



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
  - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
  - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

## **PEMBUATAN UF<sub>4</sub> DARI PELARUTAN LOGAM URANIUM DI DALAM HCI MENGGUNAKAN KATALIS HBF<sub>4</sub>**

**SKRIPSI SARJANA KIMIA**



**JUANE PLANTIKA MENRA  
06132057**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2010**

**PEMBUATAN  $UF_4$  DARI PELARUTAN LOGAM URANIUM DI DALAM  
HCl MENGGUNAKAN KATALIS  $HBF_4$**

**SKRIPSI SARJANA KIMIA**

Oleh :

**JUANE PLANTIKA MENRA**  
**06132057**

*Skripsi ini diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan  
Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*

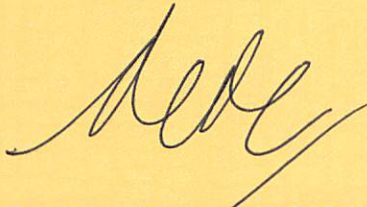
**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2010**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**Pembuatan  $UF_4$  dari Pelarutan Logam Uranium di Dalam HCl Menggunakan Katalis  $HBF_4$**  skripsi oleh Juane Plantika Menra ( No. BP 06132057 ) sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.

**Disetujui Oleh :**

**Pembimbing I**



**Dr. Djaswir Darwis, MS.DEA**  
NIP. 195012081980031001

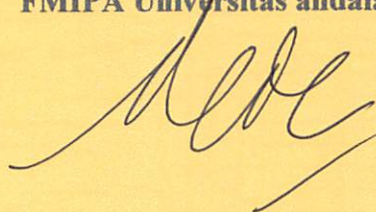
**Pembimbing II**



**Dr. Ir. Sigit, DEA**  
NIP. 195211071981061001

**Mengetahui**

**Ketua Jurusan Kimia  
FMIPA Universitas andalas**



**Dr. Djaswir Darwis, MS.DEA**  
NIP. 195012081980031001

## KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Segala puji hanya bagi Allah SWT atas segala rahmat dan izin yang telah diberikan kepada penulis, sehingga dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pembuatan  $UF_4$  dari Pelarutan Logam Uranium di dalam HCl Menggunakan Katalis  $HBF_4$ ”**. Salawat beriring salam selalu tercurah kepada Rasullullah, Nabi Muhammad SAW, yang telah membawa kita dari zaman kebodohan ke zaman yang penuh dengan ilmu pengetahuan seperti sekarang ini.

Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia fakultas Matematika dan Pengetahuan Alam, Universitas Andalas.

Dalam pembuatan skripsi ini penulis dibantu oleh oleh berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua, saudara, dan seluruh keluarga, yang selalu mendukung penulis dalam meraih cita-cita.
2. Bapak Dr. Djaswir Darwis, MS, DEA selaku pembimbing I yang telah memberikan arahan dan saran kepada penulis.
3. Bapak Dr. Ir. Sigit, DEA selaku pembimbing II yang telah memberikan masukan, arahan, dan bantuan kepada penulis.
4. Bapak Sarwiyana Sastratenaya yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk dapat melakukan penelitian di BATAN serpong.
5. Bapak Budi Biyatmoko selaku pimpinan PTBN-BATAN yang telah mengizinkan penulis untuk dapat melakukan penelitian di PTBN-BATAN serpong, Tangerang Selatan.
6. Bapak Bambang Herutomo selaku pimpinan BBBN-PTBN-BATAN yang telah mengizinkan penulis untuk dapat melakukan penelitian di BBBN-PTBN-BATAN serpong, Tangerang Selatan.

7. Bapak Agoeng Kadarjono selaku pembimbing lapangan yang telah banyak membantu penulsi selama melakukan penelitian.
8. Bapak/ibu BBBN-PTBN-BATAN serpong yang telah memberikan saran dan masukan kepada penulis.
9. Teman-teman “The Creambilles” dan teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2006 (zokure) yang telah memberikan semangat, nasehat, dan dukungan kepada penulis.
10. Teman-teman yang juga akan melakukan penelitian di BBBN-PTBN-BATAN serpong.

Semoga Allah SWT membalas semua kebaikan dan segala pertolongan yang telah diberikan dengan pahala yang melimpah dan Surga di sisi NYA.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini belum sempurna, karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun agar skripsi ini dapat bermanfaat bagi kemajuan dan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Padang, Agustus 2010

Penulis

## **ABSTRAK**

### **PEMBUATAN UF<sub>4</sub> DARI PELARUTAN LOGAM URANIUM DI DALAM HCl MENGUNAKAN KATALIS HBF<sub>4</sub>**

**Oleh**

**Juane Plantika Menra**

**Sarjana Sains (SSi) dalam bidang kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas  
Dibimbing oleh : Dr. Djaswir Darwis, MS dan Dr. Ir. Sigit**

UF<sub>4</sub> merupakan senyawa antara dalam proses pembuatan bahan bakar nuklir, disebut demikian karena UF<sub>4</sub> dapat diubah kebentuk lain seperti gas UF<sub>6</sub>, serbuk UO<sub>2</sub>/U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> ataupun logam uranium. Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan serbuk UF<sub>4</sub> (uranium tetrafluorida) yang dikenal sebagai green salt (garam hijau) dari logam uranium yang dilarutkan didalam HCl dan katalis HBF<sub>4</sub>. Metoda ini diharapkan dapat menjadi solusi dalam mengolah logam uranium rijek dan srcaps. Berdasarkan pencarian kondisi pelarutan yang telah dilakukan, maka logam U dilarutkan selama satu jam pada suhu 50<sup>0</sup>C dengan konsentrasi HCl 10% dan katalis HBF<sub>4</sub> 2,5%. Dari kondisi pelarutan tersebut diperoleh logam U terlarut sebesar 0,8551g dengan persentase pelarutan 15,72%. Endapan UF<sub>4</sub> yang diperoleh sebesar 1,0406g dengan efisiensi pengendapan 92,23%. Analisa kadar U dalam endapan menggunakan potensiometer memberikan hasil sebesar 71,00% (praktek), sedangkan kadar U dalam UF<sub>4</sub> teoritis adalah 73,19%. Hasil karekterisasi menggunakan XRD diketahui bahwa endapan mengandung 75,05% UF<sub>4</sub> dan 24,95% UF<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O.

## **ABSTRACT**

### **UF<sub>4</sub> SYNTHESIS FROM DISSOLUBLE URANIUM METAL IN HCl USING HBF<sub>4</sub> CATALYS**

**By**

**Juane Plantika Menra**

**Bachelor of Science in Chemistry Faculty of Mathematic and Natural Science  
University of Andalas**

**Advised by Dr. Djaswir Darwis, MS dan Dr. Ir. Sigit**

UF<sub>4</sub> (uranium tetrafluoride) is intermediet compound in nuclear fuel process, because UF<sub>4</sub> can changed to another form, like UF<sub>6</sub> gases, UO<sub>2</sub>/U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> powder or uranium metal. In this research, UF<sub>4</sub> powder has been made (known as grenn salt) from uranium metal dissoluble in HCl dan HBF<sub>4</sub> catalys. Hopefully this method can be as solution in reject uranium metal dan sraps. Based on dissoluble condition that has been done, so the uranium metal dissoluble for one hours, at 50°C, 10% HCl, and 2,5% HBF<sub>4</sub>. From that condition got dissoluble uranium metal is 0,8551g and persen dissoluble 15,72%. UF<sub>4</sub> precipitation is 1,0406g with efficiency 92,23%. Uranium amount anlysis with potentiometer give result 71,00% (experimental) and 73,19% (theoretical). Characterization result using XRD knowed that the precipitation contains 75,05% UF<sub>4</sub> and 24,95% UF<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O.

## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR</b>	i
<b>ABSTRAK</b>	iii
<b>DAFTAR ISI</b>	v
<b>DAFTAR TABEL</b>	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	viii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	ix
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	3
1.3 Perumusan Masalah	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Uranium	4
2.2 Logam Uranium	6
2.3 Uranium Tetrafluorida	8
2.4 Hidrogen Tetrafluoroborat	9
2.5 Pikling	9
2.6 Potensiometri	9
<b>III. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat	12
3.2 PenelitianAlat dan Bahan	12
3.3 Prosedur Kerja	13
3.3.1 Pembuatan larutan	13
3.3.2 Penentuan kondisi pelarutan yang relatif baik	13
3.3.3 Pembuatan UF <sub>4</sub>	14



3.4 Analisis Kadar U secara Potensiometri	14
3.4.1 Standar $U_3O_8$	14
3.4.2 Sampel $UF_4$	15
3.5 Analisis $UF_4$ menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)	15
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Hasil pencarian kondisi pelarutan logam U yang relatif baik	16
4.2 Hasil pembuatan $UF_4$ dan penentuan kadar U dalam $UF_4$	22
4.3 Hasil analisis $UF_4$ menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)	23
<b>V. KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan	25
5.2 Saran	25
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	26
<b>LAMPIRAN</b>	27

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
1. Pelarutan logam U pada suhu kamar dengan variasi konsentrasi HCl	16
2. Pelarutan logam U pada suhu 40°C dengan variasi konsentrasi HCl	17
3. Pelarutan logam U pada suhu 50°C dengan variasi konsentrasi HCl	17
4. Pelarutan logam U pada suhu 60°C dengan variasi konsentrasi HCl	18
5. Variasi konsentrasi $\text{HBF}_4$ untuk konsentrasi HCl 10% pada suhu 50°C	20
6. Variasi waktu dalam pelarutan logam U	21
7. Rangkuman Analisis endapan $\text{UF}_4$	24

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>	<b>Halaman</b>
1. Rangkain peralatan untuk pelarutan logam U	12
2. Potensiometri merk metrohm 672	13
3. Persentase logam uranium terlarut pada berbagai suhu	19
4. Variasi konsentrasi $\text{HBF}_4$ pada larutan HCl 10% dengan suhu $50^\circ\text{C}$	21
5. Larutan hijau hasil pelrutan logam U elama satu jam pada suhu $50^\circ\text{C}$ dengan konsentrasi HCl 10% dan katalis $\text{HBF}_4$ 2,5%	22
6. Endapan yang terbentuk	23
7. Analisis pola difraksi sinar-X terhadap serbuk $\text{UF}_4$	23

