



## ANALISIS URANIUM DALAM LIMBAH CAIR SECARA SPEKTROFLUORIMETRI

Noviarty, Yusuf Nampira

Pusat Pengembangan Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang

### ABSTRAK

ANALISIS URANIUM DALAM LIMBAH CAIR SECARA FLUORIMETRI. Uranium dalam limbah cair harus ditentukan untuk kegiatan akunting/dokumentasi bahan nuklir. Kandungan uranium dalam limbah tersebut ditentukan dengan metode perbandingan deret standar pada cuplikan yang disiapkan melalui ekstraksi pelarut menggunakan ekstraktan TBP-kerosen. Disamping itu dilakukan pula penentuan uranium menggunakan metode standar addisi. Batas pengukuran uranium dengan metode fluorimetri antara 0,01 sampai 5 ppm. Hasil analisis uranium dalam limbah cair dengan kedua metode tersebut memberikan hasil yang mendekati sama yaitu berturut-turut 0,66 ppm dan 0,64 ppm untuk tangki 2752 serta 1,03 dan 0,93 untuk tangki 2753.

### ABSTRACT

URANIUM ANALYSIS IN LIQUID WASTE BY FLUORIMETRY METHOD. Uranium contained in liquid waste has to be determined for nuclear material accounting purpose. The uranium content in the waste was determined by comparing it with standard samples which were prepared through extraction with TBP-Kerosene. Uranium determination was also done by addition standard method. The detection limit of fluorimetric method is in the interval of 0.01 to 5 ppm. Results of the two methods are close in accuracy i.e. 0.66 ppm and 0.64 ppm for tank-2752 and, 1.03 and 0.93 for tank-2753, respectively.

### PENDAHULUAN :

Limbah cair uranium di laboratorium Instalasi Radiometallurgi ditampung dalam 2 buah tangki yaitu tangki 2752 dan tangki 2753 yang berkapasitas 10.000 l. Dalam limbah tersebut dianalisis kandungan uraniumnya guna melakukan pemantauan uranium dalam rangka melaksanakan *accounting* bahan nuklir dan pengelolaan limbah lebih lanjut. Uranium yang terkandung dalam limbah cair ini relatif sangat rendah oleh karena itu untuk menganalisisnya dibutuhkan suatu metoda analisis yang mempunyai batas pengukuran yang rendah dan ketepatan pengukuran yang tinggi.

Analisis secara fluorimetri sering digunakan untuk penentuan uranium berkadar rendah. Metoda ini didasarkan kepada pengukuran fluoresen (*fluoresence*) yang dihasilkan dari proses kembalinya elektron ikatan dalam senyawa uranium pada keadaan dasar. Pada pengukuran menggunakan metoda fluorimetri ini uranium dikomplekskan dengan suatu pengompleks yang dapat menaikkan intensitas dari uranium, dalam pekerjaan ini sebagai pengompleks digunakan fosfat<sup>(1),(2)</sup>.

Sampel yang akan dianalisis terlebih dahulu diekstraksi dengan TBP-Kerosin 30%, kemudian diekstraksi kembali menggunakan asam fosfat 5%, untuk menghindari pengaruh dari unsur-unsur lain yang terdapat dalam

limbah cair uranium yang mengganggu pengukuran intensitas dari uranium, dapat juga dilakukan dengan menambahkan beberapa larutan standar uranium ke dalam larutan sampel yang akan dianalisis (standar adisi). Penentuan konsentrasi uranium terkandung dalam sampel dapat dihitung menggunakan persamaan linier dibawah ini.  
(3),(4)

$$y = ax + b$$

dimana : y = intensitas larutan  
a = slope y/x  
b =intersep  
x = konsentrasi

### BAHAN :

Sebagai bahan standar menggunakan larutan uranium spex., TBP kerosin 30% sebagai ekstraktan dalam pengambilan uranium dalam limbah, asam fosfat merupakan bahan pengompleks uranium dan sebagai pelarut digunakan air bebas mineral

### PERALATAN

Dalam penyiapan cuplikan digunakan peralatan gelas labu ukur, pipet gondok, corong pemisah dan pemanas listrik, dan untuk pengukuran digunakan spektrofluorimeter merk: Perkin Elmer.

