder was diluted using an acid solvent. To separate the uranium and the impurities in the ores, an extraction process were done using a mixture of TriButhyl Phosphate and Hexane. The impurities was analyzed using Inductively Coupled Plasma -Atomic Emission Spectrometer (ICP AES) Plasma 40. Before performing the analysis using ICP AES Plasma 40, the validation was performed. The validation step includes identity confirmation and spectra limitation, measurement of detection limit, limit quantification and standard linearity, precision determination and accuracy measurement using standard solution. The results obtained are rare earth elements such as Dy, Eu, Gd, Hf, La, Sm and non rare earth elements such as Fe found in Eko Remaja Kalan West Kalimantan, Tor Siandulimat Sibolga East Sumatera, Boteng Mamuju West Sulawesi, and Kawat Mahakam Hulu East Kalimantan. While other elements are not found or have a very small content. The result of this works could be used as the data base for national nuclear forensic library which can keep characteristic data and othe informations related to nuclear materials in Indonesia.

Keywords: elemental analysis, uranium ore, ICP AES Plasma 40

PENDAHULUAN

Pada tahun 2016, telah dilakukan kegiatan pengembangan metode identifikasi dan *finger print* (sidik jari) pada bijih batuan uranium. Bijih batuan uranium yang digunakan berasal dari daerah Eko Remaja Kalan Kalimantan Barat, Tor Siandulimat Sibolga Sumatera Utara, Boteng Mamuju Sulawesi Barat, dan Kawat Mahakam Hulu Kalimantan Timur. Daerah tersebut dapat dilihat pada Peta Kepulauan di Indonesia seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1[1].



Gambar 1. Peta Persebaran uranium di Indonesia

Proses identifikasi bijih uranium dari berbagai daerah sangat diperlukan digunakan sebagai data base untuk karakteristik bahan nuklir. Data tersebut nantinya dapat dipakai sebagai data base untuk perpustakaan nuklir forensik nasional yang menyimpan data karakteristik dan informasi lainnya terkait dengan semua bahan nuklir dan zat radioaktif yang ada di Indonesia. Karakterisasi atau pengujian yang dilakukan terhadap bijih batuan uranium meliputi karakteristik geologi, mineralogi, konsentrasi atau kandungan uranium, isotop uranium dan unsur-unsur dalam bijih batuan uranium. Sampel bijih batuan uranium diperoleh dari Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir (PTBGN) [2].

Dalam penelitian ini kandungan impuritas dalam bijih batuan uranium yang dianalisa terutama adalah unsur yang termasuk dalam unsur tanah jarang, dan unsur lain seperti As, Cd, Co, Cr, Fe dan Ni. Adapun alasan kenapa dipilih unsur tanah jarang karena merupakan komoditi yang strategis dan signifikan. Pemanfaatan unsur tanah jarang sangat dibutuhkan dalam berbagai macam bidang mulai hingga industri elektronik industri transportasi modern, dapat dilihat pada Tabel 1.

Analisa impuritas dalam bijih batuan uranium dapat dilakukan menggunakan cara kimia yaitu metode spektrometri seperti *Atomic Absorption Spectrometre* (AAS) dan ICP AES. Berdasarkan pustaka[3], ICP AES Plasma 40 memiliki spesifikasi yang dapat menganalisa 80 unsur yang ada di dalam sistem periodik dengan kemampuan mencapai kandungan *part per million* (ppm) sehingga alat ini dimungkinkan mampu menganalisa unsur-unsur impuritas dalam bijih uranium. Bahan yang akan dianalisa harus berwujud larutan yang homogen.

