

**KARAKTERISASI SERBUK UO_2 DARI *YELLOW CAKE* LIMBAH PUPUK
FOSFAT**

MASRIPAH

0706197010



UNIVERSITAS INDONESIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

DEPARTEMEN KIMIA

DEPOK

2009

i

**KARAKTERISASI SERBUK UO_2 DARI *YELLOW CAKE* LIMBAH PUPUK
FOSFAT**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

Oleh:

MASRIPAH

0706197010



DEPOK

2009

LEMBAR PENGESAHAN

SKRIPSI : KARAKTERISASI SERBUK UO_2 DARI *YELLOW CAKE*

LIMBAH PUPUK FOSFAT

NAMA : MASRIPAH

NPM : 0706197010

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, 18 NOVEMBER 2009

Dr.rer.nat. AGUSTINO ZULYS, S.Si. M.sc

PEMBIMBING I

Ir. RATIH LANGENATI, MT

PEMBIMBING II

TANGGAL LULUS UJIAN SIDANG SARJANA :

PENGUJI I :

PENGUJI II :

PENGUJI III :

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT karena atas berkat dan rahmat-Nya penulis dapat merampungkan skripsi ini yang berjudul “Karakterisasi serbuk UO_2 dari *yellow cake* limbah pupuk fosfat”.

Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Science dari Departemen Kimia, FMIPA-UI. Yang pasti, tanpa segenap motivasi, kesabaran, kerja keras, bantuan dan do'a, mustahil penulis sanggup untuk menjalani tahap demi tahap dalam kehidupan akademik di FMIPA-UI yang penulis jalani bersamaan dengan kewajiban bekerja sebagai karyawan di PTBN BATAN.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini sulit dapat terwujud tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu dalam kesempatan ini dengan segala kerendahan hati, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang tak terhingga kepada semua pihak yang memberikan kontribusinya baik material maupun spiritual khususnya kepada:

1. Dr. rer.nat. Agustino Zulys, S.Si. M.sc beserta Ir. Ratih Langenati, MT selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan kepada penulis dengan penuh perhatian dan kesabaran selama penyusunan maupun penulisan skripsi ini.

2. Almarhumah ibunda tercinta Hj. Siti Aisyah, yang selalu memberikan semangat di dada untuk memberikan dan menghasilkan yang terbaik selama hidup.
3. Kakakku Yuli Yuliana beserta keluarganya, terima kasih atas semua bantuan dan doa anda.
4. PTBN BATAN, yang telah mengizinkan penulis untuk melakukan penelitian di laboratorium Instalasi Elemen Bahan Nuklir Eksperimental (IEBE).
5. Kepala Bidang Bahan Bakar Nuklir Bapak Ir. Bambang Herutomo, yang telah memberikan kesempatan dan kepercayaan untuk mengerjakan dan menyelesaikan proyek penelitian ini.
6. Personil IEBE PTBN BATAN : Bapak. Edi Indarto, Bapak Noor yudhi, Bapak Ade.M, Bapak Agus.S, Bapak Mugiyono, Bapak Ngatidjo Ibu Heri.H, dan Ibu Futichah, yang telah memberikan bantuan, bimbingan, pendampingan selama bekerja di Laboratorium Instalasi Bahan Bakar nuklir.
7. Atasan penulis Ir. Farida dan Ir. Supardjo, yang telah memberi kesempatan waktu untuk sedikit lalai dari pekerjaan utama penulis sebagai karyawan PTBN BATAN, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini tepat waktu.

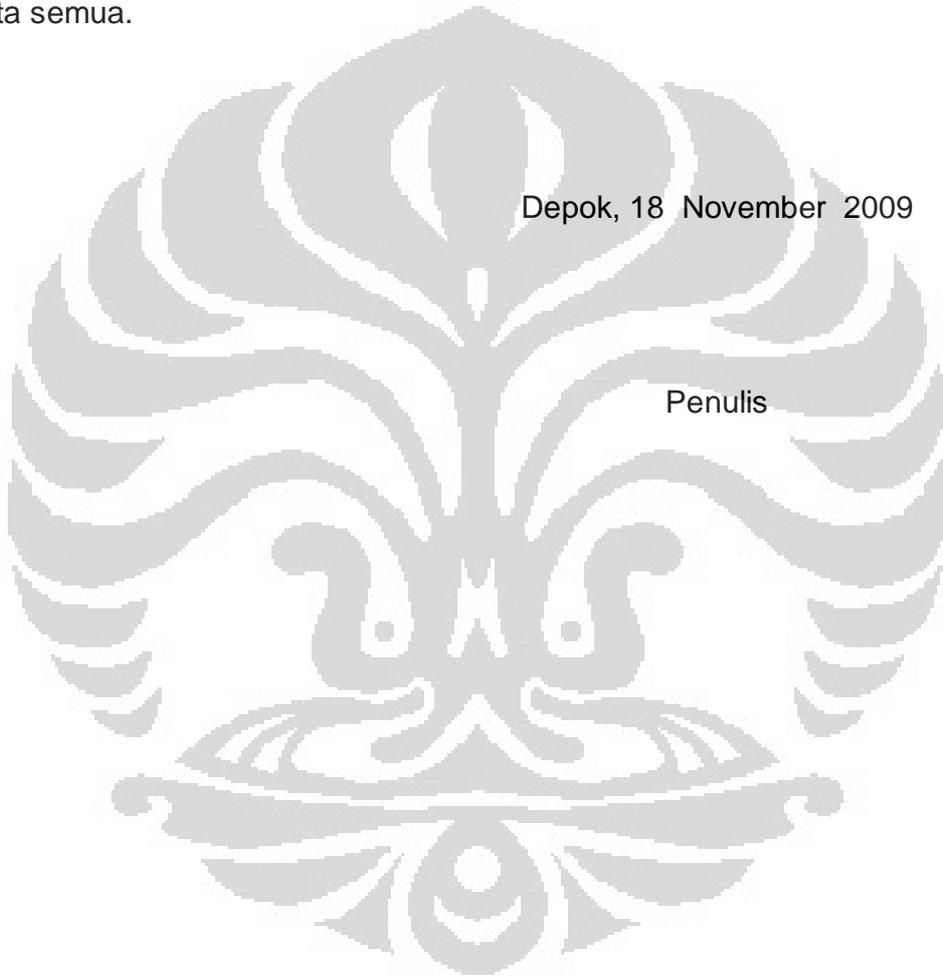
8. Teman terdekat penulis Rachmat Triharto, ST yang selalu ada dan tak pernah lelah memberi bantuan di saat sulit, memberi dorongan di saat semangat melemah, memberi masukan serta koreksi di saat melakukan kesalahan dan kelalaian, dan memberikan senyum yang selalu dapat menguatkan di saat lelah.
9. Semua paman, tante, sepupu dan keponakan di Karawang yang selalu memberikan doa, semangat dan kekuatan kepada penulis.
10. Keluarga di Klaten : Ibu dokter, Babeh dokter, mba dian, mba siska, dan raisauki yang selalu memberi semangat, dorongan, dan keceriaan selama penulisan skripsi ini.
11. Sahabat-sahabat yang selalu membantu, memberi keceriaan dan siap menolong: Dwiarti Elvira safitri, Astri raya, Sandiah marliana, Ika, Ratih, Eka. Terima kasih banyak untuk dukungannya selama ini.
12. Seluruh teman-teman S1 ekstensi kimia FMIPA UI seperjuangan angkatan 2007 yang saling membantu dan saling menolong satu sama lain demi keberhasilan bersama.
13. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu yang telah mendukung baik secara langsung maupun tidak langsung dalam penulisan skripsi ini.

Semoga Allah SWT memberikan dan melimpahkan rahmat dan karunia-Nya atas segala bantuan yang telah diberikan kepada penulis.

Akhir kata, penulis berharap semoga penulisan skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi semua pihak serta menambah wacana pemikiran bagi kita semua.

Depok, 18 November 2009

Penulis

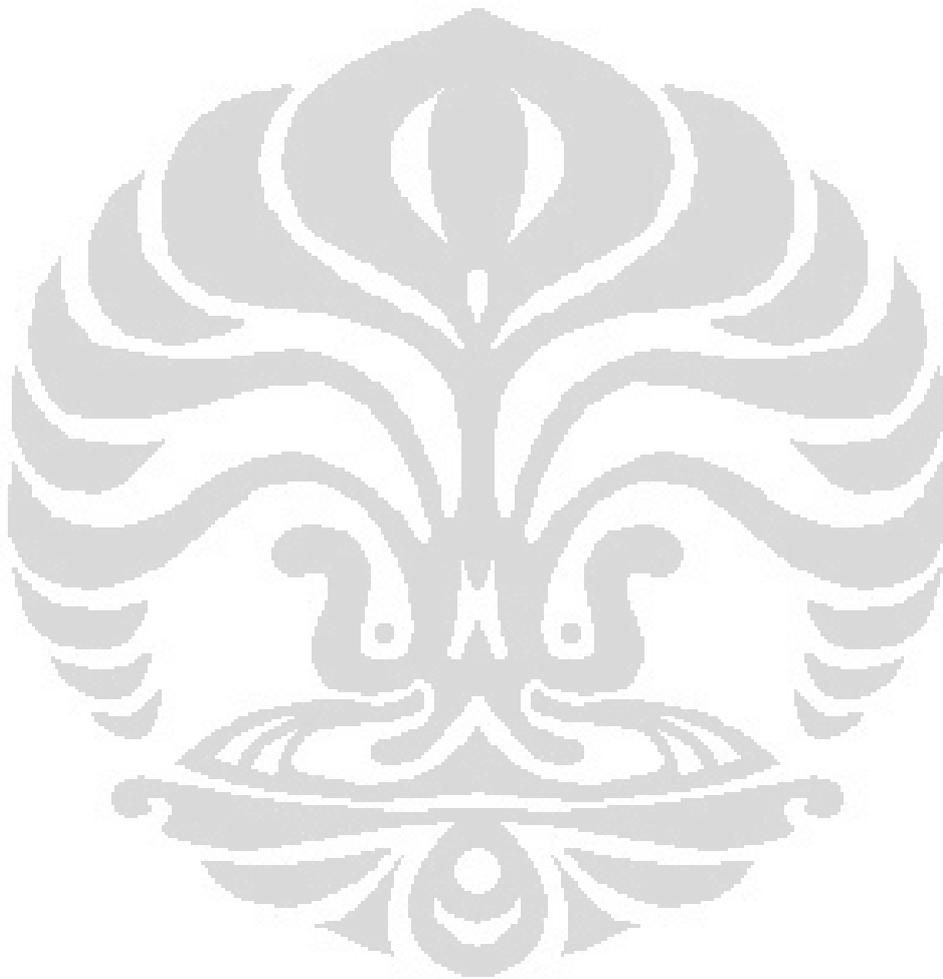


DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
ABSTRAK.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah	5
1.3. Hipotesis.....	6
1.4. Tujuan Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1. Proses Pemurnian Uranium.....	8
2.1.1. Proses Ekstraksi.....	8
2.1.2. Proses Re-Ekstraksi.....	13
2.2. Proses Pengendapan ADU.....	13
2.3. Kalsinasi ADU Menjadi U_3O_8	16
2.4. Reduksi U_3O_8 Menjadi UO_2	17

