



ID0200106

PENENTUAN KADAR FLORIDA DAN KLORIDA DALAM SERBUK UO_2 SECARA POTENSIOMETRIK ELEKTRODA ION SELEKTIF DENGAN MENGGUNAKAN TEKNIK PIROHIDROLISIS

Purwadi Kasino Putro

Pusat Pengembangan Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang - BATAN

ABSTRAK

PENENTUAN KADAR FLORIDA DAN KLORIDA DALAM SERBUK UO_2 SECARA POTENSIOMETRIK ELEKTRODA ION SELEKTIF DENGAN MENGGUNAKAN TEKNIK PIROHIDROLISIS. Kadar ion klorida dan florida di dalam serbuk UO_2 (uranium oksida) perlu di perhitungkan keberadaannya, karena hal ini akan berpengaruh terhadap unjuk kerja dari elemen bakar rektor daya yang akan digunakan di dalam teras reaktor. Penentuan kandungan florida dan klorida di dalam serbuk uranium oksida telah dilakukan dengan menggunakan metoda potensiometrik elektroda ion selektif dengan teknik pirohidrolisis. Kadar ion florida dan klorida yang akan ditentukan sebelumnya dipisahkan dahulu dari serbuk uranium oksida dengan cara pirohidrolisis, kemudian hasil tersebut dianalisis dengan potensiometrik menggunakan elektroda ion selektif. Dari percobaan tersebut diperoleh hasil sebagai berikut : efisiensi alat pirohidrolisis yang digunakan untuk melakukan pemisahan ion florida dan klorida dari serbuk uranium oksida adalah $93,78 \pm 5,51$ % untuk ion florida dan klorida adalah $95,71 \pm 3,08$ %. Batas deteksi pengukuran yang diperoleh dari metode tersebut adalah 0,019 ppm untuk florida, dan 1,775 ppm untuk klorida. Sedangkan matriks uranium yang berpengaruh pada pengukuran ini kadarnya adalah 250 ppm.

ABSTRACT

DETERMINATION OF FLORIDE AND CHLORIDE CONTENT IN UO_2 POWDER BY SELECTIVE ION ELECTRODE POTENTIOMETRY METHOD USING PYROHYDROLITIC TECHNIQUES. The flouride and chloride ions in uranium oxide powder should be determinated since they influence the performance of fuel element during irradiation in the reaktor. Determination of flouride and chloride ion content had been done by selective ion electrode Potentiometry method from uranium oxide after seperation from U using method pyrohydrolytic. The experiment showed that the maximum efficiencies of the pyrohydrolytic separation of flouride and chloride ions is $93,78 \pm 5,51$ % and $95,71 \pm 3,08$ %, with minimum detection of 0,019 ppm and 1,775 ppm respectively. Uranium matrix as much as 250 ppm showed significant influence on the measurement.

PENDAHULUAN

Unjuk kerja bahan bakar nuklir merupakan faktor yang sangat penting dalam reaktor nuklir, baik dalam reaktor riset maupun reaktor daya. Dua persyaratan utama yang harus dimiliki oleh bahan bakar tersebut adalah : pertama, bahan bakar tidak boleh mencapai titik lelehnya dan kedua, tidak ada hasil fisi yang dilepaskan ke pendingin (*coolant*). Ada banyak faktor yang mempengaruhi unjuk kerja bahan bakar nuklir, terutama bahan yang digunakan sebagai bahan bakar nuklir serta rancangan bahan bakar nuklir tersebut. Untuk reaktor daya Bahan bakar yang digunakan terdiri dari bahan nuklir itu sendiri (umumnya UO_2 atau uranium dioksida) yang dibuat dalam bentuk pelet dan bahan kelongsong (*cladding*) yang mengelilinginya, keduanya dirancang khusus sesuai dengan kondisi di dalam reaktor. Pada Reaktor daya, bahan nuklir, bahan kelongsong dan bahan dukung lain yang akan digunakan sebagai elemen bakar mendapatkan perlakuan uji yang sangat

ketat, hal ini dilakukan untuk menjaga keselamatan dan keamanan dari bahan bakar tersebut selama proses di dalam reaktor berlangsung.