| Tabel 1. Pemanfaatan unsur | tanah jarang | dalam industri[4]: |
|----------------------------|--------------|--------------------|
|----------------------------|--------------|--------------------|

| | Unsur | Pemanfaatan |
|----|--------------|---|
| La | Lanthanum | Baterai, campuran logam, hybrid engines |
| Ce | Cerium | Katalis, petroleum refining, campuran logam |
| Pr | Praseodymium | Magnet |
| Nd | Neodymium | Katalis, hard drive pada laptop dan headphone, hybrid engines |
| Sm | Samarium | Magnet |
| Eu | Europium | Warna merah pada TV dan komputer |
| Tb | Terbium | Phosporus, magnet permanen |
| Dy | Dysporium | Magnet permanen, hybrid engines |
| Er | Erbium | Phosporus |
| Y | Ytrium | Pewarna merah, lampu fluorescent, keramik, agen pencampur logam |
| Но | Holmium | Pewarna gelas, laser |
| Tm | Thullum | Komponen alat X-ray |
| Lu | Lutetium | Katalis pada petroleum refining |
| Yb | Ytterbium | Laser, campuran baja |
| Gd | Gadolinium | Neomagnet |

Kelebihan pengukuran alat ini adalah memiliki selektivitas yang tinggi dan pada setiap analisa dapat mendeteksi beberapa unsur sekaligus secara berurutan. cocok untuk mengukur ICP semua konsentrasi elemen dari ultratrace sampai ke tingkat komponen utama, batas deteksi pada umumnya rendah dengan rentang dari 1-100 ppm, dapat mendeteksi multi unsur secara bersamaan. Selain mempunyai keunggulan, ada beberapa kekurangan dalam penggunaannya, diantaranya : kurang sensitif terhadap pengukuran mempunyai unsur panjang yang di bawah 200 gelombang nm. memiliki kesulitan menangani analisis senyawa halogens (golongan VII A, seperti F-, Cl-, Br-, I-), dimungkinkan terjadi gangguan spektral pada saat pendeteksian, dan sangat boros dalam penggunaan gas argon[5].

Prinsip umum pada pengukuran ini adalah mengukur intensitas energi radiasi yang dipancarkan oleh unsur-

yang mengalami perubahan unsur tingkat energi atom (eksitasi atau ionisasi). Larutan sampel dihisap dan dialirkan melalui capilarry tube ke *Nebulizer. Nebulizer* merubah larutan sampel kebentuk aerosol yang kemudian diinjeksikan ke plasma. Pada temperatur plasma (sekitar 6.000 sampai dengan 8.000°C). sampel-sampel akan teratomisasi dan tereksitasi[5]. Atom kembali tereksitasi akan ke yang keadaan awal (ground state) sambil memancarkan sinar radiasi. Sinar yang terdispersi, secara berurutan oleh komponen optik muncul pada masingmasing panjang gelombang unsur dan dirubah dalam bentuk sinyal listrik yang besarnya sebanding dengan sinar yang dipancarkan oleh besar konsentrasi unsur. Sinyal listrik ini kemudian diproses oleh sistem pengolah data[6]. Gambar skema alat ICP AES Plasma 40 dapat dilihat pada Gambar 2[7].



Gambar 2. Skema Alat ICP AES Plasma 40

Langkah pengukuran yang dilakukan menggunakan ICP AES Plasma 40 adalah pembatasan spektrum limit deteksi. pengukuran, linieritas standar, presisi dan akurasi dengan pengukuran bahan standar yang memiliki konsentrasi pada daerah linier[8]. Pengujian ini dilakukan selain kerja dapat meningkatkan unjuk alat personil dan kualitas juga dapat meningkatkan kepercayaan terhadap hasil pengukuran.

Pada penelitian ini pengukuran unsur impuritas dibatasi hanya untuk unsur As, Cd, Ce, Co, Cr, Dy, Eu, Fe, Gd, Hf, La, Ni, Sb dan Sm. Sampel bijih batuan uranium yang berasal dari daerah Eko Remaia Kalan Kalimantan Barat, Tor Siandulimat Sibolga Sumatera Utara, Boteng Mamuju Sulawesi Barat, dan Kawat Mahakam Hulu Kalimantan Timur. Data hasil pengukuran diharapkan dapat digunakan sebagai data inventarisasi kandungan unsur impuritas yang terkandung dalam bijih uranium dari ke empat daerah tersebut.