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran</b>	<b>Halaman</b>
1. Pembuatan Larutan	28
2. Skema pembuatan UF <sub>4</sub>	30
3. Berat logam U yang digunakan dan perhitungan persentase pelarutan dan efisiensi pengendapan	31
4. Data dan perhitungan hasil pengukuran kadar U dalam standar U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> dan sampel UF <sub>4</sub> .	34

# I. PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Proses pembuatan bahan bakar untuk reaktor riset tidak terlepas dari pembuatan bahan bakar induk berupa logam uranium, karena logam uranium digunakan sebagai bahan bakar paduan.<sup>1</sup> Proses pembuatan logam uranium dikerjakan secara kimiawi dimulai dari pelarutan, pemurnian, pemekatan, pengendapan, kalsinasi, reduksi, hidrofluorinasi, dan diakhiri dengan reduksi kalsiothermik. Proses ini diawali dengan pelarutan konsentrat uranium (yellow cake) kemurnian rendah menggunakan pelarut asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ).<sup>2</sup> Penggunaan pelarut ini dipilih karena memiliki keunggulan menghasilkan produk yang lebih murni, namun karena banyaknya proses yang dilakukan dan bahan-bahan yang dibutuhkan, sehingga proses ini memerlukan waktu yang lama dan biaya yang mahal. Selain itu, selama proses berlangsung akan dihasilkan deposit yang tertinggal pada pipa-pipa peralatan yang dapat merusak sistem peralatan dan menyebabkan pada akhir proses hanya akan dihasilkan uranium 40% dari jumlah awalnya.

Logam uranium rijek merupakan logam uranium yang tidak lolos uji kualitas ketika logam ini dibuat. Sedangkan, scraps merupakan logam uranium paduan sisa dari hasil pemotongan bahan bakar uranium paduan yang ukurannya tidak sesuai/berlebih. Karena memiliki kadar uranium yang tinggi, maka logam-logam ini perlu diolah kembali menjadi logam yang sesuai syarat bahan bakar. Oleh karena, belum adanya proses pengolahan khusus untuk logam uranium rijek dan scraps, maka dalam pengolahannya diperlakukan sama ketika mengolah konsentrat uranium (yellow cake) menjadi logam uranium, yaitu diawali dengan pelarutan menggunakan  $\text{HNO}_3$ . Hal inilah yang menjadi latar belakang penelitian ini dilakukan, yaitu untuk mencari proses pengolahan logam uranium rijek dan scraps yang lebih singkat, ekonomis, dan tidak menghasilkan deposit pada sistem peralatan.

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan serbuk  $\text{UF}_4$  (uranium tetrafluorida) yang dikenal sebagai green salt (garam hijau).  $\text{UF}_4$  merupakan senyawa antara dalam proses pembuatan bahan bakar nuklir, disebut demikian karena  $\text{UF}_4$  dapat diubah kebentuk lain seperti gas  $\text{UF}_6$ , serbuk  $\text{UO}_2/\text{U}_3\text{O}_8$  ataupun

logam uranium.<sup>3</sup> Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk mencari teknologi proses bahan bakar yang lebih singkat, mudah dan ekonomis yang merupakan tugas dari kelompok Bahan Bakar Reaktor Riset. Salah satu cara membuat serbuk  $UF_4$  dapat dimulai dari proses pelarutan konsentrat uranium (yellow cake) menggunakan pelarut asam nitrat ( $HNO_3$ ) sebagaimana yang telah diterapkan oleh PT. BATAN teknologi (persero) hingga sekarang ini. Selain  $HNO_3$ , pelarut yang umum digunakan adalah asam klorida ( $HCl$ ), asam fosfat ( $H_3PO_4$ ), dan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ). Masing-masing pelarut tersebut mempunyai kelebihan dan kelemahan. Penggunaan  $H_3PO_4$  dan  $H_2SO_4$  sudah mulai ditinggalkan karena sifatnya yang sangat korosif, sedangkan asam nitrat ( $HNO_3$ ) seringkali mempengaruhi sistem peralatan yang digunakan dengan menimbulkan efek korosi. Kelemahan lainnya adalah dapat membentuk senyawa oxidizing agent yaitu suatu senyawa yang dapat mengganggu/tidak diharapkan pada tahapan proses berikutnya.<sup>4</sup>

Pada penelitian ini dilakukan pelarutan logam uranium dengan  $HCl$ . Penelitian ini merupakan langkah awal yang bertujuan untuk membuktikan bahwa uranium tetrafluorida ( $UF_4$ ) dapat dibuat dari pelarutan logam uranium di dalam  $HCl$  yang diberi katalis  $HBf_4$ . Penelitian ini nantinya diharapkan dapat menjadi solusi dalam mengolah logam uranium reject dan scraps. Pemilihan pelarut ini didasarkan pada kesederhanaan operasi untuk sistem off-gas, kontrol oksidasi yang lebih baik, dan kemudahan daur ulang (recycle) pelarut.<sup>4</sup>

Guna menyempurnakan proses pelarutan, digunakan suatu katalisator. Teknologi katalis jauh berkembang pesat sejak dasawarsa 80-an. Penggunaan bahan katalis diharapkan dapat mendukung dan digunakan pada teknologi nuklir dalam proses pembuatan bahan bakar di BATAN. Telah diinformasikan bahwa asam fluoroborat ( $HBf_4$ ) dapat digunakan sebagai katalis dalam proses pembuatan serbuk  $UF_4$ .<sup>5</sup> Bahan ini berupa asam kuat, tersedia dalam bentuk larutan kuat antara 42% dan 48%. Penelitian ini mencoba menggabungkan pemakaian  $HCl$  sebagai pelarut dengan penambahan katalis asam fluoroborat ( $HBf_4$ ) dengan tujuan untuk mengetahui kemampuannya dalam melarutkan logam Uranium (U) sehingga diharapkan dapat menjadi solusi dalam pengolahan logam uranium reject dan scraps.

## **1.2 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi yang relatif baik dari pelarutan logam U menggunakan pelarut HCl dan katalis  $\text{HBF}_4$  dengan variasi konsentrasi pelarut, konsentrasi katalis, suhu, dan waktu. Sasaran penelitian ini adalah mendapatkan serbuk uranium tetrafluorida ( $\text{UF}_4$ ) yang dapat digunakan untuk proses reduksi kalsiothermik, sehingga diharapkan metoda ini dapat menggantikan proses pengolahan menggunakan pelarut  $\text{HNO}_3$  dalam mengolah logam uranium reject dan scraps uranium dalam proses pembuatan bahan bakar reaktor riset.

## **1.3 Perumusan Masalah**

Adapun perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Mencari kondisi pelarutan yang dapat melarutkan logam U relatif baik menggunakan pelarut HCl dan katalis  $\text{HBF}_4$  dengan bervariasi konsentrasi HCl, suhu, konsentrasi  $\text{HBF}_4$ , dan waktu. Kondisi pelarutan yang diinginkan adalah pelarutan yang menghasilkan larutan hijau tanpa adanya endapan.
2. Mengetahui secara kuantitatif terbentuknya endapan  $\text{UF}_4$  hasil pelarutan dengan menghitung kadar U dan komposisi endapan, melalui analisis titrasipotensiometri dan Difraksi Sinar-X (XRD).

## **1.4 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini bermanfaat bagi kemajuan penelitian dibidang ketenaganukliran terutama dalam pengembangan teknologi proses bahan bakar reaktor riset yang merupakan tugas kelompok bahan bakar reaktor riset, BBBN-PTBN-BATAN. Penelitian ini diharapkan dapat menjadi solusi untuk mengolah logam uranium reject dan scraps, tanpa memerlukan waktu yang relatif lama, biaya yang mahal, dan menghasilkan deposit seperti saat dilakukan proses pelarutan menggunakan  $\text{HNO}_3$ .

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Uranium

Uranium mula-mula ditemukan oleh Martin Klaproth, seorang apoteker Jerman pada tahun 1789. Sampai penemuan fisi nuklir oleh Hahn dan Strassman dalam tahun 1939, uranium hanya digunakan untuk pewarnaan gelas dan keramik, dan alasan utama bagi pengelolaan bijihnya adalah mendapatkan kembali radium untuk digunakan dalam terapi kanker. Isotop  $U^{235}$  adalah bahan bakar nuklir utama, kebanyakan reaktor dan senjata nuklir menggunakan uranium yang diperkaya isotop ini.

Uranium tersebar luas dan lebih melimpah dibanding Ag, Hg, Cd, atau Bi. Oksida yang utama adalah  $UO_3$ ,  $U_3O_8$ , dan  $UO_2$ , masing-masing berwarna kuning-jingga, hitam, dan coklat. Semua oksida larut dalam  $HNO_3$  menghasilkan uranyl nitrat,  $UO_2(NO_3)_2 \cdot nH_2O$  berwarna kuning yang dapat memiliki 2, 3, atau 6 molekul air, bergantung kepada pengkristalan oleh asam nitrat berasap, pekat, atau encer.

Uranium adalah unsur radioaktif yang terjadi secara alami dalam konsentrasi rendah (ppm) dalam tanah, batu, dan air tanah. Uranium dalam keadaan murni merupakan unsur alami yang berat, keras, berwarna putih keperakan, mengkilap hampir menyerupai baja dengan nomor atom 92, bersifat radioaktif dan mempunyai lambang kimia U. Uranium merupakan unsur terberat kedua yang ditemukan di alam setelah plutonium (Pu). Pada suhu rendah ( $< 658^\circ C$ ), uranium mempunyai bentuk kristal orthorombik yang semiplastis dan sedikit ulet, sedang pada suhu sedang (antara  $658-720^\circ C$ ) berbentuk kristal tetragonal, dan pada suhu tinggi ( $> 720^\circ C$ ) berbentuk kristal kubik dan bersifat plastis. Sifat fisika uranium antara lain berat jenis (kemurnian tinggi)  $19.05 g/cm^3$ , titik leleh  $1132^\circ C$  dan titik didih  $3818^\circ C$ .

