



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.

## **MODIFIKASI METODA ASTM UNTUK ANALISIS URANIUM DALAM LIMBAH CAIR DAN APLIKASINYA**

**SKRIPSI**



**RAHMA YANDA  
06 132 007**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU  
PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS  
ANDALAS PADANG  
2011**

**MODIFIKASI METODA ASTM UNTUK ANALISIS URANIUM DALAM  
LIMBAH CAIR DAN APLIKASINYA**

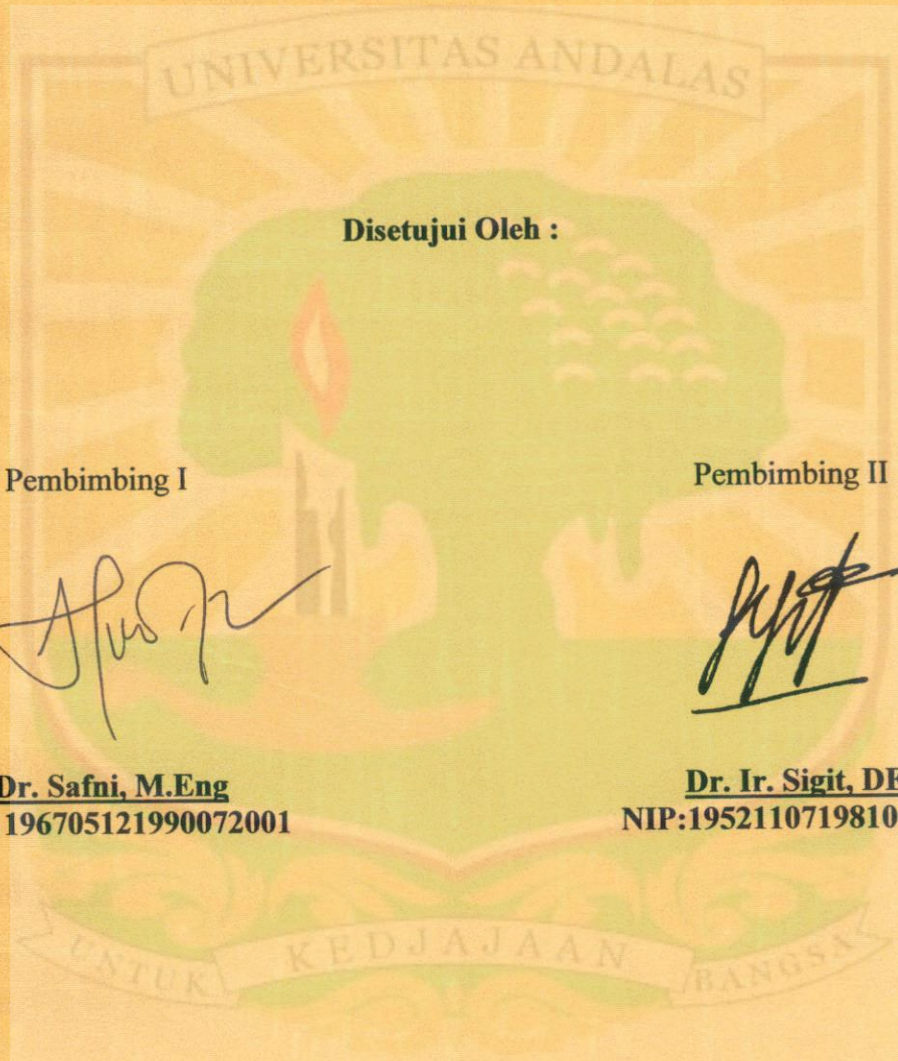
**Oleh:**

**RAHMA YANDA**  
**06 132 007**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains pada Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Andalas**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2011**

**Modifikasi Metoda ASTM untuk Analisis Uranium dalam Limbah Cair dan Aplikasinya.** Skripsi oleh Rahma Yanda (06 132 007) diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang, yang telah diuji dan dipertahankan pada tanggal 2 Februari 2011.



## KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Segala puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, atas berkat, rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Modifikasi Metoda ASTM untuk Analisa Uranium dalam Limbah Cair dan Aplikasinya”**. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.

Dalam pelaksanaan tugas akhir (TA) dan penulisan skripsi ini penulis telah banyak mendapatkan bantuan, motivasi dan saran dari berbagai pihak. Kesabaran dan keyakinan telah menuntun penulis dalam menyelesaikan skripsi ini, sehingga penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Kedua orang tua, adik serta keluarga besar tercinta yang selalu memberi dukungan, cinta, dan doa sehingga membuat penulis mampu melalui proses kehidupan sampai saat ini.
2. Pembimbing I dan II, Dr. Safni, M. Eng dan Dr. Ir. Sigit, DEA yang telah menuntun jalannya penelitian untuk TA ini baik dengan ilmu pengetahuan maupun saran yang sangat bermanfaat bagi penulis, sehingga penelitian ini berjalan lancar dan sesuai dengan yang diharapkan.
3. Ketua Jurusan Kimia, Dr. Adlis Santoni, M.S.
4. Pembimbing akademik, Indrawati, M.S yang selalu mengarahkan, member saran, dan motivasi kepada penulis selama menuntut ilmu di Jurusan Kimia ini.
5. Dosen-dosen yang telah membantu peneliti selama belajar di Universitas Andalas, yang selalu membagikan ilmu pengetahuan sehingga secara tidak langsung telah membentuk pola berpikir penulis ke arah yang lebih baik.
6. Bapak-bapak dan Ibu-ibu pegawai Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) Serpong yang jasa-jasanya sangat membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi serta membimbing penulis selama di BATAN.

7. Teman-teman Zokure angkatan 2006 yang selalu menjadi tempat penulis bercanda tawa, berbagi suka duka, bersama mengarungi kehidupan sebagai mahasiswa di Jurusan Kimia Universitas Andalas.
8. The Creambilles yang telah menorehkan suka duka pertemanan yang akan penulis kenang seumur hidup.
9. Keluarga besar kosan Jaya Kos dan teman-teman dari STTN Yogyakarta yang telah menjadi teman tak terlupakan selama penulis berada di Serpong.
10. Semua orang-orang yang belum bisa penulis sebutkan satu persatu tetapi jasa dan kebaikan yang kalian berikanlah yang membuat penulis bisa menjadi seperti saat sekarang ini.

Penulis menyadari bahwa tidak ada manusia yang berbicara dan bertingkah laku sempurna sekalipun penulis telah berupaya melakukan yang terbaik. Penulis juga meminta maaf untuk hal-hal yang dirasa kurang berkenan selama ini. Kritikan dan nasehat yang membangun selalu penulis butuhkan. Terima kasih atas bantuan dan dukungan untuk meningkatkan kesempurnaan skripsi ini. Semoga dapat bermanfaat bagi kita semua dalam meningkatkan khasanah ilmu pengetahuan, amin.

Padang, Februari 2011

Penulis

# MODIFIKASI METODA ASTM UNTUK ANALISIS URANIUM DALAM LIMBAH CAIR DAN APLIKASINYA

Rahma Yanda (06132007), Dr. Safni M.Eng\*, Dr. Ir. Sigit\*\*

\*Pembimbing I, \*\*Pembimbing II

## ABSTRAK

ASTM (*Davies-Gray Method*) menggunakan volume pereaksi dalam jumlah besar untuk menganalisis U dengan kadar 100 – 150 mg. Oleh karena itu perlu dilakukan modifikasi volume pereaksi agar bisa menganalisis U dengan konsentrasi 1 g/L, menggunakan alat potensiometer. Selain itu juga dilakukan pencarian kondisi keasaman yang optimum serta melihat pengaruh penggantian penggunaan asam perklorat pekat dengan asam sulfat pekat untuk menganalisis kadar U 1 g/L. Modifikasi volume pereaksi yang dipilih yaitu 10, 15, 20, 30% dari volume yang ada di ASTM, sedangkan variasi keasamannya yaitu 1, 2, 3 dan 4 N. Modifikasi volume dan kondisi keasaman yang paling baik dilihat dari akurasi dan presisinya. Keakuratan dari hasil analisis ditinjau dari persen rekovernya sedangkan presisi (kedapat-ulangan) ditinjau dari nilai standar deviasi relatif (SDR). Hasil analisis yang baik ditunjukkan oleh modifikasi volume pereaksi 10% persen rekoverti dan SDR berturut-turut yaitu 99,99% dan 3,02%. Keasaman 4 N memberikan hasil analisis baik bila dipakai volume pereaksi 10% dengan persen rekoverti dan SDR berturut-turut yaitu 100%, dan 2,19%. Penggunaan asam sulfat pekat dan asam perklorat tidak memberikan hasil analisis yang berbeda signifikan terhadap LE-3, dimana  $t_{hitung} > t_{tabel}$  ( $\alpha=0,05$ ).

*Kata kunci : Potensiometri, Metoda Davies-Gray, Akurasi, Presisi*

## MODIFICATIONS OF ASTM METHOD FOR URANIUM ANALYSIS IN LIQUID WASTE AND APPLICATIONS

**Rahma Yanda (06132007), Dr.Safni M.Eng\*, Dr. Ir. Sigit\*\***

**\*First Advisor, \*\*Second Advisor**

### ABSTRACT

ASTM (Davies-Gray Method) use large volume of reagents to analyze uranium (U) for weight 100-150 mg. This study examined reagents volume modifications and observed optimum acidity conditions for uranium analysis with concentration of U 1 g/L by using potentiometer. In this research, modifications of reagents volume 10, 15, 20, 30%, and variations of acidity 1, 2, 3, 4 N were observed. The optimum precision (based on Relative Standard Deviation/RSD) and accuracy (based on recovery value) results were used as parameter. In ASTM, used perchloric acid or sulphate acid as reagent should be added to uranium waste to clean interference substance. At B3N, they usually used perchloric acid to handle it, so in this research, using of sulphate acid was observed. 10% volume modification has chosen as its result gave optimum precision (RSD) and accuracy, 99,99% and 3,02%. Good analysis result given by acidity 4 N using 10% volume modification, where the RSD and recovery value were 100% and 2,19%. Effect of using sulphate acid gave significant different result in uranium waste analysis compared with perchloric acid. It known by using t-test comparing uranium concentration result for LE-3 which had to be examined in previous studied using perchloric acid where is 0,655 g/L and 0,614 g/L by using sulphate acid ( $t_{\text{exp}} > t_{\text{table}}$ ). Based on this research, 10% volume modification and acidity 4 N can be used for uranium analysis 1 g/L, so it can reduce volume of reagents consumption with keep give good accuracy ad precision.

*Key words : Potensiometric Method, Davies-Gray Method, Accuracy, Precision*

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

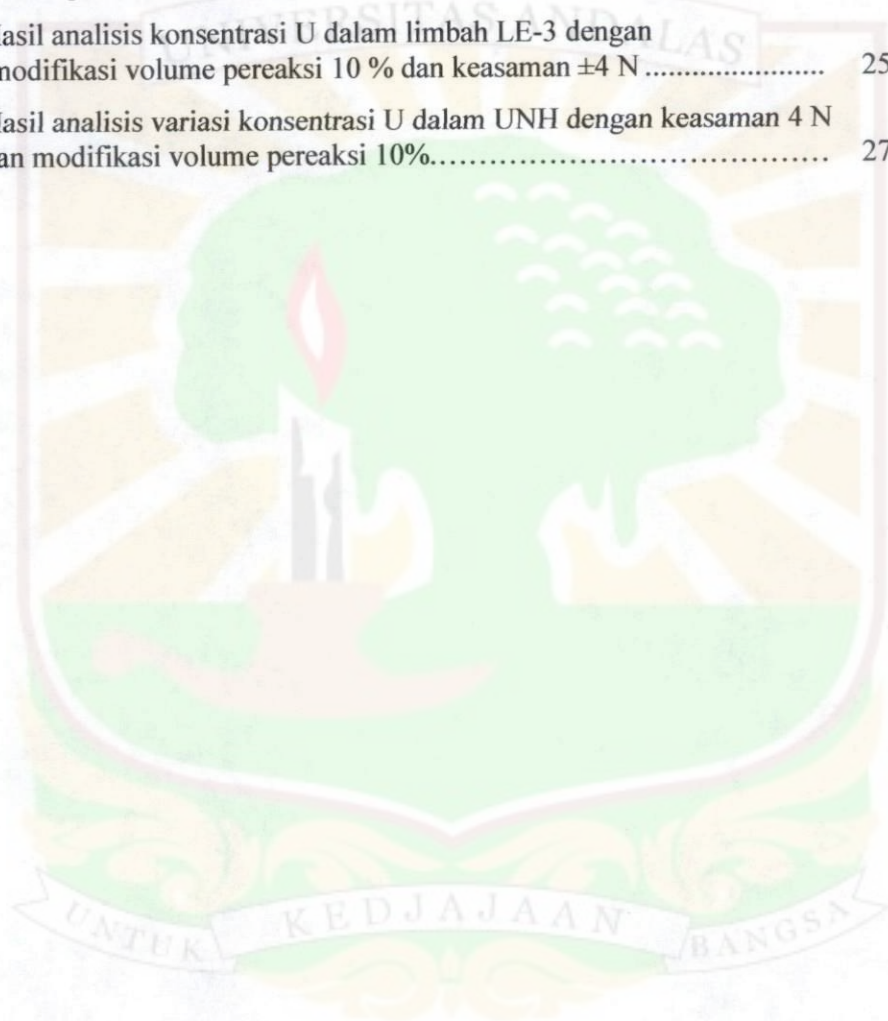
## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	i
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	ii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	viii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	x
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	3
1.3 Perumusan Masalah .....	3
1.4 Manfaat .....	3
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Uranium (U) .....	5
2.2 <i>American Standard for Testing Material (ASTM)</i> .....	6
2.3 Bidang Bahan Bakar Nuklir (B3N) .....	7
2.4 Potensiometri .....	8
2.5 Analisis Kadar Uranium Secara Potensiometri dengan Metode <i>Davies Gray</i> .....	9
2.6 Elektroda Platina ( Pt ) .....	10
2.7 Akurasi, Presisi, dan Standar Deviasi Relatif (RSD) .....	10
2.8 Uji-t .....	12
<b>III. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	14
3.2 Alat dan Bahan .....	14
3.2.1 Alat .....	14
3.2.2 Bahan .....	14
3.3 Prosedur Percobaan .....	14
3.3.1 Pembuatan Pereaksi .....	14
3.3.2 Pembuatan Larutan Asam Nitrat.....	15
3.4 Analisis Uranium .....	15