2.5. Karakterisasi Serbuk ADU	18
BAB III METODE PENELITIAN	21
3.1. Alat dan Bahan	21
3.1.1. Alat	21
3.1.2. Bahan	21
3.2. Prosedur Kerja	21
3.2.1. Penyiapan Serbuk Awal	21
3.2.2. Pelarutan Uranium	22
3.2.3. Pemurnian Uranium	22
3.2.4. Pengendapan ADU	23
3.2.5. Kalsinasi ADU Menjadi U_3O_8	23
3.2.6. Reduksi U_3O_8 Menjadi UO_2	24
3.2.7. Karakterisasi Serbuk UO_2	24
3.2.8. Analisis dan Evaluasi	24
3.3. Alur Prosedur Kerja	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1. Pemungutan Uranium dalam Yellow Cake	26
4.2. Ekstraksi Uranium	28
4.3. Re-Ekstraksi	31
4.4. Penentuan Kadar Pengotor	32
4.5. Pengendapan Amonium diuranat (ADU)	34
4.6. Kalsinasi ADU Menjadi U_3O_8	41
4.7. Reduksi U_3O_8 Menjadi UO_2	43

4.8. Karakterisasi Serbuk UO_2	45
BAB V KESIMPULAN.....	58
DAFTAR PUSTAKA	60



DAFTAR TABEL

Tabel	Hal
Tabel 2.1. Kadar maksimum unsur pengotor dalam UO_2	9
Tabel 4.1. Pengaruh waktu terhadap efisiensi pengendapan.....	27
Tabel 4.2. Pengaruh waktu kontak terhadap efisiensi ekstraksi.....	29
Tabel 4.3. Kadar pengotor dalam larutan UN (umpan pelarutan) dan UNH hasil re ekstraksi.....	33
Tabel 4.4 Variasi suhu pada proses pengendapan ADU.....	36
Tabel 4.5. Penentuan pH dan waktu pengendapan optimum.....	38
Tabel 4.6 Persentase pembentukan serbuk U_3O_8 hasil kalsinasi.....	42
Tabel 4.7 Persentase pembentukan serbuk UO_2 hasil reduksi	44
Tabel 4.8 Penentuan O/U rasio dari serbuk uranium oksida hasil reduksi pada variasi suhu.....	45
Tabel 4.9 Penentuan O/U rasio dari serbuk uranium oksida hasil reduksi pada variasi pH dan waktu kontak	46

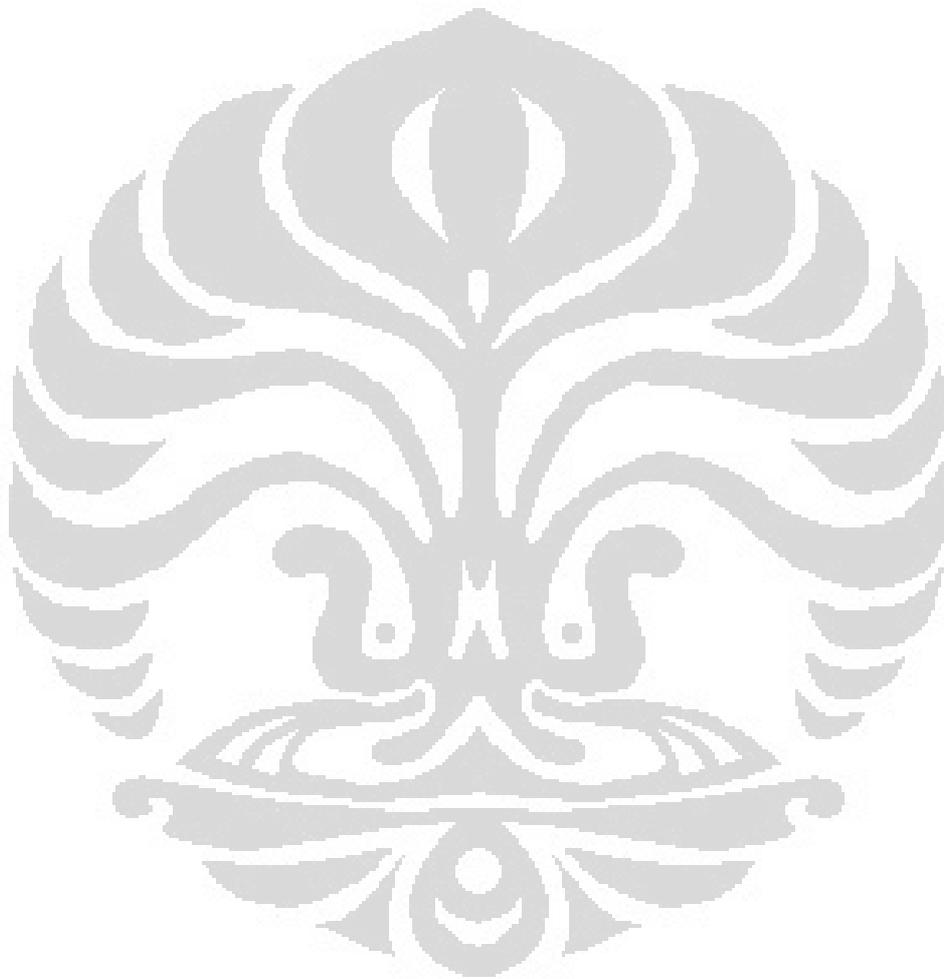
DAFTAR GAMBAR

Gambar	Hal
Gambar 4.1. Yellow cake limbah fosfat	26
Gambar 4.2. Proses pelarutan	27
Gambar 4.3. Proses ekstraksi	28
Gambar 4.4. Pengaruh pengulangan ekstraksi terhadap kadar rafinat	30
Gambar 4.5. Fasa organik tahap 1 s/d tahap 3	31
Gambar 4.6. Pengaruh pengulangan re ekstraksi terhadap kadar rafinat	32
Gambar 4.7. Reaktor pengendapan ADU.....	35
Gambar 4.8. Penentuan efisiensi pengendapan optimum dengan variasi suhu	37
Gambar 4.9. Penentuan efisiensi pengendapan optimum dengan variasi pH dan waktu kontak.....	40
Gambar 4.10. Serbuk ADU	41
Gambar 4.11. Serbuk U_3O_8	41
Gambar 4.12. Serbuk UO_2	43

Gambar 4.13. Pola difraksi sampel dengan variasi suhu.....	47
Gambar 4.14. Pola difraksi sampel pada pH 6 dengan variasi waktu kontak	48
Gambar 4.15. Pola difraksi sampel pada pH 7 dengan variasi waktu Kontak.....	48
Gambar 4.16. Pola difraksi sampel pada pH 8 dengan variasi waktu Kontak.....	49
Gambar 4.17. Morfologi serbuk pada pH = 7, t = 45 menit, T = 65 °C.....	50
Gambar 4.18. Morfologi serbuk pada pH = 7, t = 45 menit, T = 70 °C.....	51
Gambar 4.19. Morfologi serbuk pada pH = 7, t = 45 menit, T = 75 °C.....	51
Gambar 4.20. Morfologi serbuk pada pH = 6, t = 15 menit, T = 70 °C.....	53
Gambar 4.21. Morfologi serbuk pada pH = 6, t = 30 menit, T = 70 °C.....	53
Gambar 4.22. Morfologi serbuk pada pH = 6, t = 45 menit, T = 70 °C.....	54
Gambar 4.23. Morfologi serbuk pada pH = 7, t = 15 menit, T = 70 °C.....	54
Gambar 4.24. Morfologi serbuk pada pH = 7, t = 30 menit, T = 70 °C.....	55
Gambar 4.25. Morfologi serbuk pada pH = 7, t = 45 menit, T = 70 °C.....	55
Gambar 4.26. Morfologi serbuk pada pH = 8, t = 15 menit, T = 70 °C.....	56