**CARA KERJA :**

- A. Penentuan panjang gelombang fluoresen dari uranium fosfat
- Larutan standar uranium 5 ppm dibuat dalam labu ukur 5ml, dengan menggunakan menambahkan asam fosfat 5% sebagai pelarut.
  - Intensitas fluoresensi larutan standar uranium tersebut diukur dengan menyapu panjang gelombang emisi dari 400 nm sampai dengan 600 nm pada panjang gelombang eksitasi 258 nm, sehingga didapat panjang gelombang maksimum.
- B. Penentuan batas pengukuran alat luminesen
- Larutan standar uranium dibuat dalam labu ukur 5 ml dengan konsentrasi masing-masing 0 ppb; 100 ppb; 300 ppb; 500 ppb; 1 ppm; 3 ppm; 5 ppm; 7ppm; 10 ppm dan sebagai pelarutnya masing-masing larutan ditambahi dengan asam fosfat 5 % hingga tanda batas.
  - Intensitas fluoresensi dari masing-masing larutan diukur pada panjang gelombang maksimum yaitu 494 nm.
- C. Penentuan intensitas larutan sampel dengan cara ekstraksi
1. Persiapan larutan sampel
- 25 ml larutan sampel dimasukan dalam corong pemisah, kemudian ditambahkan 5 ml TBP - kerosin 30% kocok selama  $\pm$  2 menit, didiamkan, kemudian dipisahkan antara fasa organik (larutan A) dan fasa air. Ke dalam larutan fasa air ditambahkan 5 ml larutan TBP-kerosin 30% kocok selama + 2 menit didiamkan, kemudian dipisahkan fasa organik (larutan B). Larutan A dan larutan B disatukan, ditambahkan 5 ml larutan asam fosfat 5% kocok  $\pm$  2 menit didiamkan, dipisahkan kembali larutan tersebut fase air ditampung dalam gelas piala. Ke dalam fase organik ditambahkan 5 ml asam fosfat 5 %, kocok selama  $\pm$  2 menit didiamkan, dipisahkan larutan tersebut fasa air disatukan ke dalam gelas piala. Larutan fasa air di dalam gelas piala dipanaskan hingga larutan organik yang terikut di dalam fasa air menguap, kemudian larutan fasa air tersebut dimasukan ke dalam labu ukur 10 ml dan ditepatkan dengan asam fosfat hingga tanda batas .

- Larutan siap untuk di ukur intensitasnya
2. Persiapan larutan standar
- Larutan standar uranium dibuat dalam labu ukur 5 ml, dengan konsentrasi masing-masing 1 ppm; 3 ppm; 5 ppm, sebagai pelarut digunakan dengan asam fosfat 5% tanda batas
  - Intensitas fluoresen dari masing-masing standar dan larutan diukur pada panjang gelombang 494 nm.
- D. Penentuan intensitas larutan sampel dengan cara adisi
- 5 ml larutan sampel ke dalam 5 buah labu ukur 10 ml, ditambahkan ke dalam labu ukur masing-masing larutan uranium standar dengan konsentrasi 0 ppm; 0,3 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 3 ppm, diencerkan dengan asam fosfat 5 % hingga tanda batas.
  - Intensitas fluoresen dari masing-masing larutan diukur pada panjang gelombang 494 nm