Kegagalan kelongsong dapat terjadi setelah pembakaran pada suhu tinggi sebagai akibat tekanan lokal pada kelongsong ditambah adanya reaksi kimia antara pelet dan kelongsong. Tekanan pada kondisi ini dapat menyebabkan kelongsong bahan bakar retak (*crack*). Stress corrosion cracking adalah istilah yang digunakan untuk menggambarkan fenomena "serangan" terhadap logam di bawah tekanan dalam atmosfer oleh bahan-bahan korosif.^[1]

Pencegahan peristiwa tersebut dapat dilakukan dengan mengadakan pengujian terhadap kualitas bahan bakar nuklir, diantaranya penetapan kadar florida dan klorida dalam bahan bakar tersebut. Kelebihan ion florida dan klorida dalam bahan bakar reaktor akan menyebabkan peristiwa korosi dan ini sangat berbahaya terhadap unjuk kerja bahan bakar reaktor di

teras reaktor nuklir. Kadar ion klorida dan ion florida di dalam uranium dioksida tidak boleh melebihi dari 10 ppm^[1,5], baik dalam bentuk serbuk maupun dalam bentuk pelet.

Percobaan ini bertujuan untuk menetapkan kadar klorida dan florida di dalam bahan bakar uranium dioksida secara potensiometri elektroda ion spesifik. Ion florida dan klorida diperoleh dengan cara memisahkannya dari bahan bakar uranium dioksida menggunakan metoda pirohidrolisis.

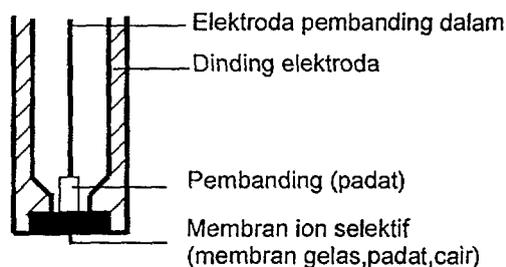
TEORI

Elektroda

Elektroda selektif ion merupakan suatu elektroda membran yang mana dalam elektroda larutan ini larutan sampel tidak memberikan suatu transfer elektron seperti pada elektroda logam, tetapi arus dibawa oleh gerakan ion yang mengalir melalui membran dari larutan pembanding.^[2] Selektivitas dari elektroda membran untuk suatu ion tertentu, ditentukan oleh mekanisme dari perpindahan ion melalui membran. Secara ideal hanya satu spesies ion dapat membawa arus melalui membran ini.

Elektroda ion selektif merupakan suatu metoda yang dapat digunakan untuk menentukan suatu ion didalam larutan. Metoda ini merupakan metoda analisa yang cepat dengan peralatan yang sederhana. Untuk mendeteksi suatu ion spesifik dari larutan campuran, elektroda ini mempunyai suatu sensor, dimana bahan dari sensor ini ada bermacam-macam, misalnya :

- Membran gelas, untuk penentuan ion-ion Na⁺, H⁺
- Membran cair, untuk penentuan K⁺, Ca²⁺, NO₃⁻
- Membran keadaan padat untuk penentuan F⁻, Cl⁻, Br⁻, CN⁻
- Gas sensor untuk penentuan NH₃, CO₂



Gambar 1. Konstruksi ion selektif

Konstruksi dari elektroda ion selektif dapat dilihat pada gambar 1.

Potensial pada antar muka membran ion selektif tergantung pada aktivitas dari ion analit didalam contoh, dan pengukurannya dilakukan dengan alat potensiometer

Pengukuran konsentrasi

Potensial dari semua elektroda selektif ion merupakan fungsi logaritma dari aktivitas ion bebas yang memberikan respons terhadap elektroda tersebut seperti dinyatakan dalam persamaan Nernst yaitu, $E = E^0 - k \log a$.