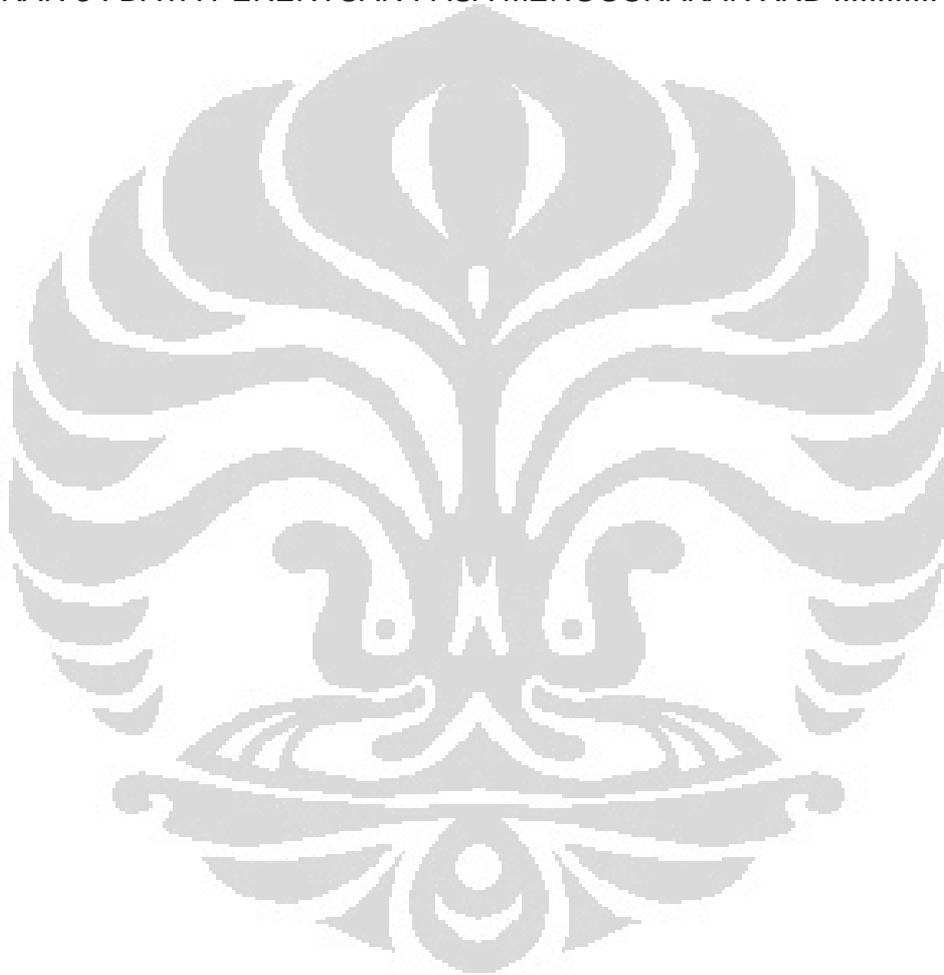
Gambar 4.27. Morfologi serbuk pada pH = 8, t = 30 menit, T = 70 °C..... 56

Gambar 4.28. Morfologi serbuk pada pH = 8, t = 45 menit, T = 70 °C..... 57



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 : DATA PROSES EKSTRAKSI.....	62
LAMPIRAN 2 : DATA PROSES RE - EKSTRAKSI	65
LAMPIRAN 3 : DATA PENENTUAN FASA MENGGUNAKAN XRD	75



ABSTRAK

Energi nuklir dihasilkan di dalam inti atom melalui dua buah jenis reaksi, yaitu reaksi fusi dan reaksi fisi. Energi yang dihasilkan dari reaksi fisi dapat dikonversi menjadi energi listrik pada pembangkit listrik tenaga nuklir (PLTN) dengan bahan bakar uranium oksida, umumnya adalah uranium dioksida (UO_2). Dalam penelitian ini, dilakukan pemungutan uranium dari *yellow cake* limbah pupuk fosfat untuk di proses menjadi UO_2 , dengan cara melarutkan *yellow cake* dengan HNO_3 , lalu diekstraksi dengan TBP-Kerosin menghasilkan larutan uranyl nitrat hidrat (UNH). UNH diendapkan dengan NH_4OH menjadi ammonium diuranat (ADU), ADU dikalsinasi menjadi U_3O_8 , lalu di reduksi menjadi UO_2 . Serbuk UO_2 dikarakterisasi, meliputi: komposisi fasa, morfologi serbuk dan rasio O/U. Metode ekstraksi menggunakan TBP kerosin 3:7 memberikan efisiensi ekstraksi yang cukup baik yaitu sekitar 80 – 99 %. Efisiensi pengendapan ADU optimum pada kondisi suhu 70°C , pH 7 dan waktu 45 menit. Karakterisasi serbuk mengindikasikan serbuk yang dihasilkan adalah UO_2 , karena memiliki rasio O/U sekitar 2 dan dari data XRD memberikan pola difraksi UO_2 . Hasil morfologi menggunakan SEM, serbuk yang dihasilkan memiliki tekstur yang halus dan memiliki kecenderungan beraglomerasi dengan ukuran sekitar 500 nm -1,25 μm .

Kata kunci : *yellow cake*, uranium oksida, ekstraksi, TBP-Kerosin, U_3O_8 , UO_2
xvii + 81 hlm.; gbr.; lamp.; tab.

Bibliografi : 13 (1981-2009)

BAB I

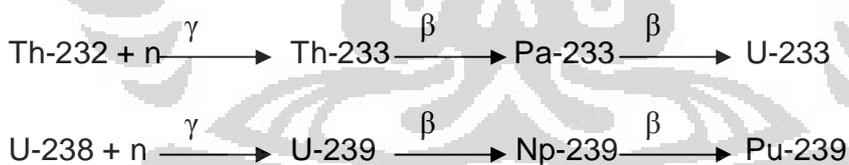
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Energi nuklir dihasilkan di dalam inti atom melalui dua buah jenis reaksi nuklir, yaitu reaksi fusi dan reaksi fisi. Reaksi fusi adalah suatu reaksi yang menggabungkan beberapa partikel atomik menjadi sebuah partikel atomik yang lebih berat. Sedangkan reaksi fisi merupakan kebalikan dari reaksi fusi, yaitu reaksi yang membelah suatu partikel atomik menjadi menjadi beberapa partikel atomik lainnya dan menghasilkan sejumlah energi yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi listrik. Salah satu contoh dari reaksi fisi adalah reaksi fisi pada partikel uranium-235 (U-235) yang ditumbuk oleh sebuah neutron lambat. Proses penumbukan atom uranium-235 oleh neutron mengakibatkan terbentuknya partikel uranium-236 (U-236) yang tidak stabil sehingga terbelah menjadi partikel krypton-92 (Kr-92), barium-141 (Ba-141), dan beberapa neutron bebas serta sejumlah energi. Reaksi fisi dapat berlangsung secara terus menerus yang biasa disebut dengan reaksi rantai. Dalam reaksi rantai, neutron yang telah terhambur dari reaksi fisi dapat mengakibatkan terjadinya reaksi fisi lain yang sama baiknya dengan reaksi fisi sebelumnya. Energi yang dihasilkan dari reaksi ini dapat

dikonversi menjadi energi listrik pada sebuah pembangkit listrik tenaga nuklir (PLTN).^[1]

Pada PLTN, bahan bakar sebuah reaktor nuklir berupa uranium oksida. Bahan bakar nuklir merupakan salah satu komponen penunjang utama untuk beroperasinya suatu reaktor nuklir baik reaktor daya maupun reaktor penelitian. Suatu bahan bakar nuklir dapat digunakan sebagai bahan bakar apabila bahan tersebut dapat melakukan reaksi pembelahan (reaksi fisi). Hanya ada tiga macam isotop yang dapat melakukan reaksi pembelahan yaitu U-235, U-233, dan Pu-239, namun hanya isotop U-235 saja yang terdapat di alam dengan kadar sekitar 0,7% dari uranium alam, sedangkan isotop U-233 dan Pu-239 adalah isotop-isotop buatan yang diperoleh dari Th-232 dan U-238 yang ditumbuk oleh neutron sambil memancarkan photon gamma γ dan sinar beta β . Reaksi pembentukannya adalah :



Penelitian dalam pengembangan bahan bakar nuklir di Indonesia ini salah satunya adalah bertujuan dalam membantu pembangunan PLTN Indonesia, hal tersebut didasarkan pada kebutuhan energi selain batu bara yang jumlahnya kian menipis di dunia. Selain itu juga diharapkan dapat menjadi solusi dari dampak-dampak negatif yang diakibatkan dalam proses pemanfaatan batu bara sebagai sumber energi, seperti polusi udara dan

pemanasan global. Keuntungan PLTN dibandingkan dengan pembangkit daya utama lainnya adalah:

1. Tidak menghasilkan emisi gas rumah kaca.
2. Tidak mencemari udara karena tidak menghasilkan gas-gas berbahaya seperti karbon monoksida, sulfur dioksida, aerosol, merkuri, nitrogen oksida, partikulat atau asap fotokimia.
3. Sedikit menghasilkan limbah padat.
4. Biaya bahan bakar rendah.
5. Ketersediaan bahan bakar yang melimpah karena sangat sedikit bahan bakar yang diperlukan. ^[1,2]

Nuklir adalah energi yang murah untuk dihasilkan, hal ini yang membuatnya menjadi energi alternatif yang luar biasa. Kemampuan satu gram uranium dalam menghasilkan energi listrik setara dengan satu ton batu bara, biaya yang relatif mahal dalam energi nuklir adalah dalam hal konstruksi dari PLTN. Namun PLTN tetap merupakan pembangkit listrik yang paling ekonomis karena biaya pengoperasian dan bahan bakarnya jauh lebih murah dibandingkan dengan sumber energi lainnya. ^[1]

Dewasa ini Pembangkit listrik tenaga nuklir (PLTN) menyediakan sekitar 17 persen dari total tenaga listrik dunia. Beberapa negara membutuhkan tenaga nuklir yang lebih besar dari negara lain. Di Prancis, menurut *International Atomic Energy Agency* (IAEA), 75 persen tenaga listriknya dihasilkan oleh reaktor nuklir. Jumlah pembangkit tenaga listrik di

dunia diperkirakan lebih dari 400 buah dengan 100 buah diantaranya berada di Amerika Serikat. ^[1]

Pemakaian uranium dioksida (UO_2) sebagai bahan bakar dalam reaktor nuklir mempunyai beberapa kelebihan antara lain : cukup stabil terhadap iradiasi, tahan terhadap zat-zat kimia, pemanfaatan neutronnya tinggi (karenaampang lintang tangkap radiasinya rendah) serta relatif mudah diproduksi dan diolah ulang setelah iradiasi. Sifat-sifat tersebut masih cukup kompetitif, meskipun diikuti oleh sifat-sifat yang kurang menguntungkan seperti konduktivitas panas yang rendah dan ketahanan kejut panas yang buruk. ^[3]

Uranium merupakan logam radioaktif, banyak tersebar di alam dalam bentuk mineral, kebanyakan terdapat pada batuan beku, batu pasir, bahan sedimentasi dan di dalam air laut. Uranium alam umumnya terdiri dari isotop-isotop U-235 (0,712 – 0,720 %) dan U-238 (99,274 – 99,282 %). Isotop U-235 merupakan bahan fisil yang sangat penting untuk digunakan sebagai bahan bakar reaktor termal, terutama pada reaktor daya. ^[3]

Logam U murni adalah padat, masif, keras dan berkilau seperti perak, cepat berubah menjadi kusam di lingkungan udara karena terbentuk lapisan tipis (oksida) di permukaan. ^[3]

Dalam penelitian ini, dilakukan pemungutan uranium pada *yellow cake* yang berasal dari limbah pupuk fosfat yang mengandung radioaktif. Hal ini bertujuan untuk menganalisis jumlah kandungan uranium yang terkandung

didalam limbah tersebut, selanjutnya dipungut untuk dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan bahan bakar nuklir yaitu uranium dioksida, sehingga limbah radioaktif tidak dibuang begitu saja melainkan dapat dimanfaatkan kembali untuk pembuatan bahan bakar reaktor nuklir baik skala penelitian maupun industri.