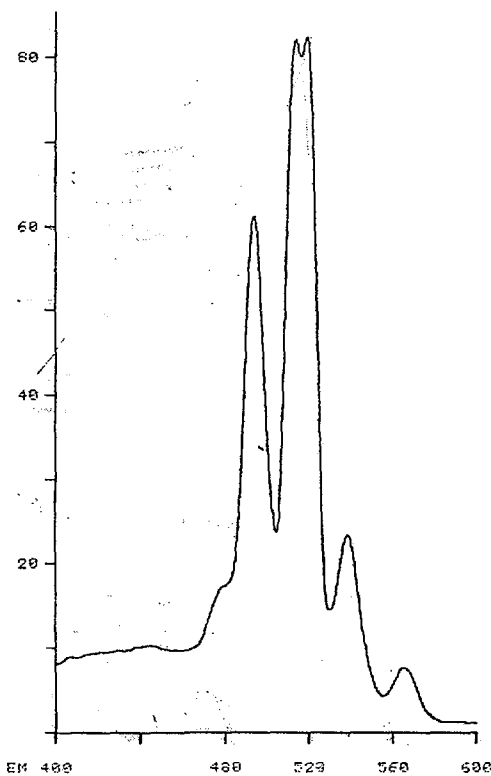
**HASIL DAN PEMBAHASAN****Pengukuran kandungan uranium dalam larutan dengan cara fluoresensi**

Sinar fluoresen dari uranium fosfat mempunyai puncak fluoresen pada panjang gelombang 494 nm, 520 nm, 538 nm, 565 nm, berdasarkan puncak fluoresen yang diperoleh seperti yang ditunjukkan dalam gambar 1, maka pengukuran selanjutnya didasarkan pada penentuan intensitas pada panjang gelombang 494 nm

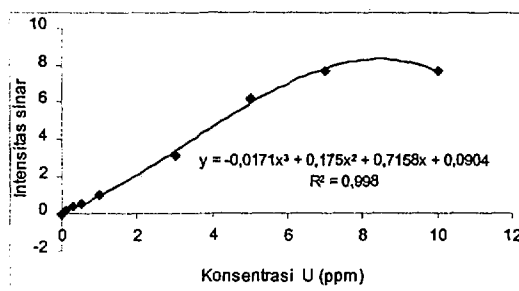
Pada pengukuran uranium dengan konsentrasi uranium dalam larutan lebih besar dari 5 ppm, memberikan penurunan emisi dari eksitasi elektron uranil fosfat, hal ini disebabkan terjadinya penyerapan sinar tereksitasi oleh molekul-molekul dalam larutan cuplikan. Sedangkan batas bawah pengukuran larutan uranium ini terjadi pada konsentrasi uranium 0,01 ppm. Adapun hubungan antara konsentrasi terhadap intensitas sinar yang diukur dari larutan cuplikan konsentrasi uranium antara 0,01 ppm hingga 5 ppm menunjukkan linier, Tabel 1. Maka untuk pengukuran uranium dengan metode ini akan memberikan hasil yang akurat bila konsentrasi uranium dalam cuplikan antara 0,01 ppm – 5 ppm seperti terlihat pada gambar 2.

**Tabel 1.** Data hasil batas pengukuran alat Luminesen.

Konsentrasi standar U (ppm)	Intensitas
0	-0,023
0,1	0,156
0,3	0,410
0,5	0,580
1	0,975
3	3,129
5	6,180
7	7,674
10	7,674



**Gambar 1.** Scanning panjang gelombang fluoresen dari uranium fosfat



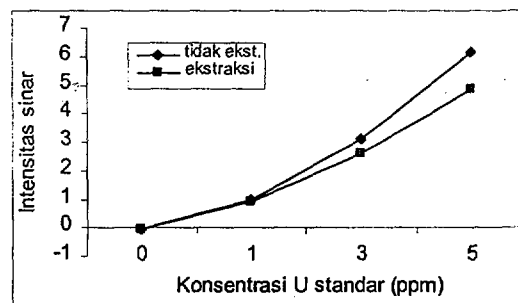
**Gambar 2.** Pengaruh konsentrasi uranium fosfat terhadap intensitas standar