Uranium meluruh sangat perlahan, memancarkan partikel alfa ( $\alpha$ ) dengan waktu paro 4,5 miliar tahun. Waktu paro yang sangat panjang menjadi alasan uranium masih ada di bumi. Di alam uranium mengandung tiga isotop utama, yaitu  $U^{238}$  sebanyak 99,3%,  $U^{235}$  sebanyak kurang dari 0,7% dan  $U^{234}$  dalam jumlah yang sangat kecil. Selain isotop utama uranium juga mempunyai isotop



buatan diantaranya  $U^{233}$ ,  $U^{237}$ , dan  $U^{239}$ , walaupun banyak isotop dari uranium namun kesemua isotop uranium tersebut mempunyai sifat yang radioaktif. Pemisahan inti uranium akan mengeluarkan partikel alfa ( $\alpha$ ), beta ( $\beta$ ), dan gamma ( $\gamma$ ). Isotop uranium yang memiliki waktu paruh sangat lama diantaranya:  $U^{238}$  memiliki waktu paruh 4,5 miliar tahun,  $U^{235}$  sekitar 700 juta tahun,  $U^{234}$  sekitar 250.000 tahun.  $U^{238}$  ini mempunyai 238 partikel dalam intinya yang terdiri dari 92 proton dan 146 neutron, neutron akan mencegah proton meledakkan inti karena sifatnya yang saling menolak. Namun  $U^{238}$  yang mempunyai sifat tidak stabil akan pecah dan mengeluarkan partikel  $\alpha$  dan berubah menjadi inti Thorium (Th). Reaksi rantai inti Th juga mengalami peluruhan yang berakhir dengan terbentuknya Timah. Sementara itu isotop lain dari uranium juga akan mengalami peluruhan yang akan berakhir apabila isotop timbal (Pb) telah terbentuk.

Di alam, uranium berbentuk oksida atau garam kompleks dalam mineral-mineral, biji uranium dan karnotit. Semua unsur uranium bersifat racun. Kerpu atau pitchblende adalah batu hitam kecoklatan yang kandungan utamanya adalah uranium berbentuk senyawa oksida, lebih bersifat radioaktif daripada uranium murni, dan dapat menyebabkan leukemia Uranium membentuk kristal-kristal yang biasa disebut uranit. Uranium kadang-kadang mengeluarkan neutron pada saat peluruhan tetapi neutron tersebut jarang bereaksi dengan inti membentuk reaksi inti. Uranium yang berukuran sebesar bola softball dapat menghasilkan energi yang lebih besar daripada batubara dengan berat 3 juta kali lebih banyak. Uranium dapat digunakan dalam bahan pembuatan bom nuklir karena memiliki reaksi berantai yang dapat menyebabkan ledakan yang sangat dahsyat.

Selain memiliki bahaya radiasi yang tinggi, uranium juga memiliki fungsi yang besar diantaranya adalah:

1. Sebagai sumber energi

$U^{235}$  banyak digunakan sebagai bahan bakar utama pada reaktor nuklir untuk menghasilkan energi yang sangat besar. Energi yang dihasilkan dapat digunakan untuk memanaskan air agar dihasilkan uap yang dapat menggerakkan turbin, energi tersebut digunakan untuk menggerakkan generator dan dirubah oleh generator menjadi energi listrik (PLTN).

## 2. Girokompas dan alat pengontrol

Uranium juga dapat digunakan sebagai girokompas dan alat pengontrol pada pesawat ruang angkasa. Uranium yang digunakan untuk keperluan ini memiliki tingkat radioaktif yang rendah.

## 3. Arkeologi

Para ilmuwan juga telah memanfaatkan uranium untuk menentukan usia batuan dan lapisan tanah.

## 4. Foto Rontgen

Senyawa uranium nitrat dapat digunakan sebagai bahan pembuatan dioksida uranium yang berguna dalam foto rontgen.

## 2.2 Logam Uranium

Uranium (U) dalam bentuk logam murni adalah bahan inti dari bahan bakar paduan yang digunakan didalam reaktor nuklir. Dalam kegiatan penelitian dan pengembangan bahan bakar maju, logam U juga digunakan sebagai bahan utama untuk keperluan reaktor nuklir. Untuk mendukung kesinambungan operasi reaktor dan kegiatan penelitian, pengembangan bahan bakar maju perlu diupayakan ketersediaannya. Beberapa alternatif yang timbul dalam hal ketersediaan bahan U yaitu melalui eksplorasi sumber daya alam dalam negeri yang diduga mengandung logam U atau melalui proses konversi kimia terhadap beberapa bahan U inventory yang sudah ada. Beberapa bahan U inventori tersebut adalah pelat elemen bakar (PEB) yang tidak lolos uji kualitas (rijek), sisa-sisa proses (scraps), serbuk  $U_3O_8$  sisa yang tidak terpakai, larutan sisa proses yang masih mengandung U tinggi (efluen), slag serbuk  $CaF_2$  hasil samping proses pembuatan logam U, dan bahan-bahan U lain yang siap pakai. Eksplorasi sumber daya alam dalam bentuk bahan galian yang mengandung uranium dengan jumlah yang berlimpah hingga saat ini masih berlangsung. Untuk dapat dikerjakan secara kontinu dalam skala produksi membutuhkan biaya yang cukup besar, waktu dan rantai proses yang panjang untuk mendapatkan bahan/senyawa U murni yang dapat digunakan dalam industri bahan bakar nuklir. Sedangkan proses konversi kimia terhadap bahan U inventori relatif tidak membutuhkan waktu yang lama dan jumlah yang besar.<sup>6</sup>

Logam U murni yang biasanya digunakan sebagai bahan inti dari bahan bakar paduan pada reaktor nuklir adalah  $UAlx$ ,  $U_3Si_2$ ,  $UMo$ ,  $U-Nb-Zr$ ,  $UZrH_x$ , dan lain-lain.<sup>7</sup> Logam U adalah bahan bakar yang pembuatannya memerlukan proses panjang dan cukup sulit mendapatkan dalam bentuk murni bila dibandingkan bahan bakar bentuk serbuk.<sup>1</sup> Secara umum pembuatan bahan bakar uranium melalui beberapa tahap, seperti pelarutan yellow cake menggunakan pelarut  $HNO_3$  menghasilkan larutan uranil nitrat (UN) kotor, ekstraksi-reekstraksi menghasilkan larutan UN murni konsentrasi rendah, pemekatan, konversi/pengendapan UN pekat menjadi endapan ammonium uranil karbonat (AUK), kalsinasi AUK menjadi  $UO_3$ , reduksi  $UO_3$  menjadi  $UO_2$ , fluorinasi  $UO_2$  menjadi  $UF_4$ , dan reduksi  $UF_4$  menjadi U logam. Selain pelarutan yellow cake, logam U dapat diperoleh dari proses konversi gas  $UF_6$ .<sup>8</sup>

Beberapa pereaksi yang dapat digunakan untuk mereduksi  $UF_4$  menjadi logam U adalah logam Na, Mg, atau Ca. Logam Na jarang digunakan karena sangat eksotermik, reaksinya begitu kuat sehingga sulit dikontrol, cukup sulit disimpan tanpa perlakuan khusus, dibanding penggunaan logam Mg atau Ca. Logam Mg digunakan untuk mereduksi  $UF_4$  yang berasal dari bahan uranium alam dan mempunyai beberapa keunggulan dibanding dengan logam Ca diantaranya adalah murah, karena hanya 60% dari kebutuhan stokiometri untuk reaksi reduksi dan mudah diperoleh dalam keadaan murni. Kelemahannya adalah reduksi dengan Mg harus dilakukan dalam reaktor yang bertekanan tinggi dan dilakukan pada suhu leleh  $MgF_2$  dan memerlukan pemanasan awal. Sementara logam Ca agak sulit diperoleh dalam keadaan murni sehingga khusus digunakan untuk U diperkaya. Kelebihan pemakaian logam Ca adalah reaksi reduksi kalsiothermik dapat dilakukan pada tekanan atmosfer karena titik leleh  $CaF_2$  dibawah titik didih logam Ca dan panas reaksi yang timbul cukup melelehkan keduanya yaitu logam U dan kerak  $CaF_2$  dan tidak memerlukan pemanasan awal.<sup>7</sup>

Reduksi kalsiothermik dapat dikerjakan di bawah titik leburnya, namun hasilnya berbentuk massive yang mudah teroksidasi oleh udara menjadi serbuk halus, sedangkan reduksi kalsiothermik di atas titik lebur akan menghasilkan logam U yang kompak dan tidak mudah teroksidasi.<sup>1</sup>

### 2.3 Uranium Tetrafluorida

Uranium tetrafluorida ( $UF_4$ ) yang dikenal sebagai green salt merupakan kristal hijau padat yang tidak larut dalam air.  $UF_4$  memiliki massa molekul 314,02g/mol, titik leleh  $1036^{\circ}C$ , titik didih  $1417^{\circ}C$  dan massa jenis  $2,0g/cm^3$  sampai  $4,5g/cm^3$  tergantung proses dan bahan awal pembuatannya.

