

## STUDI BANDING ANALISIS SILIKON DI DALAM BAHAN BAKAR URANIUM SILISIDA SECARA SPEKTROFOTOMETRIK DAN GRAVIMETRIK

Purwadi Kasino Putro, Asmedi Suripto \*

Sugili Putra, Gunanjar \*\*

\* Pusat Elemen Bakar Nuklir

\*\* Pusat Pengkajian dan Keselamatan Teknologi Nuklir



ID0100062

### ABSTRAK

Telah dilakukan studi banding analisis silikon di dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda spektrofotometri dan gravimetri. Pengujian dengan metoda spektrofotometri meliputi: metoda spektrofotometri serapan atom dengan bahan bakar nitros oksida - asetelin pada panjang gelombang 251,6 nm dan metoda spektrofotometri UV - VIS dengan pengompleks amonium hepta molibdat dan reduktor  $\text{SnCl}_2$  pada panjang gelombang 757,5 nm, sedangkan metoda gravimetri menggunakan pereaksi  $\text{HClO}_4$  dan  $\text{HNO}_3$ . Dari studi banding analisis tersebut, didapatkan hasil sebagai berikut: metoda spektrofotometri serapan atom mempunyai ketepatan analisis sebesar  $96,37\% \pm 0,24\%$  dengan batasan daerah konsentrasi analisis sampai 300 ppm dan tingkat gangguan analisis sangat kecil, metoda spektrofotometri UV - VIS mempunyai ketepatan analisis sebesar  $138,60\% \pm 0,43\%$  dengan batasan daerah konsentrasi analisis sebesar 0,1 - 1,5 ppm dan tingkat gangguan analisis besar, sedangkan metoda gravimetri mempunyai ketepatan analisis sebesar  $51,13\% \pm 0,58\%$  dengan batasan daerah konsentrasi analisis minimal 1 gram dan tingkat gangguan analisis juga besar.

### ABSTRACT

*THE COMPARISON OF SILICON ANALYSIS FOR THE URANIUM SILICIDE FUEL USING SPECTROPHOTOMETRICAL AND GRAVIMETRICAL METHODS.* The analysis comparison of silicon content in the uranium silicide fuel using spectro-photometrical and gravimetrical methods have been performed. The nitrous oxide-acetylene was used in the atomic absorption spectrophotometry (AAS) on the wave length of 251.6 nm, and the mixture of ammonium hepta molybdate complexes and  $\text{SnCl}_2$  as reductor were applied during analysis by UV-VIS spectrophotometry (UV-VIS) on the wave length of 757.5 nm. The reagent of  $\text{HClO}_4$  and  $\text{HNO}_3$  were used for determining Si content by gravimetrical method. The results of this comparison is as follows : the accuracy result is around  $96.37\% \pm 0.24\%$  for the Si concentration up to 300 ppm (the AAS) , is  $138.60\% \pm 0.43\%$  for the Si concentration range between 0.1-1.5 ppm (UV-VIS), and is  $51.13\% \pm 0.58\%$  for 1 gram of Si (gravimetry). The results also show that the lowest analytical error is obtained by the AAS method.

### PENDAHULUAN

Pengembangan teknologi pembuatan bahan bakar uranium silisida ( $\text{U}_x\text{Si}_y$ ) di Pusat Elemen Bakar Nuklir BATAN telah dilakukan sejak awal pelita V dan diharapkan pada akhir pelita V telah mendapatkan teknologi fabrikasi dan data penunjang lainnya guna mendukung kelaikan pakai bahan bakar tersebut. Bahan bakar uranium silisida diharapkan dapat menggantikan bahan bakar uranium oksida dalam unjuk kerjanya di dalam reaktor riset, hal ini disebabkan oleh besarnya densitas serta kapasitas muat bahan bakar tersebut di dalam pelat elemen bakar reaktor. Untuk mendukung program pengembangan teknologi pembuatan bahan bakar uranium silisida tersebut perlu disertai dukungan suatu uji kualitas, yang mana salah satunya adalah kadar silikon di dalam bahan bakar uranium silisida ( $\text{U}_x\text{Si}_y$ ).

Kadar silikon di dalam bahan bakar uranium silisida sangat diperlukan untuk diketahui jumlahnya secara keseluruhan, karena dari jumlah

unsur silikon kita dapat mengetahui bentuk dari bahan bakar uranium silisida ( $\text{U}_x\text{Si}_y$ ) yang telah dibuat. Uranium silisida ( $\text{U}_x\text{Si}_y$ ) ada beberapa jenis diantaranya  $\text{U}_3\text{Si}_2$ ,  $\text{U}_3\text{Si}$ , dan  $\text{USi}$  serta masih ada jenis lainnya (lihat lampiran IV).