Proses pembuatan bahan bakar nuklir tersebut adalah dengan cara melarutkan *yellow cake* dengan asam nitrat, kemudian dimurnikan dengan diekstraksi menggunakan TBP Kerosin menghasilkan larutan uranyl nitrat hidrat (UNH).^[4,5]

(UNH) tersebut diendapkan dengan ammonium hidroksida menjadi ammonium diuranat (ADU), selanjutnya ADU tersebut dikalsinasi menjadi triuranium oksida (U_3O_8) melalui uranium trioksida (UO_3), kemudian di reduksi untuk mendapatkan UO_2 .^[4,5,6] Serbuk UO_2 kemudian dikarakterisasi serbuknya dan dianalisis sifat-sifat fisiknya, yang meliputi : komposisi fasa, morfologi serbuk dan perbandingan rasio O/U.^[7]

1.2. Perumusan Masalah

Pada penelitian ini dilakukan pemungutan uranium dari *yellow cake* limbah fosfat. *Yellow cake* limbah pabrik pupuk fosfat disimpan dalam jumlah besar di Pusat Teknologi Limbah Radioaktif (PTLR) – BATAN. Dari data diperoleh informasi bahwa *yellow cake* tersebut mengandung kadar uranium sekitar 50 %, dari data tersebut dapat dinyatakan bahwa

pemungutan uranium dari *yellow cake* tersebut cukup layak dilakukan. Hal ini pun dapat membantu penanganan limbah radioaktif dari pupuk fosfat dan uranium yang dihasilkan dapat dimanfaatkan sebagai bahan awal pembuatan pellet uranium dioksida (UO_2). Pemungutan uranium dilakukan menggunakan metode ekstraksi menggunakan Tri Butil Fosfat (TBP) - Kerosin kemudian diendapkan menggunakan Amonium hidroksida (NH_4OH), hingga dihasilkan serbuk ammonium diuranat (ADU). ADU dikalsinasi membentuk serbuk U_3O_8 lalu direduksi menjadi serbuk UO_2 . Kemudian dilakukan karakterisasi pada serbuk hasil reduksi dalam rangka untuk mengetahui karakter serbuk UO_2 hasil pemurnian. Hasil karakterisasi dibandingkan dengan persyaratan serbuk UO_2 pada ASTM C 753-99 (*Standard specification for nuclear-grade, sinterable uranium dioxide powder*).

1.3. Hipotesis

Limbah pabrik pupuk fosfat mengandung uranium dengan kadar cukup tinggi yaitu sekitar 50 %, sehingga perlu proses pemisahan uraniumnya. Uranium dalam *yellow cake* dapat larut dengan HNO_3 membentuk uranil nitrat (UN), UN dapat dimurnikan dengan cara ekstraksi menggunakan pelarut TBP kerosin menghasilkan UN murni. UN dapat diendapkan dengan NH_4OH pada pH sekitar 4 hingga 8 untuk menghasilkan serbuk ammonium diuranat (ADU). ADU dapat dikalsinasi pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ dengan waktu 4 jam membentuk U_3O_8 . UO_2

dapat dihasilkan dengan mereduksi U_3O_8 pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ dengan waktu 2 jam.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini antara lain:

1. Memungut uranium yang terkandung dalam *yellow cake* hasil limbah fosfat untuk diolah membentuk serbuk UO_2 dan mengkarakterisasi serbuk tersebut, lalu dibandingkan dengan ASTM C 753-99.
2. Menentukan kondisi operasi optimum dalam mengendapkan ADU dengan memvariasikan 3 parameter yaitu : pH, suhu dan waktu pengadukan, sehingga dapat mengetahui kondisi yang tepat untuk menghasilkan serbuk ADU yang sesuai dengan syarat serbuk, mengacu kepada ASTM C 753-99.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Proses pemurnian uranium

2.1.1. Proses Ekstraksi

Larutan uranil nitrat $UO_2(NO_3)_2$ yang masih banyak mengandung unsur-unsur pengotor terutama yang mempunyai tampang lintang neutron besar seperti boron, cadmium, dan logam-logam tanah jarang lainnya, terlebih dahulu harus dipisahkan untuk mendapatkan senyawa uranium yang berderajat nuklir (*nuclear grade uranium*). Unsur-unsur pengotor tersebut memiliki daya absorpsi neutron yang cukup tinggi mengganggu terjadinya reaksi pembelahan. ^[4]

Batas maksimum jumlah pengotor yang diijinkan dalam uranium dibatasi hingga dalam jumlah yang sangat kecil (orde ppm) yang bergantung dari daya absorpsi unsur pengotornya masing-masing, batasan tersebut mengacu kepada ASTM C 753-99 ^[7], seperti pada Tabel 2.1 berikut ini :

Tabel 2.1. Kadar maksimum unsur pengotor dalam UO_2

Unsur	Simbol	Kadar Pengotor yang diizinkan (ppm)
Aluminium	Al	< 14
Boron	B	< 0,1
Cadmium	Cd	< 0,1
Chromium	Cr	< 5
Copper	Cu	< 9
Iron	Fe	< 40
Magnesium	Mg	< 10
Manganese	Mn	< 9
Molybdenum	Mo	< 2
Nickel	Ni	< 6
Zinc	Zn	< 10
Silicon	Si	< 30
Calcium	Ca	< 2

Proses pemurnian uranium dilakukan dengan cara ekstraksi cair-cair dimana komponen yang akan diekstraksi maupun pelarutnya sama-sama

berada dalam fasa cair tetapi kedua cairan tersebut tidak saling melarutkan antara cairan yang satu dengan yang lainnya. Pelarut harus bersifat selektif dan mempunyai daya ekstrak yang tinggi terhadap uranil nitrat namun juga tetap masih dapat diekstraksi kembali dengan air. Pelarut yang dapat digunakan untuk maksud tersebut antara lain adalah tributil fosfat (TBP) dan metil isobutil keton (MIBK).^[4]

Pelarut TBP lebih banyak digunakan daripada MIBK karena pelarut TBP mempunyai beberapa kelebihan, yaitu :

1. Cukup stabil terhadap asam nitrat dan relatif tidak eksplosif
2. Mempunyai daya *recovery* yang tinggi terhadap uranium sehingga kebutuhan pelarut menjadi lebih sedikit dan dapat digunakan asam nitrat sebagai bahan penggaraman (*salting out agent*).

Selain memiliki kelebihan, TBP juga memiliki beberapa kelemahan, yaitu :

- Berat jenisnya cukup tinggi (0,97 g/ml) sehingga waktu pengendapannya lambat.
- Viskositasnya cukup tinggi (3,14 cp) sehingga mendorong pembentukan emulsi yang stabil selama pengadukan.
- Senyawa kompleks Uranil Nitrat (UN) - TBP sangat stabil sehingga pada stripping/re-ekstraksi memerlukan air yang lebih banyak.

Kelemahan-kelemahan tersebut dapat diatasi dengan menambahkan bahan pengencer untuk menurunkan berat jenis serta viskositas TBP sehingga waktu pengendapannya menjadi semakin cepat. Bahan pengencer harus memiliki kepolaran yang berbeda dengan air tetapi memiliki kepolaran yang sama dengan TBP. Disamping itu bahan pengencer juga harus bersifat inert terhadap bahan-bahan kimia dan tenaga reduksinya harus rendah. Biasanya sebagai pengencer adalah kerosin. ^[4,5]

Proses ekstraksi dilakukan berulang-ulang untuk dapat menghasilkan senyawa uranium yang lebih banyak. Dalam proses ekstraksi diperoleh dua fasa larutan UN-TBP (fasa organik) dan rafinat (fasa air). Rafinat merupakan kumpulan pengotor yang masih mengandung uranium, sehingga rafinat harus diekstraksi kembali agar rafinat benar-benar tidak lagi mengandung uranium. ^[4]

Efisiensi ekstraksi dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain kandungan asam bebas, konsentrasi TBP dalam kerosin, waktu kontak dalam ekstraktor, kecepatan pengadukan serta suhu reaksinya. Dengan bertambahnya kandungan asam bebas di dalam larutan, maka konsentrasi $UO_2(NO_3)_2 \cdot TBP$ semakin bertambah sehingga efisiensi ekstraksi menjadi bertambah pula. Setelah tercapai keasaman tertentu, maka penambahan kadar asam dalam larutan akan menyebabkan terjadinya reaksi pembentukan senyawa kompleks $HNO_3 \cdot TBP$. Pembentukan senyawa kompleks $UO_2(NO_3)_2 \cdot TBP$, ditunjukkan pada persamaan 2.1 :