3.4.1 Analisis Limbah LE-15 .....	15
3.4.2 Analisis kadar U dalam larutan pembanding UNH (konsentrasi U 1 g/L) dengan modifikasi volume pereaksi 10, 15, 20, 30% dari volume pereaksi menurut standar ASTM .....	16
3.4.3 Analisis kadar U dalam limbah LE-15 dengan modifikasi volume pereaksi .....	16
3.4.4 Analisis konsentrasi U dalam larutan UNH (konsentrasi U 1 g/L) dengan adanya variasi keasaman .....	17
3.4.5 Analisis Limbah LE-3 dengan keasaman dan modifikasi volume pereaksi .....	17
3.4.6 Analisis kadar U dalam UNH yang divariasikan konsentrasi U-nya .....	17
3.4.7 Cara perhitungan hasil analisis .....	18
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Modifikasi Volume Pereaksi untuk Analisis Uranium .....	19
4.1.1 Analisis kadar U dalam UNH .....	19
4.1.2 Analisis kadar U dalam limbah LE-15 .....	22
4.2 Variasi keasaman dalam analisis konsentrasi U .....	22
4.2.1 Analisis untuk UNH (konsentrasi U 1 g/L) .....	22
4.2.2 Analisis Limbah (LE-3) .....	25
4.2.3 Analisis U dengan Variasi Konsentrasi pada UNH .....	26
4.3 Pengaruh penggunaan asam sulfat .....	28
<b>IV. KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	30
4.1 Saran .....	30
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	31
<b>LAMPIRAN</b> .....	33

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Sifat-sifat radioaktif dari isotop U .....	5
2. Hasil analisis modifikasi volume pereaksi terhadap analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH .....	20
3. Hasil analisis konsentrasi U dalam limbah LE-15.....	22
4. Hasil analisis dari variasi keasaman pada UNH terhadap konsentrasi U 1 g/L.....	23
5. Hasil analisis konsentrasi U dalam limbah LE-3 dengan modifikasi volume pereaksi 10 % dan keasaman $\pm 4$ N .....	25
6. Hasil analisis variasi konsentrasi U dalam UNH dengan keasaman 4 N dan modifikasi volume pereaksi 10%.....	27



## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Hubungan perubahan potensial elektroda dengan volume titran dalam analisis U .....	8
2. Akurasi dan presisi .....	12
3. Hasil analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH melalui modifikasi volume pereaksi terhadap SDR .....	21
4. Hasil analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH melalui variasi keasaman terhadap SDR .....	24
5. Hasil uji t .....	26
6. Perbandingan variasi konsentrasi U dalam UNH dengan U yang teranalisis.....	28
7. Alat potensiometer .....	43



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Pembuatan <i>Stock Solution</i> UNH standar dengan konsentrasi U 10 g/L dalam labu 25 mL .....	33
2. Perhitungan dari analisis keasaman LE-15 .....	34
3. Perhitungan Penambahan Volume Asam Nitrat dalam Modifikasi Volume Pereaksi.....	35
4. Modifikasi volume pereaksi.....	36
5. Perhitungan pembuatan asam nitrat 65% untuk memvariasikan keasaman UNH.....	37
6. Analisis keasaman limbah LE-15 .....	38
7. Analisis konsentrasi U dalam larutan pembanding UNH ( U 1 g/L) dengan modifikasi volume pereaksi 10, 15, 20, 30% dari volume pereaksi menurut standar ASTM .....	39
8. Analisis konsentrasi U dalam limbah LE-15 dengan modifikasi volume pereaksi .....	40
9. Analisis konsentrasi U dalam larutan UNH (U 1 g/L) dengan adanya variasi keasaman .....	41
10. Analisis Limbah LE-3 dengan keasaman dan modifikasi volume pereaksi .....	42
11. Analisis konsentrasi U dalam UNH divariasikan konsentrasi U-nya ..	43
12. Uji t limbah LE-3 .....	44
13. Alat.....	45

## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Suatu instalasi nuklir dalam setiap kegiatannya baik dalam rangka produksi maupun kegiatan penelitian selalu menghasilkan limbah radioaktif dalam bentuk cair, gas, maupun padat. Limbah cair yang berasal dari larutan-larutan sisa atau bekas analisis yang berhubungan dengan bahan radioaktif paling banyak dihasilkan.

Bidang Bahan Bakar Nuklir (B3N) khususnya di laboratorium kendali kualitas menghasilkan limbah uranium (U) dalam bentuk cair dan bersifat asam terutama dalam suasana asam nitrat dan asam sulfat. Suatu larutan dikategorikan sebagai limbah radioaktif apabila U yang terkandung di dalamnya  $< 50$  ppm, sedangkan uranium dalam limbah radioaktif cair di B3N di atas 50 ppm. Limbah cair di B3N masih mengandung U dengan konsentrasi  $U > 1$  g/L. Untuk itu setiap limbah harus dianalisis konsentrasi U-nya<sup>[1]</sup>.

Beberapa metoda untuk menganalisis konsentrasi U dalam limbah, antara lain metoda gravimetri, potensiometri, polarografi, dan konduktometri. Cara gravimetri dan polarografi cukup teliti tapi kurang cepat, sedangkan cara konduktometri cukup cepat hanya saja ketelitiannya kurang. Cara potensiometri dipilih karena memiliki ketelitian yang relatif tinggi, dapat dilaksanakan secara cepat dan preparasinya sangat sederhana<sup>[2]</sup>.

Prinsip kerja dari alat potensiometer ini didasarkan adanya perubahan potensial elektrode yang dimasukkan dalam larutan yang dianalisis dan digunakan untuk menganalisis unsur-unsur kimia secara kuantitatif. Elektroda yang digunakan dalam potensiometer adalah elektroda kombinasi Platina (Pt). Potensiometer dilengkapi dengan potensiometer-titraliser yang berfungsi untuk mengetahui perubahan potensial secara elektronik hingga letak titik ekuivalen secara akurat dapat dipastikan<sup>[3]</sup>. Titik akhir dicapai bila terjadi perubahan potensial yang cepat (400 mV - 600 mV) maka titrasi dihentikan dan hasilnya diperoleh dari pencatatan alat dalam gram/liter Uranium<sup>[4]</sup>. Metode analisis uranium yang dipakai pada penelitian ini adalah metode penentuan uranium secara titrasi potensiometrik menggunakan fero sulfat sebagai reduktor dalam

medium asam fosfat, yang selanjutnya dititrasi dengan kalium bikromat sebagai oksidator dengan vanadium sebagai katalisator. Metode ini dikenal sebagai metode Davies-Gray<sup>[5]</sup>.

*American Society for Testing and Materials (ASTM) C 799-83* sebelumnya telah menetapkan metoda untuk menganalisis konsentrasi uranium dalam limbah cair melalui penambahan beberapa pereaksi dengan volume yang cukup besar untuk sampel yang mengandung 100-150 mg U<sup>[6]</sup>. Pemakaian volume sebanyak itu memerlukan biaya yang cukup besar karena analisis U adalah kegiatan analisis rutin di B3N.

Penelitian ini berfokus melakukan modifikasi yaitu memperkecil volume pereaksi yang digunakan untuk analisis 1 g/L. Modifikasi volume pereaksi yang dilakukan adalah 10, 15, 20, dan 30%, dari volume sebenarnya seperti yang telah ditetapkan dalam ASTM. Selain itu, dalam penelitian ini juga dicari dan diuji keasaman yang paling cocok digunakan, dengan menggunakan modifikasi pereaksi yang memberikan hasil yang baik, untuk menganalisis kandungan uranium. Keasaman yang diuji yaitu 1, 2, 3, dan 4 N. Volume pereaksi dan kondisi keasaman optimum yang didapatkan diaplikasikan pada standar dengan variasi konsentrasi U dan pada limbah U untuk melihat kemampuan analisis.

Pada metoda Davies-Gray, untuk menganalisis konsentrasi U digunakan asam perklorat atau asam sulfat untuk menghilangkan impuritas dalam sampel yang akan diuji<sup>[5]</sup>. Laboratorium kendali kualitas PTBN sebelumnya menerapkan penggunaan asam perklorat sementara penggunaan asam sulfat selama ini belum pernah dilakukan. Oleh karena itu dalam penelitian ini juga dilihat pengaruh penggunaan asam sulfat dalam analisis uranium.

Keberhasilan penelitian ini diharapkan dapat menghemat pemakaian pereaksi yang digunakan untuk menganalisis uranium.

## 1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian adalah:

1. Menentukan modifikasi volume pereaksi dan kondisi keasaman yang paling optimum untuk analisis U dengan konsentrasi U 1 g/L, agar penggunaan pereaksi bisa dihemat dengan tetap menghasilkan hasil analisis yang baik dan data yang cukup teliti.
2. Mempelajari pengaruh penggantian  $\text{HClO}_4$  dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  untuk analisis U dalam limbah cair.
3. Melihat penerapan volume pereaksi dan kondisi keasaman yang optimum terhadap standar (UNH) dengan variasi konsentrasi U.
4. Melihat penerapan volume pereaksi dan kondisi keasaman yang optimum terhadap analisis U dalam limbah cair.

## 1.3 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Melihat pengaruh modifikasi volume pereaksi dari volume yang ditetapkan ASTM dalam menganalisis U dengan konsentrasi U 1 g/L dan mencari pada modifikasi berapa persenkah analisis menunjukkan hasil yang optimum.
2. Melihat pada kondisi keasaman berapakah didapatkan hasil analisis yang baik dengan menggunakan modifikasi volume pereaksi optimum.
3. Melihat bagaimana pengaruh pemakaian volume pereaksi dan kondisi keasaman yang memberikan hasil optimum terhadap standar dengan konsentrasi U yang bervariasi.
4. Melihat pengaruh penggunaan asam sulfat dalam analisis uranium.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini maka diharapkan akan didapatkan manfaat sebagai berikut:

1. Modifikasi volume pereaksi ini dapat digunakan untuk menganalisis uranium yang konsentrasi U-nya 1 g/L sehingga pemakaian volume pereaksi yang sebelumnya besar dapat diperkecil dengan tetap memberikan hasil yang baik.

2. Dengan mengetahui kondisi keasaman yang sesuai untuk menganalisis uranium, maka ini dapat diterapkan penggunaannya dalam menganalisis limbah-limbah hasil kegiatan instalasi nuklir.
3. Penerapan volume pereaksi dan kondisi keasaman yang memberikan hasil optimum diterapkan pada beberapa variasi konsentrasi U dalam standar dapat dilihat bagaimana hasil analisisnya terhadap konsentrasi U yang berbeda.
4. Dengan melihat pengaruh penggantian asam perklorat dengan asam sulfat, maka jika suatu saat asam perklorat tidak ada, dapat digunakan asam sulfat.



## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Uranium ( U )

Uranium merupakan unsur radioaktif dan beracun, yang secara alami terdapat di alam dalam jumlah yang bervariasi dan dalam jumlah yang sedikit pada tanah, bebatuan, air, tanaman, hewan, tumbuhan, dan manusia. Uranium mempunyai nomor atom 92 dan termasuk dalam seri aktinida. Dalam bentuk murni, uranium berwarna putih keperakan. Logam ini sangat lunak dan melebur pada suhu 1133°C.

Di alam, atom uranium memiliki beberapa isotop yaitu U-238 (99,27%), U-235 (0,72%), dan U -234 (0,0055%)<sup>[7]</sup>. Sifat-sifat radioaktif dari isotop U ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Sifat-sifat radioaktif dari isotop U

Isotop	Waktu paruh	Kelimpahan di alam (%)	Energi peluruhan
U-234	248.000 tahun	0,0055	4,8 $\alpha$
U-235	700 juta tahun	0,72	4,4 $\alpha$ 0,21 $\gamma$
U-238	4,5 miliar tahun	99,27	4,2 $\alpha$

Uranium mengalami proses reaksi fisi, yaitu proses yang terjadi saat inti dari atom berat (molekul target) terpecah menjadi dua atau lebih atom yang lebih ringan (produk fisi). Pemecahan ini disebabkan oleh penyerapan atau penembakan neutron. Reaksi fisi menghasilkan energi yang besar berasal dari masa produk fisi yang lebih ringan dari masa atom awal. Masa yang “hilang” tersebut diubah menjadi energi menggunakan persamaan Einstein,  $E = MC^2$ <sup>[8]</sup>.

U-235 merupakan isotop yang sesuai untuk reaksi fisi, dimana inti terbelah menjadi dua yang dipicu oleh penyerapan neutron. Saat pembelahan terjadi dihasilkan energi yang menjadikan U-235 berpotensi sebagai bahan bakar dalam reaktor nuklir untuk menghasilkan energi<sup>[9]</sup>. Akan tetapi produk buangan dari reaksi fisi nuklir ini sangat radioaktif dan produk buangan tersebut dapat bertahan hingga ratusan tahun di alam.

Uranium dapat larut dalam asam-asam encer membentuk ion U(IV), dan gas hidrogen. Ion U(IV) dapat dioksidasi dengan mudah membentuk heksavalen yang paling stabil dari uranium, tergantung pH larutan. Dua ion yang terbentuk : kation uranil,  $\text{UO}_2^{2+}$ , yang stabil dalam keadaan asam, dan anion diuranat,  $\text{U}_2\text{O}_7^{2-}$ , yang stabil dalam keadaan basa. Kedua ion berada dalam kesetimbangan satu sama lain seperti berikut:



## 2.2 American Standard for Testing Material (ASTM)

ASTM merupakan organisasi standar internasional yang mengembangkan dan mempublikasikan kesepakatan tentang teknik standar untuk berbagai material, produk, sistem, dan jasa. Organisasi ini terletak di West Conshohocken, Pennsylvania, sekitar 5 mil dari barat laut Philadelphia. Standar yang dibentuk oleh ASTM internasional dibagi menjadi 6 kategori yaitu<sup>[10]</sup> :

- Standar spesifikasi ( The Standard Specification)  
Kategori ini mendefinisikan persyaratan yang harus dipenuhi oleh subjek dari standar.
- Standar untuk menguji metoda (The Standard Test Method)  
Kategori ini mendefinisikan cara pengujian dan presisi dari hasil. Hasil pengujian bisa digunakan untuk memenuhi penilaian terhadap spesifikasi standar.
- Standar pengerjaan (The Standars Practice)  
Kategori ini mendefinisikan susunan dari pengoperasian, dimana pada kategori ini tidak mencakup hasil.
- Standar pedoman (The Standard Guide)  
Kategori ini mendefinisikan kumpulan data atau informasi yang teratur, atau beberapa pilihan yang tidak disarankan untuk dilakukan.
- Standar klasifikasi (The Standard Classification)  
Kategori ini mendefinisikan susunan atau divisi dari material, produk, sistem ke dalam grup berdasarkan kemiripan seperti asal, komposisi, sifat-sifat dan lain-lain.
- Standar Terminologi

Kategori ini berisi tentang kesepakatan akan suatu defenisi yang digunakan pada standar-standar lainnya.