Bahan bakar uranium silisida yang diproduksi/dibuat oleh Instalasi Produksi Elemen Bakar Reaktor Riset saat ini adalah  $\text{U}_3\text{Si}_2$ , pada pembuatannya  $\text{U}_3\text{Si}_2$  yang diperoleh tidaklah murni, akan tetapi masih tercampur dengan jenis uranium silisida yang lain. Oleh karena itu perlu untuk mengetahui kadar silikon dengan benar, guna mengetahui jenis dari bahan bakar yang telah dibuat tersebut. Untuk mendapatkan metoda analisis yang dapat diandalkan, maka perlu dikembangkan suatu metoda analisis silikon yang mempunyai ketelitian, ketepatan, kepekaan, kecepatan dan daerah konsentrasi yang memadai serta sesuai untuk bahan bakar uranium silisida.

Penentuan kadar silikon didalam bahan bakar uranium telah banyak dilakukan oleh peneliti

pendahulu dengan metoda yang berbeda-beda<sup>9,12,13</sup>

Pada penelitian ini dilakukan studi banding analisis silikon di dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda analisis spektrofotometri serapan atom dengan nyala (AAFS), metoda analisis spektrofotometri UV-VIS dan metoda gravimetri. Dari ketiga metoda tersebut diharapkan ada salah satu metoda yang paling teliti, cepat, tepat dan mempunyai kepekaan yang baik.

## TATA KERJA

### Bahan-bahan yang digunakan.

1. Serbuk uranium silisida ( $U_3Si_2$ ) dan  $U_3O_8$  buatan PEBN-BATAN
2. Kristal  $LiBO_2$ ,  $C_4H_6O_6$  (as. tatra) bertanda  $L^+$ ,  $KNO_3$ , dan  $Na_2CO_3$  buatan E. Merck
3. Larutan Baku Si 2000  $\mu g/ml$ ,  $HNO_3$  pekat,  $HClO_4$  pekat, TBP, dan Hexan buatan E. Merck.
4. Larutan amonium hepta molibdat 10 %, asam asetat 10 %,  $Na_2SO_3$  15 %,  $H_2SO_4$  25 % dan larutan  $SnCl_2$  1%.
5. Air bebas mineral.

### Alat-alat yang digunakan.

1. AAS varian 1475, Spektrofotometrik UV-VIS Shimadzu UV-160A
2. Tungku pemanas (muffle furnace), cawan platina, cawan teflon dan alat-alat gelas
3. Peralatan dari polietilen, khusus untuk metoda spektrofotometrik UV-VIS.
4. Pemanas, neraca analitik, corong gelas dan pemisah, dan oven.

### Cara kerja.

#### A. Pelarutan cuplikan uranium silisida.

1. Ditimbang 0,2 gram cuplikan uranium silisida dalam cawan platina, kemudian ditambahkan 1 gram  $LiBO_2$  dan dicampur, lalu dipanaskan di dalam tungku pemanas pada suhu 950 °C selama 30 menit
2. Setelah dingin kemudian dilarutkan dengan menambah 2 gram  $C_4H_6O_6$  (asam tatra)  $L^+$  bebas Si, dan 3ml  $HNO_3$  pekat serta air bebas mineral secukupnya.
3. Setelah larut kemudian dimasukkan dalam cawan teflon dan dibiarkan selama 24 jam pada suhu 150 °C, lalu disaring kemudian filtratnya dimasukkan dalam labu ukur 250 ml dan ditepatkan volumenya.

#### B. Analisis dengan spektrofotometri serapan atom

1. Larutan cuplikan hasil pelarutan diencerkan 2 kali dengan larutan  $HNO_3$  kemudian diekstraksi dengan larutan TBP-Hesan (7 : 3) hingga

larutan menjadi jernih dan kemudian fase airnya dipisahkan

2. Dari larutan baku 2000 ppm silikon diambil masing-masing 0; 0,1; 0,25; 0,38; 0,5; 0,75; 1,25 ml dan dimasukkan kedalam labu ukur 5 ml.
3. Kemudian pada masing-masing labu ukur ditambahkan 2 ml fase air hasil ekstraksi dan kemudian volumenya ditepatkan 5 ml dengan air bebas mineral.
4. Dilakukan pengukuran absorbansi dengan menggunakan AAFS. Kondisi AAFS untuk analisis silikon adalah sebagai berikut :
  - panjang gelombang = 251,6 nm
  - celah = 0,2;
  - arus lampu = 10 mA
  - gas asetilen = 27; gas  $N_2O$  = 64