Uranium tetrafluorida ( $UF_4$ ) merupakan senyawa antara yang penting pada proses pembuatan logam uranium dalam pembuatan bahan bakar. Pembuatan  $UF_4$  pada umumnya dibuat dari bahan dasar uranium dioksida ( $UO_2$ ) menggunakan proses hidrofluorinasi pada temperatur tinggi dan reaksi yang terjadi adalah eksotermis. Proses tersebut dilakukan dalam suasana gas hidrogen yang sifatnya mudah terbakar, sehingga reaksi yang terjadi sulit dikontrol. Oleh karena itu, kemurnian dari senyawa  $UF_4$  yang terbentuk tidak selalu murni.<sup>3</sup>

Proses pembuatan serbuk  $UF_4$  dapat ditempuh melalui beberapa jalur, di antaranya adalah:<sup>3</sup>

1. Hidrofluorinasi secara kering, yaitu :  $UF_4$  diperoleh dari uranium dioksida yang dipanaskan pada suhu tinggi menggunakan gas HF,
2. Hidrofluorinasi cara basah, yaitu :  $UF_4 \cdot xH_2O$  diperoleh dengan cara mengendapkan larutan uranil sulfat atau uranil klorida dengan gas atau larutan HF,
3. Fluorinasi  $UF_6$  dengan kloroalkena, misalnya freon-12 (perkloro etilena),
4. Hidrolisis  $UF_6$  menghasilkan uranil fluorida ( $UO_2F_2$ ), lalu diendapkan menggunakan HF dan stannous klorida ( $SnCl_2$ ) sebagai bahan reduktor,
5. Reduksi secara elektrodialisis larutan uranil (bersuasana klorida, sulfat, dan nitrat) menggunakan membran kation. Teknik tersebut telah dilakukan oleh para peneliti ORNL, AS yang dikenal dengan proses EXCER. Hasil larutan urano diendapkan oleh pelarut HF pada suhu  $900^{\circ}C$ .

Pada penentuan kadar U didalam serbuk  $UF_4$  kesulitan yang dihadapi adalah pelarutan serbuk tersebut didalam media asam nitrat. Disamping itu adanya ion fluor dengan konsentrasi tinggi sangat berpengaruh sekali terhadap hasil analisis. Serbuk  $Al_2(SO_4)_3$  merupakan senyawa efektif yang dapat memisahkan uranium dari persenyawaan  $UF_4$  dan dapat mengikat senyawa fluor dari  $UF_4$  dengan baik, sehingga U dapat ditentukan dalam media asam nitrat.<sup>3</sup>

## 2.4 Hidrogen Tetrafluoroborat (HBF<sub>4</sub>)

Hidrogen tetrafluoroborat atau asam fluoroborat/fluoborat (HBF<sub>4</sub>) merupakan larutan tidak berwarna dan tidak berbau yang memiliki berat molekul 87,81g/mol dengan titik leleh -90<sup>0</sup>C dan titik didih 130<sup>0</sup>C. HBF<sub>4</sub> dapat larut dalam air dan memiliki keasaman (pKa) -0,4 dengan tekanan uap 0,93 kPa pada suhu 20<sup>0</sup>C, density 1,410g/mL, korosif terhadap logam dan biasanya digunakan dalam pelapisan dan pembersihan logam.

HBF<sub>4</sub> tersedia dalam bentuk larutan dalam air dan pelarut lainnya seperti dietileter. Kekuatan sifat asamnya sebanding dengan asam nitrat. HBF<sub>4</sub> adalah asam kuat yang terkoordinasi lemah, diperoleh dengan melarutkan asam borat ke dalam larutan HF menurut persamaan reaksi :



Asam fluoroborat bereaksi secara eksotermis dengan basa, seperti amina dan hidroksida anorganik. Reaksi ini berbahaya pada suhu tinggi. Dalam perdagangan biasanya dijumpai sebagai larutan asam tetrafluoroborat dengan kadar sekitar 40%.

## 2.5 Pikling

Pikling adalah pembersihan oksida secara kimiawi melalui pencelupan dalam larutan asam. Misalnya pada besi reaksi pada saat pembersihannya adalah sebagai berikut :



Beberapa asam yang dapat digunakan untuk pikling adalah asam sulfat, asam klorida, asam nitrat dan campuran asam-asam lainnya. Larutan asam sulit dikendalikan karena bersifat korosif. Oleh karena itu, konsentrasi asam harus dikontrol agar logam tersebut dipikling sesuai dengan keadaan yang diinginkan.

## 2.6 Potensiometri

Potensiometri adalah salah satu metoda analisis titrimetri dimana titik akhir ditemukan dengan menentukan volume yang menyebabkan perubahan relatif besar dalam potensial apabila titran ditambahkan.<sup>9</sup> Alatnya disebut potensiometer.

Potensiometer dilengkapi dengan alat titrasi secara otomatis dan alat pencatat hasil analisis.

Didalam melakukan analisis kadar Uranium, elektroda yang digunakan adalah elektroda kerja dan pembanding. Elektroda kerja yang dipakai adalah elektroda platina yang berfungsi untuk mengukur perubahan potensial dalam larutan yang dianalisis, sedangkan elektroda pembanding yang dipakai adalah elektroda kalomel. Hubungan antara potensial elektroda dengan aktivitas ion dinyatakan dengan persamaan Nerst yaitu :

$$E = E_0 + \frac{2,303 RT}{ZF} \log a$$

dimana :

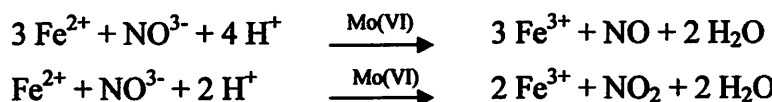
- E = Potensial Sel, volt
- E<sub>0</sub> = Potensial Elektroda Standar, volt
- R = Konstanta gas, J/mol.<sup>0</sup>K
- T = Temperatur absolut, <sup>0</sup>K
- a = Aktivitas ion
- Z = Elektron valensi
- F = Konstanta Faraday, coul/mol

Penentuan kadar uranium secara potensiometri didasarkan atas reaksi reduksi oksidasi (redoks). Analisis kadar Uranium terdiri dari 3 reaksi berikut ini:<sup>9,10</sup>

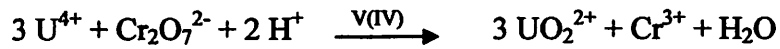
1. Proses reduksi Uranium valensi (VI) menjadi Uranium valensi (IV) menggunakan Fe (II) sebagai reduktor. Hal ini dilakukan dalam suasana asam phospat dan asam sulfamat.



2. Adanya kelebihan Fe(II) akan dioksidasi menjadi Fe (III) oleh asam nitrat dengan Mo (VI) sebagai katalisator.



3. Uranium valensi (IV) yang dihasilkan dari proses reduksi akan dioksidasi menjadi Uranium valensi (VI) dengan dititrasi menggunakan oksidator K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dan sebagai katalisator adalah V(IV).



Jumlah Uranium yang dianalisis dapat diketahui langsung dari hasil pencatatan pada alat tersebut atau dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$U = \frac{119 \times V \times N \times f \times Fp}{Vc}$$

dimana :

U = Kadar uranium, g/L

V = Volume titran  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , mL

N = Normalitas  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , g/L

f = Faktor koreksi alat

Vc = Volume cuplikan, mL

Fp = Faktor pengenceran

119 = BE (Bobot Ekuivalen ) dari Uranium, g/ek.

sedangkan, persentase uranium dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\%U = \frac{U \times Vp}{Ws} \times 100\%$$

dimana :

U = Kadar uranium, g/L

Vp = Volume pengenceran, L

Ws = Berat sampel  $\text{U}_3\text{O}_8$ , g

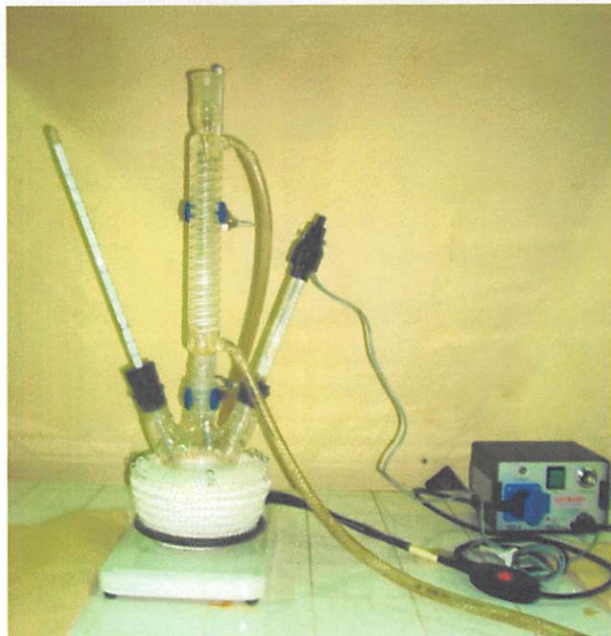
### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 3 bulan, yaitu dimulai dari bulan Maret hingga Mei 2010, bertempat di laboratorium Kendali Kualitas Bidang Bahan Bakar Nuklir (B3N) – Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBN) – Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) – PUSPIPTEK – Cisauk – Tangerang Selatan – Provinsi Banten.

#### 3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas ukur, beker gelas, pipet, penjepit, kertas saring whatman 41, labu destilasi, pemanas mantel, botol plastik bertutup, kondensor dan neraca analitik. Rangkaian peralatan untuk pelarutan logam U ditampilkan dalam Gambar 1, sedangkan untuk analisis kadar U dalam  $UF_4$  digunakan alat potensiometer merk Metrohm 672 (Gambar 2).



**Gambar 1.** Rangkaian peralatan untuk pelarutan logam U

Bahan yang digunakan adalah potongan-potongan logam uranium, asam nitrat pekat ( $HNO_3$ , Merck), aquades, metanol, hidrogen klorida ( $HCl$  37%, Merck), hidrogen tetrafluorida ( $HF_4$  48-50%, Merck), dan hidrogen fluorida



(HF 40%, Merck). Untuk analisis U dalam standar dan sampel digunakan bahan aluminium sulfat ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ), asam nitrat ( $\text{HNO}_3(\text{p})$ ), asam perklorat ( $\text{HClO}_4(\text{p})$ ), asam sulfamat, asam pospat ( $\text{H}_3\text{PO}_4(\text{p})$ ), ferro sulfat ( $\text{FeSO}_4$ ), ammonium heptamolibdat ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), vanadil sulfat, dan aquadest.