### **2.3 Bidang Bahan Bakar Nuklir (B3N)**

Bidang Bahan Bakar Nuklir (B3N) mempunyai tugas melaksanakan pengembangan teknologi produksi bahan bakar nuklir dan daur ulang dengan rincian tugas<sup>[11]</sup>:

- Melaksanakan pengembangan teknologi produksi bahan bakar reaktor daya
- Melaksanakan pengembangan teknologi bahan bakar reaktor riset
- Melaksanakan pengembangan bahan struktur dan dukung elemen bakar nuklir
- Melaksanakan pengembangan teknologi daur ulang bahan bakar nuklir dan pungutan gagal.

Bidang Bahan Bakar Nuklir dibagi dalam beberapa kelompok fungsional, yaitu:

- Kelompok Bahan Bakar Reaktor Daya dengan tugas utama merencanakan dan melaksanakan program penelitian dan pengembangan teknologi produksi bahan bakar reaktor daya.
- Kelompok Bahan Bakar Reaktor Riset dengan tugas utama merencanakan dan melaksanakan program penelitian dan pengembangan teknologi bahan bakar reaktor riset.
- Kelompok Bahan Struktur dan Dukung dengan tugas utama merencanakan dan melaksanakan program penelitian dan pengembangan bahan struktur dan dukung elemen bakar nuklir.
- Kelompok Daur Ulang dengan tugas utama merencanakan dan melaksanakan program penelitian dan pengembangan teknologi daur ulang bahan bakar nuklir dan pemungutan gagal produksi.
- Kelompok Kendali Kualitas dengan tugas utama merencanakan dan melaksanakan program penelitian dan pengembangan metoda analisis dan teknik uji untuk bahan bakar nuklir, dan memberikan jasa analisis (uji) kegiatan litbang kelompok lain

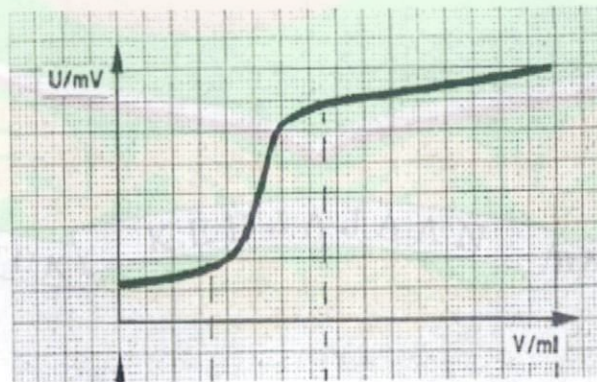
## 2.4 Potensiometri

Potensiometri adalah salah satu metoda analisis titrimetri dimana titik akhir ditemukan dengan menentukan volume yang menyebabkan perubahan relatif besar dalam potensial. Dalam pengukuran potensial larutan sel, diperlukan potensial elektroda yang tergantung pada aktivitas ionnya. Hubungan antara potensial elektroda dengan aktivitas dinyatakan dengan persamaan *Nerst* yaitu<sup>[12]</sup> :

$$E = E^{\circ} + \left( \frac{2,303 RT}{ZF} \log a \right)$$

- dimana : E = Potensial sel, volt  
E<sub>o</sub> = Potensial elektroda standar, volt  
R = Konstanta gas, J/mol K  
T = Temperatur, K  
a = Aktivitas ion  
Z = Jumlah electron  
F = Konstanta Faraday, coulomb/mol

Dalam analisis secara potensiometri laju perubahan potensial terlihat semakin besar saat mendekati dan menjauhi titik ekuivalen (TE) pada saat titrasi berlangsung. Hubungan antara perubahan potensial elektroda dengan volume titran dapat dilihat pada Gambar 1<sup>[13]</sup>.



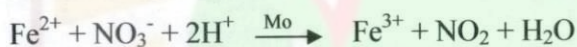
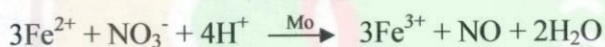
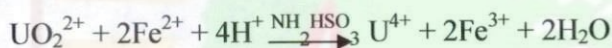
**Gambar 1.** Hubungan perubahan potensial elektroda dengan volume titran dalam analisis U

## 2.5 Analisis Kadar Uranium Secara Potensiometri Dengan Metode *Davies Gray*.

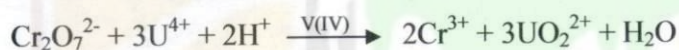
Metode *Davies-Gray* merupakan pengembangan analisis potensiometri yang digunakan secara luas untuk menentukan kadar U yang didasarkan atas reaksi reduksi-oksidasi (redoks). Mula-mula U(VI) direduksi menjadi U(IV) oleh zat pereduksi fero sulfat di dalam larutan asam fosfat pekat yang mengandung asam sulfamat. Kelebihan Fe(II) sulfat dioksidasi asam nitrat dengan Mo(VI) sebagai katalisator. Setelah larutan diencerkan dengan air dan ditambahkan vanadium (IV) sebagai katalisator, selanjutnya penentuan keseluruhan U(IV) dititrasi dengan standar kalium dikromat secara potensiometri menggunakan elektroda platina<sup>[13]</sup> [14].

Reaksi yang terjadi seperti berikut :

- a. Di dalam larutan asam fosfat pekat



- b. Kesetaraan reaksi antara  $\text{U}^{4+}$  dengan larutan dikromat :



Pereduksian dari U(VI) menjadi U(IV) kemudian dioksidasi kembali menjadi U(VI) setelah dititrasi dengan kalium dikromat merupakan langkah penting karena pada umumnya uranium berada dalam bentuk U(VI) dalam larutan sampel asam nitrat<sup>[15]</sup>.

Kadar uranium dapat diketahui langsung dari hasil pencatatan pada alat tersebut menggunakan perhitungan dengan rumus sebagai berikut<sup>[2]</sup> :

$$U = \frac{119 \times V_t \times N_t}{V_c}$$

dengan :

U = Kadar uranium, g/L

V<sub>t</sub> = Volume titran K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, mL

N<sub>t</sub> = Normalitas titran K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, g/L

V<sub>c</sub> = Volume cuplikan, mL

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

Titration potentiometric is carried out by measuring the change in potential of the electrode which is immersed in the solution at the time of reaction is added, and the end point is reached when a sharp change in potential occurs rapidly at 400-600 mV. After that, the titration is stopped and the result is obtained from the recording instrument in units of g/L uranium<sup>[4]</sup>. Uranium analysis by potentiometric according to ASTM C 799-83. In this titration, the effect of foreign ions such as Al, Cr, Na, Ca, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, F<sup>-</sup>, ClO<sub>4</sub><sup>-</sup> and SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> in small amounts can be tolerated. Ion Mo will have an effect if it is present together with the ion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> in large amounts. Factors that affect the accuracy and precision of uranium analysis<sup>[5]</sup>:

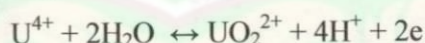
- Concentration of uranium
- Concentration of titrant
- Concentration of media
- Electrode sensitivity
- Concentration of reductor

Several advantages of analyzing uranium with the Davies-Gray method are<sup>[16][17][18]</sup>:

- Precision and accuracy are good
- Apparatus is not complicated
- Interference is small, generally can be eliminated or controlled
- Automatic so its use is not difficult

## 2.6 Elektroda Platina ( Pt )

Inert metal electrode, usually platinum, works well as an indicator electrode for several redox couples such as



The function of the metal is to bring about a tendency of the system to take up or release electrons. Platinum itself does not take part in the redox reaction, its potential is a function of the Nernst equation from the activity of  $a_u^{4+} / a_u^{6+}$ . A cell made from the system  $U^{4+} - U^{6+}$  and  $Cr^{6+} - 2Cr^{3+}$  is written as<sup>[3]</sup>.



## 2.7 Akurasi, Presisi, Standar Deviasi Relatif (RSD)

Dalam penggunaan sebuah metoda baru, perlu dilakukan verifikasi terhadap metoda tersebut. Verifikasi merupakan suatu uji kinerja metode standar yang dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Verifikasi ini bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid. Disamping itu verifikasi juga bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja. Hal ini dikarenakan laboratorium yang berbeda memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda. Sehingga, kinerja antara satu laboratorium dengan laboratorium lainnya tidaklah sama.

Didalam verifikasi metode, kinerja yang akan diuji adalah keselektifan seperti uji akurasi (ketepatan) dan presisi (kecermatan). Dua hal ini merupakan hal yang paling minimal harus dilakukan dalam verifikasi sebuah metode. Suatu metoda yang presisi (cermat) belum menjadi jaminan bahwa metode tersebut dikatakan tepat (akurat). Begitu juga sebaliknya, suatu metode yang tepat (akurat) belum tentu presisi. Hubungan antara akurasi dan presisi dalam uji metode dapat terjadi dalam empat hal (Gambar 2):

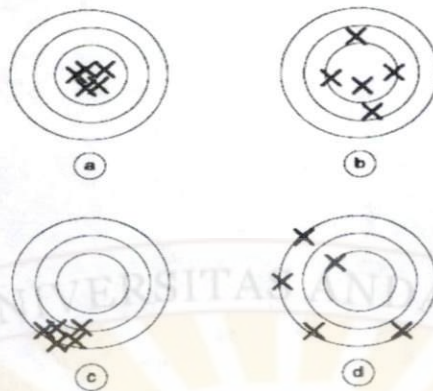
- a. Akurasi dan Presisi tinggi
- b. Presisi rendah, akurasi tinggi
- c. Presisi tinggi, akurasi rendah
- d. Akurasi dan presisi sama-sama rendah

Akurasi menyatakan seberapa dekat nilai hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya (*true value*) atau nilai yang dianggap benar (*accepted value*). Jika tidak ada data bila sebenarnya atau nilai yang dianggap benar tersebut maka tidak mungkin untuk menentukan berapa akurasi pengukuran tersebut. Presisi menyatakan seberapa dekat nilai hasil dua kali atau lebih pengulangan pengukuran. Semakin dekat nilai-nilai hasil pengulangan pengukuran maka semakin presisi pengukuran tersebut<sup>[19]</sup>.

Pada Gambar 2 ditunjukkan penilaian terhadap akurasi dan presisi suatu data :

- a. Presisi dan akurasi tinggi

- b. Presisi rendah, akurasi tinggi
- c. Presisi tinggi, akurasi rendah
- d. Presisi dan akurasi rendah



Gambar 2. Akurasi dan presisi

Standar Deviasi Relatif (RSD) digunakan untuk mengukur presisi. Untuk mendapatkan nilai presisi, biasanya RSD dikalikan 100%. Jadi bisa dikatakan bahwa presisi merupakan bentuk lain dari RSD yang dinyatakan dalam persen.

## 2.8 Uji-t

Uji-t digunakan untuk membandingkan nilai rata-rata percobaan dari dua set data yang diketahui atau dengan nilai acuan. Dalam statistik, definisi t bergantung pada keadaan, yaitu dengan menggunakan satu atau lebih persamaan alternative<sup>[20]</sup>. Rata-rata pada sebuah data dibagi atas rata-rata *independent* dan *dependent*. Apabila sampel yang sama digunakan untuk menentukan rata-rata, ini digolongkan sebagai *dependent*. Sebagai contoh, sampel dengan set yang sama dianalisa menggunakan dua metoda, atau oleh dua analis, maka rata-rata yang didapatkan adalah *dependent*. Apabila sampel yang terpisah digunakan untuk menentukan rata-rata, maka digolongkan sebagai *independent*. Sebagai contoh, dua tanki mobil memiliki perbedaan mesin diambil sebagai sampel untuk menentukan apakah mobil-mobil tersebut berbeda dalam hal kemurniannya. Sampel ini secara jelas berasal dari populasi yang berbeda, dinamakan *independent*.

Beberapa keadaan dalam penggunaan uji-t yaitu<sup>[21]</sup> :

- Membandingkan dua rata-rata *independent* dengan varian yang diketahui

- Membandingkan dua rata-rata *independent* dengan varian yang tidak diketahui dan sama
- Membandingkan dua rata-rata *independent* dengan varian yang tidak diketahui dan tidak sama
- Membandingkan dua rata-rata *dependent* (data berpasangan)



### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan selama tiga bulan yaitu dari 1 Maret sampai dengan 31 Mei 2010 pada semester genap (semester VIII) di laboratorium Kendali Kualitas Bidang Bahan Bakar Nuklir (B3N) – Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBN) – Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) – PUSPIPTEK – Cisauk – Tangerang Selatan – Propinsi Banten.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Gelas ukur, beaker gelas, potensiometer ( titroprocessor Metrohm 672 ), labu ukur, pipet volumetrik, pipet Eppendorf, corong, pengaduk magnet, *hot plate*, timbangan ( Merk Mettler Toledo ).

##### 3.2.2 Bahan

Uranyl nitrat heksa hidrat/ UNH ( $\text{UO}_2(\text{NH}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), asam oksalat, natrium hidroksida (NaOH), ammonium oksalat ( $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), asam nitrat pekat ( $\text{HNO}_3$ ) 65%, asam sulfat pekat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 96%, ammonium heptamolibdat ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), kalium bikromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) 0,025 N, asam amido sulfonat ( $\text{NH}_2\text{HSO}_3$ ), asam fosfat ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), vanadil sulfat ( $\text{VOSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), ferro sulfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 1 M, akuades, limbah LE-15, limbah LE-3.

#### 3.3 Prosedur Kerja

##### 3.3.1 Pembuatan pereaksi

Pembuatan pereaksi yang digunakan untuk analisis konsentrasi U dan larutan standar.

- Pembuatan larutan induk (larutan pembanding / standar) UNH dengan konsentrasi U 10 g/L

Kristal kuning UNH ditimbang sebanyak 0,5275 g, kemudian dilarutkan dalam labu 25 mL dengan akuades. Perhitungan pembuatan UNH dapat dilihat pada lampiran 1.

- Pembuatan Kalium bikromat 0,025 N

1,232 gram kalium bikromat dilarutkan dalam satu liter air bebas mineral.