#### C. Analisis dengan spektrofotometer UV-VIS

##### a. Pembuatan standard larutan Si (Silikon)

- Ditimbang 1 gram  $LiBO_2$  (litium borat) dalam cawan platina, kemudian ditambahkan  $U_3O_8$  0,236 gram dan dicampur lalu ditambahkan 2,5 ml 2000  $\mu g/ml$  larutan baku silikon.
- Dipanaskan pada suhu 950 °C selama 20 menit, setelah itu didinginkan kemudian dilarutkan dengan menambah 2 gram  $C_4H_6O_6$  (asam tatra)  $L^+$  bebas Si, dan 3 ml  $HNO_3$  pekat serta air bebas mineral secukupnya.
- Setelah larut kemudian dimasukkan dalam cawan teflon dan dibiarkan selama 24 jam pada suhu 150 °C, lalu disaring kemudian filtratnya dimasukkan dalam labu ukur 250 ml dan ditepatkan volumenya.
- Dari larutan ini kemudian diencerkan dua kali dengan menambah  $HNO_3$  6 M, lalu diekstraksi dengan TBP - Hesan ( 7 : 3 ) hingga jernih.
- Kemudian fase airnya dipipet 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml lalu dimasukkan dalam labu takar 100 ml.
- Ditambahkan 2 ml Hcl 1:1 dan 5 ml amonium hepta molibdat 10 %, kemudian dikocok dan didiamkan selama 30 menit
- Ditambahkan 15 ml  $H_2C_2O_4$  10 %, 2 ml  $Na_2SO_3$  15 % dan 5 ml  $H_2SO_4$  25 % kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit.
- Ditambahkan 1 ml  $SnCl_2$  1 % dan ditepatkan 100 ml.
- Diambil salah satu larutan tersebut (0,5  $\mu g/ml$ ) untuk menentukan panjang gelombang maksimumnya.
- Kemudian masing-masing larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimumnya yang telah diperoleh.

##### b. Pengukuran cuplikan.

- Dari larutan cuplikan (hasil pelarutan) dilakukan pengenceran dua kali dengan larutan HNO<sub>3</sub> 6 M, kemudian diekstraksi dengan TBP-hexane (7:3) hingga larutan menjadi jernih.
- Kemudian fase airnya dipipet 0,4; 0,5; 0,65; 0,8 dan 1 ml, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml.
- Ditambahkan 2 ml HCl 1:1 dan 5 ml Amonium hepta molibdat 10 %, kemudian dikocok dan dibiarkan 30 menit.
- Ditambahkan 15 ml H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 10 %, 2 ml Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 15 % dan 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 25 %, kemudian dikocok dan dibiarkan selama 5 menit.
- Ditambahkan 1 ml SnCl<sub>2</sub> 1 % dan ditepatkan 100 ml.
- Ditentukan absorbansi masing-masing larutan pada panjang gelombang yang telah ditentukan.

Tabel 1.: Hasil analisis Si dalam uranium silisida dengan menggunakan AAFS

No	Konsentrasi standar addisi (ppm)	Abs.	Konsentrasi Si dalam larutan cuplikan (ppm)	Kadar Si dalam UxSi <sub>y</sub> (%)
1	0	0,00675	-	-
2	40	0,02950	11,87	7,33
3	100	0,06750	11,11	6,87
4	152	0,09975	11,03	6,82
5	200	0,12825	11,11	6,87
6	300	0,17925	11,74	7,25
7	500	0,24650	14,08 <sup>(*)</sup>	8,70 <sup>(*)</sup>
	rata - rata		11,37 ± 0,339	7,03 ± 0,242

(\*) tidak dipakai, karena sudah tidak berada dalam garis lurus

#### D. Analisis dengan gravimetri.

- Ditimbang ± 1 gram U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> dalam cawan platina dan ditambahkan 10 ml larutan 2000 µg/ml Si, kemudian dipanaskan 800 °C selama 5 menit.
- Setelah dingin ditambahkan 1 gram KNO<sub>3</sub> dan 1 gram Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, kemudian ditambahkan 20 ml HNO<sub>3</sub> pekat dan 15 ml HClO<sub>4</sub>. (metoda yang lain dilakukan dengan cara menambahkan 15 ml HClO<sub>4</sub> sebagai pengganti HNO<sub>3</sub>)
- Kemudian larutan dididihkan 10 menit, setelah itu disaring, dicuci dengan air bebas mineral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C dan tiap 15 menit ditimbang hingga berat konstan.

### III. HASIL DAN BAHASAN

#### A. Analisis dengan AAFS

Untuk menghitung konsentrasi silikon dalam uranium silisida sebagai hasil analisis digunakan cara analisis standard addisi dengan rumus sebagai berikut :

$$C_x = \frac{A_o}{A_{total} - A_o} (C_{add}) \quad (1)$$

dengan :

C<sub>x</sub> = Konsentrasi Si di dalam larutan cuplikan hasil pengukuran (ppm)

A<sub>o</sub> = Absorbansi cuplikan

A<sub>total</sub> = Absorbansi cuplikan + absorbansi addisi

C<sub>add</sub> = Konsentrasi Si addisi  
untuk menentukan kadar Si (%) digunakan rumus :

$$\text{Kadar Si (\%)} = \frac{C_x \cdot fp \cdot 10^{-6} \cdot v}{\text{berat cuplikan (gr)}} \quad (2)$$

dengan fp = faktor pengenceran dan v = volume larutan cuplikan mula-mula (ml).