**Pengukuran uranium dengan metode standar eksternal dan metode standar internal**

Intensitas fluorens uranium fosfat sangat dipengaruhi adanya unsur-unsur pengotor dalam cuplikan [3]. Oleh sebab itu pengaruh-pengaruh keadaan cuplikan tersebut dapat dikurangi dengan menggunakan metode ekstraksi menggunakan ekstrak TBP 30% dalam kerosin [4]. Pada pengukuran antara cuplikan larutan standar uranium secara langsung dan pengukuran cuplikan larutan standar uranium hasil ekstraksi menunjukkan bahwa hasil pengukuran cuplikan larutan standar hasil ekstraksi lebih rendah dari pengukuran cuplikan larutan standar uranium secara langsung. Perbedaan ini disebabkan oleh faktor efisiensi ekstraksi uranium seperti ditunjukkan pada tabel 2 dan gambar 3.

**Tabel 2.** Data hasil pengukuran intensitas larutan standar sebelum ekstraksi dan setelah ekstraksi

Konsentrasi standar (ppm)	Intensitas standar sebelum ekstraksi	Intensitas standar setelah ekstraksi	selisih
0	-0,023	0,000	0,02
1	0,975	0,927	0,05
3	3,129	2,606	0,523
5	6,180	4,881	1,29



**Gambar 3.** Perbandingan pengaruh konsentrasi uranium standar sebelum ekstraksi dan uranium standar setelah ekstraksi terhadap intensitas sinar

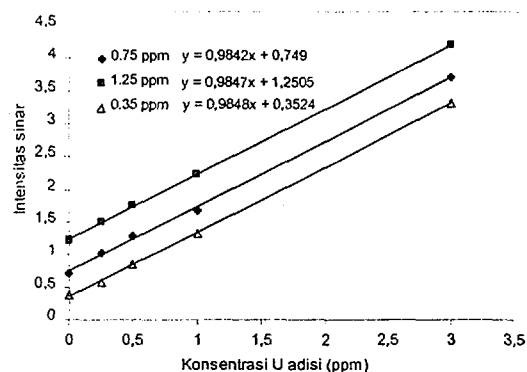
Untuk selanjutnya pengukuran uranium dalam limbah menggunakan metoda standar eksternal perlu dimasukkan faktor efisiensi tersebut atau menghilangkan faktor di atas dengan melakukan perlakuan yang sama terhadap standar dan cuplikan.

Disamping metoda di atas, pengukuran dilakukan dengan cara penambahan larutan standar uranium ke

dalam larutan cuplikan (standar adisi). Metoda standar tersebut bertujuan untuk menyamakan pengaruh-pengaruh dalam sampel terhadap larutan standar. Pada pengujian bahan standar (larutan 0,75 ppm, 1,25 ppm, 0,35 ppm uranium) dengan metoda ini menunjukkan bahwa pengukuran dengan metoda tersebut cukup teliti (tabel 3, gambar 4). Pengukuran di atas memberikan hasil  $\pm 0,76$  ppm, 1,26 ppm, 0,36 ppm derajat kesalahan 1,32%, 0,79%, 1,96%.

**Tabel 3.** Pengukuran intensitas larutan standar dengan metode adisi.

Konsentrasi standar (ppm)	Intensitas standar sampel 0,75 ppm	Intensitas standar sampel 1,25 ppm	Intensitas standar sampel 0,35 ppm
0	0,72	1,23	0,37
0,25	10,3	1,50	0,58
0,5	12,8	1,76	0,85
1,0	16,8	2,24	1,33
3,0	37,1	4,20	3,31
<b>HASIL</b>	<b>0,76</b>	<b>1,26</b>	<b>0,357</b>
Koefisien korelatif	<b>0,98</b>	<b>0,99</b>	<b>0,99</b>



**Gambar 4.** Pengukuran intensitas larutan standar dengan metode adisi

Dari pengukuran dengan kedua metode di atas memberikan hasil kandungan uranium dalam limbah relatif sama seperti terlihat pada tabel 4 dan tabel 5.