Sedangkan reaksi pembentukan senyawa kompleks $\text{HNO}_3 \cdot \text{TBP}$, ditunjukkan pada persamaan 2.2 :



Kadar TBP dalam kerosin akan berpengaruh terhadap kemampuan pelarut untuk mengekstrak uranium. Semakin tinggi kadar TBP dalam kerosin, maka kemampuan pelarut untuk mengekstrak uranium akan semakin tinggi tetapi densitas dan viskositas pelarut akan semakin besar juga. Hal tersebut akan memperlambat waktu pengendapannya dan semakin mempersulit perpindahan massa. Kemampuan pelarut untuk mengekstrak uranium ke fasa organik hanyalah terbatas hingga pada tingkat kejenuhan maksimum UN dalam fasa organik. ^[5]

2.1.2. Proses re-ekstraksi

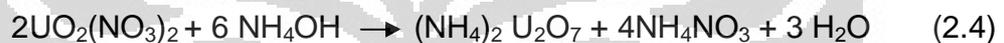
Proses re-ekstraksi merupakan kebalikan dari proses ekstraksi dimana uranium yang berada dalam fasa organik akan diekstraksi kembali ke fasa air dengan menggunakan Air bebas mineral (ABM), seperti ditunjukkan pada persamaan 2.3 : ^[5]



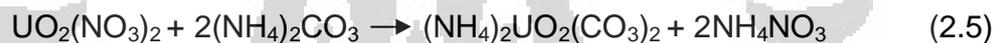
2.2. Proses pengendapan ADU

Senyawa uranium yang berada dalam bentuk larutan hasil dari pemurnian, kemudian dikonversi ke bentuk padatan dengan cara pengendapan. Proses pengendapan uranium dapat dilakukan dengan beberapa cara, yaitu :

1. Uranium diendapkan sebagai ammonium diuranat (ADU) dengan pereaksi ammonium hidroksida (NH_4OH). Reaksi pengendapannya ditunjukkan pada persamaan 2.4:



2. Uranium diendapkan sebagai ammonium uranil karbonat (AUC) dengan pereaksi ammonium karbonat ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$). Reaksi pengendapannya ditunjukkan pada persamaan 2.5:



3. Uranium diendapkan sebagai uranium peroksida (UO_4) dengan pereaksi larutan (H_2O_2). Reaksi pengendapannya ditunjukkan pada persamaan 2.6:



4. Uranium diendapkan sebagai uranil nitrat heksahidrat (UNH) dengan cara penguapan.

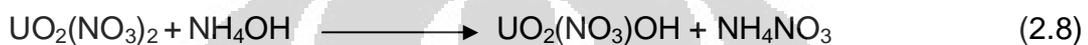
Proses yang biasa dipilih untuk memperoleh uranium dioksida (UO_2) yang mampu sinter (*sinterable*) adalah dengan cara pengendapan uranium

sebagai ADU. Tahapan reaksi yang terjadi pada proses pengendapan uranium dengan NH_4OH adalah sebagai berikut :

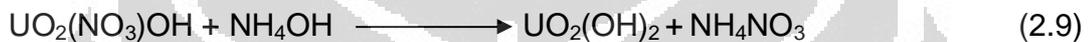
Penetralkan asam bebas, ditunjukkan pada persamaan 2.7:



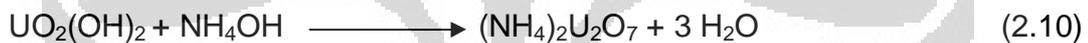
Pembentukan larutan uranil nitrat hidroksida, ditunjukkan pada persamaan 2.8:



Pengendapan uranil hidroksida, ditunjukkan pada persamaan 2.9:



Pembentukan ammonium diuranat, ditunjukkan pada persamaan 2.10:



Dalam proses pengendapan terdapat beberapa hal yang dapat mempengaruhi kualitas endapan, antara lain : pH, suhu reaksi, dan waktu kontak. ^[4]

Derajat keasaman atau pH merupakan faktor yang sangat besar pengaruhnya dalam pengendapan. pH berpengaruh terhadap efisiensi pengendapan serta sifat-sifat endapannya. ADU yang diendapkan pada pH rendah, akan menghasilkan aglomerat yang lebih besar sehingga lebih cepat mengendap dan lebih mudah untuk disaring tetapi reaksi pengendapannya kurang sempurna sedangkan bila ADU diendapkan pada pH yang lebih tinggi, maka aglomeratnya lebih halus sehingga waktu pengendapannya lebih lama dan lebih sulit untuk disaring tetapi reaksi pengendapannya lebih sempurna. ^[4]

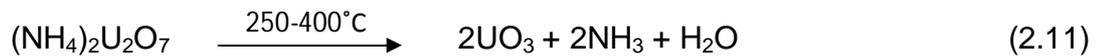
Suhu reaksi berpengaruh terhadap kecepatan reaksinya dimana semakin tinggi suhu reaksi, maka kecepatan reaksi akan semakin cepat. Akan tetapi suhu reaksi hanya terbatas hingga titik didih amonia yang digunakan sebagai pereaksi. Disamping itu, suhu reaksi juga berpengaruh terhadap kualitas pengendapan. Pada suhu yang rendah biasanya akan diperoleh endapan yang sulit disaring, umumnya suhu reaksi dibuat sekitar 70 °C. ^[4]

Waktu kontak atau waktu tinggal dalam reaktor berpengaruh terhadap jumlah endapan yang dihasilkannya. Semakin lama waktu tinggalnya dalam reaktor maka zat-zat yang beraksi akan semakin banyak sehingga endapan yang terjadi juga akan semakin banyak, tetapi setelah konversi reaksi yang maksimum, maka penambahan waktu tinggal dalam reaktor sudah tidak berarti lagi. ^[4]

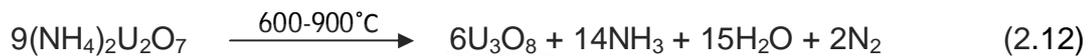
2.3. Kalsinasi ADU

Untuk memperoleh U_3O_8 , ADU harus di dekomposisi thermal (kalsinasi) pada suhu yang tinggi agar semua air dan amonia keluar dan terbentuk oksida-oksida uranium baik itu uranium trioksida ataupun triuranium oksida. ^[5,7]

Dekomposisi ADU dipengaruhi oleh suhu untuk membentuk uranium oksida. Jika dipanaskan pada suhu antara 250-400 °C maka dihasilkan uranium trioksida (UO_3), ditunjukkan pada persamaan 2.11:



Sedangkan bila suhu pemanasan antara 600-900°C akan dihasilkan triuranium oktosida (U_3O_8), ditunjukkan pada persamaan 2.12:

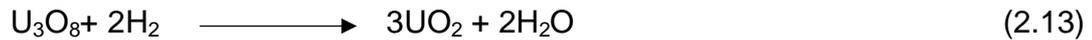


Faktor-faktor yang berpengaruh terhadap sifat-sifat fisis serbuk hasil kalsinasi antara lain adalah suhu dan waktu kalsinasi. Suhu sangat berpengaruh terhadap kecepatan reaksi dekomposisi serta mempengaruhi kualitas serbuk. Semakin tinggi suhu, maka kecepatan dekomposisi semakin tinggi, namun bila suhu terlalu tinggi yaitu melebihi 1000°C, maka sebagian dari serbuk akan menjadi keramik sehingga menyulitkan proses berikutnya. [5,7]

Waktu kalsinasi berkaitan dengan waktu kontak dengan oksigen untuk membentuk U_3O_8 , semakin lama waktu kalsinasi maka kesempatan kontak dengan oksigen lebih besar dibandingkan waktu kalsinasi yang lebih singkat. Waktu kalsinasi biasanya dilakukan selama 2 hingga 4 jam. [5,7]

2.4. Reduksi U_3O_8 menjadi UO_2

Dari hasil kalsinasi diperoleh serbuk U_3O_8 , selanjutnya serbuk tersebut di reduksi dengan cara mereaksikan serbuk U_3O_8 dengan gas hidrogen (H_2) suhu sekitar 600 – 800 °C. Reaksi reduksi ditunjukkan pada persamaan 2.13:



Faktor-faktor yang berpengaruh terhadap kualitas hasil serbuk (serbuk UO_2) antara lain: suhu dan waktu reduksi. ^[4,5,7]

Suhu reduksi sangat berkaitan dengan waktu reduksi. Bila suhu reduksi semakin tinggi waktu maka waktu reduksi yang diperlukan semakin singkat dan begitu pula sebaliknya. Selain itu, bila suhu reduksi semakin tinggi, maka ukuran partikel serbuk akan semakin besar karena sebagian dari butiran-butiran UO_2 kemungkinan tersinter kemudian bersama-sama membentuk butiran yang lebih besar. Bahkan pada ketinggian suhu tertentu akan membentuk butiran tunggal. ^[4,5,7]

Ukuran partikel serbuk U_3O_8 akan berpengaruh terhadap kecepatan reaksinya. Semakin kecil ukuran partikel serbuk akan memberikan bidang kontak antar partikel semakin besar sehingga kecepatan reaksi akan semakin tinggi. ^[4,5,7]

Suhu pengambilan serbuk UO_2 dari *furnace* akan berpengaruh terhadap tingkat oksidasi serbuk UO_2 dengan udara sehingga akan berpengaruh juga terhadap sifat-sifat fisis lainnya. ^[4,5,7]

2.5. Karakterisasi serbuk UO_2

Karakterisasi serbuk hasil reduksi diperiksa menggunakan :

1. Analisis Perbandingan Oksigen/Uranium (O/U)

Perbandingan O/U merupakan salah satu uji dari pelet atau serbuk uranium oksida pada analisis kendali kualitas menggunakan metode gravimetri. Metode gravimetri adalah suatu metode analisis yang berdasarkan pada prinsip penimbangan. Metode gravimetri digunakan pada beberapa bidang diantaranya untuk mengetahui suatu spesies senyawa dan kandungan unsur tertentu atau molekul dari suatu senyawa murni yang diketahui berdasarkan pada perubahan berat atau melihat adanya perubahan senyawa yang terjadi selama pemanasan dari UO_2 menjadi U_3O_8 . Perbandingan O/U merupakan perbandingan antara oksigen dan uranium yang terkandung dalam pelet atau serbuk, yang dapat diperoleh dari %U dan dicari dengan metode gravimetri atau dengan koreksi pada Tabel. ^[2]

Dengan rumus:

$$\text{Massa U dalam } U_3O_8 = \frac{3 \times MA U_{238}}{MM U_3O_8} \times \text{Massa } U_3O_8 \quad (2.14)$$

$$\% U = \frac{\text{Massa U}}{\text{Massa } UO_2} \times 100\% \quad (2.15)$$

$$\text{Massa O} = \text{Massa } UO_2 - \text{Massa U} \quad (2.16)$$

$$\frac{O}{U} = \frac{\frac{\text{Massa O}}{MA O}}{\frac{\text{Massa U}}{MA U}} \quad (2.17)$$

Keterangan:

MA U-238 = massa uranium sebesar 238

$MM U_3O_8 =$ massa molekul U_3O_8 sebesar 842

Massa $U_3O_8 =$ massa sampel (UO_2) setelah oksidasi.