**Gambar 2.** Potensiometer merk Metrohm 672

### 3.3 Prosedur Kerja

#### 3.3.1 Pembuatan larutan

Larutan HCl dibuat dalam beberapa variasi konsentrasi (2,5% ; 5% ; 7,5% ; 10% ; 12,5% ; 15% ; 17,5% ; 20% dan 25%) dengan cara mengencerkan larutan HCl 37%. Konsentrasi larutan  $\text{HBF}_4$  divariasikan menjadi 0,5% ; 1% ; 1,5% ; 2% ; 2,5% ; 3% ; dan 3,5% dengan mengencerkan larutan  $\text{HBF}_4$  48% (perhitungan pada lampiran 1).

#### 3.3.2 Pencarian kondisi pelarutan yang relatif baik

Logam U dengan berat  $\pm 5\text{g}$  dipikling, lalu ditimbang kembali dan kemudian dilarutkan kedalam larutan (50mL HCl dan 3mL katalis  $\text{HBF}_4$ ). Pelarutan ini dilakukan selama satu jam pada berbagai variasi konsentrasi HCl dan variasi suhu ( $30^\circ\text{C}$ ,  $40^\circ\text{C}$ ,  $50^\circ\text{C}$ , dan  $60^\circ\text{C}$ ), setelah didapatkan konsentrasi HCl dan suhu yang dapat melarutkan logam U dengan relatif baik, kemudian pelarutan dilakukan

kemudian larutan dianalisis menggunakan alat potensiometer, analisis ini dilakukan sebanyak 6 kali.

#### 3.4.2 Sampel UF<sub>4</sub>

Sebanyak ± 0,1g UF<sub>4</sub> ditambahkan 5mL larutan aluminium sulfat jenuh (Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>) kemudian diaduk dan dipanaskan pada suhu 40<sup>0</sup>C hingga UF<sub>4</sub> larut. Larutan disaring dan endapan yang terbentuk dicuci dengan air panas secukupnya. Filtrat ditambahkan 5mL HNO<sub>3</sub> pekat kemudian diencerkan dalam labu 25mL. Sebanyak ± 1mL larutan dimasukkan ke dalam beker gelas dan ditambahkan 2,5mL HClO<sub>4</sub> pekat, kemudian larutan dipanaskan hingga berasap dan tertinggal ± 1mL. Ke dalam beker gelas tersebut kemudian ditambahkan 0,5mL larutan asam sulfamat dan 4mL asam fosfat pekat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> pekat), kemudian diaduk hingga larutan berwarna putih susu, lalu ditambahkan 0,5mL larutan ferrosulfat (FeSO<sub>4</sub>) dan 1mL larutan ammonium heptamolibdat ((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O), kemudian larutan diaduk selama 1 menit (hingga warna coklat hilang), lalu ditambahkan 1mL larutan vanadil sulfat 1,25% dan aquadest hingga volume ± 50mL (untuk menyempurnakan reaksi, selama penambahan pereaksi dilakukan pengadukan dengan stirrer), kemudian larutan dianalisis menggunakan alat potensiometer, analisis ini dilakukan sebanyak 6 kali.

#### 3.5 Analisis UF<sub>4</sub> menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Serbuk UF<sub>4</sub> kering dimasukkan ke dalam holder XRD berukuran 20x18x1mm hingga penuh dan rata. Dipasang holder pada tempat dan dilakukan pengukuran terhadap sampel.

Dari Tabel 1 terlihat bahwa pada konsentrasi HCl 2,5% sampai dengan 15% menghasilkan larutan hijau tanpa endapan, sedangkan pada konsentrasi HCl 17,5% hingga 25% logam U terlarut habis namun menghasilkan larutan hitam dan endapan. Karena keberadaan endapan tidak diinginkan, maka pada suhu 40°C pelarutan dilakukan hingga konsentrasi HCl 15% dengan konsentrasi HBF<sub>4</sub> 2,5% dengan lama waktu pelarutan selama satu jam. Hasil pelarutan logam U pada suhu 40°C ditampilkan dalam Tabel 2.

**Tabel 2.** Pelarutan logam U pada suhu 40°C dengan variasi konsentrasi HCl

Konsentrasi HCl (%)	%U Terlarut	Keterangan
2,5	0,14	Larutan bening, suhu konstan 40 <sup>0</sup> C
5	5,4	Larutan hijau, suhu antara 40 ~ 42 <sup>0</sup> C
7,5	11	Larutan hijau, suhu antara 40 ~ 42 <sup>0</sup> C
10	13,02	Larutan hijau, suhu antara 40 ~ 53 <sup>0</sup> C
12,5	15,80	Larutan hijau pekat, suhu antara 40 ~ 59 <sup>0</sup> C
15	100	Larutan hitam dan endapan

Pada Tabel 2 diperoleh hasil bahwa pada konsentrasi HCl 2,5% sampai 12,5% menghasilkan larutan hijau, sedangkan pada konsentrasi HCl 15% menghasilkan larutan hitam dan endapan, maka pada suhu 50°C pelarutan logam U hanya dilakukan hingga konsentrasi HCl 12,5% dengan konsentrasi HBF<sub>4</sub> 2,5% selama satu jam. Hasil pelarutan logam U pada suhu 50°C ditampilkan dalam Tabel 3.

**Tabel 3.** Pelarutan logam U pada suhu 50°C dengan variasi konsentrasi HCl

Konsentrasi HCl (%)	%U Terlarut	Keterangan
2,5	0,16	Larutan bening, suhu antara 50 ~ 52 <sup>0</sup> C
5	10,22	Larutan hijau, suhu antara 50 ~ 52 <sup>0</sup> C

7,5	14,92	Larutan hijau, suhu antara 50 ~ 52 <sup>0</sup> C
10	15,72	Larutan hijau, suhu antara 50 ~ 53 <sup>0</sup> C
12,5	100	Larutan hitam dan endapan

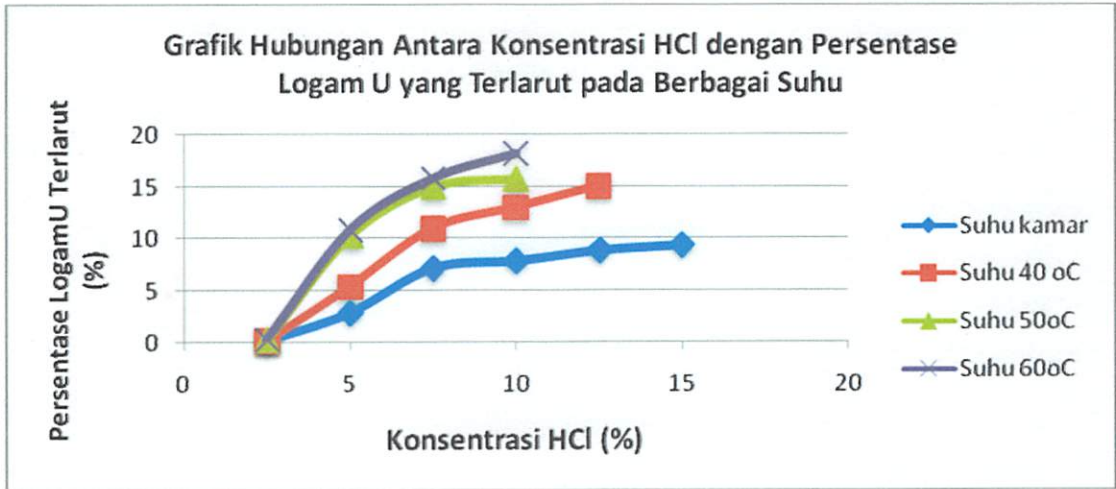
Dari Tabel 3 diketahui bahwa pada suhu 50<sup>0</sup>C konsentrasi HCl 2,5% sampai 10% menghasilkan larutan hijau, sedangkan pada konsentrasi HCl 12,5% menghasilkan larutan hitam dan endapan. Oleh karena itu, untuk suhu 60<sup>0</sup>C, pelarutan logam U hanya dilakukan hingga konsentrasi HCl 10%. Hasil pelarutan logam U pada suhu 60<sup>0</sup>C ditampilkan dalam Tabel 4.

**Tabel 4.** Pelarutan logam U pada suhu 60<sup>0</sup>C dengan variasi konsentrasi HCl

Konsentrasi HCl (%)	%U Terlarut	Keterangan
2,5	0,20	Larutan bening, suhu antara 51 ~ 59 <sup>0</sup> C
5	10,79	Larutan hijau, suhu antara 51 ~ 59 <sup>0</sup> C
7,5	15,79	Larutan hijau, suhu antara 51 ~ 59 <sup>0</sup> C
10	18,20	Larutan hijau pekat, suhu antara 51 ~ 60 <sup>0</sup> C

Dari Tabel 4 terlihat bahwa pada konsentrasi HCl 2,5% hingga 10% menghasilkan larutan hijau. Dari pelarutan yang telah dilakukan pada berbagai konsentrasi HCl dan suhu tersebut, terlihat bahwa dengan semakin meningkatnya suhu dan konsentrasi HCl maka semakin besar kemungkinan terbentuknya endapan. Untuk itu pelarutan hanya dilakukan hingga suhu 60<sup>0</sup>C.

Rangkuman hasil pelarutan logam U pada berbagai variasi suhu dan konsentrasi HCl ditampilkan dalam Gambar 3. Dari Gambar 3 terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi HCl dan suhu pelarutan maka persentase logam U yang terlarut semakin meningkat, meskipun hingga suhu 60<sup>0</sup>C grafik belum mengalami penurunan, namun untuk menghindari terbentuknya endapan dan hidrolisis katalis yang terjadi pada suhu tinggi, maka suhu dibatasi hingga 60<sup>0</sup>C.