Dimana

E = Potensial elektroda ion selektif

E⁰ = Potensial standar

K = Tetapan selektifitas

A = Aktifitas ion

Untuk menentukan kandungan suatu ion, biasanya tidak digunakan istilah aktivitas ion, akan tetapi digunakan istilah konsentrasi. Pengukuran konsentrasi tidak dapat diperoleh secara langsung dari pengukuran potensial seperti diatas. Oleh karena itu untuk mengetahui konsentrasi perlu diketahui hubungan antara konsentrasi dengan aktivitas. Hubungan antara konsentrasi dengan aktivitas dapat dinyatakan dengan persamaan: $a_i = \gamma_i C_i$, dimana : a_i adalah aktivitas ion, γ_i adalah koefisien aktivitas dan C_i adalah konsentrasi ion. Koefisien aktivitas (γ_i) dapat dihitung dengan menggunakan teori Debye Huckel yaitu:

$$-\log \gamma_i = \frac{Az^2 j^{1/2}}{1 + Bkj^{1/2}} \quad (1)$$

dimana: γ_i adalah koefisien aktivitas

A dan **B** adalah tetapan yang tergantung kepada pelarut dan temperatur.

z adalah muatan ion.

j adalah kekuatan ion

k adalah suatu parameter yang tergantung pada ukuran efektif dari Kekuatan ion **j** untuk semua ion yang ada dalam larutan dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$J = 0,5 \sum z_i^2 C_i \quad (2)$$

Sehingga dari persaman (1) dan persamaan (2) dapat dihitung harga koefisien aktifitas. Akan tetapi karena koefisien aktifitas dipengaruhi oleh kekuatan ion, maka

besarnya koefisien aktifitas hanya mungkin dihitung apabila kekuatan ion diketahui, yang berarti bahwa komposisi larutan harus diketahui. Pada umumnya kita tidak mengetahui komposisi dari larutan sampel yang akan dianalisis, sehingga sulit untuk membuat larutan standar yang mempunyai komposisi ionik yang sama dengan larutan contoh. Untuk mengatasi hal ini dibuat suatu metoda yang disebut sebagai metoda kekuatan ion tetap. Metoda ini dilakukan dengan cara mencampurkan suatu larutan yang mempunyai kekuatan ion cukup tinggi ke dalam larutan standar dan ke dalam larutan contoh. Dengan demikian perbedaan kedua ion dari kedua larutan yang mempunyai konsentrasi yang berbeda dapat diabaikan sehingga kekuatan ion menjadi konstan. Pada keadaan ini koefisien aktivitas tetap tidak diketahui, akan tetapi sekarang di dalam semua larutan harga γ mendekati sama yang berarti γ konstan, sehingga diperoleh :

$$\begin{aligned} E &= E^0 - k \log a \\ &= E^0 - k \log \gamma C \\ &= E^0 - k \log \gamma - k \log C \end{aligned}$$

karena $k \log \gamma$ adalah konstan maka,

$$E = E^0 - k \log \gamma = E^0$$

sehingga,

$$E = E^0 - k \log C$$

Dalam keadaan ini diperoleh suatu hubungan langsung antara potensial yang diukur dengan konsentrasi ion. Larutan yang ditambahkan ke dalam sampel standar dengan kekuatan ion yang tinggi disebut larutan "***Ionic Strength Adjuster***" atau ***ISA***. Selain mempunyai kekuatan ion yang tinggi larutan tersebut biasanya mempunyai nilai pH yang tetap dan pada saat yang sama dapat menghilangkan ion-ion pengganggu dari larutan contoh. Larutan ini dikenal sebagai "***Total Ionic Strength Adjustment Buffer***" atau ***TISAB***.