- Pembuatan larutan asam sulfamat 1,5 M  
Ditimbang 15 gram asam sulfamat kemudian dilarutkan dengan air demineral menjadi 100 ml.
- Pembuatan larutan ferro sulfat 1 M  
Ditimbang 28 gram serbuk ferro sulfat, lalu ditambahkan 10 mL asam sulfat pekat kemudian ditepatkan volume menjadi 100 mL dengan air demineral.
- Pembuatan larutan ammonium heptamolybdat 0,4 %  
Ditimbang 0,4 gram ammonium heptamolybdat, ditambahkan 50 mL asam nitrat pekat kemudian ditepatkan volume menjadi 100 mL dengan air demineral.
- Pembuatan larutan vanadil sulfat 0,1 %  
Ditimbang 1,25 gram vanadil sulfat 0,1 %, ditambahkan 5 mL asam sulfat pekat dan ditepatkan volume menjadi 100 mL dengan air demineral.

### **3.3.2 Pembuatan larutan asam nitrat**

Asam nitrat 65% dipipet sebanyak volume yang dibutuhkan sesuai dengan keasaman limbah LE-15, dimasukkan ke dalam labu 100 mL lalu ditambahkan akuades hingga mencapai batas.

## **3.4 Analisis Uranium**

### **3.4.1 Analisis keasaman limbah LE-15**

Limbah LE-15 diambil sebanyak 0,2 mL (duplo) ke dalam gelas piala, lalu ditambahkan ammonium oksalat 1 mL kemudian diteteskan indikator *phenolphthalein* (PP) sebanyak 2 tetes pada masing-masing gelas piala, lalu dititrasi dengan NaOH 0,1 N. Titrasi dihentikan pada saat larutan (titer) berubah warna menjadi pink muda, lalu volume NaOH yang terpakai dicatat. Maka didapatkan keasaman limbah LE-15. Perhitungan dari analisis keasaman LE-15 dapat dilihat pada lampiran 2.

### **3.4.2 Analisis konsentrasi U dalam larutan pembanding UNH ( konsentrasi U 1 g/L) dengan modifikasi volume pereaksi 10, 15, 20, 30% dari volume pereaksi menurut standar ASTM**

Larutan induk UNH dengan konsentrasi U 10 g/L dipipet sebanyak 0,1 mL ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan 5 mL asam nitrat dengan keasaman disamakan dengan keasaman limbah LE-15. Pembuatan asam nitrat yang keasamannya dibuat sama dengan limbah dapat dilihat pada lampiran 3. Asam sulfat pekat ditambahkan sebanyak 2-3 mL, kemudian dipanaskan (dilakukan di lemari asam) sampai bersisa  $\pm 1$  mL lalu didiamkan dulu dalam lemari asam hingga asap putih yang timbul akibat proses pemanasannya hilang.

Rangkaian pereaksi untuk menganalisis U ditambahkan dimana volumenya sesuai dengan modifikasi yang dilakukan yaitu 10, 15, 20, 30% (penggunaan volume pereaksi untuk masing-masing modifikasi dapat dilihat pada lampiran 4) dengan urutan sebagai berikut :

- a. Ditambahkan asam sulfamat dan asam fosfat, kemudian diaduk hingga larutan berwarna putih susu.
- b. Ditambahkan ferro sulfat, lalu ditambahkan ammonium molibdat hingga larutan berubah warna menjadi coklat,
- c. Setelah warna coklat kembali berubah menjadi bening, ditambahkan vanadil sulfat hingga larutan berubah warna menjadi biru bening,
- d. Ditambahkan akuades hingga 40 mL
- e. Elektrode platina dicelupkan ke dalam larutan yang akan dititrasi. Titrasi potensiometrik dimulai dengan menjalankan *titroprocessor* dan titrasi dihentikan apabila titik ekuivalen telah dicapai yaitu dengan ditandai perubahan potensial yang sangat cepat dan hasilnya terbaca pada alat dalam gram/liter.
- f. Dilakukan percobaan sebanyak 7 kali untuk masing-masing modifikasi.

### **3.4.3 Analisis konsentrasi U dalam limbah LE-15 dengan modifikasi volume pereaksi**

Limbah dipipet sebanyak 5 mL, dimasukkan ke dalam gelas piala, kemudian ditambahkan asam sulfat pekat 2-3 mL, lalu dipanaskan hingga bersisa  $\pm 1$  mL. Langkah berikutnya yaitu penambahan pereaksi yang sama dengan yang dilakukan pada analisis standar menggunakan modifikasi volume pereaksi, dan ini dilakukan sebanyak 2 kali (duplo).

#### **3.4.4 Analisis konsentrasi U dalam larutan UNH (konsentrasi U 1 g/L) dengan adanya variasi keasaman**

Larutan induk UNH dengan konsentrasi U 10 g/L dipipet 0,1 mL ke dalam gelas piala, lalu ditambahkan 5 mL asam nitrat yang keasamannya divariasikan yaitu 1, 2, 3, 4 N (pembuatan asam nitrat dengan keasaman yang berbeda untuk memvariasikan keasaman UNH dapat dilihat pada lampiran 5), kemudian ditambahkan 2-3 mL asam sulfat pekat dan dipanaskan (dilakukan di lemari asam) sampai bersisa  $\pm 1$  mL. Didiamkan dulu dalam lemari asam hingga asap putih yang timbul akibat proses pemanasannya hilang. Langkah berikutnya sama dengan yang dilakukan pada analisis standar/larutan pembanding dan ini dilakukan percobaan sebanyak 7 kali untuk masing-masing variasi keasaman.

#### **3.4.5 Analisis Limbah LE-3 dengan keasaman dan modifikasi volume pereaksi**

Limbah LE-3 dipipet sebanyak 5 mL ke dalam gelas piala, ditambahkan 2-3 mL asam sulfat pekat, kemudian dipanaskan (dilakukan di lemari asam) sampai bersisa  $\pm 1$  mL. Limbah ini didiamkan dulu dalam lemari asam hingga asap putih yang timbul akibat proses pemanasannya hilang. Langkah berikutnya penambahan pereaksi (sama dengan yang dilakukan pada analisis standar) menggunakan modifikasi volume pereaksi dan keasaman yang memberikan hasil analisis baik, dilakukan percobaan sebanyak 2 kali (duplo). Dilakukan uji t antara dua nilai rata-rata LE-3 yang diuji konsentrasinya pada penelitian ini dengan konsentrasi oleh peneliti sebelumnya).

#### **3.4.6 Analisis konsentrasi U dalam UNH divariasikan konsentrasi U-nya**

Larutan UNH dengan konsentrasi U 10 g/L dengan berbagai variasi konsentrasi U dipipet ke dalam gelas piala,

- Untuk konsentrasi U 1 g/L, dipipet 0,1 mL
- Untuk konsentrasi U 2 g/L, dipipet 0,2 mL
- Untuk konsentrasi U 3 g/L, dipipet 0,3 mL
- Untuk konsentrasi U 4 g/L, dipipet 0,4 mL

Asam nitrat (65 %) 4 N kemudian ditambahkan sebanyak 5 mL untuk masing-masing variasi konsentrasi, lalu ditambahkan 2-3 mL asam sulfat pekat, dan

dipanaskan (dilakukan di lemari asam) sampai bersisa  $\pm 1$  mL, didiamkan dulu dalam lemari asam hingga asap putih yang timbul akibat proses pemanasannya hilang. Langkah berikutnya sama dengan analisis sebelumnya dan masing-masing variasi konsentrasi dilakukan 7 kali dengan menggunakan volume pereaksi yang memberikan hasil analisis baik.

### 3.4.7 Cara perhitungan hasil analisis

Dari data yang diperoleh ditentukan SD, RSD, Akurasi dan Presisi, guna mengetahui hasil analisis.

- Standar Deviasi (SD)

$$SD = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2$$

N = Banyaknya data

$x_i$  = Nilai data

$\bar{x}$  = Nilai data rata-rata

- Akurasi

Keakuratan dapat dilihat dari :

$$\text{Persen rekovery (Rc)} = \frac{\text{Konsentrasi terukur}}{\text{Konsentrasi sebenarnya}} \times 100\%$$

- Presisi

$$\% \text{ SDR} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

- Uji t

$$t = \frac{\bar{d}}{s_d} \sqrt{n} ; df = n-1 \quad S_d = \frac{\sqrt{\sum d^2 - \frac{(\sum d)^2}{n}}}{\sqrt{n-1}}$$

d = Perbedaan nilai dari kedua data

$\bar{d}$  = Rata-rata dari perbedaan nilai dari kedua data (digunakan nilai absolut)

n = Jumlah pengulangan

df = Derajat kebebasan

$s_d$  = Standar deviasi dari perbedaan kedua data pengamatan

## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Modifikasi Volume Preaksi untuk Analisis Uranium

Modifikasi volume preaksi dilakukan untuk mencari volume yang paling baik dalam menganalisis uranium (U) dengan konsentrasi U 1 g/L. Modifikasi yang dilakukan yaitu dengan mengurangi pemakaian volume preaksi (asam sulfamat, asam fosfat, ferro sulfat, ammonium molibdat, vanadil sulfat) dari yang seharusnya seperti yang tertera pada ASTM guna untuk menghemat preaksi dan mempercepat proses analisis pada limbah.

#### 4.1.1 Analisis konsentrasi U dalam UNH

A. Analisis konsentrasi U dalam UNH (konsentrasi U 1 g/L) menurut volume preaksi ASTM

Pada prosedur ASTM, digunakan volume preaksi yang besar dalam menganalisis sampel yang mengandung 100-150 mg U. Volume preaksi yang digunakan yaitu asam sulfamat 5 mL, asam fosfat 40 mL, ferro sulfat 5 mL, ammonium molibdat 10 mL, vanadil sulfat 10 mL<sup>[6]</sup>. Volume 100 % ini dicobakan untuk menganalisis uranium dalam larutan pembanding (standar) UNH dengan konsentrasi U 1 g/L menggunakan potensiometer. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa volume preaksi tersebut tidak dapat menganalisis U 1 g/L, yang dibuktikan dengan tidak direspon (tak terdeteksi) konsentrasi U pada potensial 400 mV- 600 mV dimana seharusnya potensial akan menunjukkan peningkatan yang tajam saat akan mencapai sekitar 590 mV. Oleh karena itu dilakukan modifikasi volume preaksi yang digunakan.

B. Analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH dengan modifikasi volume preaksi

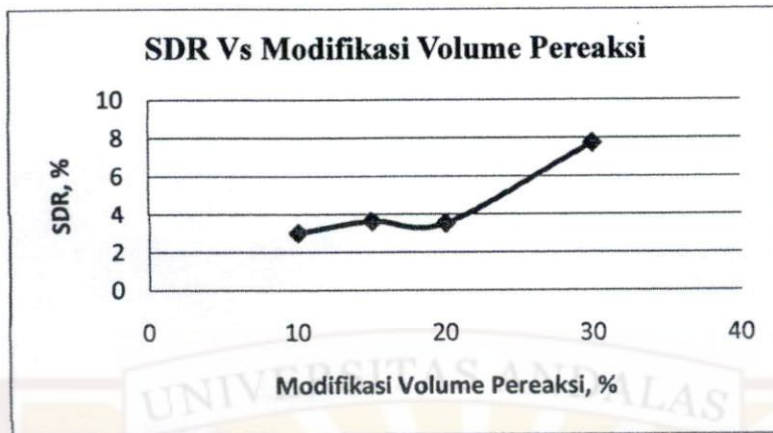
UNH (*Uranyl Nitrate Hexahydrate*) berfungsi sebagai standar (pembanding) dengan konsentrasi U yang telah diketahui sebesar 1 g/L. Hal ini perlu dilakukan untuk melihat hasil dari metoda analisis U untuk konsentrasi U sekitar 1 g/L dengan memodifikasi volume preaksinya. Keasaman UNH ini dibuat sama dengan keasaman limbah (LE-15) yaitu 2,875N dengan cara menambahkan HNO<sub>3</sub> pekat sebagai simulasi untuk melihat kemampuan modifikasi

volume pereaksi dalam menganalisis konsentrasi U pada limbah yang keasamannya seperti LE-15.

Hasil analisis konsentrasi U ini dibandingkan dengan konsentrasi awal uranium standar sehingga diperoleh besaran penyimpangan dan tingkat akurasi serta presisi metoda tersebut. Tabel 2 menunjukkan besaran penyimpangan, presisi dan akurasi analisis konsentrasi U dalam UNH standar (1 g/L) dengan keasaman yang sama dengan limbah (LE 15).

**Tabel 2.** Hasil analisis dari modifikasi volume pereaksi terhadap konsentrasi U 1 g/L dalam UNH

No	Modifikasi	Konsentrasi U hasil analisis, g/L	Konsentrasi U rerata, g/L	Konsentrasi U terkoreksi, g/L	Keterangan
1	10%	0,985	Rrt= 1,0489 Fk=0,953417	0,939116	Rrt = 0,999998 SD= 0,030237 %Rc = 99,9998% SDR = 3,02%
		1,073		1,023016	
		1,037		0,988693	
		1,072		1,022063	
		1,056		1,006808	
		1,074		1,023970	
		1,045		0,996321	
2	15%	1,027	Rrt= 1,0864 Fk= 0,920447	0,945299	Rrt= 1,000000 SD= 0,036405 %Rc = 100% SDR = 3,64%
		1,154		1,062196	
		1,071		0,985799	
		1,106		1,018014	
		1,084		0,997765	
		1,064		0,979356	
		1,099		1,011571	
3	20%	1,003	Rrt= 1,047 Fk= 0,955120	0,957985	Rrt= 1,000011 SD= 0,035318 %Rc= 100,0011% SDR = 3,53%
		1,035		0,988549	
		1,083		1,034395	
		1,074		1,025799	
		1,040		0,993325	
		1,002		0,957030	
		1,092		1,042991	
4	30%	1,137	Rrt= 0,9891 Fk= 1,010976	1,149480	Rrt= 1,000000 SD= 0,077381 %Rc= 100% SDR = 7,74%
		0,979		0,989746	
		0,946		0,956383	
		0,995		1,005921	
		0,900		0,909878	
		0,943		0,953350	
		1,024		1,035239	



**Gambar 3.** Hasil analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH melalui modifikasi volume preaksi terhadap SDR

Pada Tabel 2 dan Gambar 3 terlihat bahwa semakin besar volume preaksi yang digunakan maka standar deviasi (SD) atau penyimpangannya semakin besar. Hal ini disebabkan oleh kemampuan preaksi yang meningkat volumenya sedangkan konsentrasi U-nya tetap, sehingga ketepatan analisis makin berkurang karena pengotor yang mengganggu analisis bertambah. Terutama ion Mo (Molibdat sebagai katalisator) yang akan berpengaruh apabila berada dengan ion  $\text{NO}_3^-$  dalam jumlah besar<sup>[5]</sup>. Selain itu juga dapat dilihat bahwa modifikasi volume preaksi yang digunakan untuk menganalisis uranium standar berpengaruh terhadap konsentrasi U yang ditunjukkan oleh perbedaan nilai akurasi yang ditinjau dari persen rekoverynya, serta presisi yang ditinjau dari SDR.