$MA O =$ massa atom oksigen sebesar 16

$MA U =$ massa atom Uranium yang sebesar 238.

2. Analisis menggunakan difraksi sinar X

Serbuk uranium oksida yang diperoleh diidentifikasi fasanya menggunakan metode difraksi sinar X. Dengan mengetahui data nilai d , sudut (2θ) dan intensitasnya maka senyawa dan struktur kristal dari sampel dapat diketahui dengan membandingkan data tersebut dengan data *joint committee on powder diffraction standards* (JCPDF).^[2,8]

3. Analisis dengan *scanning electron microscopy* (SEM)

SEM digunakan untuk mengamati morfologi dari suatu bahan, sehingga dapat memberikan informasi mengenai struktur mikro permukaan sampel dan morfologi serbuk uranium oksida. Prinsipnya adalah sifat gelombang dari elektron yang dapat terdifraksi pada sudut yang sangat kecil. Elektron dapat dihamburkan oleh sampel yang bermuatan (karena sifat listriknya). Untuk itu pada pengukuran SEM, sampel haruslah merupakan zat yang dapat menghantarkan arus listrik seperti halnya logam, karena serbuk uranium oksida tidak dapat menghantarkan listrik, maka sebelum di analisis terlebih dahulu dilapisi logam. Logam emas lebih disukai karena emas merupakan logam inert dan bersifat konduktif.^[2,9]

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan gelas, pipet *apendorf*, pipet ukur, kertas saring *whatman*, penyaring *buchner*, oven, corong pemisah, *hot plate*, *stirer*, pH meter, reaktor pengendapan, termometer, titroprocessor.

3.1.2 Bahan

HNO₃, NH₄OH, Tri Butil Fosfat (TBP), kerosin, *yellow cake*, dan aquades.

3.2. Prosedur Kerja

3.2.1. Penyiapan serbuk awal

Serbuk *yellow cake* dikarakterisasi menggunakan metode titrimetri untuk mengetahui kadar uranium yang terkandung dalam *yellow cake* limbah pupuk fosfat.

3.2.2. Pelarutan uranium

Sejumlah *yellow cake* dilarutkan dengan HNO_3 4 N yang bertujuan untuk melarutkan uranium. Larutan uranium tersebut dibuat dengan konsentrasi 300 g /L. Pelarutan dilakukan dengan pengadukan 1000 rpm dan pemanasan pada suhu 90 °C selama dua hingga tiga jam. Kemudian larutan disaring menggunakan penyaring buchner untuk memisahkan uranium terlarut dengan pengotor-pengotor yang tidak larut dalam HNO_3 . Efisiensi pelarutan ditentukan dengan persamaan 3.1 :

$$\frac{\text{Kadar UN terlarut}}{300 \text{ g/L}} \times \text{FP} \times 100\% \quad (3.1)$$

Keterangan :

FP = faktor pengenceran

3.2.3. Pemurnian uranium

Larutan UN dimurnikan dengan menggunakan metode ekstraksi cair-cair menggunakan pelarut TBP - Kerosin dengan perbandingan 3:7 dimana hasil ekstraksi akan didapatkan fasa air dan fasa organik, keduanya kemudian di analisis kandungan uraniumnya menggunakan metode titrimetri. Fasa organik hasil ekstraksi kemudian direkstraksi menggunakan HNO_3 0,5 N lalu dicuci menggunakan air bebas mineral (ABM). Larutan uranium yang dihasilkan adalah larutan uranil nitrat $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$. Larutan ini akan menjadi umpan pengendapan sehingga harus dicek terlebih dahulu unsur –

unsur pengotor yang memiliki tampang lintang terhadap neutron, dan membandingkan hasilnya dengan kadar maksimum unsur pengotor dalam UO_2 yang ditunjukkan Tabel 1 pada bab sebelumnya.

3.2.4. Pengendapan ADU

Pada proses pengendapan ADU ini dilakukan variasi terhadap suhu, waktu dan pH reaksi. Suhu reaksi divariasi pada 65, 70, 75 °C, waktu kontak divariasi pada 15, 30, 45 menit, dan pH reaksi divariasi pada pH 6, 7, 8. Sedangkan kondisi yang dibuat tetap adalah kecepatan pengadukan yaitu 560 rpm, konsentrasi NH_4OH yaitu 25 %, dan konsentrasi umpan (FA hasil re-ekstraksi) yaitu 70,01 g/L U.

3.2.5. Kalsinasi ADU menjadi U_3O_8

Serbuk ADU yang dihasilkan kemudian di kalsinasi pada suhu 600 °C selama empat jam. Secara visual serbuk U_3O_8 ditandai dengan warna serbuknya yaitu hitam kehijauan.

3.2.6. Reduksi U_3O_8 menjadi UO_2

Serbuk U_3O_8 yang dihasilkan, di reduksi pada suhu 800 °C dengan gas hidrogen (H_2) sebagai reduktor. Secara visual serbuk UO_2 ditandai dengan warna serbuknya yaitu hitam kecokelatan.

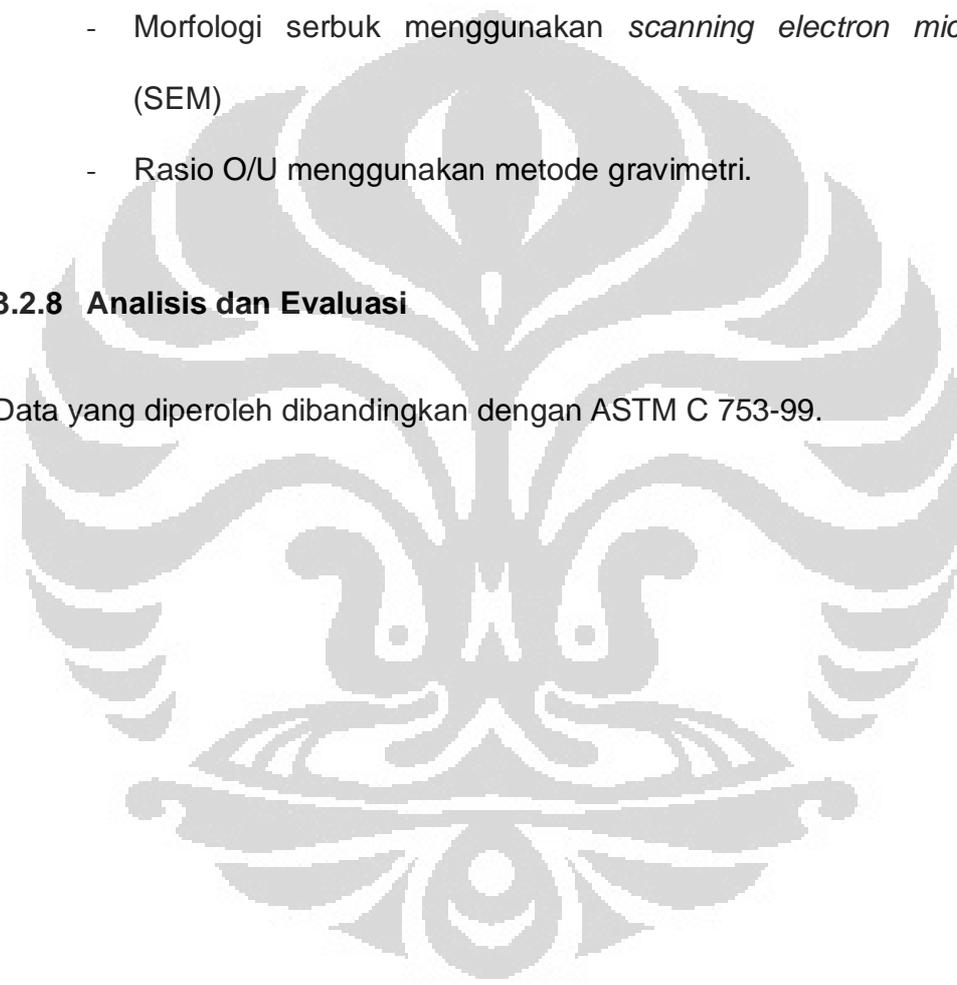
3.2.7. Karakterisasi serbuk UO_2

Serbuk hasil reduksi tersebut kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui :

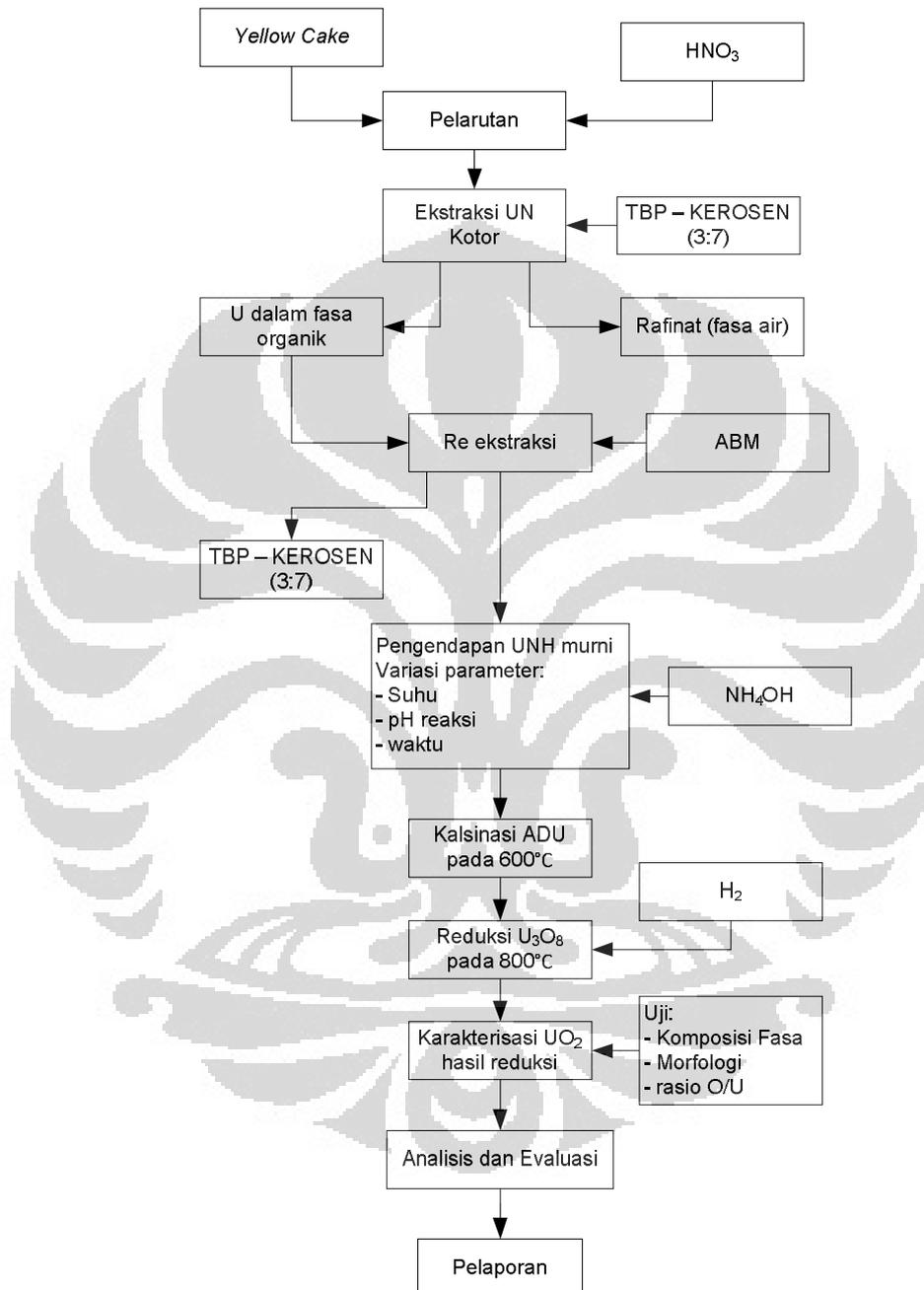
- Komposisi fasa menggunakan metode difraksi sinar X
- Morfologi serbuk menggunakan *scanning electron microscope* (SEM)
- Rasio O/U menggunakan metode gravimetri.

3.2.8 Analisis dan Evaluasi

Data yang diperoleh dibandingkan dengan ASTM C 753-99.



3.3 Alur Prosedur Kerja



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pemungutan uranium dalam *yellow cake*

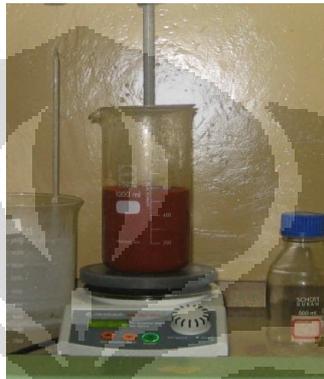
Pemungutan uranium dari *Yellow cake* limbah pabrik pupuk fosfat ini dapat efektif dilakukan dalam hal pemanfaatan kembali uranium yang terkandung di dalamnya, dikarenakan *yellow cake* ini mengandung kadar uranium yang relatif besar yaitu 54,52 g/L, sehingga uranium yang terpungut ini memiliki potensi besar dalam membantu industri nuklir yaitu sebagai bahan baku bahan bakar reaktor nuklir baik skala penelitian maupun industri yang dilakukan di PTBN (Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN).

Yellow cake biasanya berwarna kuning, namun *yellow cake* limbah fosfat ini berwarna kemerahan seperti pada Gambar 4.1, hal ini dikarenakan *yellow cake* ini mengandung unsur-unsur lain yaitu sekitar 45 %.



Gambar 4.1. *Yellow cake* limbah fosfat

Proses pelarutan dilakukan pada suhu 200 °C dan pengadukan 1000 rpm, seperti pada Gambar 4.2. Dan proses ini dilakukan sebanyak dua kali dengan kadar 300 g/L, *yellow cake* yang ditimbang sebanyak 275,02 g dan 275,025 g dilarutkan dengan HNO₃ 4 N sebanyak 500 mL.



Gambar 4.2. Proses pelarutan

Kedua proses pelarutan tersebut dilakukan dengan waktu yang bervariasi dan menghasilkan efisiensi pelarutan yang berbeda, seperti ditunjukkan pada Tabel 4.1 berikut :

Tabel 4.1. Pengaruh waktu terhadap efisiensi pelarutan

Waktu (menit)	Efisiensi pelarutan (%)
120	90,24
180	78,75

Hal ini dikarenakan dengan bertambahnya waktu pelarutan menyebabkan uranium mengendap kembali, di dukung pula dengan

pengamatan visual. Endapan hasil penyaringan dengan waktu 120 menit menghasilkan endapan lebih sedikit dan lebih halus, sedangkan dengan waktu 180 menit menghasilkan jumlah endapan lebih banyak dan lebih kasar.

4.2 Ekstraksi uranium

Proses ekstraksi dilakukan dalam kolom ekstraksi, dalam kolom tersebut diperoleh dua lapisan yaitu larutan UN-TBP (fasa organik) dibagian bawah dan rafinat (fasa air) di bagian atas. Senyawa uranium dari fasa air terikat secara selektif dalam pelarut ke dalam fasa organik sedangkan pengotor-pengotornya tetap berada dalam fasa air seperti pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Proses ekstraksi

Perbandingan antara TBP-kerosin dan umpan adalah 1:1, yaitu masing-masing sebanyak 250 ml, dengan kecepatan pengadukan 1000 rpm dan suhu 90 °C. Pada awal proses ekstraksi, waktu pengadukan dibuat beragam yaitu selama 30, 60 dan 120 menit, masing – masing memberikan efisiensi yang berbeda, seperti ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Pengaruh waktu kontak terhadap efisiensi ekstraksi

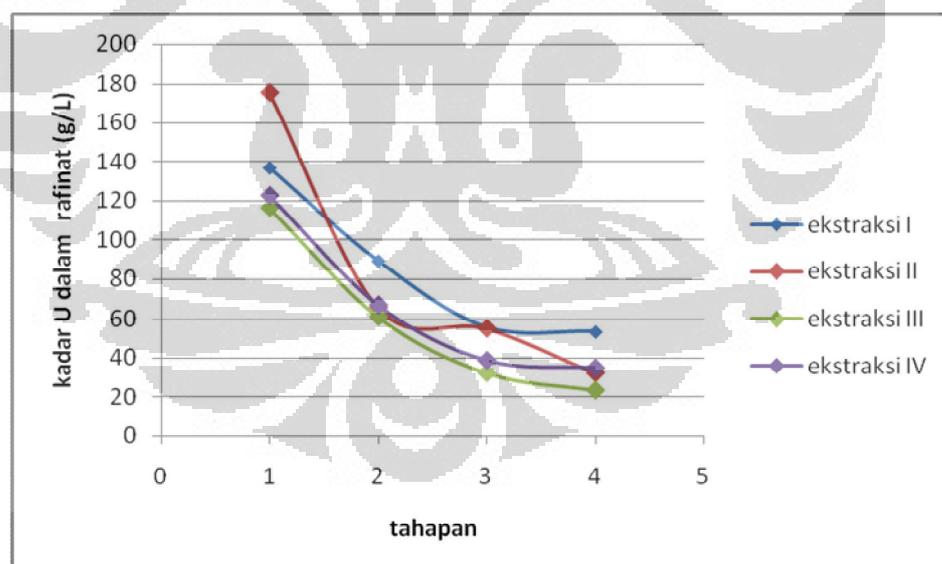
Waktu (menit)	Efisiensi ekstraksi (%)
30	47,43
60	34,78
20	37,50

Hal tersebut dikarenakan pada waktu 30 menit, reaksi telah mencapai kesetimbangan, sehingga dengan bertambahnya waktu maka reaksi akan bergeser ke arah sebaliknya,^[10,11] sehingga efisiensi ekstraksi menurun pada waktu reaksi lebih dari 30 menit. Berdasarkan data tersebut, maka proses ekstraksi selanjutnya dilakukan dengan waktu setengah jam.