**Gambar 3.** Persentase logam U terlarut pada berbagai suhu

Gambar 3 menunjukkan bahwa logam U terlarut paling banyak pada suhu 60°C, namun antara suhu 50°C dan 60°C tidak memiliki perbedaan yang signifikan, hanya sedikit berbeda pada konsentrasi HCl 10%. Meskipun pada suhu 60°C persentase logam U yang terlarut lebih banyak, namun pada suhu 50°C dengan konsentrasi HCl 10% lebih dipilih, hal ini karena persentase logam U yang terlarut tidak berbeda jauh.

Beberapa alasan yang mendasari pemilihan suhu 50°C dengan konsentrasi HCl 10% sebagai pelarutan logam U yang relatif baik adalah reaksi pelarutan logam U merupakan reaksi eksotermis yang menghasilkan gas H<sub>2</sub>, sehingga untuk mengendalikan reaksi tersebut dilakukan penambahan katalis. Suhu yang tinggi akan menyebabkan katalis HBF<sub>4</sub> terhidrolisis menjadi HBF<sub>3</sub>OH dan HF, sehingga dapat mempengaruhi kualitas katalis dan menyebabkan larutan sulit untuk di recycle, selain itu suhu yang tinggi juga dapat menyebabkan terbentuknya endapan sebagai pengaruh adanya HF dari hasil hidrolisis.

Dengan suhu pelarutan yang lebih rendah akan menghasilkan gas H<sub>2</sub> yang lebih sedikit dan dapat mencegah terbentuknya endapan (hasil pelarutan masih berbentuk larutan). Hal ini dapat dilihat dari persamaan reaksi berikut:



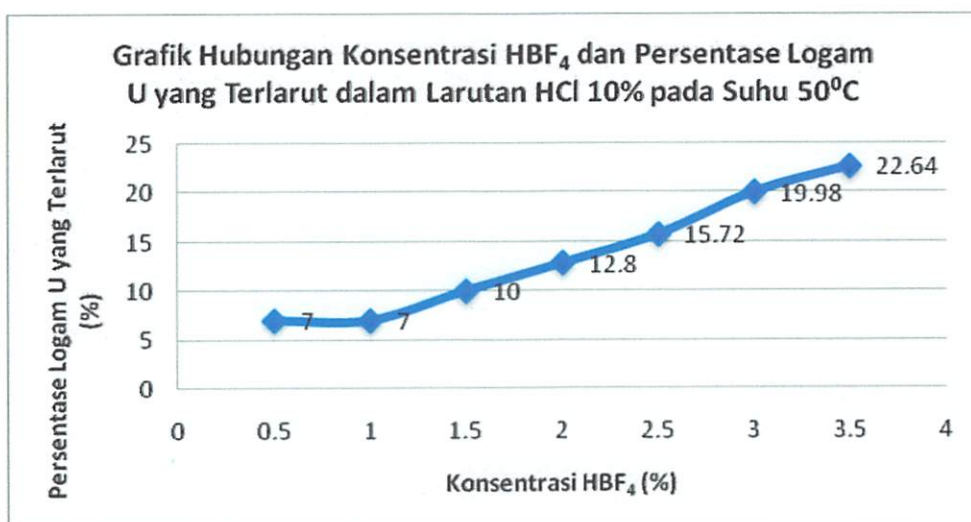
Terbentuknya endapan tidak diinginkan karena keberadaan endapan yang dapat merusak sistem peralatan. Terbentuknya endapan hitam diindikasikan dari

pengaruh HF hasil hidrolisis  $\text{HBF}_4$ , endapan hitam yang terbentuk dapat berupa  $\text{UF}_3$  atau  $\text{UCl}_6$ , namun untuk memastikan endapan yang terbentuk adalah  $\text{UF}_3$  ataupun  $\text{UCl}_6$  perlu dilakukan penelitian lebih lanjut (pada penelitian ini hal tersebut tidak dilakukan).

Selain itu, suhu  $50^\circ\text{C}$  lebih mudah dicapai, sehingga tidak memerlukan energi yang lebih besar untuk pemanasan. Sedangkan alasan keekonomian katalis dapat dilihat dari kebutuhan proses yang hanya membutuhkan konsentrasi rendah (2,5%). Oleh karena itu, konsentrasi HCl 10% dengan suhu pelarutan  $50^\circ\text{C}$  dan konsentrasi katalis 2,5% dipilih sebagai kondisi pelarutan logam U yang relatif baik. Langkah selanjutnya adalah melakukan variasi konsentrasi katalis  $\text{HBF}_4$ . Hasil pelarutan logam U pada berbagai variasi konsentrasi  $\text{HBF}_4$  dengan konsentrasi HCl 10% dan suhu  $50^\circ\text{C}$  ditampilkan dalam Tabel 5 dan Gambar 4.

**Tabel 5.** Variasi konsentrasi  $\text{HBF}_4$  untuk konsentrasi HCl 10% pada suhu  $50^\circ\text{C}$

Konsentrasi $\text{HBF}_4$ (%)	%U Terlarut	Keterangan
0,5	7	Larutan hijau lebih pekat dengan suhu pelarutan antara $50 \sim 52^\circ\text{C}$
1	7	Larutan hijau dengan suhu pelarutan antara $48 \sim 51^\circ\text{C}$
1,5	10	Larutan hijau dengan suhu pelarutan antara $47 \sim 51^\circ\text{C}$
2	12,8	Larutan hijau dengan suhu pelarutan antara $49 \sim 52^\circ\text{C}$
2,5	15,72	Larutan hijau dengan suhu pelarutan antara $50 \sim 51^\circ\text{C}$
3	19,98	Larutan hijau pekat dengan suhu pelarutan relatif konstan antara $50 \sim 51^\circ\text{C}$
3,5	22,64	Larutan hijau pekat dengan suhu pelarutan relatif konstan antara $50 \sim 51^\circ\text{C}$ .



**Gambar 4.** Variasi konsentrasi HBF<sub>4</sub> pada larutan HCl 10% dengan suhu 50°C

Dari Tabel 5 dan Gambar 4 ditunjukkan bahwa dengan semakin meningkatnya konsentrasi katalis HBF<sub>4</sub>, maka logam U yang terlarut semakin banyak. Namun dengan pertimbangan ekonomis katalis, maka sedapat mungkin penggunaannya harus diminimalkan. Konsentrasi katalis HBF<sub>4</sub> 2,5% lebih dipilih untuk digunakan karena menghasilkan larutan hijau yang lebih terang dibandingkan dengan konsentrasi HBF<sub>4</sub> yang lebih tinggi. Hal ini dikarenakan larutan hijau pekat rentan terhadap terbentuknya endapan UCl<sub>4</sub> (endapan hijau pekat) ataupun endapan UCl<sub>6</sub> (endapan berwarna hitam). Selanjutnya pelarutan logam U dilakukan menurut variasi waktu. Hasil pelarutan logam U pada variasi waktu ditampilkan dalam Tabel 6.

**Tabel 6.** Variasi waktu dalam pelarutan logam U

Waktu (jam)	% U Terlarut	Keterangan
1	15,72	Larutan hijau dengan suhu pelarutan antara 50 ~51°C
2	100	Larutan hitam dan ada endapan

Dari Tabel 6 diketahui bahwa pada waktu pelarutan selama dua jam dihasilkan larutan hitam dan endapan. Oleh karena itu, pelarutan untuk waktu tiga

jam dan seterusnya tidak dilakukan dan waktu pelarutan satu jam dipilih sebagai waktu pelarutan yang relatif baik.

#### 4.2 Hasil pembuatan $UF_4$ dan penentuan kadar U dalam $UF_4$

Berdasarkan pencarian kondisi pelarutan yang telah dilakukan, maka logam uranium dilarutkan selama satu jam pada suhu  $50^{\circ}C$  dengan konsentrasi HCl 10% dan katalis  $HBF_4$  2,5%. Dari kondisi pelarutan tersebut diperoleh logam U terlarut sebesar 0,8551g dengan persentase pelarutan 15,72% (lampiran 3). Larutan hijau hasil pelarutan ditampilkan pada gambar 5.

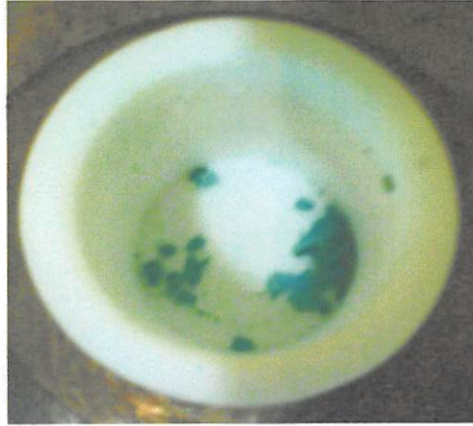


**Gambar 5.** Larutan hijau hasil pelarutan logam U selama satu jam pada suhu  $50^{\circ}C$  dengan konsentrasi HCl 10% dan katalis  $HBF_4$  2,5%.

Endapan  $UF_4$  diperoleh dengan menambahkan asam fluorida 40% berlebih terhadap larutan hijau terang hasil pelarutan. Endapan  $UF_4$  yang diperoleh sebesar 1,0406g dengan efisiensi pengendapan 92,23% (lampiran 3). Endapan yang diperoleh terlihat pada gambar 6.

Dari data dan perhitungan kadar U dalam endapan (lampiran 4) diperoleh hasil kandungan U dalam endapan (praktek) sebesar 71,00%, sedangkan kadar U dalam  $UF_4$  teoritis adalah 73,19% (lampiran 4). Pemisahan endapan dari larutan dengan cara dekantasi memungkinkan adanya endapan  $UF_4$  yang terbawa bersama larutan, sehingga menyebabkan kecilnya hasil pengukuran kadar U (praktek) didalam endapan.