Nilai akurasi menunjukkan kedekatan nilai hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya. Berdasarkan Tabel 2, rekovery paling baik didapatkan pada modifikasi volume preaksi 15% dan 30% yaitu 100%, akan tetapi penyimpangan masing-masingnya cukup besar yaitu sebesar 0,036405 dan 0,077381.

Presisi menunjukkan tingkat *reliabilitas* (keandalan) dari data yang diperoleh, dapat dilihat SDR yang memberikan nilai kecil. Ini ditunjukkan oleh modifikasi volume preaksi 10 % yaitu 0,030237, sedangkan nilai rekovery 99,9998% dimana nilai ini masih cukup baik dan dapat diterima. Untuk itu modifikasi yang relatif baik dalam menganalisis U dengan konsentrasi 1 g/L dipilih modifikasi volume 10%. Di samping itu juga penggunaan preaksinya lebih sedikit.

#### 4.1.2 Analisis konsentrasi U dalam limbah LE-15

Limbah U dengan kode LE-15 merupakan limbah hasil kegiatan penelitian yang dilakukan di laboratorium kendali kualitas BBN. Limbah U ini digunakan sebagai sampel dengan keasaman dianalisis terlebih dahulu untuk menyamakan kondisi dengan UNH standar. LE-15 dianalisis menggunakan modifikasi volume pereaksi yang sama dengan UNH standar (pembanding). Hal ini untuk melihat aplikasi dari pemodifikasian volume pereaksi terhadap sampelnya, yaitu limbah.

**Tabel 3.** Hasil analisis konsentrasi U dalam limbah LE-15

No	Modifikasi	Konsentrasi U hasil analisis, g/l	Faktor Koreksi	Konsentrasi U terkoreksi, g/l	Konsentrasi U rata-rata, g/l	Konsentrasi U, ppm
1	10 %	0,058	0,953417	0,055298	0,0558	55,8
		0,059		0,056252		
2	15%	0,068	0,920447	0,062590	0,0644	64,4
		0,072		0,066272		
3	20%	0,033	0,955120	0,031519	0,0339	33,9
		0,038		0,036295		
4	30%	0,031	1,010976	0,031340	0,0349	34,9
		0,038		0,038417		

Dari Tabel 3 didapatkan bahwa semakin besar modifikasi volume pereaksi yang digunakan, maka semakin kecil uranium yang teranalisis. Hal ini sesuai dengan analisis yang dilakukan pada standar yaitu peningkatan volume pereaksi menyebabkan ketepatan analisis menjadi berkurang<sup>[5]</sup>. Pada limbah ini juga mengandung banyak zat-zat lain hasil dari proses atau kegiatan penelitian. Sehingga dengan peningkatan volume pereaksi memungkinkan banyaknya interferensi.

#### 4.2 Variasi keasaman dalam analisis konsentrasi U

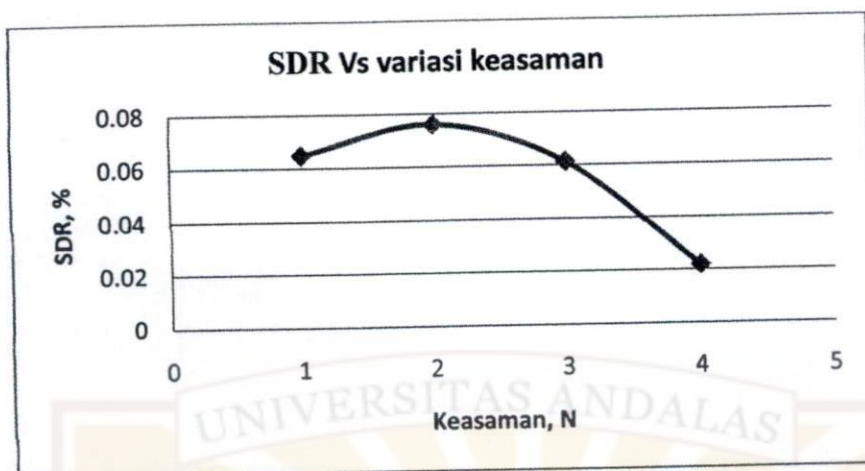
##### 4.2.1 Analisis untuk UNH (konsentrasi U 1 g/L)

Variasi keasaman yaitu 1, 2, 3 dan 4 N dilakukan untuk melihat keasaman yang paling baik dalam menganalisis konsentrasi U dalam larutan UNH menggunakan modifikasi volume pereaksi 10%. Modifikasi volume 10% dipilih karena dari hasil analisis konsentrasi U diperoleh nilai penyimpangan yang terkecil dan

presisinya menunjukkan hasil yang baik. Untuk mencari keasaman yang paling baik, sejumlah asam nitrat ditambahkan dengan volume yang berbeda sesuai variasi keasaman yang akan diteliti. Dalam Tabel 4 dapat dilihat data pengaruh variasi keasaman UNH terhadap hasil analisis konsentrasi U dan pada Gambar 4 hasil analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH melalui variasi keasaman terhadap SDR.

**Tabel 4.** Hasil analisis dari variasi keasaman pada UNH terhadap konsentrasi U 1 g/L

No	Modifikasi	Konsentrasi U hasil analisis, g/L	Konsentrasi U rerata, g/L	Konsentrasi U terkoreksi, g/L	Keterangan
1	1 N	1,095	Rrt= 1,0664 Fk=0,937709	1,026791	Rrt= 0,999999 SD= 0,064688 %Rc = 99,9999% SDR =6,47%
		1,132		1,061487	
		1,103		1,034293	
		1,124		1,053985	
		1,068		1,001473	
		0,991		0,929270	
		0,952		0,892699	
2	2 N	1,103	Rrt= 1,1010 Fk=0,908265	1,001816	Rrt= 0,999999 SD= 0,075757 %Rc = 99,9999% SDR =7,58%
		1,201		1,090826	
		1,139		1,034514	
		1,117		1,014532	
		0,938		0,851953	
		1,146		1,040872	
		1,063		0,965486	
3	3N	1,072	Rrt= 0,9696 Fk=1,031384	1,105644	Rrt= 1,000000 SD= 0,061243 %Rc = 100% SDR =6,12%
		0,903		0,931340	
		0,932		0,961250	
		0,959		0,989097	
		1,027		1,059231	
		0,961		0,991160	
		0,933		0,962281	
4	4 N	1,005	Rrt= 1,0445 Fk=0,957330	0,962117	Rrt= 1,000000 SD= 0,021920 %Rc = 100% SDR = 2,19%
		1,055		1,009983	
		1,080		1,033916	
		1,033		0,988922	
		1,052		1,007116	
		1,040		0,995623	
		1,047		1,002325	



**Gambar 4.** Hasil analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH melalui variasi keasaman terhadap SDR

Pada Tabel 4 dan Gambar 3 ditunjukkan hasil modifikasi volume pereaksi dan variasi keasaman untuk analisis konsentrasi U 1 g/L dalam UNH. Dari Tabel 4 dan Gambar 4 didapatkan bahwa keasaman 1, 2, 3, 4 N memberikan nilai nilai presisi yaitu SDR yang didapatkan masing-masing sebesar 6,47%, 7,58%, 6,12% dan 2,19%. Akurasi yang baik berdasarkan rekoverti diberikan oleh keasaman 3N dan 4 N. Nilai presisi menunjukkan kedapat-ulangan dalam menganalisis sampel. Presisi yang paling kecil ditunjukkan oleh keasaman 4 N dengan nilai SDR sebesar 2,19%. Jika SDR kecil berarti penyimpangan relatif yang terjadi saat menganalisis juga kecil, maka keasaman yang baik untuk menganalisis U dalam standar UNH 1 g/L dengan volume pereaksi 10 % dipilih keasaman 4 N.

Penyimpangan dan rekoverti yang didapatkan pada keasaman tinggi menunjukkan hasil yang baik ini disebabkan karena fungsi asam nitrat yang selain memberikan suasana asam juga berfungsi sebagai oksidator, sehingga pengotor-pengotor yang ada pada UNH dapat dihilangkan<sup>[22]</sup>. Jadi dengan meningkatnya keasaman dari UNH, akan semakin baik hasilnya.

Akurasi pada keasaman pada 3N dan 4 N ini yang didapatkan sama, akan tetapi akurasi dan presisi yang keduanya memberikan hasil sangat baik sulit untuk diperoleh. Untuk itu, keasaman 4 N tetap dipilih sebagai keasaman yang cocok untuk menganalisis U karena presisinya yang lebih kecil.

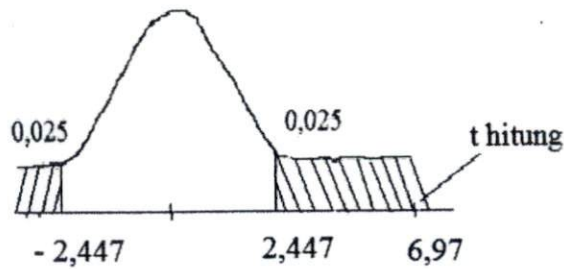
#### 4.2.2 Analisis Limbah (LE-3)

Modifikasi volume pereaksi 10% dengan keasaman 4 N dicoba untuk menganalisis limbah LE-3 menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat yang konsentrasi U-nya sudah dianalisis oleh peneliti sebelumnya dengan menggunakan HClO<sub>4</sub>. Hal ini dilakukan untuk membandingkan hasil analisis dari penggunaan reagen yang berbeda yaitu asam sulfat pekat. LE-3 dipilih karena keasaman paling mendekati dengan keasaman optimum yang diteliti pada penelitian ini yaitu 4 N. Limbah LE-3 hasil analisis sebelumnya mempunyai keasaman  $4,12 \pm 0,0072$  N diperoleh hasil konsentrasi U sebesar  $0,655 \pm 0,013$  g/L<sup>[12]</sup>. Pada Tabel 4 dapat dilihat hasil analisis limbah LE-3 dengan modifikasi volume pereaksi 10 % dengan keasaman  $\pm 4$  N yang diperoleh pada penelitian ini.

Dari Tabel 5 tampak bahwa analisis yang dilakukan dengan modifikasi metoda ASTM, yaitu dengan volume pereaksi 10% dan keasaman  $\pm 4$  N memberikan hasil yang baik karena konsentrasi U yang didapatkan hampir sama dengan yang dianalisis oleh peneliti sebelumnya. Akan tetapi setelah dilakukan uji t ( $\alpha = 0,05$ ) (Lampiran 12) menunjukkan bahwa t-hitung yang didapat yaitu 6,97 berbeda secara signifikan dengan t-tabel yaitu 2,447. Hal ini ditunjukkan dengan Gambar 5.

**Tabel 5.** Hasil analisis konsentrasi U dalam limbah LE-3 dengan modifikasi volume pereaksi 10 % dan keasaman  $\pm 4$  N

No	Konsentrasi U, g/l	Faktor koreksi	Konsentrasi U terkoreksi, g/L	konsentrasi U rata-rata, g/L
1	0,644	0,957330	0,616521	Rrt=0,613922 SD=0,011269 SDR =0,0184
2	0,628		0,601203	
3	0,626		0,599289	
4	0,641		0,613649	
5	0,657		0,628966	
6	0,654		0,626094	
7	0,639		0,611734	



**Gambar 5.** Hasil uji t

Perbedaan yang signifikan ini artinya bahwa hasil analisis konsentrasi U pada limbah LE-3 dengan menggunakan asam sulfat mengurangi kadar U yang teranalisis. Hal ini disebabkan karena asam perklorat lebih kuat bertindak sebagai oksidator dibandingkan asam sulfat.

#### **4.2.3 Analisis U dengan Variasi Konsentrasi pada UNH**

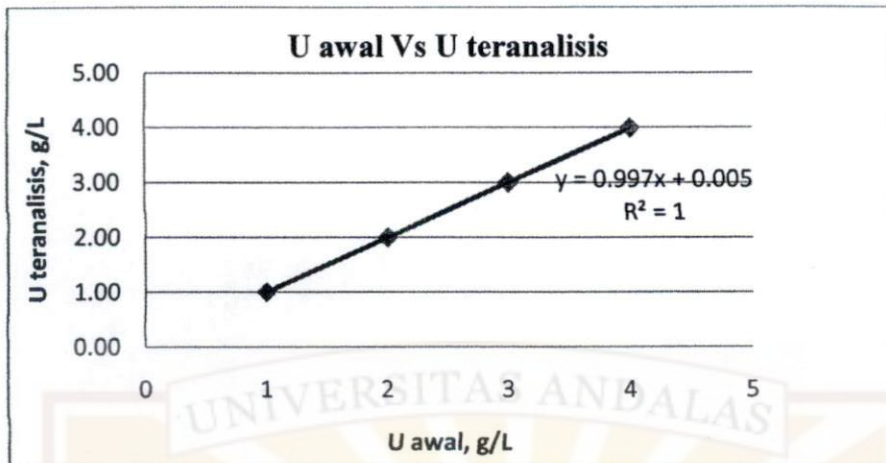
Untuk membuktikan bahwa volume pereaksi 10% dengan keasaman 4 N dapat menganalisis U dengan hasil yang baik maka juga dicoba pada standar UNH dengan keasaman 4 N dengan variasi konsentrasi U masing-masing sebesar 1, 2, 3, 4 g/L seperti pada Tabel 6.

Pada tabel 6 ditunjukkan bahwa ditunjukkan bahwa nilai SDR memberikan persentase yang besar jika U yang dianalisis konsentrasinya kecil, ini berarti bahwa berat uranium yang dianalisis makin kecil, ketepatan dan ketelitian makin berkurang<sup>[2]</sup>.