TEORI

Pada pelaksanaan pengujian menggunakan alat ICP AES Plasma 40 perlu dilakukan validasi terhadap metode pengukuran yang digunakan. Hal ini diperlukan untuk menyakinkan apakah metode analisa yang digunakan dapat diterima dengan baik. Unjuk kerja metode analisa yang diperlukan diantaranya[8, 9, 10, 11, 12, 13,14]:

1. Konfirmasi identitas.

Konfirmasi identitas ini berfungsi untuk mengetahui apakah unsur yang kita analisa sesuai dengan panjang gelombang dan menpunyai batasan pengukuran untuk setiap spektrumnya, sehingga dapat memperkecil kesalahan analisa.

2. Limit Deteksi, limit kuantitasi dan linieritas

Limit deteksi (LoD) adalah konsentrasi terendah dalam suatu sampel yang masih dapat terdeteksi oleh suatu alat. Besar limit deteksi dinyatakan dengan nilai rata-rata blangko + 3 SD, dimana SD adalah standar deviasi (simpangan Baku) dari blangko dan dapat dihitung menggunakan persamaan (1) :

 $LoD = Xrt + (3 \times SD)$ (1)Limit Kuantitasi (LoO) biasanya disebut limit pelaporan adalah konsentrasi terendah dari suatu sampel yang dapat ditentukan dengan besar presisi dan akurasi yang dapat diterima. Besar limit kuantitasi biasanya dinyatakan dengan nilai rata-rata blangko + 10 SD dan dapat dihitung menggunakan persamaan (2)

$$LoQ = Xrt + (10 \text{ x SD})$$
(2)

Linieritas adalah kemampuan metode untuk mendatangkan hasil uji yang secara langsung sebanding dengan konsentrasi analit dalam suatu rentang kerja yang diberikan. Linieritas standar dilakukan untuk mendapatkan tingkat ketelitian pengukuran yang lebih tinggi, linieritas dilakukan dengan mengukur intensitas standar pada setiap yang berbeda. konsentrasi Hasil linieritas yang baik dituniukkan dengan nilai koefisien linier 100 % atau regresi yang mendekati 1.

3. Presisi dan Akurasi

Presisi atau kecermatan menunjukkan besarnya fluktuasi dari hasil penentuan yang berulang kali (repeatability), sedangkan akurasi atau ketepatan menunjukkan seberapa jauh suatu analisa menyimpang dari harga yang sebenarnya (standar). Suatu metode dapat mempunyai kecermatan yang tinggi tetapi diragukan ketepatannya, sebaliknya mungkin suatu metode mempunyai kecermatan yang kurang baik namun metode tersebut ketepatannya mendekati harga sebenarnya (accurate) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3[15].



Gambar 3. Pengertian Presisi dan Akurasi

Besaran presisi ditunjukkan oleh nilai *relative standard deviation* (RSD) yang dihitung dari data pengukuran berulang pada satu titik tertentu menggunakan rumus seperti persamaan (3) dan (4) :

$$RSD = (SD / Xrt) \times 100 \%$$
 (3)

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma (X - Xr)^2}{2}} \qquad (4)$$

CV Horwitz =
$$2^{(1-0.5\log xrt)}$$
 (5)

Besaran akurasi dihitung dari selisih nilai yang diperoleh dari pengukuran dengan nilai benar yaitu nilai yang tercantum dalam sertifikat bahan standar.

METODOLOGI

Pada penelitian ini digunakan larutan standar As, Cd, Ce, Co, Cr, Dy, Eu, Fe, Gd, Hf, La, Ni, Sb dan Sm bersertifikat dari Spex, gas Argon HP, HNO₃, HF, Tributyl Phosphate (TBP) hexana, aquadest dan sampel uji bijih batuan uranium, sedangkan peralatan yang digunakan adalah ICP AES Plasma 40, teflon, *beaker glass, hot plate, furnace,* labu ektraksi, labu ukur dan beberapa peralatan gelas untuk preparasi sampel.