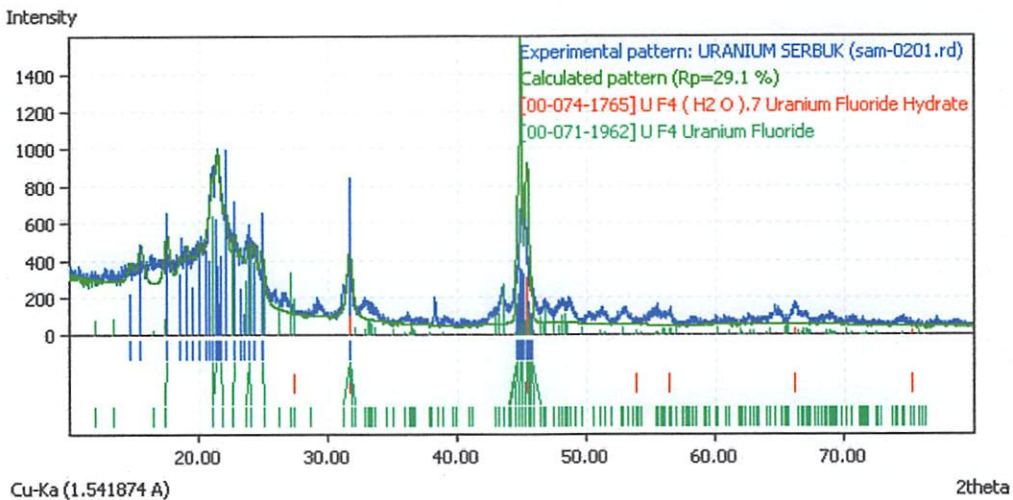


**Gambar 6.** Endapan yang terbentuk

Faktor lain yang menyebabkan kecilnya kadar uranium yang diperoleh secara praktek adalah massa uranium yang terlarut sangat sedikit, yaitu  $\pm 0,8\text{g}$ . Massa uranium terlarut yang sangat kecil ini ( $<1\text{g}$ ) menyulitkan pengukuran kadar uranium, sehingga mempengaruhi ketelitian dan ketepatan dalam analisis uranium dalam endapan. Meskipun keberadaan ion fluor yang dapat mengganggu pengukuran kadar U adalah dalam jumlah besar,<sup>3</sup> namun untuk mengantisipasi kemungkinan gangguan ion fluor tersebut, maka dilakukan penambahan  $(\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3)$ .

#### 4.3 Hasil analisis $\text{UF}_4$ menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis pola difraksi sinar-X dan resume/rangkuman hasil sampel  $\text{UF}_4$  ditampilkan dalam Gambar 7 dan Tabel 7.

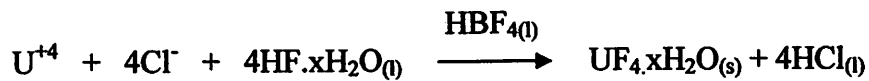


**Gambar 7.** Analisis pola difraksi sinar-X terhadap serbuk  $\text{UF}_4$

**Tabel 7.** Rangkuman analisis endapan UF<sub>4</sub>

No	Fasa	Formula	Fraction (%)
1	Uranium Fluoride Hidrat	UF <sub>4</sub> .7(H <sub>2</sub> O)	24.95
2	Uranium Fluorida	UF <sub>4</sub>	75.05

Dari Gambar 5 dan Tabel 7 tampak bahwa sampel yang dianalisis menunjukkan bahwa sampel tersebut adalah serbuk UF<sub>4</sub>, sedang kemungkinan senyawa lain tidak terdeteksi. Hal ini karena pada proses pembuatan UF<sub>4</sub> dilakukan penambahan larutan HF 40% secara berlebih ( $\pm 100\%$ ) agar reaksi ditekan untuk berjalan kekanan (tidak bolak-balik) sehingga diharapkan hasil yang optimum, namun sampel yang dianalisis masih mengandung uranium fluoride hydrate [UF<sub>4</sub>.7(H<sub>2</sub>O)], berarti bahwa pembuatan serbuk UF<sub>4</sub> secara basah dapat menghasilkan uranium fluorida hidrat. Selain itu, sulitnya mengeringkan endapan UF<sub>4</sub> juga memungkinkan adanya air (H<sub>2</sub>O) pada endapan UF<sub>4</sub>. Endapan UF<sub>4</sub> tidak dapat dikeringkan di dalam oven, karena kandungan fluor dalam UF<sub>4</sub> dikawatirkan dapat merusak sistem peralatan. Oleh karena itu, endapan UF<sub>4</sub> hanya dikeringkan dengan cara dekantasi dan dipanaskan menggunakan hot plate dalam wadah teflon sehingga proses pengeringan menjadi kurang sempurna. Pengaruh air (H<sub>2</sub>O) dapat dilihat menurut persamaan reaksi berikut:



## **V. KESIMPULAN DAN SARAN**

### **5.1 Kesimpulan**

Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh kesimpulan bahwa Uranium Tetrafluorida ( $UF_4$ ) dapat diperoleh dengan cara melarutkan logam U didalam larutan HCl yang diberi katalis  $HF_4$  dan dihidrofluorinasi dengan cara penambahan larutan asam fluorida. Metoda ini dapat digunakan untuk mengolah logam uranium tanpa memerlukan waktu yang relatif lama dan menghasilkan deposit.

### **5.2 Saran**

Agar diperoleh hasil yang lebih baik dan pengembangan terhadap metoda ini, kepada peneliti selanjutnya disarankan beberapa hal sebagai berikut :

1. Maksimalkan pengeringan endapan.
2. Dengan alasan ekonomis katalis dan meminimalkan larutan sisa yang dihasilkan, maka keasaman larutan sisa perlu dianalisis agar larutan sisa dapat direcycle.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Widada, Bambang dan Ghaib Widodo. Strategi Memproduksi Logam U Berkualitas. URANIA No.20/Thn.V/Oktober. 1999.
2. Torowati, Ngatijo, Lilis Windaryati, Banawa Sri Galuh. Analisis Kadar Uranium dalam Yellow Cake dengan Titrasi secara Potensiometri. ISSN 1979-2409. No. 03/ Tahun II. 2009.
3. Kasino Putro, Purwadi. Penentuan Kadar U dan Unsur Pengotor dalam Uranium Tetra Fluorida secara Potensiometri dan spektrofotometri Serapan Atom. Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir II PEBN-BATAN. Jakarta. 1996.
4. Rifaid, M. Nur. Dissolution of Pulverized Uranium Oxide in Hydrochloric Acid Solution. Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir VI. P2TBDU-BATAN. Jakarta. 2001.
5. Pollock, Eugene N. Method and Apparatus for Producing Green Salt ( $UF_4$ ) from Uranium and Uranium Alloy Pieces. Nuclear Metals, Inc. United States. 1987. United States Patent 4699769.
6. Asminar. Analisis Unsur-unsur Pengotor dalam Uranium Logam secara Spektrofotometri Serapan Atom. Hasil-hasil Penelitian EBN –BATAN. 2007.
7. Widodo, Ghaib dan Fathurrachman. Proses Olah Ulang Dingin Pada Bahan Bakar Reaktor Riset, Proses Pemurnian Uranium untuk Mendapatkan Serbuk  $U_3O_8$  dan Logam U. Urania No. 6/Thn. II. PEBN-BATAN. Serpong. 1996
8. Benedict, Manson and Thomas H Pigford. Nuclear Chemical Engineering. McGraw-Hill Book Company, Inc. 1981. 129-158.
9. Ngatijo, Pranjono, M.M, Lilis Windaryati, dan B.S. Galuh. Analisis Kadar Uranium dalam  $U_3O_8$  dari Kalsinasi Sodium Diuranat ( $Na_2U_2O_7$ ) Hasil Ekstraksi Limbah Cair Menggunakan  $D_2EHPA$ . Prosiding Seminar Pengolahan Perangkat Nuklir PTBN – BATAN. Serpong. 2007.
10. Boybul dan Iis Haryati. Pengaruh Unsur Al, Mg, dan Na pada Analisis Uranium secara Potensiometri. ISSN 1907–2635. 82/Akred-LIPI/P2MBI/5. 2007.
11. Widodo, Ghaib, Prayitno, Hendro Wahyono, dan Sunardi. Pemungutan U dari Kerak Produksi Logam U secara Pemanggangan. Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V P2TBDU dan P2BGN-BATAN. Jakarta. 2000.

## Lampiran 1. Pembuatan larutan

### a. Pembuatan larutan HCl berbagai konsentrasi dari pengenceran larutan HCl

37%.

HCl 2,5%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 2,5\% \\V_1 &= 6,75 \text{ mL}\end{aligned}$$

HCl 5%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 5\% \\V_1 &= 13,51 \text{ mL}\end{aligned}$$

HCl 7,5%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 7,5\% \\V_1 &= 20,27 \text{ mL}\end{aligned}$$

HCl 1%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 10\% \\V_1 &= 27,02 \text{ mL}\end{aligned}$$

HCl 12,5%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 12,5\% \\V_1 &= 33,78 \text{ mL}\end{aligned}$$

HCl 15%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 15\% \\V_1 &= 40,54 \text{ mL}\end{aligned}$$

HCl 20%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 20\% \\V_1 &= 54,05 \text{ mL}\end{aligned}$$

HCl 25%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 37\% &= 100 \text{ mL} \cdot 25\% \\V_1 &= 67,56 \text{ mL}\end{aligned}$$

b. Pembuatan larutan  $\text{HBF}_4$  berbagai konsentrasi dari pengenceran larutan  $\text{HBF}_4$  48%.