Konsentrasi Si di dalam larutan cuplikan, selain dapat dihitung dengan rumus (1), dapat pula ditentukan dengan ekstrapolasi pada kurva absorbansi versus C<sub>add</sub> sebagai berikut : (gambar 1).

Dari tabel 1 dan gambar 1. pada lampiran I, maka dapat disimpulkan bahwa kadar silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan menggunakan metode AAFS adalah : (7,03 ± 0,242) %.

Pada pengukuran kandungan silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom ini digunakan metoda analisis standard addisi, sebab :

1. Uranium, merupakan unsur yang paling dominan dalam bahan bakar uranium silisida, adanya uranium ini sangat mengganggu dalam analisis silikon dengan AAFS. Hal ini dapat dibuktikan dari tabel 2. Dari tabel 2. dapat dilihat bahwa untuk larutan cuplikan yang tanpa perlakuan ekstraksi U dengan TBP-Hexana, hasil pengukuran absorbansi silikon tidak akan mengalami perubahan walaupun konsentrasi Si dinaikkan (tetap sama dengan latar).
2. Kemungkinan adanya asam borat, sebab dalam pelarutan cuplikan digunakan LiBO<sub>2</sub> sehingga ada kemungkinan sebagian LiBO<sub>2</sub> telah berubah jadi asam borat, sedangkan asam borat akan menurunkan absorbansi pada analisis.

silikon. Oleh karena itu untuk mengatasi gangguan uranium maka uranium tersebut harus dipisahkan dengan cara ekstraksi menggunakan pelarut TBP-Hexana, sedangkan untuk mengatasi gangguan matriks (yaitu adanya U yang tersisa, boron atau asam borat, dan unsur/senyawa lain), maka pada analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida ini digunakan metoda standard addisi. Dengan menggunakan metoda ini maka baik standard maupun cuplikan berada pada kondisi yang sama.

**B. Analisis dengan Spektrofotometri UV-VIS.**

**1. Penentuan panjang gelombang maksimum.**

Sebelum melakukan analisis dengan spektrofotometri UV-VIS maka perlu dilakukan pemilihan panjang gelombang maksimum, hal ini dimaksudkan agar pada saat pengukuran absorbansi cuplikan nanti bisa didapat absorbansi yang maksimum, sehingga kepekaan yang diperoleh maksimum. Hasil penentuan panjang gelombang maksimum dapat dilihat pada tabel 3 dan gambar 2.

Tabel 2.: Pengukuran absorbansi dengan AAFS untuk larutan uranium silisida tanpa ekstraksi.

No	Kons. Si (ppm)	ABSORBANSI(*)			
		1	2	3	4
1	0	0,015	0,014	0,013	0,018
2	24	0,022	0,020	0,023	0,023
3	48	0,028	0,026	0,029	0,027
4	64	0,024	0,023	0,026	0,030
5	80	0,020	0,022	0,021	0,022
6	96	0,010	0,017	0,013	0,018
7	cuplikan	0,011	0,012	0,008	0,009

(\*) Larutan yang diukur mengandung uranium sebesar 3200 µgr/ml.

Terlihat bahwa panjang gelombang maksimum untuk penentuan silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan menggunakan metoda spektrofotometri UV-VIS adalah 757,5 nm.

Tabel 3 : Penentuan panjang gelombang maksimum untuk analisis silikon dengan spektrofotometri

No.	Puncak tertinggi			
	λ	ABS.	λ	ABS.
1	769,1	0,198	767,1	0,124
2	764,7	0,208	762,4	0,163
3	760,2	0,210	759,2	0,203
4	757,5	0,218	755,2	0,168
5	754,4	0,171	752,3	0,145

**2. Pembuatan kurva kalibrasi.**

Untuk keperluan analisis dengan spektrofotometri UV-VIS terlebih dahulu dibuat kurva kalibrasi.

Tabel 4 : Pembuatan kurva kalibrasi untuk analisis silikon dengan spektrofotometri UV-VIS

No.	Larutan tunggal		Larutan U-Si.(*)	
	KONS.	ABS.	KONS.	ABS.
1	0,00	-0,000	0,00	0,000
2	0,10	0,047	0,10	0,003
3	0,20	0,087	0,20	0,007
4	0,30	0,131	0,30	0,020
5	0,40	0,177	0,40	0,027
6	0,50	0,230	0,50	0,035

(\*) dibuat dari larutan standard silikon 20 µgr/ml.

Dari tabel 4 dan gambar 3 pada lampiran III terlihat bahwa adanya uranium menyebabkan terjadinya penurunan absorbansi pada pembuatan kurva standard kalibrasi kadar Si.