Pada Gambar 6 ditunjukkan bahwa dengan modifikasi volume pereaksi 10% dan keasaman dibuat 4 N, mendapatkan nilai konsentrasi U yang teranalisis hampir sama dengan U awal. Hubungan antara hasil pengukuran dan konsentrasi standar memberikan hubungan linier dengan derajat linieritas 1 dengan persamaan garis  $Y = 0,997 \times + 0,005$  dengan  $R^2 = 1$ . Data ini menunjukkan bahwa dengan modifikasi volume pereaksi 10% dan keasaman 4 N dapat menganalisis konsentrasi U dengan konsentrasi 1, 2, 3, dan 4 g/L dengan baik.

**Tabel 6.** Hasil analisis variasi konsentrasi U dalam UNH dengan keasaman 4 N dan modifikasi volume pereaksi 10%.

No	Konsentrasi U standar, g/L	Konsentrasi U hasil analisis, g/L	Konsentrasi U rerata, g/L	Konsentrasi U terkoreksi, g/L	Keterangan
1	1	1,005	Rrt= 1,0445 Fk= 0,957330	0,962117	Rrt= 1,000000 SD= 0,021920 %Rc= 100% SDR =2,19%
		1,055		1,009983	
		1,080		1,033916	
		1,033		0,988922	
		1,052		1,007116	
		1,040		0,995623	
		1,047		1,002325	
2	2	2,747	Rrt= 2,6567 Fk= 0,752810	2,067969	Rrt=2,000001 SD=0,063404 %Rc= 100% SDR =3,17%
		2,712		2,041621	
		2,560		1,927194	
		2,545		1,915901	
		2,675		1,968598	
		2,615		2,064958	
		2,743		2,013767	
3	3	3,852	Rrt= 3,8203 Fk= 0,785282	3,024906	Rrt=3,000001 SD= 0,049760 %Rc= 100% SDR =1,66%
		3,795		2,980145	
		3,714		2,916537	
		3,919		3,077520	
		3,829		3,006845	
		3,791		2,997004	
		3,842		3,017053	
4	4	5,222	Rrt= 5,1791 Fk= 0,772328	4,033097	Rrt= 3,999997 SD= 0,053424 %Rc = 99,99% SDR =1,33%
		5,292		4,087160	
		5,187		4,006065	
		5,075		3,919565	
		5,192		4,009927	
		5,158		3,983668	
		5,128		3,960498	



**Gambar 6.** Perbandingan variasi konsentrasi U dalam UNH dengan U yang teranalisis.

#### 4.3 Pengaruh Penggunaan Asam Sulfat

Pada ASTM C 799-8, untuk menganalisis uranium menggunakan asam perklorat atau asam sulfat yang berfungsi untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat dalam limbah. Laboratorium kendali kualitas di BBN menggunakan asam perklorat untuk menghilangkan pengotor. Pemanasan menggunakan asam sulfat dilakukan dengan cara yang sama pada saat menggunakan asam perklorat. Untuk perklorat, pada saat pemanasan berlangsung menimbulkan asap putih tebal yang dimaksudkan untuk menghilangkan unsur pengotor ( seperti : Cr, Na, Ca,  $\text{NH}_4^+$ , F,  $\text{ClO}_4^-$  dan  $\text{SO}_4^{2-}$ ) dan juga mempercepat reaksi oksidasi sumber U yang ada didalam sampel menjadi U (VI), sehingga uranium yang teranalisis diharapkan lebih akurat. Untuk asam sulfat pada saat pemanasan juga menimbulkan asap putih dan dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor seperti pada asam perklorat.

Kemampuan asam sulfat dan perklorat dalam menghilangkan pengotor bila dilihat dari uji-t memberikan hasil yang berbeda secara signifikan. Hal ini disebabkan karena perbedaan kekuatan kedua asam sebagai oksidator yang akan menghilangkan pengotor. Artinya asam perklorat lebih baik kinerjanya dibanding asam sulfat, akan tetapi asam sulfat juga masih bisa digunakan ketika sarana

pendukung seperti lemari asam tidak ada karena asam perklorat sangat bersifat beracun<sup>[22]</sup>.

Jika ditinjau dari segi harga, asam perklorat mempunyai harga yang relatif lebih mahal dibandingkan asam sulfat. Menurut *price list* 2008 keluaran **Merck** chemicals reagent, harga asam sulfat 95-97% 2,5L adalah Rp. 1.870.000,00, sedangkan asam perklorat 70-72 % GR 2,5 L harganya Rp 4.336.000,00. Ini bisa jadi pertimbangan dalam penggunaan asam sulfat dalam menganalisis U.



## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Dari penelitian tentang aplikasi dan modifikasi metoda ASTM untuk analisis uranium dalam limbah cair dapat disimpulkan bahwa:

1. Modifikasi volume pereaksi yang paling baik untuk menganalisis uranium dalam limbah cair dengan konsentrasi U 1 g/L adalah 10 % dimana presisi atau SDRnya paling kecil yaitu 3,02% dan akurasi atau rekoverynya 99,99%.
2. Untuk sampel dengan keasaman 4 N dan modifikasi volume pereaksi 10% dapat menganalisis konsentrasi U dengan hasil yang baik ditunjukkan dengan nilai SDR dan rekovery sebesar 2,19% dan 100%.
3. Modifikasi volume pereaksi 10% dengan keasaman 4 N dapat menganalisis konsentrasi U dalam UNH yang divariasikan konsentrasi U-nya secara teliti dan akurat.
4. Penggunaan asam sulfat untuk menghilangkan pengotor pada limbah LE-3 memberikan hasil yang berbeda signifikan dengan analisis sebelumnya.

### 5.2 Saran

Hal-hal yang perlu diperhatikan untuk penelitian ini yaitu :

1. Ketelitian dan kebersihan saat menganalisis sangat perlu diperhatikan agar hasil yang didapatkan akurat dan jangka waktu pemakaian larutan pembanding juga perlu diperhatikan agar hasil analisis baik.
2. Perlu dilakukan modifikasi volume pereaksi dengan persentase yang lebih kecil dan variasi keasaman yang lebih beragam untuk mengupayakan pemakaian zat yang kecil tetapi tetap memberikan hasil yang baik.
3. Perlu dilakukan analisis lebih lanjut tentang pengotor apa saja yang dapat dihilangkan oleh asam sulfat pekat.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Torowati, Asminar, Rahmiati, dan Ngatijo. 2006. *Pemungutan Uranium dalam Limbah Radioaktif Cair Menggunakan Ekstraktan Tri Oktil Amin (TOA)*, ISSN 0854 – 5561. 8-16. BATAN. Serpong.
2. Yudhi, Noor dan V. Samiyoto. *Analisis Konsentrasi Uranium dalam Limbah Cair dengan Metode Titrimetri untuk Meminimalkan MUF di MBA RI-E*. Pusat Pengembangan Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang. BATAN. Serpong.
3. Boybul, Yanlinastuti, Sutri Indaryati, dan Syamsul Fatimah. 2005. *Kualifikasi Alat Potensiometer METROHM 682 untuk Penentuan Kadar Uranium*. Hasil-hasil Penelitian EBN Tahun 2005. BATAN. Serpong
4. Yudhi, Noor. *Ketelitian Titrasi Potensiometri Uranium Termodifikasi untuk Alikot 1-20 mg dengan Menggunakan Besi(II)Sulfat sebagai Reduktor*. 1-14. BATAN. Serpong.
5. Boybul dan Iis Haryati. 2007. *Pengaruh Unsur Al, Mg, dan Na Pada Analisis Uranium Secara Potensiometri*. ISSN 1907–2635. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN. Serpong.
6. ASTM. *Standard Methods for Chemical, Mass Spectrometric, Spectrochemical, Nuclear-Grade Uranyl Nitrate Solutions*
7. Human Health Fact Sheet, Argonne National Laboratory, EVS. 2005. Uranium. <http://www.evs.anl.gov/pub/doc/Uranium.pdf>
8. Division of Environmental Health Office of Radiation Protection. Fact Sheet #47. *Washington State Department of Health*. 2003. Nuclear Fission. <http://www.doh.wa.gov/ehp/rp/factsheets/factsheets-pdf/fs47nucfis.pdf>.
9. Department of Energy United State of America. 2001. *Characteristics of Uranium and Its Compounds*. U.S. Department of Energy Office of Environmental Management Depleted Uranium Hexafluoride Management Program.
10. [http://en.wikipedia.org/wiki/ASTM\\_International](http://en.wikipedia.org/wiki/ASTM_International)
11. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir. BATAN. [http://www.batan.go.id/ptbn/php/index.php?option=com\\_content&view=article&id=69&Itemid=64](http://www.batan.go.id/ptbn/php/index.php?option=com_content&view=article&id=69&Itemid=64)
12. Ngatijo, Pranjono, B.S. Galuh, dan MM Lilis Windaryati. 2006. *Analisis Kadar Uranium dan Keasaman dalam Limbah Cair untuk Keperluan Akunting Bahan Nuklir*. Hasil-hasil Penelitian EBN Tahun 2006. ISSN 0854 – 5561. BATAN. Serpong.

13. Torowati. 2009. *Uji Kualifikasi Alat Titrasi Potensiometri METROHM 672 untuk Penentuan Kandungan Uranium*. Prosiding Seminar Pengelolaan Perangkat Nuklir Tahun 2009. ISSN 1978-9858. BATAN. Serpong.
14. ESARDA BULLETIN No. 40. 2008. Uranium Assay by Titration Method. [http://esarda2.jrc.it/db\\_proceeding/mfile/B\\_2008\\_040\\_18.pdf](http://esarda2.jrc.it/db_proceeding/mfile/B_2008_040_18.pdf)
15. Sturm. M. 2010. *Destructive Analysis: Effective Analytical Support to Nuclear Safeguards and Non-Proliferation*. Best student essay from the 6th ESARDA course on Nuclear Safeguards and Non Proliferation. Belgium.
16. G.P. Russ, III. 1999. *Guidelines for Evaluating Analytical Chemistry Capabilities and Recommending Upgraded Methods and Instrumentation for Nuclear Material Control and Accountability at Russian Nuclear Facilities*. Lawrence Livermore National Laboratory. U.S Department of Energy.
17. Oliveira Junior, Olívio Pereira, Inez Cristina de Oliveira, Marcia Regina Pereira e Eduardo Tanabe. *Establishing Metrological Traceability of Measurement Results of Uranium Concentration and Isotope Amount Ratio*. Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo. Brazil.
18. Aigner, Helmut, Steven Balsley, Josef Berger, Norbert Doubek, Alfred Zoigner. 2006. *Validation of the Automated Davies/Gray Procedure Results and Conclusions*. IAEA Safeguards Analytical Laboratory (SAL).
19. Apendiks A Akurasi, Presisi, dan Nilai Penting. <http://labdasar.ee.itb.ac.id/lab/EL2193/0809/Apendiks.pdf>
20. Kealey .D, P.J Haines. 2002. *Analytical Chemistry*. Oakland Analytical Services. Farnham, UK. Hal. 37
21. Irianto, Agus. 2007. *Konsep Dasar Statistik dan Aplikasinya*. Kencana Prenada Group, Jakarta. Hal. 70
22. E.M. Khater, Dr. ASHRAF. 2005. *Recent Development in Radiochemical Analysis for Safeguards Purposes*. Nuclear Safeguards and Physical Protection Department National Center for Nuclear Safety and Radiation Control Atomic Energy Authority. Cairo, Egypt.

**Lampiran 1. Pembuatan *Stock Solution* UNH standar dengan konsentrasi U  
10 g/L dalam labu 25 mL**

$$\text{Mr UNH ( } \text{UO}_2(\text{NH}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O )} = 502 \text{ g/mol}$$

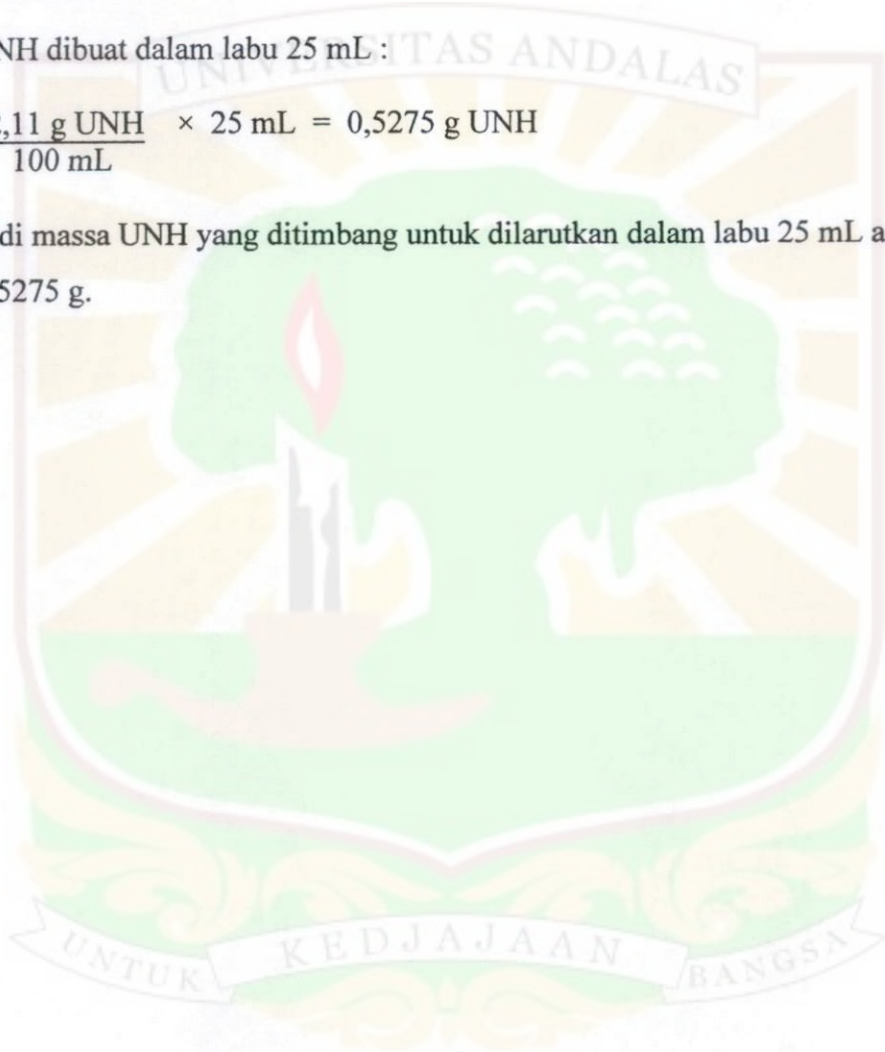
$$\text{Ar Uranium} = 238 \text{ g/mol}$$

$$\frac{502 \text{ g/mol}}{238 \text{ g/mol}} \times 10 \text{ g/L} = 21,1 \text{ g UNH/L atau } 2,11 \text{ g UNH/100 mL}$$

UNH dibuat dalam labu 25 mL :

$$\frac{2,11 \text{ g UNH}}{100 \text{ mL}} \times 25 \text{ mL} = 0,5275 \text{ g UNH}$$

Jadi massa UNH yang ditimbang untuk dilarutkan dalam labu 25 mL adalah  
0,5275 g.