Bijih batuan uranium dari masingdaerah digerus masing dan dihomogenisasi, kemudian ditimbang masing-masing sebanyak 2 g[16]. Sampel dikeringkan pada temperatur 900°C selama 4 jam menggunakan *furnace*, kemudian disimpan dalam deksikator. Sampel yang sudah dingin dilarutkan menggunakan HNO₃ pekat sambil dipanaskan pada temperatur 200°C diatas hotplate. Setelah kisat sampel di pindahkan ke *beaker* teflon dan ditambah larutan campuran HNO₃ dan HF, ulangi penambahan campuran HNO₃ dan HF sampai larut dengan sempurna.

Larutan yang sudah homogen kemudian ditambah aquadest sambil dipanaskan untuk menghilangkan ion NO₂ dan F dalam larutan. Pemisahan uranium dan impuritas yang terkandung dalam ekstraksi sampel dilakukan dengan menggunakan larutan TBP hexane. sehingga terpisah antara fase organik dengan fase air. Impuritas dalam fase air dianalisa menggunakan ICP AES Plasma 40.

HASIL DAN PEMBAHASAN

optimasi pengukuran Hasil dilakukan dengan penetapan pembatasan panjang gelombang untuk unsur-unsur diperoleh dengan kisaran 25 nm. Penetapan ini dilakukan dengan menggunakan larutan standar dari unsur yang dianalisa dan besaran panjang

gelombang masing-masing unsur. Analisa kuantitatif diperoleh melalui pengukuran deret larutan standar masing-masing unsur dengan lima kali pengulangan. Hasil pengukuran tersebut berupa besaran intensitas dan selanjutnya besaran tersebut diplotkan dengan konsentrai deret larutan masing-masing standar unsur untuk membuat kurva kalibrasi. Selanjutnya dengan menggunakan pengukuran larutan blangko dapat ditentukan nilai limit deteksi dan kuantitasi dari setiap unsur. akurasi Penentuan nilai dan presisi dilakukan dengan pengukuran standar. pengukuran sampel Hasil panjang gelombang standar As, Cd, Ce, Co, Cr, Dy, Eu, Fe, Gd, Hf, La, Ni, Sb dan Sm dilakukan pada konsentrasi 100 ppm ditunjukkan pada Tabel 2.

| No. | Unsur | Panjang gelombang (nm) | | |
|-----|----------------------|------------------------|--|--|
| 1 | Arsenik (As) | 193,759 | | |
| 2 | Kadmium (Cd) | 214,438 | | |
| 3 | Serium (Ce) | 393,189 | | |
| 4 | Kobalt (Co) | 238,892 | | |
| 5 | Krom (Cr) | 205,552 | | |
| 6 | Disprosium (Dy) | 353,170 | | |
| 7 | Europium (Eu) | 381,967 | | |
| 8 | Ferrum/Besi (Fe) | 238,204 | | |
| 9 | Gadolinium (Gd) | 347,247 | | |
| 10 | Hafnium (Hf) | 277,336 | | |
| 11 | Lantanum (La) | 379,478 | | |
| 12 | Nikel (Ni) | 221,647 | | |
| 13 | Stibium/Antimon (Sb) | 206,833 | | |
| 14 | Samarium (Sm) | 359,260 | | |

Tabel 2. Panjang gelombang (nm) untuk setiap unsur

Pengukuran ini berfungsi untuk mencari kondisi optimum pengukuran. Pengukuran pada panjang gelombang dan mengatur latar yang tepat akan memberikan hasil spektrum yang

berbentuk lancip dan mempunyai koreksi latar yang kecil. Spektrum unsur As, Cd, Ce, Co, Cr, Dy, Eu, Fe, Gd, Hf, La, Ni, Sb dan Sm dapat dilihat pada Gambar 4 sampai dengan Gambar 17.