**3. Penentuan silikon.**

Dengan menggunakan kurva kalibrasi tersebut maka dapat ditentukan konsentrasi silikon dalam larutan yang diukur setelah diketahui absorbansi masing-masing larutan. Selanjutnya untuk menghitung % Si dalam cuplikan hasil analisis dengan metoda spektrofotometri UV-VIS dapat digunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar Si \%} = \frac{C \cdot fp \cdot 10^{-6} \cdot V}{\text{berat penimbangan } U_3Si_2 \text{ (gram)}} \times 100 \% \quad (3)$$

dengan :

fp = faktor pengenceran

C = konsentrasi Si hasil pengukuran pada larutan cuplikan (µgr/ml)

V = volume larutan cuplikan mula-mula (ml).

Dengan menggunakan rumus tersebut, maka dapat dibuat tabel perhitungan sebagai berikut (tabel 5) :

Tabel 5 : Hasil analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda spektrofotometri UV-VIS.

No.	cuplikan (ml)	KONS. Si (µgr/ml)	kadar Si (%)
1	0,40	0,16	9,89
2	0,50	0,21	10,44
3	0,65	0,28	10,68
4	0,80	0,31	9,62
5	1,00	0,40	9,93
		Rata-rata	10,11 ± 0,434

Dari tabel 5 dapat dilihat bahwa kadar Si rata-rata dalam bahan bakar uranium silisida hasil pengukuran dengan metoda spektrofotometri UV-VIS adalah :  
(10,11 ± 0,434)%.

**C. Analisis dengan metoda gravimetri.**

**1. Pengujian prosedur.**

Karena untuk analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan menggunakan metoda analisis gravimetri ini terdapat dua macam cara, maka harus dipilih salah satu metoda yang paling baik/efisien untuk dikerjakan. Dari hasil analisis yang dilakukan maka hasilnya dapat dilihat pada tabel 6.

Dari tabel 6 tersebut diatas maka dapat disimpulkan bahwa untuk pengeringan endapan cukup dilakukan selama waktu minimal 60 menit. Namun agar nantinya benar-benar didapat endapan yang konstan/endapan yang benar-benar kering maka untuk analisis cuplikan pengeringan dilakukan selama 2 jam.

Tabel 6 : Hasil pengamatan pemilihan metoda gravimetri untuk analisis silikon dalam uranium silisida.

NO.	waktu pengeringan (menit)	Berat endapan (gram)	
		Pengendapan dengan HClO <sub>4</sub> (SiO <sub>2</sub> )	Pengendapan dengan HNO <sub>3</sub> (SiO <sub>2</sub> )
1	0	2,7506	2,6889
2	15	0,5013	0,3985
3	30	0,1761	0,1002
4	45	0,0315	0,0236
5	60	0,0194	0,0202
6	75	0,0193	0,0202

Untuk menghitung berat silikon yang dapat diendapkan, maka dapat digunakan rumus :

$$\text{Berat Si} = \frac{\text{Berat atom silikon}}{\text{Berat molekul endapan}} \times \text{berat endapan} \quad (4)$$

Sehingga :

1. Berat Si yang dapat diendapkan dengan pereaksi HClO<sub>4</sub>.

$$= 0,0193 \left( \frac{28,09}{28,09 + 2(16)} \right) = 0,00902 \text{ gram.}$$

Kesempurnaan analisis = ( berat Si yang diperoleh / berat Si awal dalam larutan ) x 100%.

$$= 0,00902/0,02 \times 100 \% = 45,1 \%$$

2. Berat Si yang dapat diendapkan dengan pereaksi HNO<sub>3</sub>.

$$= 0,0202 \left( \frac{28,09}{28,09 + 2(16)} \right) = 0,00944 \text{ gram.}$$

Kesempurnaan analisis :

$$= 0,00944/0,02 \times 100 \% = 47,2 \%$$

Dari hasil pengujian prosedur analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan menggunakan ke dua pereaksi di atas memberikan hasil yang kurang baik (kesalahannya sangat besar). Oleh karena itu untuk analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan menggunakan metoda gravimetri masih memerlukan penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan prosedur kerja yang mantap. Untuk analisis silikon dalam cuplikan bahan bakar uranium silisida pada penelitian ini digunakan pereaksi HNO<sub>3</sub>, sebab dari hasil perhitungan dengan menggunakan pereaksi HNO<sub>3</sub> memberikan hasil yang lebih baik dibanding menggunakan pereaksi HClO<sub>4</sub>.

**2. Analisis cuplikan uranium silisida dengan pereaksi HNO<sub>3</sub>.**

Untuk menghitung berat Si yang terendapkan digunakan persamaan 4, sedangkan untuk menghitung kadar silikon dalam cuplikan sebagai hasil analisis gravimetri digunakan rumus :

$$\text{Kadar Si (\%)} = \frac{\text{Berat Si}}{\text{Berat cuplikan}} \times 100 \% \quad (5)$$

Hasil analisis silikon dalam uranium silisida dapat dilihat pada tabel 7

Tabel 7 : Hasil analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda gravimetri.