Kesalahan Pengukuran

Walaupun elektroda ion selektif sanggup mengukur aktivitas yang sangat

kecil, akan tetapi metoda ini tidak cocok untuk pengukuran perubahan aktivitas yang kecil. Metoda ini memerlukan ketepatan pengukuran potensial yang sangat tinggi. Misalkan kita ingin mengukur aktivitas ion dengan perbedaan maksimum 1 %, yaitu :

$$a_1/a_2 = 100/100 \pm 1$$

maka untuk ion monovalen pada $t = 25^\circ\text{C}$, adalah

$$\begin{aligned} U_1 &= U_0 + S \log a_1 \\ U_2 &= U_0 + S \log a_2 \end{aligned}$$

Dimana, $S = \frac{2,303 RT}{n F}$ = faktor Nerst .

$$\Delta U = U_1 - U_2 = S \log a_1/a_2$$

$$= 59,61 \log 100/100 \pm 1 = \pm 0,25 \text{ mV}$$

ini berarti kesalahan $\Delta U \pm 0,25 \text{ mV}$ akan menyebabkan kesalahan pengukuran sebesar 1 %

Hubungan antara kesalahan analitik dengan kesalahan pengukuran potensial untuk ion monovalen pada $t = 25^\circ\text{C}$ dapat dilihat pada tabel 1 di bawah ini.^[3]

PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam praktek kerja nyata ini meliputi bahan uji dan bahan kimia murni untuk dianalisis. Bahan uji meliputi serbuk uranium dioksida sedangkan pereaksi-pereaksi yang digunakan adalah: Standar induk klorida 1000 mg/L, standar induk florida 1000 mg/L, larutan *Total Ionic Strength Adjustment Buffer* (TISAB), larutan *Chloride Ionic Strength Adjustor* (CISA), larutan kalium dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), larutan hidrogen peroksida (H_2O_2), larutan asam sulfat (H_2SO_4), larutan natrium hidroksida (NaOH), larutan perak nitrat (AgNO_3) dan larutan asam nitrat (HNO_3). Air aquedestilat dan larutan standar ion Florida dan klorida.

Tabel 1. Hubungan antara kesalahan analitik dan kesalahan pengukuran potensial pada temperatur 25°C untuk ion monovalen

Kesalahan Pengukuran $\pm \Delta U/\text{mV}$	0,1	0,25	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Kesalahan Analitik $\pm \%$	0,4	1	2	4	+9 -8	+13 -11	+17 -15	+22 -18

Alat

Alat yang digunakan adalah: elektroda ion selektif klorida dan florida, autotitropocessor (potensiometri) Metrohm 672, seperangkat alat pirohidrolisis, dan alat-alat gelas. Pemanas listrik serta peralatan volumetrik standar dan botol polietilen

Metode Percobaan

Percobaan pertama adalah melakukan pemisahan ion klorida dan florida dari serbuk uranium oksida menggunakan teknik pirohidrolisis. Distilat yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan potensiometer dengan elektroda ion selektif florida dan klorida. Untuk mengetahui adanya pengaruh uranium sebagai matriks terbesar yang berada di dalam sampel tersebut, maka dilakukan pengujian besarnya kadar uranium yang berpengaruh pada hasil analisis.

Cara Kerja

A. Pemisahan Klorida dan Florida dari Serbuk Uranium Dioksida secara Pirohidrolisis

Ditimbangkan 2,50 gram serbuk uranium dioksida, kemudian dipindahkan ke dalam suatu gelas piala 250 ml. Serbuk dilarutkan dengan penambahan asam sulfat 2:1 sebanyak 10 mL, selanjutnya ditambahkan tetes demi tetes larutan hidrogen peroksida 30% (untuk kandungan florida) dan kalium dikromat 0,1N (untuk kandungan klorida) sampai serbuk uranium oksida larut sempurna.

Larutan di atas kemudian dipindahkan ke dalam tabung contoh yang berada di dalam alat pirohidrolisis, lalu distilat ditampung didalam gelas ukur 100 ml, yang telah di isi dengan 10 mL larutan natrium hidroksida 1 N hingga memperoleh distilat sebanyak 50 mL.