## Lampiran 2. Perhitungan dari analisis keasaman LE-15

1. Titrasi sampel dengan NaOH dilakukan duplo

$$\text{Volume limbah} = 0,2 \text{ mL}$$

$$V_{\text{NaOH yang terpakai 1}} = 5,77 \text{ mL}$$

$$V_{\text{NaOH yang terpakai 2}} = 5,73 \text{ mL}$$

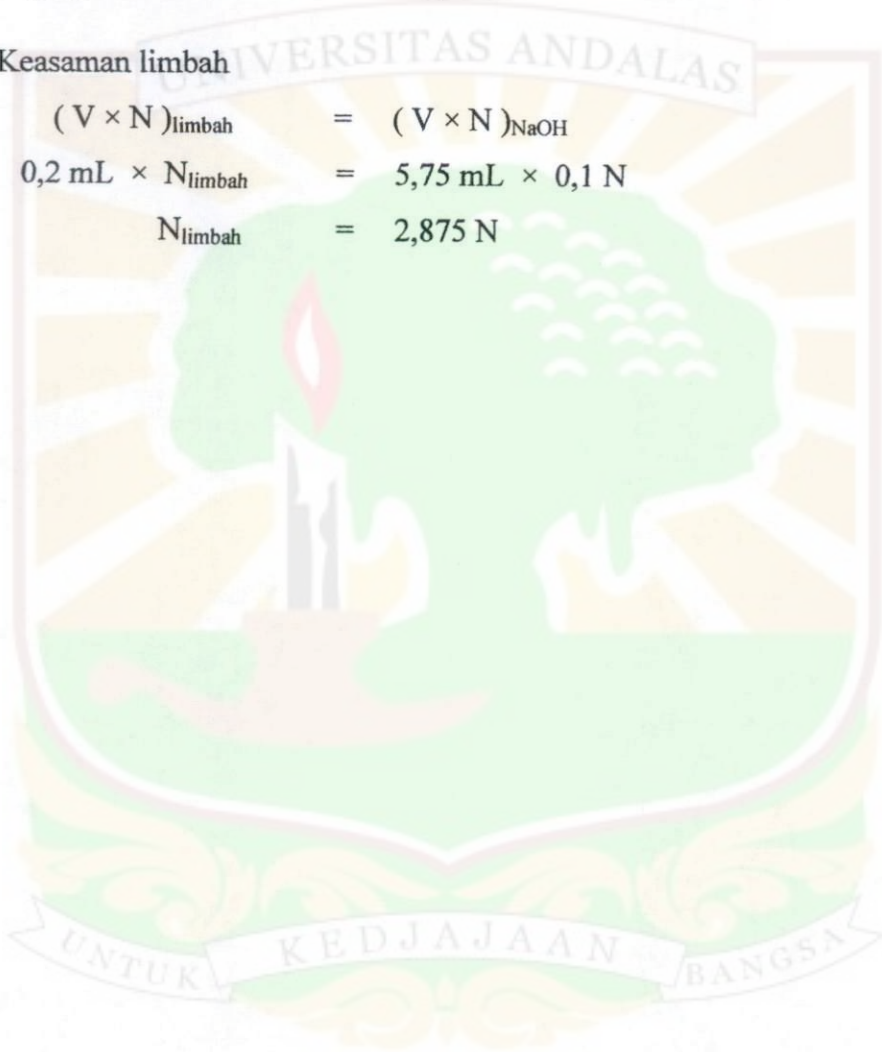
$$V_{\text{NaOH rata-rata}} = 5,75 \text{ mL}$$

2. Keasaman limbah

$$(V \times N)_{\text{limbah}} = (V \times N)_{\text{NaOH}}$$

$$0,2 \text{ mL} \times N_{\text{limbah}} = 5,75 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N}$$

$$N_{\text{limbah}} = 2,875 \text{ N}$$



### Lampiran 3. Perhitungan Penambahan Volume Asam Nitrat dalam Modifikasi Volume Pereaksi

Volume  $\text{HNO}_3$  65% yang ditambahkan ke dalam UNH standar untuk analisis U dalam modifikasi volume pereaksi.

$$\begin{aligned} (V \times N)_{\text{HNO}_3} &= (V \times N)_{\text{limbah}} \\ V_{\text{HNO}_3} \times 14,44 \text{ N} &= 100 \text{ mL} \times 2,87 \text{ N} \\ V_{\text{HNO}_3} &= 19,88 \text{ mL} \end{aligned}$$

Larutan standar dengan konsentrasi U 1 g/L dibuat keasamannya menyerupai limbah dengan cara menambahkan asam nitrat yang keasamannya disamakan dengan limbah LE-15. Jadi dari asam nitrat 65% diambil sebanyak 19,88 mL, dilarutkan dalam labu 100 mL

#### Lampiran 4. Modifikasi volume pereaksi

##### Volume pereaksi menurut ASTM

- Asam sulfamat = 5 mL
  - Asam pospat = 40 mL
  - Ferro sulfat = 5 mL
  - Ammonium molibdat = 10 mL
  - Vanadium sulfat = 10 mL
- 
- Modifikasi volume pereaksi 10%
    - Asam sulfamat = 0,5 mL
    - Asam pospat = 4 mL
    - Ferro sulfat = 0,5 mL
    - Ammonium molibdat = 1 mL
    - Vanadium sulfat = 1 mL
  
  - Modifikasi volume pereaksi 15%
    - Asam sulfamat = 0,75 mL
    - Asam pospat = 6 mL
    - Ferro sulfat = 0,75 mL
    - Ammonium molibdat = 1,5 mL
    - Vanadium sulfat = 1,5 mL
  
  - Modifikasi volume pereaksi 20%
    - Asam sulfamat = 1 mL
    - Asam pospat = 8 mL
    - Ferro sulfat = 1 mL
    - Ammonium molibdat = 2 mL
    - Vanadium sulfat = 2 mL
  
  - Modifikasi volume pereaksi 30%
    - Asam sulfamat = 1,5 mL
    - Asam pospat = 12 mL
    - Ferro sulfat = 1,5 mL
    - Ammonium molibdat = 3 mL
    - Vanadium sulfat = 3 mL

**Lampiran 5. Perhitungan pembuatan asam nitrat 65% untuk memvariasikan keasaman UNH.**

Massa asam nitrat = 65 g  
 Massa jenis (  $\rho$  ) = 1,4 g/mL  
 Mr HNO<sub>3</sub> = 63 g/mol

- Perhitungan untuk mengetahui normalitas (N) asam nitrat 65%

$$\frac{65 \text{ g HNO}_3}{100 \text{ g larutan}} \times \frac{1,4 \text{ g larutan}}{\text{mL larutan}} \times \frac{1 \text{ mol HNO}_3}{63 \text{ g HNO}_3} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 14,44 \text{ N}$$

- Pembuatan UNH dengan keasaman 1 N

$$\begin{aligned} (V \times N) \text{ UNH} &= (V \times N) \text{ HNO}_3 \\ 1 \text{ N} \times 100 \text{ mL} &= V \times 14,44 \text{ N} \\ V \text{ HNO}_3 &= 6,94 \text{ mL} \end{aligned}$$

Pembuatan UNH keasaman 1 N maka ditambahkan HNO<sub>3</sub> sebanyak 6,94 mL.

- Pembuatan UNH dengan keasaman 2 N

$$\begin{aligned} (V \times N) \text{ UNH} &= (V \times N) \text{ HNO}_3 \\ 2 \text{ N} \times 100 \text{ mL} &= V \times 14,44 \text{ N} \\ V \text{ HNO}_3 &= 13,85 \text{ mL} \end{aligned}$$

Pembuatan UNH keasaman 2 N maka ditambahkan HNO<sub>3</sub> sebanyak 13,85 mL.

- Pembuatan UNH dengan keasaman 3 N

$$\begin{aligned} (V \times N) \text{ UNH} &= (V \times N) \text{ HNO}_3 \\ 3 \text{ N} \times 100 \text{ mL} &= V \times 14,44 \text{ N} \\ V \text{ HNO}_3 &= 20,78 \text{ mL} \end{aligned}$$

Pembuatan UNH keasaman 3 N maka ditambahkan HNO<sub>3</sub> sebanyak 20,78 mL.

- Pembuatan UNH dengan keasaman 4 N

$$\begin{aligned} (V \times N) \text{ UNH} &= (V \times N) \text{ HNO}_3 \\ 4 \text{ N} \times 100 \text{ mL} &= V \times 14,44 \text{ N} \\ V \text{ HNO}_3 &= 27,7 \text{ mL} \end{aligned}$$

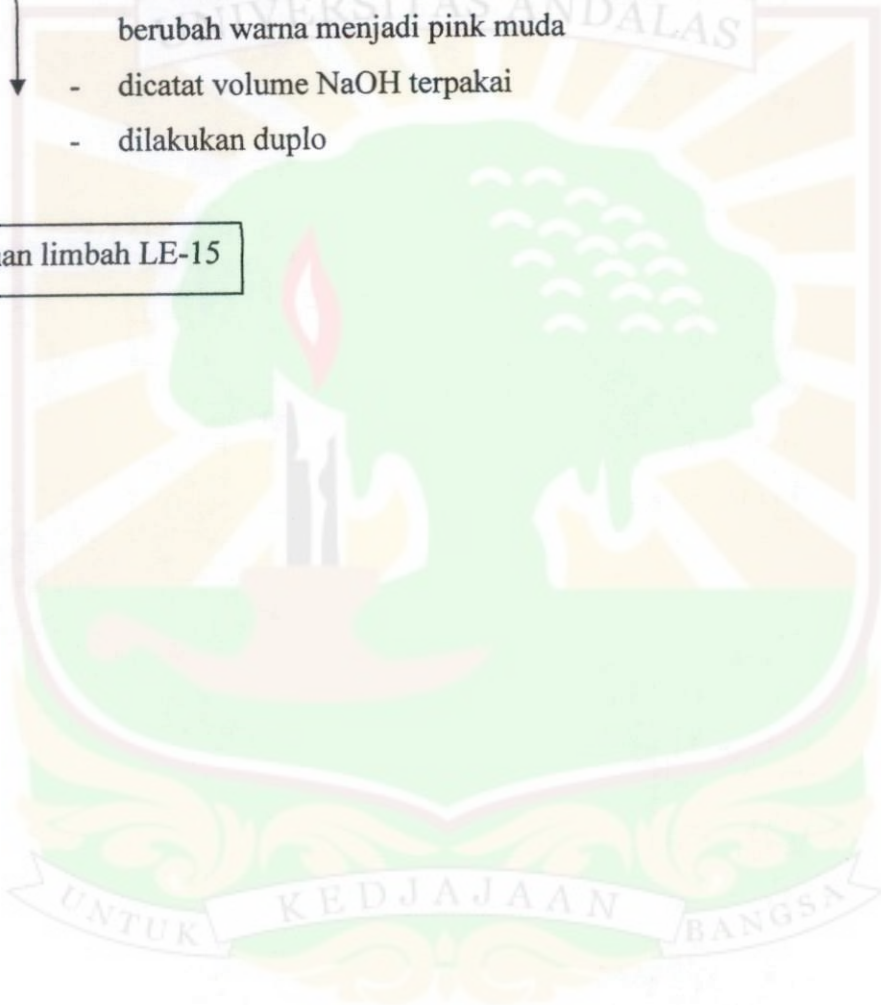
Pembuatan UNH keasaman 4 N maka ditambahkan HNO<sub>3</sub> sebanyak 27,7 mL.

## Lampiran 6. Analisis keasaman limbah LE-15

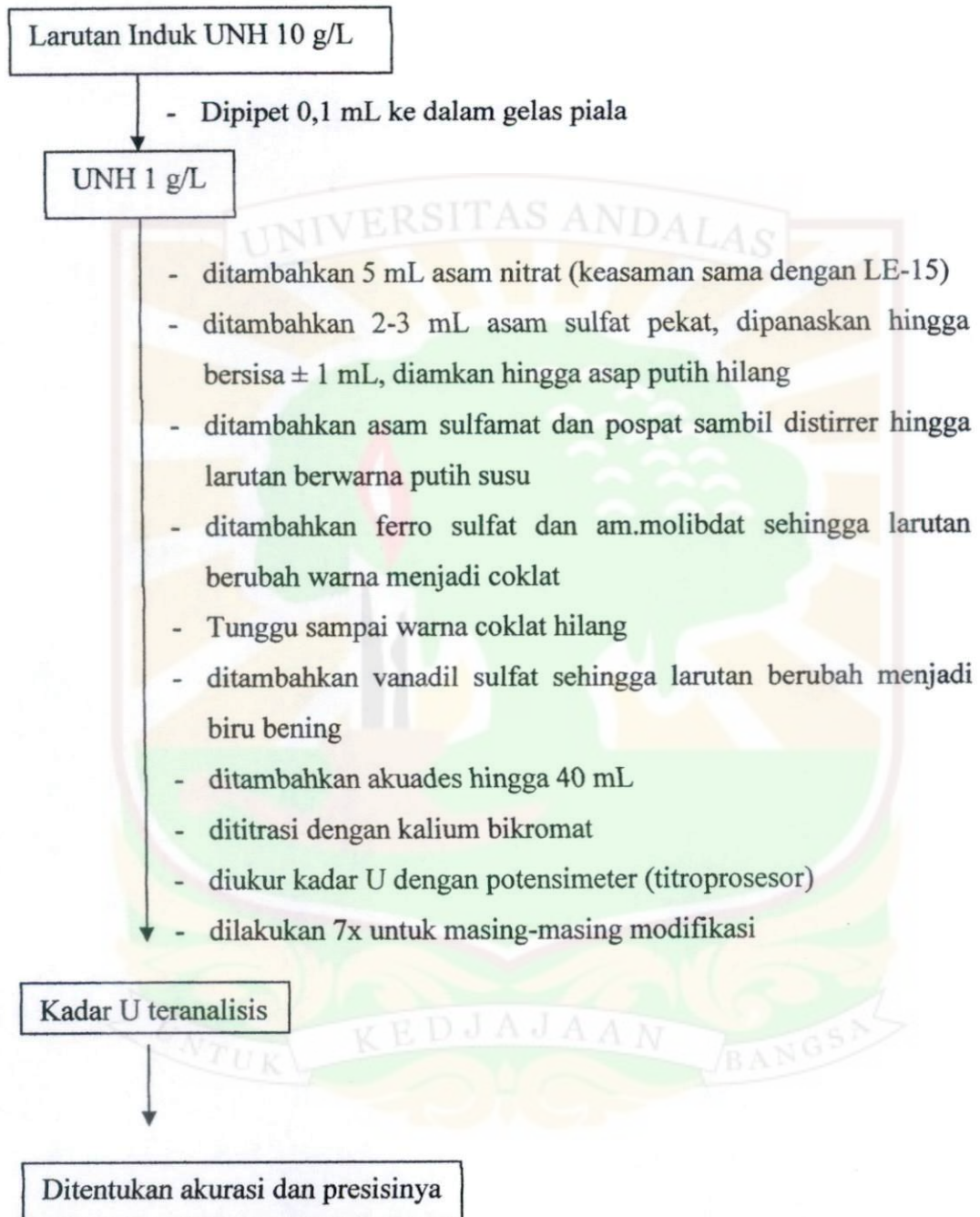
Limbah LE-15

- diambil 0,2 mL, dan dimasukkan ke dalam gelas piala,
- ditambahkan 1 mL am.oxalat, diteteskan indikator *Phenolphthalein* (PP) sebanyak 2 tetes
- dititrasi dengan NaOH, dan dihentikan pada saat larutan berubah warna menjadi pink muda
- dicatat volume NaOH terpakai
- dilakukan duplo

keasaman limbah LE-15



**Lampiran 7. Analisis konsentrasi U dalam larutan pembanding UNH ( U 1 g/L) dengan modifikasi volume pereaksi 10, 15, 20, 30% dari volume pereaksi menurut standar ASTM**