No.	berat cuplikan (gram)	berat endapan (gram)	Si terendapkan (gram)	kadar Si dalam cuplikan (%)
1	0,3491	0,0229	0,0107	3,07
2	0,4500	0,0337	0,0157	3,50
3	0,8212	0,0686	0,0321	3,91
4	1,0887	0,1033	0,0483	4,44

Dari tabel 7 tersebut nampak bahwa hasil analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda gravimetri hasilnya sangat kecil, kemungkinan karen adanya endapan yang terbuang selama proses analisis, sedangkan jumlah uranium silisida yang digunakan sebagai cuplikan hanya sedikit sehingga kehilangan endapan walaupun kecil namun sangat berarti. Ini terbukti dari hasil perhitungan % Si dalam cuplikan yaitu semakin banyak cuplikan yang dipakai maka % Si yang didapat semakin besar. Sehingga untuk analisis gravimetri ini seharusnya dipakai cuplikan yang cukup banyak (≥ 5 gram).

Kadar silikon rata-rata dalam bahan bakar uranium silisida sebagai hasil analisis dengan gravimetri adalah sebesar :  $(3,73 \pm 0,58) \%$ .

D. Perbandingan analisis Si dalam uranium silisida dengan metoda AAFS, Spektrofotometri UV-VIS dan Gravimetri.

Untuk mengetahui hasil perbandingan analisis kadar silikon dalam uranium silisida dengan menggunakan metoda AAFS, Spektrofotometri UV-VIS dan gravimetri dapat digunakan persamaan 6, 7 dan 8.

Ketelitian analisis dapat dihitung dari harga standard deviasi (SD) menggunakan persamaan 6.

$$SD = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1} \quad (6)$$

Dari hasil perhitungan dengan menggunakan persamaan 6 diperoleh kadar Si didalam cuplikan sebagai berikut :

1. Metoda AAFS =  $7,03 \pm 0,24 \%$
2. Metoda Spektrofotometri UV-VIS =  $10,11 \pm 0,43 \%$
3. Metoda Gravimetri =  $3,73 \pm 0,58 \%$

Ketelitian relatif yang pada umumnya dinyatakan sebagai harga "Standard Deviasi Relatif" (%RSD) dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 7.

$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \% \quad (7)$$

Hasil perhitungan % RSD adalah :

1. Metoda AAFS =  $3,49 \%$
2. Metoda UV-VIS =  $4,32 \%$
3. Metoda Gravimetri =  $15,65 \%$

Ketepatan analisis (*accuracy*) dari ketiga metoda tersebut dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 8.

$$\text{Ketepatan (accuracy)} = \frac{B}{A} \times 100 \% \quad (8)$$

A = Kadar bahan sesungguhnya dalam cuplikan (7,295%)

B = Kadar bahan hasil analisis

Ketepatan analisis (*accuracy*) dari ketiga metoda di atas dengan menggunakan persamaan 8 adalah sebagai berikut :

1. Metoda AAFS =  $96,37 \%$
2. Metoda UV-VIS =  $138,60 \%$
3. Metoda Gravimetri =  $51,13 \%$

Hasil studi banding analisis Si di dalam uranium silisida secara rinci dapat dilihat pada tabel 8

#### IV. SIMPULAN

Dari pengkajian yang telah dilakukan untuk memilih/menentukan metoda analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida yang paling memadai dan layak dilakukan, maka dapat dibuat suatu kesimpulan sebagai berikut :

1. Hasil analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda spektrofotometri nyala serapan atom, spektrofotometri UV-VIS dan gravimetri masing masing memberikan ketelitian 3,49 %, 4,32 % dan 15,65 % dan ketepatan 96,37%, 138,60 % dan 51,13 % pada daerah konsentrasi sampai 300 ppm, 0,1-1,5 ppm dan minimal 1 gram.
2. Uranium merupakan bahan pengganggu untuk semua metoda analisis yang dikaji. Untuk metoda spektrofotometri nyala serapan atom, gangguan uranium diatasi dengan cara ekstraksi dan standard addisi.
3. Prosedur kerja analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda spektrofotometri nyala serapan atom telah mantap dan dapat dipakai dalam analisis sehari-hari. Dua metoda yang lain (spektrofotometri UV-VIS dan gravimetri) masih perlu dilakukan penelitian lebih lanjut.

#### DAFTAR PUSTAKA.

1. SUWARNO, dkk, Percobaan pembuatan serbuk Uranium Silisida, Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir, Jilid I, PPNY-BATAN Yogyakarta, 6-8 Maret 1989.
2. ERLAN DEWITA, HENDRI. FW, Pengkajian Teknologi Bahan Bakar Reaktor Riset UxSiy; UC;UAlx; U3O8, Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir, Jilid I, PPNY-BATAN, 1989.
3. SOEDYARTOMO. S (dkk), Instrumentasi Kimia I, Pusat pendidikan dan latihan Badan Tenaga Atom Nasional, Yogyakarta, 1983.