B. Penetapan Klorida dan Florida dengan Alat Potensiometer Ion Selektif

Pembuatan larutan standar

1. Larutan Total Ionic Strength Adjustment Buffer (TISAB)^[4]
Ditimbang 58 g serbuk natrium klorida dan 0,3 g serbuk natrium nitrat, dimasukkan ke gelas piala 600 mL, kemudian ditambahkan 57 mL larutan

asam asetat glasial, dilarutkan dengan 500 mL air suling. Diatur pH larutan antara 5,0 sampai dengan 5,5 dengan menambahkan larutan-larutan natrium klorida 5N. Ditambahkan air suling sampai volumenya 1 L.

2. Larutan Chloride Ionic Strength Adjustor (CISA)^[4]

Ditimbangkan 100 g serbuk kalium nitrat, dimasukkan ke gelas piala 600 mL kemudian ditambahkan 50 mL larutan asam asetat glasial, dilarutkan dengan 500 mL air suling, pH larutan diatur antara 5,0 sampai dengan 5,5 dengan menambahkan larutan natrium hidroksida 5 N, kemudian diencerkan dengan air suling sampai volumenya 1 L.

3. Larutan Asam Nitrat 15 N

Diencerkan 475 mL larutan asam nitrat 70% dengan air suling sampai volumenya 500 mL.

C. Pengukuran Deret Standar Klorida

Dipipet 0,00 mL; 50,00 μ L; 500,00 μ L; 5,00 mL dan 10,00 mL standar induk 1000 mg/L klorida kemudian dimasukkan ke labu takar 50 mL, ditambahkan 25 mL larutan CISA, kemudian di ukur besarnya potensial dari masing-masing larutan dengan potensiometer.

D. Pengukuran Deret Standar Florida

Dipipet 0,00 mL; 50,00 μ L; 500,00 μ L dan 5,00 mL standar induk 1000 mg/L florida kemudian dimasukkan ke labu takar 50 mL, ditambahkan 25 mL larutan TISAB, kemudian di ukur besarnya potensial dari masing-masing larutan dengan potensiometer.

E. Pengukuran Klorida dan Florida dalam Distilat

Dipipet sejumlah distilat kemudian dimasukkan ke labu takar 50 mL, ditambahkan larutan standar CISA untuk klorida dan larutan TISAB untuk florida, pH diatur agar sama dengan standar, kemudian diukur besarnya potensial dari masing-masing larutan dengan potensiometer.

F. Pengukuran pengaruh matriks uranium terhadap hasil analisis Klorida dan Florida

Dipipet 50 ppm; 100 ppm; 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm dan 300 ppm uranium, kemudian ditambahkan 10 ppm standar

larutan florida lalu dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL. Dengan cara yang diambil larutan uranium kemudian ditambahkan 10 ppm standar larutan klorida dan dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL. Setelah itu ditambahkan larutan standar CISA untuk klorida dan larutan TISAB untuk florida, pH diatur agar sama dengan standar, kemudian ditentukan besarnya potensial pengukuran dengan alat potensiometer.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Efisiensi Alat Pirohidrolisis

Penentuan efisiensi alat pirohidrolisis dilakukan dengan cara membandingkan kandungan klorida dan florida standar yang ditambahkan. Hasil analisis kandungan klorida dan florida dalam distilat diberikan pada tabel 2.

Pengolahan data secara statistik memperlihatkan bahwa rata-rata kandungan florida dan klorida standar di dalam distilat memperlihatkan hasil yang sangat signifikan hal ini terlihat dari hasil efisiensi alat yaitu sebagai berikut:

1. Efisiensi kadar klorida adalah $93,78 \pm 5,51 \%$
2. Efisiensi kadar florida adalah $95,71 \pm 3,08 \%$

Hal ini menunjukkan bahwa alat pirohidrolisis tersebut memiliki kinerja yang cukup baik dengan nilai efisiensi sekitar 93 sampai 95 %.