Larutan  $\text{HBF}_4$  2,5% dari larutan  $\text{HBF}_4$  48%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 48\% &= 100 \text{ mL} \cdot 2,5\% \\V_1 &= 5,20 \text{ mL}\end{aligned}$$

Larutan  $\text{HBF}_4$  berbagai konsentrasi dari larutan  $\text{HBF}_4$  2,5%

$\text{HBF}_4$  2%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 2,5\% &= 10 \text{ mL} \cdot 2\% \\V_1 &= 8 \text{ mL}\end{aligned}$$

$\text{HBF}_4$  1,5%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 2,5\% &= 10 \text{ mL} \cdot 1,5\% \\V_1 &= 6 \text{ mL}\end{aligned}$$

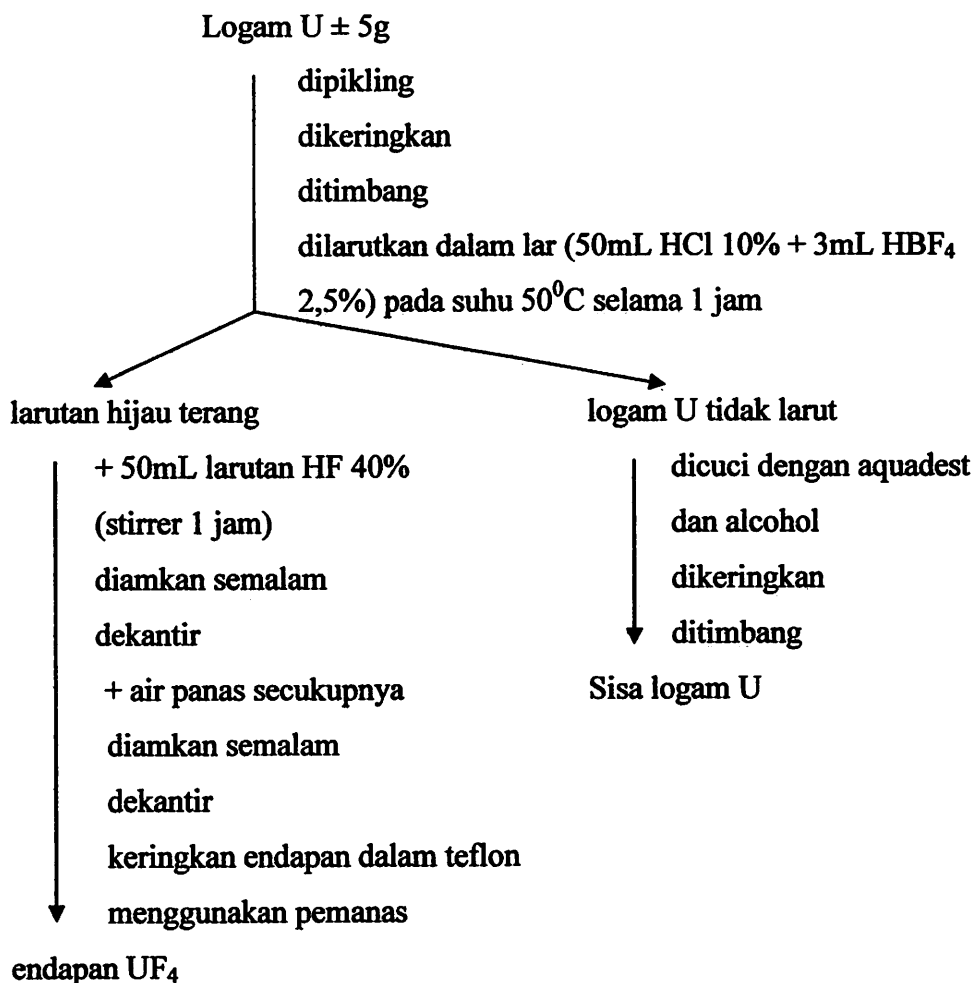
$\text{HBF}_4$  1%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 2,5\% &= 10 \text{ mL} \cdot 1\% \\V_1 &= 4 \text{ mL}\end{aligned}$$

$\text{HBF}_4$  0,5%

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\V_1 \cdot 2,5\% &= 10 \text{ mL} \cdot 0,5\% \\V_1 &= 2 \text{ mL}\end{aligned}$$

**Lampiran 2. Skema pembuatan UF<sub>4</sub>**



**Lampiran 3.** Berat logam U yang digunakan dan perhitungan persentase pelarutan dan efisiensi pengendapan hasil pelarutan pada kondisi yang relatif baik.

T (°C)	Konsentrasi HCl (%)	Sebelum pickling (g)	Setelah pickling (g)	Setelah pelarutan (g)
28	2,5	5,4143	5,3935	5,3915
	5	10,5955	10,5666	10,2676
	7,5	5,0587	5,0437	4,6822
	10	5,2286	5,2166	4,8090
	12,5	5,6763	5,6534	5,1545
	15	5,1285	5,1130	4,6367
	17,5	6,5786	6,5592	-
	20	5,3036	5,2858	-
	25	5,2022	5,1946	-
40	2,5	5,4562	5,4423	5,4343
	5	5,6988	5,6828	5,3759
	7,5	5,6206	5,6039	4,9876
	10	5,1902	5,1733	4,4901
	12,5	5,3449	5,3263	4,4844
	15	5,5622	5,5435	-
50	2,5	5,3570	5,3424	5,3336
	5	5,2433	5,2233	4,6893
	7,5	5,4752	5,4582	4,6435
	10	5,4654	5,4366	4,5815
	12,5	5,3322	5,3253	-



60	2,5	5,1050	5,0765	5,0662
	5	5,1174	5,0995	4,5490
	7,5	5,6325	5,6112	4,7250
	10	5,4258	5,4050	4,4210
	11,5	5,2257	5,2080	-

T (°C)	Konsentrasi HCl (%)	Konsentrasi HBF <sub>4</sub> (%)	Sebelum pickling (g)	Setelah pickling (g)	Setelah pelarutan (g)
<b>50</b>	10	0,5	5,4320	5,4118	5,0318
	10	1	5,2588	5,2373	4,8503
	10	1,5	5,6857	5,6600	5,0884
	10	2	5,1800	5,1568	4,4965
	<b>10</b>	<b>2,5</b>	<b>5,4654</b>	<b>5,4366</b>	<b>4,5815</b>
	10	3	5,1617	5,1478	4,1191
	10	3,5	5,1730	5,1576	3,9897

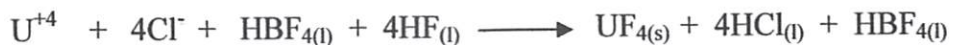
Keterangan : warna merah merupakan kondisi pelarutan dan berat logam U yang digunakan dalam pembuatan UF<sub>4</sub>

Persentase pelarutan :

$$\text{Massa logam U terlarut (g)} : 5,4366 - 4,5815 = 0,8551$$

$$\text{Persentase pelarutan (\%)} : \frac{0,8551}{5,4366} \times 100 = 15,72$$

Efisiensi pengendapan :



Mol U	: $\frac{\text{Massa}}{\text{Ar}} = \frac{0,8551\text{g}}{238\text{g}} = 3,5928 \times 10^{-3}$
Massa endapan UF <sub>4</sub> teoritis)	: $3,5928 \times 10^{-3} \times \text{Mr UF}_4 = 1,1281\text{g}$
Massa endapan yang diperoleh	: 1,0406g
Efisiensi pengendaaan	: $\frac{1,0406}{1,1281} \times 100\% = 92,23\%$

**Lampiran 4. Data dan perhitungan hasil pengukuran kadar U dalam standar  $U_3O_8$  dan sampel  $UF_4$ .**

**a. Standar  $U_3O_8$**

Kadar U (teoritis)	: 0,8476g U
Massa $U_3O_8$ yang dilarutkan	: 0,1031g
Konsentrasi U (g/L)	: 3,784 ; 4,009 ; 4,186 ; 4,086 ; 4,188 ; 4,224
Rata-rata (g/L)	: 4,0795
Massa U konsentrasi 3,6801 g/L	: $4,0795\text{g/L} \times 25\text{mL} \times 1\text{ L}/1000\text{ mL}$ = 0,1019g
Kadar U (percobaan)	: $0,1019\text{g} / 0,1031\text{g}$ = 0,9892g U
Faktor koreksi (fk)	: $0,8476\text{g U} / 0,9892\text{g U}$ = 0,8568

**b. Sampel  $UF_4$**

- Teoritis

- Jika seluruh endapan merupakan  $UF_4$ , maka persentase U

$$: \frac{238}{314} \times 100\% = 75,8\%$$

- Jika endapan mengandung 75,05%  $UF_4$  dan 24,95%  $UF_4 \cdot 7H_2O$

$$\text{Massa } UF_4 \text{ dalam endapan} : 75,05\% \times 1,0406\text{g} = 0,7810\text{g}$$

$$\text{Kadar U dalam } UF_4 : \frac{238}{314} \times 0,7810\text{g} = 0,5915\text{g}$$

$$\text{Massa } UF_4 \cdot 7H_2O \text{ dalam endapan} : 24,95\% \times 1,0406\text{g} = 0,2596\text{g}$$

$$\text{Kadar U dalam } UF_4 \cdot 7H_2O : \frac{238}{440} \times 0,2596\text{g} = 0,14042\text{g}$$

$$\text{Kadar U total dalam endapan} : 0,5915\text{g} + 0,1404\text{g} = 0,7319\text{g}$$

$$\text{Persentase U dalam endapan} : 0,7319\text{g} \times 100\% = 73,19\%$$

- **Praktek**

<b>Logam U yang terlarut</b>	<b>: 15,72% (<math>\pm 0,8</math> g)</b>
<b>Massa endapan UF<sub>4</sub></b>	<b>: 1,0406g</b>
<b>Massa UF<sub>4</sub> yang dilarutkan</b>	<b>: 0,1079g</b>
<b>Konsentrasi U (g/L)</b>	<b>: 3,916 ; 3,303 ; 3,393 ; 3,448 ; 3,289 ; 3,274</b>
<b>Rata-rata</b>	<b>: 3,4371g/L</b>
<b>Konsentrasi U sebenarnya</b>	<b>: 3,4371g/L x fk</b> <b>= 3,4371g/L x 0,8568</b> <b>= 2,9449g/L</b>
<b>Massa U</b>	<b>: 2,9449g/L x 25mL x 1 L/1000 mL</b> <b>= 0,07362g</b>
<b>Persentase U dalam endapan</b>	<b>: <math>\frac{0,07362g}{0,1079g} \times 100\% = 68,23\%</math></b>
<b>Kadar U dalam endapan</b>	<b>: 1,0406g x 68,23% = 71,00%</b>