4. SOFJAN JATIM. Drs, AA-AE Spectroscope, Badan Tenaga Atom Nasional, Jakarta, 1981.
5. PURWADI. KP. Drs, Diklat Analisis Kimia Instrumental, Pusat Pendidikan dan Latihan Badan Tenaga Atom Nasional, Jakarta, 1991.
6. ISWANI. S, Spektrofotometri Ultra Violet Visible, PATN-Pusdiklat Batan, Yogyakarta.
7. HARJADI, Ilmu Kimia Analitik Dasar, PT Gramedia, Jakarta, 1985.
8. VOGEL'S, Text Book of Quantitative Inorganic Analysis, Fourth edition, The English Language Book Society, 1978.
9. PURWADI. KP Drs, Penentuan Komposisi Kristal Dalam Bahan Bakar UxSiy secara Analisis Kimia dan Difraktometri Sinar-X, Proceedings Seminar Teknologi Daur Bahan Bakar dan Keselamatan Nuklir, Bandung, 2-3 Desember 1987.
10. ARTHUR I. VOGEL, A text book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis, Longmans Green and Co, London - New York, Toronto, 1953.
11. LOUIS MEITES, Hand book of Analytical Chemistry, Mc Graw Hill Book Company, New York.
12. FRANZ, Determination of Composition of ThO<sub>2</sub> and (Th,U)O<sub>2</sub> Fuel Kernels With Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> Additives, Springer-Verlag, 1978.
13. IRVAN RISWANTO, Penetapan Kadar Silikon dalam Serbuk U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> secara spektro-fotometrik, Akademi Kimia Analisis Bogor, Bogor, 1990.
14. PERKIN ELMER, Standard Condition for Atomic Absorption, September 1976.
15. ANONIM, Analytical Methods for Flame Spectroscopy, Varian Techtron Ptg. Ltd Springvale, Australia, Pub. No. 85-100009-00, July 1979.
16. FRITZ FEIGL, Spot Tests, Vol I, Inorganic Applications, Fourth Edition, Elsevier Publishing Co, Amsterdam, Houston, London, New York, 1954.

## TANYA JAWAB

### 1. Deddy Lutfi Amin

- Mengapa penyaji menarik kesimpulan bahwa metode AAS lebih baik untuk analisis silikon padahal batasan konsentrasi yang dipakai berbeda dengan UV-VIS dan gravimetri.
- Bagaimana ketelitian dengan metode AAS apabila batasan konsentrasi analisisnya 0,1-1,5 ppm.

### Purwadi K.P.

- Kesimpulan hasil penelitian ditarik berdasarkan :
  - a). Hasil analisis yang diperoleh
  - b). Simpangan baku serta ketelitian analisis
  - c). Metoda yang digunakan lebih sederhana dan membutuhkan waktu relatif singkat
- Untuk batasan konsentrasi 0,1-1,5 ppm hanya dapat digunakan dengan metode spektrofotometri UV-VIS, sedangkan AAS tidak mungkin dapat menentukan kadar silikon sebesar 0,1-1,5 ppm, akan tetapi batasan yang paling baik adalah 300 ppm.

### 2. Aslina Br. Ginting

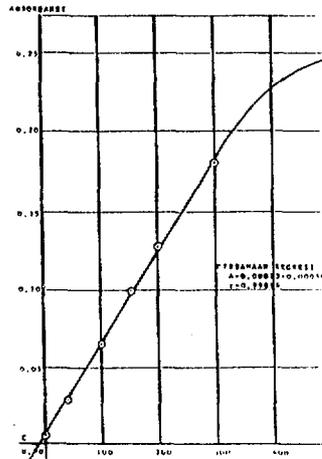
- Mohon dijelaskan, apakah mungkin suatu analisa mempunyai ketelitian lebih dari 100%, mengingat dari ketiga metoda tersebut hasil ketelitiannya lebih dari 100%  
AAS = 96,50 + 3,67%  
UV-VIS = 95,65 + 38,61%  
Gravimetri = 84,35 + 48,91%