Penetapan Kadar Klorida dengan Metode Potensiometri

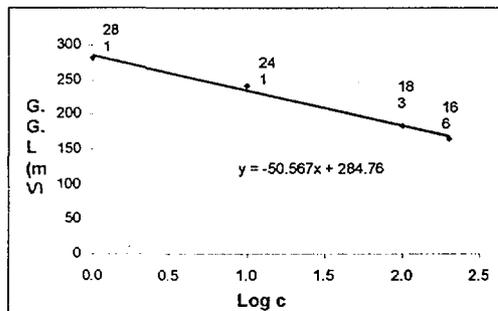
Hasil penetapan kadar klorida dengan metode Potensiometri dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 2. Hasil Analisis Kandungan Klorida dan Florida dalam Distilat

No	Kandungan Klorida (µg)		Kandungan florida (µg)	
	Standar	Standar	Distilat	Standar
1	1000	989,131	1000	980,131
2	1000	989,131	1000	989,132
3	1000	945,101	1000	940,102
4	1000	903,030	1000	913,402
5	1000	862,833	1000	962,863
Rataan	1000	937,845	1000	957,126
Deviasi Standar		55,118		30,773

Tabel 3. Data Analisis dan Kurva Standar Klorida dengan Metode Potensiometri Hasil Pengukuran Gaya Gerak Listrik F dengan Potensiometer Elektroda Ion Selektif

Konsentrasi (c) (mg/L)	g.g.l (mV)	Log C	Ulangan	g.g.l Terox (mV)	
				Tanpa Adisi Standar	Dengan Adisi Standar
0	291	~			
1	281	0,000	1	282	235
10	241	1,000	2	289	235
100	183	2,000	3	290	237
200	166	2,301	4	288	236
			5	287	237
			Rataan	287	236



Gambar 2. Kurva standar Klorida dengan metoda Potensiometri

Perhitungan: (Metode Adisi Standar)

$$\Delta C = \frac{V_a C_a}{V_o}$$

$$C_x = \Delta C \times A$$

$$A = \frac{1}{10^{\Delta U/59} - 1}$$

$$\text{Kadar Klorida dalam Terox} = \frac{C_x \times fp}{\text{Bobot terox}}$$

Dimana:

ΔU = perubahan potensial

= ggl sebelum penambahan standar -
ggl setelah penambahan standar
S = Slope
fp = Faktor pengenceran

Tabel 4. Hasil Penetapan Kadar Klorida dengan metode Potensiometri

No	Kandungan Klorida ($\mu\text{g/g}$)
	Potensiometri
1	2,664
2	1,869
3	1,964
4	2,065
5	2,285
Rataan	2,169
Deviasi Standar	0,317

Kadar klorida di dalam serbuk uranium dioksida dengan metode potensiometri menggunakan elektroda ion klorida adalah $2,169 \pm 0,317 \mu\text{g/g}$. Ini berarti kandungan klorida dalam serbuk uranium oksida berada dibawah kadar maksimal yang di izinkan di dalam elemen bakar nuklir, yaitu $15 \mu\text{g/g}$.

Penetapan Kadar Florida dengan Metode Potensiometri

Hasil penetapan kadar florida di dalam serbuk uranium dioksida sebagaimana diperlihatkan pada Tabel 6, memberikan

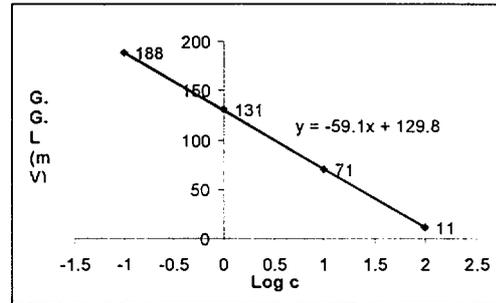
Tabel 5. Data Analisis dan Kurva Standard Florida dengan Metode Potensiometri Hasil Pengukuran Gaya Gerak Listrik F^- dengan Potensiometer Elektroda Ion Selektif