Gambar 4. Spektrum unsur As

| Timered at the store WWW | Intra-Lines |
|---|-----------------|
| LANARY ANALYSING CONTRACTOR STRUCTURE FRAME AND ANALYSING THE ANALYSING AND ANALYSING ANA | 11 11 11 |
| Spantren "flat Al Genya 🏬 Span 7 Jun 📶 🔛 Kani En au 🔝 | |
| Direct Revelengs : 000000 Intervite (000000 | 1-222-00 |
| | . 1. SM |
| Sector sector (1) | Provident of |
| (1.4 JENERAL) Domental (1. Jeneral VIII - 1.5 March 1999 INTERNAL (1.5 JENERAL) (1.5 JENERAL) (1.5 JENERAL) | 1.20 |

Gambar 5. Spektrum unsur Cd

| ACON TRANSPORT | | In the second line of the second | 10.0 | and the | and all |
|---|-----------------------------------|----------------------------------|-------------|------------------------------|----------------------|
| Treased, Title He tenores Shotles Theorem Theor | na (1941) – Sevel Ne – Stateme | nos in Million States a | THE DOOL | 10040 (2000) 54 (1. 1814) | NIT CAN ST INCOME |
| Spectory PLAC | WI Harge HEL | Spec Tites 🔲 | 1. Icod | Delay 🔣 | |
| 7 | Carrent Novel | Contras Essentia | Jatarsety . | 100-100 | 4 6/ LT - CE |
| Sample at | | | | - | 461.1.6 |
| | | ~ | | | |
| 4 | | | 8 | | |
| | Street and | | | <u></u> | 9000 M |
| Anna anna an Arra | | | | | |
| SI NOW | ELEP BLUE M | 200 | 2010/00/ | 18: 0100- | COLUMN 14 |

Gambar 6. Spektrum unsur Ce



Gambar 7. Spektrum unsur Co



Gambar 8. Spektrum unsur Cr



Gambar 9. Spektrum unsur Dy



Gambar 10. Spektrum unsur Eu



Gambar 11. Spektrum unsur Fe



Gambar 12. Spektrum unsur Gd



Gambar 13. Spektrum unsur Hf



Gambar 14. Spektrum unsur La



Gambar 15. Spektrum unsur Ni

Hasil uji linieritas, limit deteksi dan limit kuantitasi unsur dapat dilihat pada Tabel 3. Pada Tabel 3. terlihat bahwa kisaran koefisien regresi setiap unsur berkisar antara 0,978 sampai dengan 0,999. Hal ini menunjukkan bahwa ketepatan persamaan linier terhadap data pengukuran cukup baik karena berada diatas nilai yang direkomendasikan oleh ASTM yaitu 95% atau 0,95[17]. Selain itu, penentuan limit deteksi (LoD) dan limit kuantitasi (LoQ)



Gambar 16. Spektrum unsur Sb



Gambar 17. Spektrum unsur Sm juga dilakukan dalam validasi pengukuran. Hal ini berfungsi untuk mengetahui batasan pengukuran yang dapat digunakan untuk pengukuran. LoD yang merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Sedangkan nilai LoQ merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat ditentukan.