### Purwadi K.P.

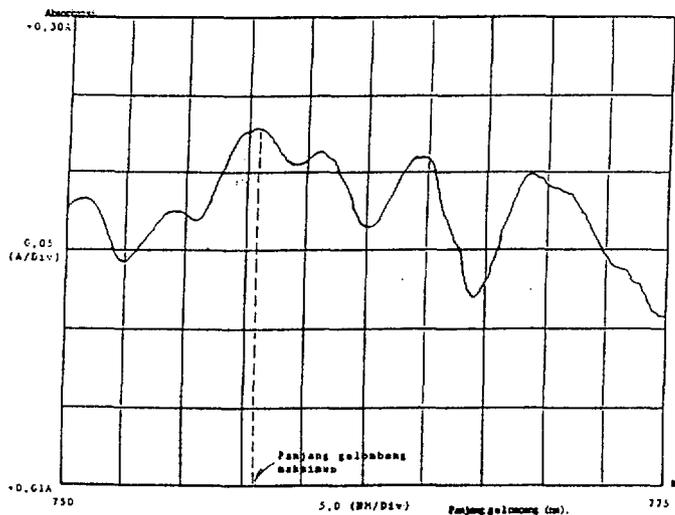
- Nilai 96,50 + 3,67 %, 95,65 + 38,61 % dan 84,35 + 48,91% adalah masing-masing metode dengan simpangan baku/ terdapat adanya analisis bukan ketelitian analisis.

Tabel 8 : Perbandingan hasil analisis silikon dalam bahan bakar uranium silisida dengan metoda AAFS, spektrofotometri UV-VIS, dan gravimetri.

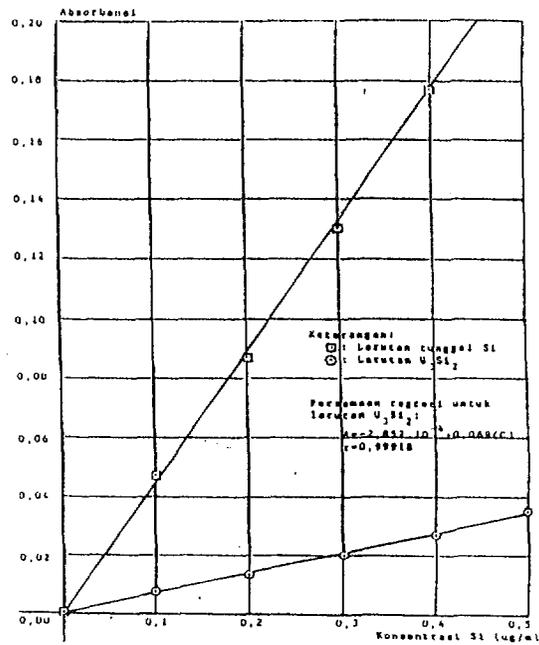
No	Parameter	METODA ANALISIS		
		AAFS	UV-VIS	GRAVIMETRI
1.	Ketelitian analisis	3,49 %	4,32 %	15,65 %
2.	Ketepatan analisis	96,37 %	138,60 %	51,13 %
3.	Tingkat kesulitan	relativ sukar	sukar	mudah
4.	Tingkat gangguan	kecil	besar	besar
5.	Daerah konsentrasi	300 mgr/l (maks)	0,1 - 1,5 (mgr/l)	1 gram (minimal)
6.	Kecepatan analisis (waktu yang diperlukan)	4 hari	6 hari	3 hari
7.	Selektivitas	selektif	kurang	kurang



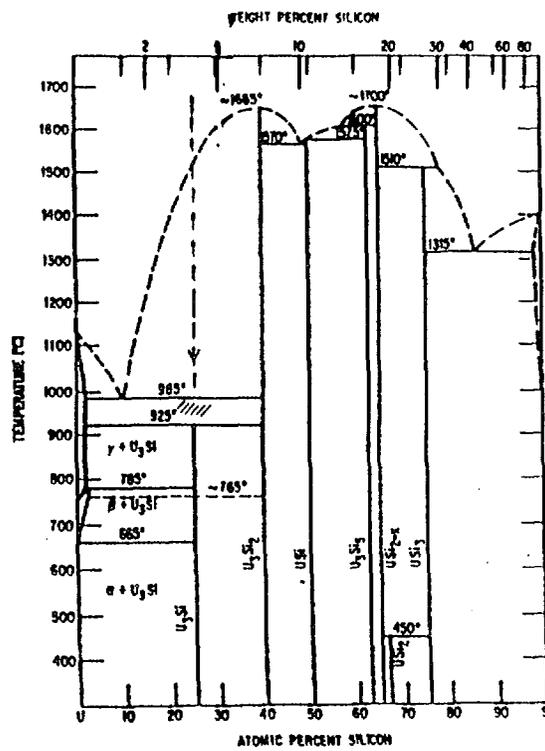
Gambar 1. Kurva absorbansi versus Cadd untuk analisis kadar silikon dalam  $U_xSi_y$  dengan metoda AAFS



Gambar 2. Kurva spektrum serapan larutan kompleks silikon untuk penentuan panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometri UV-VIS



Gambar 3. Kurva kalibrasi analisis silikon dalam U<sub>x</sub>Si<sub>y</sub> dengan menggunakan metoda spektrofotometri UV-VIS



Gambar 4. Diagram fasa bahan bakar uranium silisida (U<sub>x</sub>Si<sub>y</sub>)