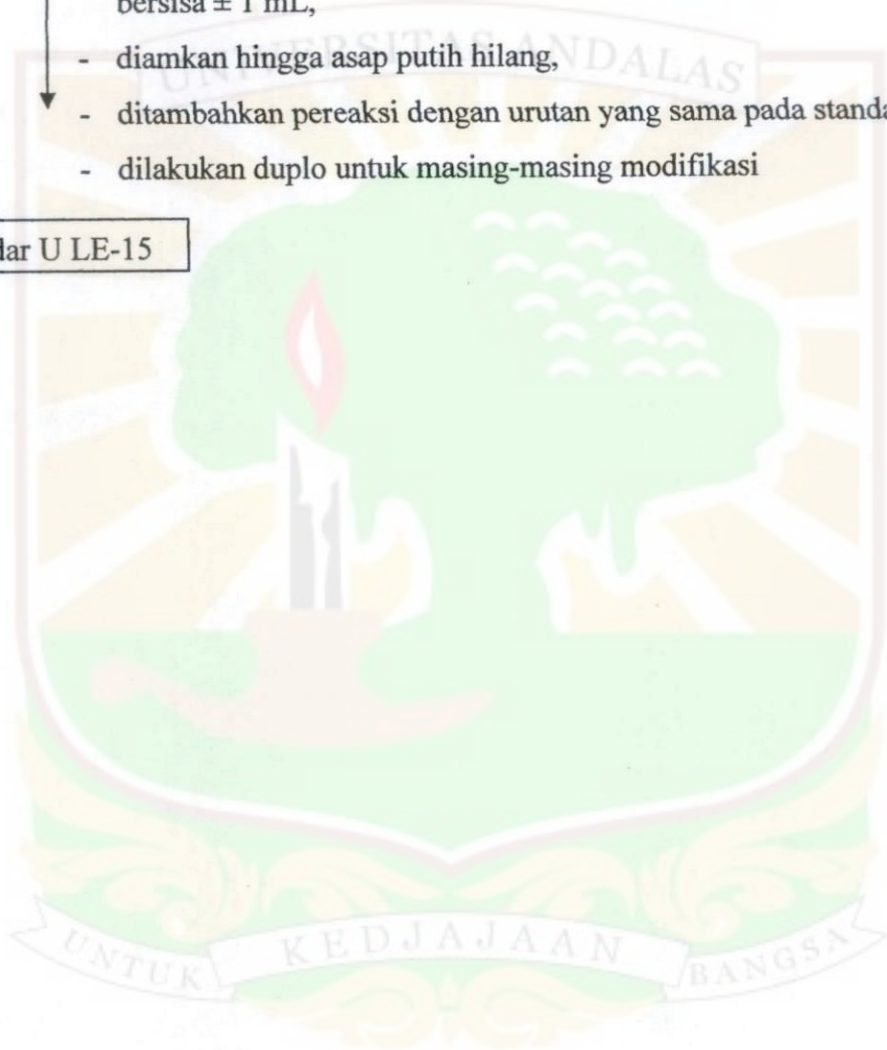


**Lampiran 8. Analisis konsentrasi U dalam limbah LE-15 dengan modifikasi volume pereaksi**

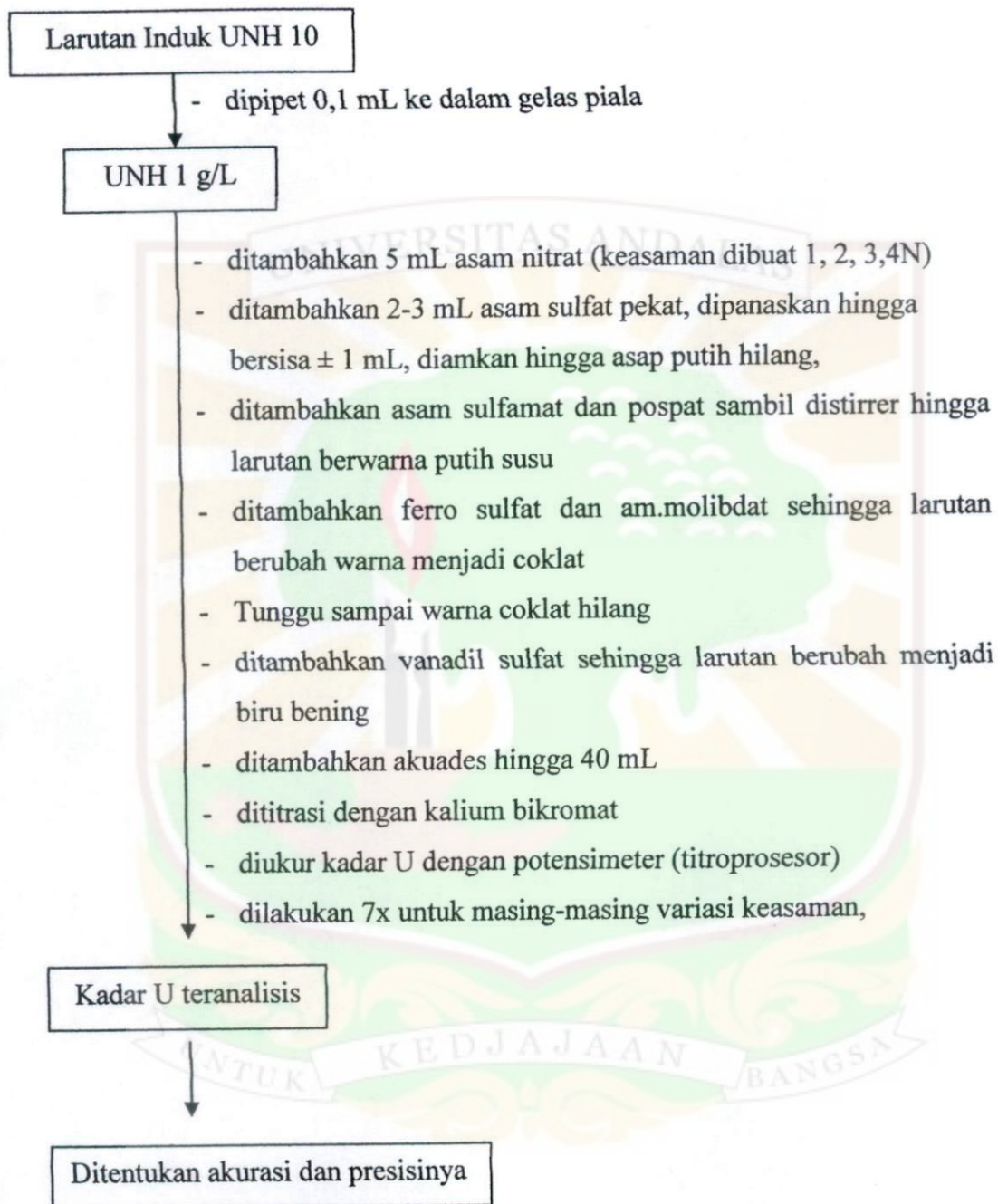
**Limbah LE-15**

- dipipet 5 mL ke dalam gelas piala,
- ditambahkan 2-3 mL asam sulfat pekat, dipanaskan hingga bersisa  $\pm$  1 mL,
- diamkan hingga asap putih hilang,
- ditambahkan pereaksi dengan urutan yang sama pada standar
- dilakukan duplo untuk masing-masing modifikasi

**Kadar U LE-15**



**Lampiran 9. Analisis konsentrasi U dalam larutan UNH (U 1 g/L) dengan adanya variasi keasaman**



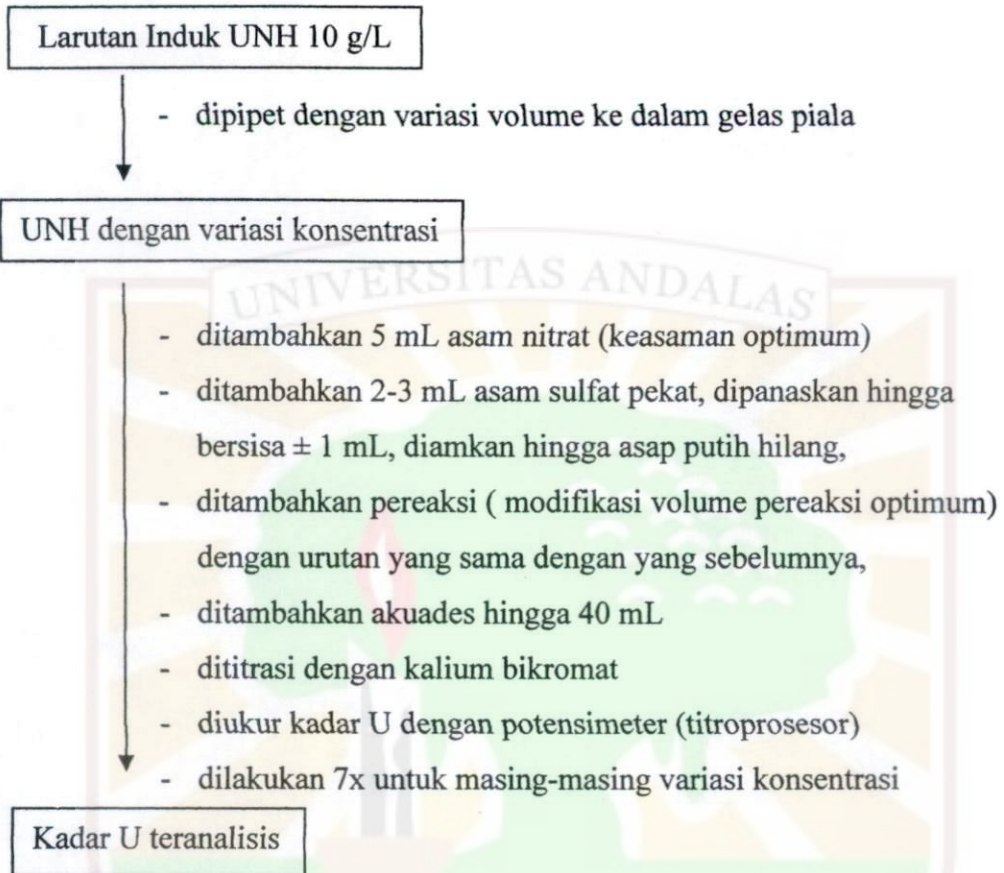
### Lampiran 10. Analisis Limbah LE-3 dengan keasaman dan modifikasi volume pereaksi

Limbah LE-3

- dipipet 5 mL ke dalam gelas piala,
- ditambahkan 2-3 mL asam sulfat pekat, dipanaskan hingga bersisa  $\pm 1$  mL, diamkan hingga asap putih hilang,
- ditambahkan pereaksi dengan urutan yang sama dengan yang sebelumnya (modifikasi volume pereaksi 10% dan keasaman optimum)
- ditambahkan akuades hingga 40 mL
- dititrasi dengan kalium bikromat
- diukur kadar U dengan potencimeter (titroprosesor)
- dilakukan 7x

Kadar U Limbah LE-3

**Lampiran 11. Analisis konsentrasi U dalam UNH divariasikan konsentrasi U-nya**



Lampiran 12. Uji t limbah LE-3

Ulangan	A	B	d	d <sup>2</sup>
1	0,646	0,617	0,029	8,41.10 <sup>-4</sup>
2	0,646	0,601	0,045	2,025.10 <sup>-3</sup>
3	0,673	0,599	0,074	5,476.10 <sup>-3</sup>
4	0,646	0,614	0,032	1,024.10 <sup>-3</sup>
5	0,659	0,629	0,030	9.10 <sup>-4</sup>
6	0,673	0,626	0,047	2,209.10 <sup>-3</sup>
7	0,646	0,612	0,034	1,156.10 <sup>-3</sup>
Total			0,291	0,0136
d rata-rata			0,0416	

A = Hasil analisis LE-3 menggunakan asam perklorat

B = Hasil analisis LE-3 menggunakan asm sulfat

$$s_d = \sqrt{\frac{0,0136 - \frac{(0,291)^2}{7}}{7 - 1}}$$

$$s_d = \sqrt{\frac{0,0136 - 0,0121}{7 - 1}}$$

$$s_d = 0,0158 \quad (6 \text{ df})$$

$$t_{\text{hitung}} = \frac{0,0416}{0,0158} \sqrt{7} = 6,97 \quad (6 \text{ df})$$

$$t_{0,05/2,6} = t_{\text{tabel}} = 2,447$$

$$t_{\text{hitung}} < t_{\text{tabel}} > t_{\text{hitung}}$$