| Unsur | Panjang | Daerah | Persamaan Regresi | Koefisien | LoD/LoQ |
|-------|-----------|----------|---------------------|-----------|------------------|
| | gelombang | Kerja | | Regresi | (ppm/ppm) |
| | (nm) | (ppm) | | | |
| As | 193,759 | 20 - 100 | Y = 0,561 X – 18,63 | 0,978 | 13,0799 / 55,91 |
| Cd | 214,438 | 2 - 10 | Y = 115,5 X + 11,09 | 0,998 | 0,4799 / 1,9448 |
| Ce | 393,109 | 2 - 10 | Y = 130,2 X – 11,76 | 0,997 | 0,5244 / 1,8491 |
| Со | 238,892 | 2 - 10 | Y = 13,97 X – 12,17 | 0,999 | 2,3284 / 8,1335 |
| Cr | 205,552 | 5 - 25 | Y = 16,93 X - 6,428 | 0,998 | 2,9236 / 10,1586 |
| Dy | 353,170 | 2 - 10 | Y = 432,1 X + 55,19 | 0,998 | 0,0000 / 0,0674 |
| Eu | 381,967 | 2 - 10 | Y = 167,9 X + 25,76 | 0,994 | 0,0354 / 0,45 |
| Fe | 238,204 | 5 - 25 | Y = 65,01 X - 10,10 | 0,999 | 0,769 / 2,246 |
| Gd | 347,247 | 2 - 10 | Y = 71,43 X – 1,638 | 0,998 | 0,2081 / 0,7903 |
| Hf | 277,336 | 2 - 10 | Y = 10,78 X - 11,26 | 0,985 | 1,9314 / 9,0209 |
| La | 379,478 | 1 - 10 | Y = 64,31 X – 10,97 | 0,999 | 0,4438 / 1,1683 |
| Ni | 221,647 | 2 - 20 | Y = 25,57 X - 10,94 | 0,998 | 1,8743 / 5,6504 |
| Sb | 206,833 | 25 - 100 | Y = 1,008 X - 9,80 | 0,995 | 2,3933 / 15,3852 |
| Sm | 359,260 | 2 - 8 | Y = 19,29 X - 8,68 | 0,982 | 1,3987 / 4,5560 |

Tabel 3. Uji linieritas, limit deteksi dan limit kuantitasi unsur-unsur.

Pada pengukuran ini juga ditentukan parameter unjuk kerja yaitu presisi dan akurasi, yang diperoleh dengan cara melakukan pengukuran salah satu larutan standar yang berada pada daerah kerja linier. Akurasi ditentukan dari hasil pengukuran rerata dibandingkan dengan nilai sebenarnya yang tercantum pada sertifikat bahan standar dan selisihnya memberikan nilai penyimpangan seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4. Nilai akurasi pengukuran unsur Hf diatas 5%, hal ini kemungkinan disebabkan pada pembilasan belum proses sempurna sehingga masih ada sisa sampel dari analisa sebelumnya. Presisi pengukuran ditunjukkan dari nilai relative standard deviation (RSD). Nilai Presisi yang baik RSD ($\leq \frac{2}{3}$ CV Horwitz). Dari Tabel 4 terlihat bahwa untuk unsur As, Co, Hf, Sb dan Sm mempunyai nilai Presisi dengan RSD diatas ²/₃ CV Horwitz, hal ini menunjukkan bahwa kedapat ulangan hasil pengukuran kurang baik vang kemungkinan disebabkan oleh pembilasan yang belum sempurna dan energi masukan listrik ke alat ICP AES kurang stabil.

Analisa kuantitatif sampel bijih batuan uranium dilakukan dengan pengukuran larutan sampel sebanyak lima kali pengulangan. Hasil pengukuran berupa intensitas diplotkan ke dalam persamaan regresi kurva standar sehingga akan diperoleh nilai konsentrasi.

| Tabel 4. INital presisi dan akurasi | | | | | | |
|-------------------------------------|----------|---------|----------|--|--|--|
| Unsur | Presisi | ²∕3 CV | Akurasi, | | | |
| | (RSD), % | Horwitz | % | | | |
| As | 28,470 | 5,495 | 2,502 | | | |
| Cd | 1,869 | 7,579 | 3,153 | | | |
| Ce | 2,014 | 7,585 | 3,678 | | | |
| Co | 10,709 | 7,584 | 3,558 | | | |
| Cr | 6,677 | 7,530 | 1,080 | | | |
| Dy | 1,849 | 7,570 | 2,418 | | | |
| Eu | 3,201 | 7,566 | 2,043 | | | |
| Fe | 4,453 | 7,589 | 4,043 | | | |
| Gd | 2,413 | 7,533 | 0,797 | | | |
| Hf | 11,917 | 7,609 | 5,690 | | | |
| La | 5,027 | 7,527 | 1,410 | | | |
| Ni | 5,470 | 6,837 | 3,970 | | | |
| Sb | 9,412 | 5,337 | 0,397 | | | |
| Sm | 17,761 | 8,119 | 2,200 | | | |