**Tabel 4.** Data hasil pengukuran sampel limbah uranium dengan cara ekstraksi

Konsentrasi U	Intensitas
Standard 0 ppm (blank)	0,000
Standard 1 ppm	0,927
Standard 3 ppm	2,606
Standard 5 ppm	4,881
Sampel tangki 2752	1,230
Sampel tangki 2753	2,162
Persamaan garis : $Y = 2,8124 X - 1,1664$	

**Tabel 5.** Data hasil pengukuran sampel limbah uranium dengan cara adisi

Sampel + Larutan standar (ppm)	Intensitas tangki 2752	Intensitas tangki 2753
Blank	0,001	0,001
0	0,39	0,76
0,3	0,58	1,51
0,5	0,93	2,37
1	1,56	3,54
3	3,68	7,482
Persamaan garis :	$Y = 0,359X + 1,114$	$Y = 1,024X + 2,196$

Kandungan uranium pada limbah cair dapat dihitung dengan menggunakan persamaan linear ( $y = a x + b$ ) yang didapat dari pengukuran deret standar proses ekstraksi, dengan TBP kerosin 30%. Dari pengukuran tersebut diperoleh kandungan uranium dalam limbah untuk tangki 2752 sekitar 0,66 ppm sedangkan untuk tangki 2753 sekitar 1,03 ppm. Sedangkan pada pengukuran limbah cair dengan metode adisi diperoleh hasil untuk kandungan uranium limbah tangki 2752 sekitar 0,64 ppm dan tangki 2753 sekitar 0,93 ppm (tabel 6)

**Tabel 6.** Kandungan uranium dalam limbah cair

Tangki	Kandungan U (ppm)	
	Ekstraksi	Adisi
2752	0,66	0,64
2753	1,03	0,93

## KESIMPULAN DAN SARAN

Dari percobaan diatas menunjukkan bahwa penentuan uranium menggunakan fluorimeter mempunyai batas pengukuran 0,01-5 ppm. Pengukuran dengan metode standar eksternal yang didahului dengan ekstraksi akan memberikan hasil yang mendekati sama dengan menggunakan metoda standar internal, yaitu 0,66 ppm dan 0,64 ppm untuk uranium yang terdapat dalam tangki 2752 sedangkan untuk uranium yang terkandung dalam tangki 2753 yaitu 1,03 ppm dan 0,93 ppm.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. RENDEL, D., *Fluorescence and Phosphorescence Spectroscopy*, John Wiley and Sons, (1988).

- [2]. YOUNG, J.E., and DEASON, P.T., *Determination of Uranium in Plutonium Solutions by Laser*, Savannah Rixer Plant, (1988) 41- 47.
- [3]. YUSUF NAMPIRA, DIAN ANGRAINI, SITI AMINI, *Pengaruh Ion Pengotor pada Penentuan Uranium secara Fluorimetri*, Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir PEBN-BATAN, (1996) 19-23.
- [4]. GHERSINI, G., *Stationary Phases in Extraction Chromatography*, Jorunal of Chromatography Library, vol.2, Elsevier Scientific Publishing Company, (1975) 68-133.

#### TANYA JAWAB

Asminar

- Pada abstrak dijelaskan bahwa pada analisis Uranium dalam limbah cair menggunakan dua metode yaitu ekstraksi dengan TBP-kerosen dan penambahan standar, dari kedua cara

tersebut mana yang lebih ekonomis dan praktis.

Noviarty

- Jika ditinjau dari segi praktis dan ekonomis, tentu dengan cara penambahan standar adisi karena kita tidak perlu mengekstraksi sampel terlebih dahulu. Akan tetapi jika kita dapat menghitung faktor efisiensi ekstraksi tentu akan lebih ekonomis menggunakan cara ekstraksi.

Suzie D.

- Pada gambar 2 terlihat batas pengukuran kandungan U lebih besar dari 5 ppm mengalami penurunan intensitas, mengapa hal ini bisa terjadi?

Noviarty

- Karena terjadinya penyerapan sinar tereksitasi oleh molekul-molekul dalam larutan cuplikan, sehingga kompleks dari Uranium fosfat mengalami kejenuhan.