Konsentrasi (c) (mg/L)	g.g.l (mV)	Log C	Ulangan	g.g.l Terox (mV)	
				Tanpa Adisi Standar	Dengan Adisi Standar
0.1	188	-1	1	187	132
1	131	0	2	189	131
10	71	1	3	192	132
100	11	2	4	194	130
			5	182	130
			Rataan	189	131

Tabel 6. Hasil Penetapan Kadar Florida dengan Metode Potensiometri

No	Kadar Florida ($\mu\text{g/g}$)
1	0,334
2	0,292
3	0,268
4	0,226
5	0,381
Rataan	0,300
Deviasi Standar	0,060

rata-rata kandungan florida adalah $0,3 \pm 0,6 \mu\text{g/g}$, kadar tersebut masih dibawah kandungan maksimal kadar florida dalam elemen bakar nuklir adalah $10 \mu\text{g/g}$



Gambar 3. Kurva standar Flourida dengan metoda Potensiometri
Perhitungan: (Metode Adisi Standar)

$$\Delta C = \frac{V_a C_a}{V_o}$$

$$C_x = \Delta C \times A$$

$$A = \frac{1}{10^{\frac{\Delta U}{S} - 1}}$$

$$\text{Kadar Florida dalam Terox} = \frac{C_x \times fp}{\text{Bobot terox}}$$

Dimana:

ΔU = perubahan potensial
= ggl sebelum penambahan standar -
ggl setelah penambahan standar
S = Slope
fp = Faktor pengenceran

Untuk mencari batas limit deteksi yang diperbolehkan pada penetapan kadar ion florida dan klorida dengan metoda potensiometri elektroda ion selektif, maka dicari harga persamaan dari kurva standard yang dibuat kemudian dilakukan pembuatan kurva tersebut sebanyak 5 kali perlakuan. Dari persamaan tersebut diperoleh harga nilai a sebanyak 5 buah dan nilai b sebanyak 5 buah. Kemudian harga dari nilai a dan b dirata-rata, maka akan diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$Y = \bar{bx} + \bar{a}$$

Dari persamaan tersebut diperoleh harga standar deviasi dari nilai δ_a , kemudian harga dari nilai δ_a dikalikan dengan $3 = 3\delta$, setelah itu untuk menentukan batas deteksi maka digunakan rumus sebagai berikut :

$$a + 3\delta = bx + a$$

sehingga diperoleh nilai batas deteksi untuk ion klorida sebagai berikut :

1. Batas deteksi ion klorida adalah 1,775 mg/L
2. Batas deteksi ion florida adalah 0,019 mg/L

Untuk mengetahui pengaruh matriks terhadap kadar uranium yang berada di dalam larutan cuplikan terhadap hasil analisis, dilakukan penentuan besar kadar uranium yang berpengaruh terhadap penetapan kandungan ion florida dan klorida dengan metoda tersebut

Tabel 7. Pengaruh uranium terhadap hasil analisis penetapan kadar ion florida dan klorida di dalam cuplikan dengan metoda potensiometri elektroda ion selektif

Kadar uranium ppm	Kandungan Klorida dan florida (μg)	
	Standar F ⁻ 10 ppm	Standar Cl ⁻ 10 ppm
50	71	183
100	71	183
150	71	183
200	71	183
250	142	247
300	185	285

Dari tabel diatas terlihat bahwa kadar uranium sebesar 250 ppm akan berpengaruh apabila terdapat dalam cuplikan. Sehingga dari data diatas dapat ditarik suatu kesimpulan bahwa penentuan kadar ion florida dan klorida didalam serbuk uranium dioksida harus dipisahkan terlebih dahulu.

KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil percobaan yang diperoleh maka dapat ditarik beberapa kesimpulan, yaitu sebagai berikut :

1. Kadar klorida dan florida yang terkandung dalam serbuk uranium dioksida berturut-turut $2,169 \pm 0,317$

$\mu\text{g/g}$ dan $0,300 \pm 0,06 \mu\text{g/g}$, sedangkan kandungan klorida dan florida yang dipersyaratkan dalam elemen bakar nuklir paling banyak adalah $15 \mu\text{g/g}$ dan $10 \mu\text{g/g}$.

2. Besarnya kadar uranium yang berpengaruh pada penetapan kadar ion florida dan klorida di dalam serbuk uranium oksida dengan metoda tersebut adalah 250 ppm.
3. Besarnya batas deteksi yang diperoleh untuk menentukan kadar ion florida dan klorida dengan metoda potensiometri elektroda ion selektif adalah sebagai berikut :
 - Batas deteksi ion klorida adalah 1,775 mg/L
 - Batas deteksi ion florida adalah 0,019 mg/L
4. Metode Potensiometri ion selektif dapat digunakan untuk menetapkan kadar F⁻ dan Cl⁻ didalam serbuk UO₂ melalui cara pirohidrolisis.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. COCHRAN, ROBERT G and NICHOLAS TSOULFANIDIS.. *The Nuclear Fuel: Analysis and Mangemnt.* American Nuclear Society. Illinois (1992)
- [2]. MIDGLEY. D AND TORRANCE. K, *Potentiometric water analysis*, Second edition, John Wiley & Sons Ltd, England, (1991)
- [3]. ION SELECTIVE ELECTRODES (IES), Metrohm Ltd, CH 9110 Herisau, Switzerland
- [4]. ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, *Nuclear Energy (1): Nuclear, Solar and Geothermal Energy.* Section 12 Volume 12.01. Amaerican Society for Testing anda Materials, Philadelphia, (1993)
- [5]. HOLDEN, ROBERT B., *Ceramic Fuel Elemnets.* Gordon and Breach Science Publishes. New York, (1966).
- [6]. PECSOK, ROBERT L. et al., *Modern Methods of Chemical Analysis.* Second Edition. John & Wiley Sons. New York, (1978).
- [7]. BASSET, J. et al.. *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik.* Edisi ke-4. Diterjemahkan oleh A. HADYANA PUDJAATMAKA dan L. SETIONO. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta, (1994)

- [8]. CHRISTIAN, GARY D. and JAMES E. O'REILLY.. *Instrument Analysis*. Second Edition. Allyn and Bacon, Inc. Massachussetts, (1986).
- [9]. SULCEK, ZDENEK and PAVEL PANDORA, *Methods of Decomposition in Inorganic Analysis*, CRC Press. Boca Raton, Florida, (1989).

TANYA JAWAB

Mudiar masdja

- Dari mana serbuk UO_2 yang digunakan saudara peroleh. Mengingat hasil percobaan saudara sangat memenuhi syarat bahan bakar nuklir
- Jika serbuk UO_2 merupakan standar material maka percobaan saudara merupakan penggunaan/aplikasi metoda pemisahan dan analisis.

Purwadi K.P.

- Serbuk UO_2 yang digunakan untuk analisis percobaan ini adalah serbuk UO_2 *standard reference material*.

- Saran dari Ibu akan kami pertimbangkan mengenai metoda dan analisis.

Amir Rusli

- Melihat hasil penelitian cukup baik, bagaimana dengan prospek ekonominya ke depan.
- Bagaimana batas/skop penggunaan pirohidrolisis.

Purwadi K.P.

- Prospek ekonomi depan dari metoda ini adalah agar metoda ini dapat digunakan sebagai metoda baku yang dapat dipakai untuk melakukan pengujian bahan bakar nuklir yang akan digunakan sebagai elemen bakar nuklir reaktor daya.
- Batas / skop penggunaan alat pirohidrolisis adalah untuk melakukan pemisahan suatu senyawa kimia menjadi ion-ionnya dengan temperatur diatas $450^{\circ}C$.