Nilai konsentrasi hasil perhitungan dikonversikan ke penimbangan awal, dan hasil nilai konversi ini merupakan nilai kandungan unsur dalam sampel bijih batuan uranium. Sementara itu hasil pengukuran unsur-unsur di dalam bijih batuan uranium dapat dilihat pada Tabel 5.

| Unsur | Eko Remaja | Tor | Dotong Mamuju | Varuat Mahalzam | LoD (ppm) |
|-------|------------|-------------|---------------|-----------------|-----------|
| | | Siandulimat | Boteng Manuju | Kawat Manakani | |
| As | 27599,863 | ttd | ttd | 1393,506 | 13,0799 |
| Cd | ttd | ttd | 7,847 | ttd | 0,4799 |
| Ce | ttd | ttd | ttd | ttd | 0,5244 |
| Co | ttd | ttd | ttd | ttd | 2,3284 |
| Cr | 209,290 | ttd | ttd | ttd | 2,9236 |
| Dy | 47,428 | 1,689 | 5,459 | 8,037 | 0,1061 |
| Eu | 461,407 | 0,521 | 3,465 | 1,503 | 0,0354 |
| Fe | 30708,10 | 5929,46 | 49712,03 | 29181,68 | 0,7690 |
| Gd | 31,663 | 5,459 | 36,105 | 13,708 | 0,2081 |
| Hf | 10,201 | 9,043 | 89,963 | 33,712 | 1,9314 |
| La | 48,189 | 51,889 | 276,250 | 52,507 | 0,4438 |
| Ni | 11619,942 | ttd | ttd | ttd | 1,8743 |
| Sb | 69,424 | 131,429 | ttd | ttd | 2,3933 |
| Sm | 48,197 | 18,271 | 30,437 | 24,334 | 1,3987 |

Tabel 5. Hasil pengukuran unsur-unsur di dalam bijih batuan uranium

Tabel 5. menunjukkan bahwa kandungan unsur tanah jarang seperti Dy, Eu, Gd, Hf, La, Sm dan non unsur tanah jarang seperti Fe ditemukan pada bijih batuan uranium dari daerah Eko Remaja Kalan Kalimantan Barat, Tor Siandulimat Sibolga Sumatera Utara, Boteng Mamuju Sulawesi Barat, dan Kawat Mahakam Hulu Kalimantan Timur. Unsur yang lain tidak ditemukan atau mempunyai kandungan yang sangat kecil sehingga tidak terdeteksi dalam pengukuran. Hasil pengukuran pada Tabel 5. banyak dipengaruhi oleh faktor-faktor seperti proses sampling atau pencuplikan sampel bijih batuan uranium di lapangan dan proses homogenisasi. Metode tersebut diharapkan dapat digunakan sebagai referensi untuk penelitian lebih lanjut terhadap kandungan unsur dalam sampel bijih batuan uranium pada daerah sama dengan melakukan sampling yang lebih banyak.

KESIMPULAN

Kandungan unsur tanah jarang seperti Dy, Eu, Gd, Hf, La, Sm dan non unsur tanah jarang seperti Fe ditemukan ada pada bijih batuan uranium dari daerah Eko Remaja Kalan Kalimantan Barat, Tor Siandulimat Sibolga Sumatera Utara, Boteng Mamuju Sulawesi Barat, dan Kawat Mahakam Hulu Kalimantan Timur, sedangkan unsur yang lain seperti As, Cd, Ce Co, Cr, Ni dan Sb tidak ditemukan atau mempunyai kandungan yang sangat kecil.

UCAPAN TERIMAKASIH

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada Ir. Budi Briyatmoko, M.Eng. selaku penanggung jawab kegiatan *Coordinated Reasearch Projects* (CRP) *Nuclear Forensics* tahun 2016-2017, Ir. Aslina Br. Ginting selaku Kepala Kelompok Fisiko Kimia dan Ka. PTBBN yang telah memberikan dana DIPA sehingga penelitian ini bisa dilaksanakan dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Imam Bastori, Moch. Djoko Birmano, "Analisis Ketersediaan Uranium di Indonesia untuk Kebutuhan PLTN tipe PWR 1000 MWe ", Jurnal Pengembangan Energi Nuklir, Vol. 19 No. 2, 2017, hal 95-102.
- 2. Budi Briyatmoko, Dokumen Teknis, "Identifikasi dan *Finger Print* Batuan Uranium", Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir 2016.
- 3. Noname, "*Operation Manual ICP AES*", PHILLIPS PV 8030, Netherland, 1989.
- 4. Humphiers, "Rare Earth Element, The Global Supply Chain, Congressional Research Service", Marc 2012.
- 5. Charles B. Boss and Kenneth J. Fredeen, "Concept, Instrumentation, and Technique in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry", Second Edition, Perkin Elmer, USA, 1997.
- Galen W. Ewing, "Instrumental Methods Of Chemical Analysis", Fifth Edition, Mc. Graw• Hill Book Company, New York, 1985.
- 7. Suprapto, Teknik Analisa *Inductively Coupled Plasma* (ICP OES), Publik Training, Laboratorium Energi, Institut Teknologi Surabaya, Surabaya, 2016.
- 8. Yulia Kantasubrata, "Validasi Metode", Ketidakpastian Pengukuran Hasil Uji Laboratorium, PUSDIKLAT BATAN, Serpong, 2003.
- Arif Nugroho, S. Fatimah, Hendro Wahyono, "Validasi Metode Alat ICP-AES Plasma 40 Untuk Pengukuran Unsur Cr, P, Ti", Urania Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir, Vol.12 No. 2 April 2006, hal. 64-112. ISSN 0852-4777.

- Arif Nugroho, Hendro Wahyono, Syamsul Fatimah, "Metode Analisis As, Sb Menggunakan Alat ICP AES Plasma 40". Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, BATAN, Yogyakarta, 10 Juli 2007. hal. 295 s/d 302, ISSN 0216-3128.
- Dian A, Arif N., Sutri I, "Penentuan Unsur Impuritas Dalam Serbuk U₃Si₂ Dengan Menggunakan Alat ICPS", Urania Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir, Vol. 14 No.3, Juli 2008, hal. 134-140, ISSN 0852-4777.
- 12. Celine Stoving, Hendrik Jensen, Bente Gammelgaard, Stefan Sturup, "Development and validation of an ICP OES method for quantitation of impurities elemental in tables according to coming US pharmacopeia chapters", Elsevier. Journal of Pharmaceutical Biomedical and Analysis 84 (2013) 209-214.
- 13. M.T. Larrea-Marin, M.S. Pomares Alfonso, M. Gomes Juaristi, F.J. Sanchez Muniz, "Validation of an ICP OES method for macro and trace element determination in Laminaria

and Porohyra seaweeds from four different countries", Elsevier Journal of Food Compotition and Analysis 23 (2010) 814-820.

- 14. Marin Senila, Andreja Drolc, Albin Pintar, Lacrimioara Senila, Erika Levei, "Validation and measurement uncertainty evaluation of the ICP OES method for the multi-elemental determination of essential and nonessential elements from medical plants and their aqueous extracts", Springer Journal of Analytical Science and Technology, 2014.
- Robert L. Anderson, "Practical Statistics for Analytical Chemists" Van Nostrand Reinhold Company New York, 1987.
- Syamsul Fatimah, Standar Operational Prosedur Validasi Metode Analisis Unsur di Dalam Larutan Menggunakan Alat ICP AES Plasma 40, SOP 016.003/BN 03 03/BBN 3.5, PTBBN BATAN 2015.
- 17. Noname, ASTM, "Optical Emission Spectrometric Analysis Of Aluminium And Aluminium Alloy By The Ponit To Plane Technic", Volume 03.05, 2000.