Perbandingan TBP : kerosin yang digunakan adalah 3 : 7 dimana kadar TBP lebih rendah dari kerosin, hal ini bertujuan untuk mencegah lamanya waktu pengendapan dan menghindari timbulnya emulsi yang

berlebihan dan membuat sulitnya pemisahan antara fasa air dan fasa organik selama pemisahan. [10,11]

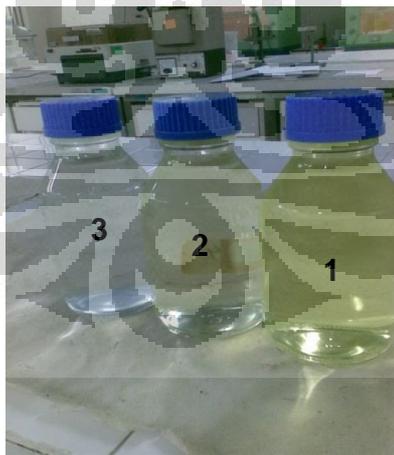
Rafinat merupakan kumpulan pengotor yang masih mengandung uranium, sehingga rafinat harus diekstraksi kembali, proses ekstraksi rafinat ini dilakukan sebanyak 3 tahap sehingga proses ekstraksi dalam satu kali umpan yaitu 250 mL, setiap rafinat diekstraksi kembali sebanyak 4 kali pengulangan. Sehingga efisiensi ekstraksi yang dihasilkan cukup baik, yaitu sekitar 80-90 %. Data hasil ekstraksi yang dilakukan sebanyak 4 kali ditunjukkan pada Lampiran 1, dari data tersebut terlihat bahwa kadar uranium dalam rafinat menurun dengan bertambahnya jumlah tahapan ekstraksi, seperti ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4. Pengaruh pengulangan ekstraksi terhadap kadar rafinat

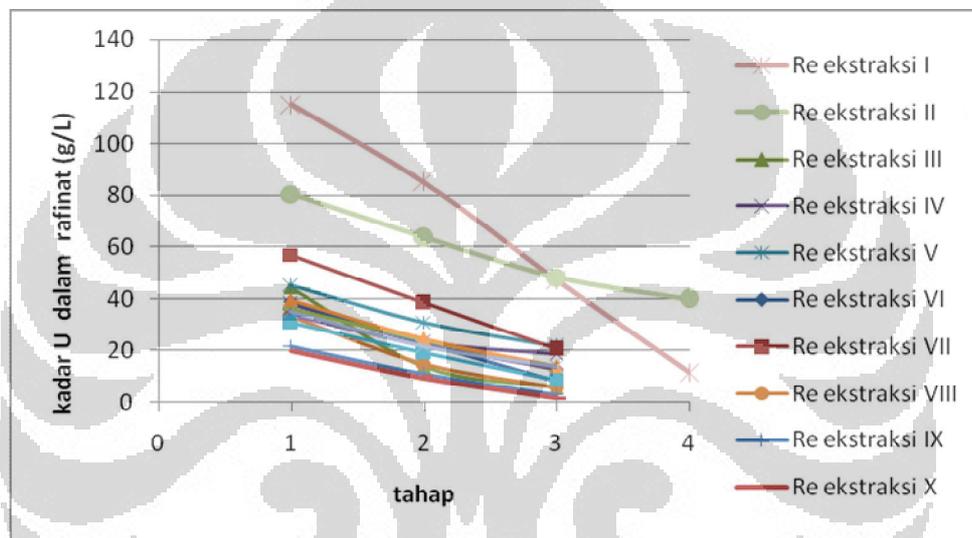
4.3. Re-ekstraksi

Umpan re-ekstraksi berasal dari fasa organik (FO) hasil ekstraksi, dalam kolom re-ekstraksi /stripping, uranium yang berada dalam fasa organik dikembalikan lagi ke fasa air. Fasa air yang digunakan untuk proses re-ekstraksi pada awal proses re-ekstraksi adalah HNO_3 0,5 N namun dari data hasil percobaan yang dilakukan selama empat tahap dihasilkan efisiensi re-ekstraksi yang kurang baik, hal itu ditunjukkan pula dengan warna fasa organik sebagai rafinat re-ekstraksi tidak jernih atau berwarna kekuningan. Proses re-ekstraksi selanjutnya menggunakan ABM pada temperatur 60 °C sampai dengan 70 °C dengan perbandingan 2 : 1, yaitu 500 mL ABM : 250 mL umpan, proses ini menghasilkan efisiensi re-ekstraksi yang lebih baik walau hanya dilakukan sebanyak tiga tahap, hal tersebut ditunjukkan dengan warna fasa organik (rafinat) berwarna jernih seperti pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Fasa organik tahap 1 s/d tahap 3

Efisiensi re-ekstraksi ditentukan dengan membandingkan konsentrasi uranium dari yang terekstrak dengan umpan. Dari data hasil re-ekstraksi pada Lampiran 2, terlihat bahwa kadar uranium dalam rafinat menurun dengan bertambahnya jumlah tahapan re-ekstraksi, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Pengaruh pengulangan re-ekstraksi terhadap kadar rafinat

4.4. Penentuan kadar pengotor

UN dari hasil pelarutan dan UNH dari fasa air hasil re-ekstraksi dianalisa kadar pengotor yang terkandung di dalamnya, unsur-unsur pengotor yang dianalisa adalah unsur-unsur yang memiliki tampang lintang terhadap neutron.

Hal ini perlu diperhatikan karena adanya pengotor dapat mengurangi efektifitas bahan bakar dalam reaktor, dimana unsur-unsur pengotor tersebut

mampu menyerap neutron, hal tersebut dapat mengurangi efisiensi dari kinerja bahan bakar dalam reaktor. [4]

Dari data hasil pengotor pada Tabel 4.3, menunjukkan kadar pengotor yang semakin menurun dari larutan hasil pelarutan *yellow cake* dibandingkan hasil re-ekstraksi. Kadar pengotor pada UN masih sangat besar jika dibandingkan dengan kadar maksimum pengotor uranium, sedangkan kadar semua unsur pengotor pada UNH telah memenuhi persyaratan derajat nuklir kecuali unsur kalsium, sehingga untuk menurunkan kadar kalsium yang tinggi perlu ada perlakuan tersendiri sebelum dilanjutkan proses pengendapan.

Tabel 4.3. Kadar pengotor dalam larutan UN (umpan pelarutan) dan UNH hasil re-ekstraksi.

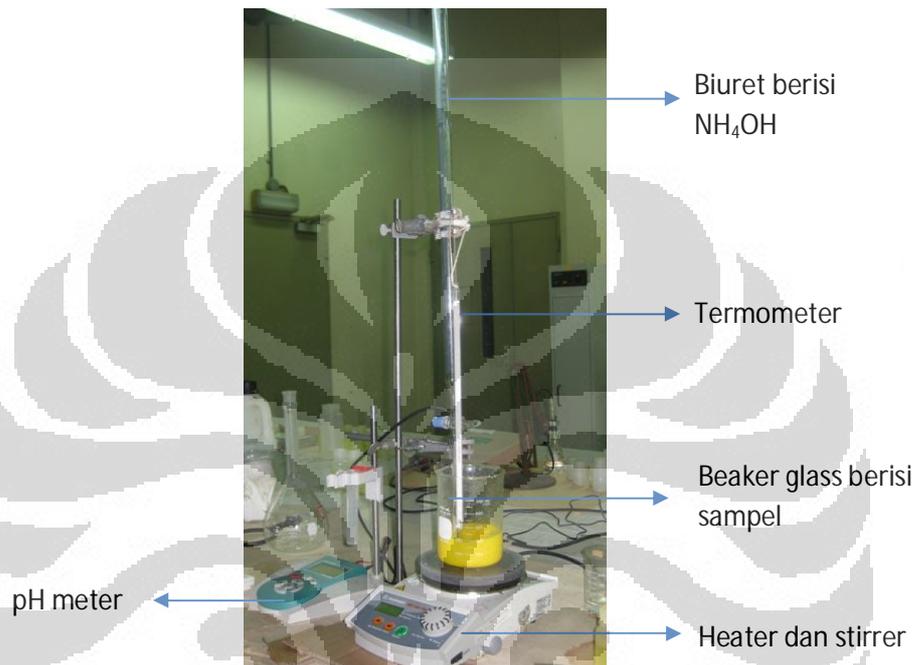
Unsur pengotor	Kadar awal (ppm)	Kadar akhir (ppm)	Kadar maksimum dalam ASTM C 753-99 (ppm)
Fe	658,1	11,215	< 40
Cd	0,262	tidak terdeteksi	< 0,1
B	7,18	tidak terdeteksi	< 0,1
Mo	149,67	tidak terdeteksi	< 2
Cr	0,8636	0,0909	< 5

Ni	2,943	tidak terdeteksi	< 6
Ca	969.70	175.26	< 2
Mn	2,746	0,196	< 9
Cu	1,537	0,2847	< 9
Si	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	< 30
Zn	697,7273	3,1818	< 10
Mg	6,092	0,817	< 10
Al	58,51	tidak terdeteksi	< 14

4.5. Pengendapan Ammonium diuranat (ADU)

Uranium diendapkan sebagai ammonium diuranat (ADU) dengan pereaksi ammonium hidroksida (NH_4OH). Kadar UNH yang digunakan sebagai umpan pengendapan adalah 70,01 g/L. Sehingga seluruh fasa air hasil re-ekstraksi dicampur dan dihomogenkan kemudian dipekatkan hingga mendapatkan konsentrasi yang diharapkan. Konsentrasi NH_4OH dibuat rendah yaitu 2 N untuk mencegah perubahan pH yang terlalu cepat pada saat proses pengendapan.

Proses pengendapan ADU dilakukan dalam reaktor pengendapan , seperti ditunjukkan pada Gambar 4.7, yang dilengkapi dengan pH meter, termometer, *heater* dan *stirrer*.



Gambar 4.7. Reaktor pengendapan ADU

Pada percobaan ini parameter yang divariasikan dalam proses pengendapan ini adalah pH, suhu, serta waktu pengendapan. Proses pengendapan merupakan suatu tahapan yang sangat memungkinkan untuk mengendalikan ukuran dan bentuk butirannya.

Pada awal proses pengendapan dilakukan pencarian suhu optimum terlebih dahulu, yaitu pada suhu 65 °C, 70 °C, dan 75 °C, kondisi pengendapan dibuat sama yaitu pada pH 7, waktu pengendapan 45 menit dan kecepatan pengadukan 560 rpm.

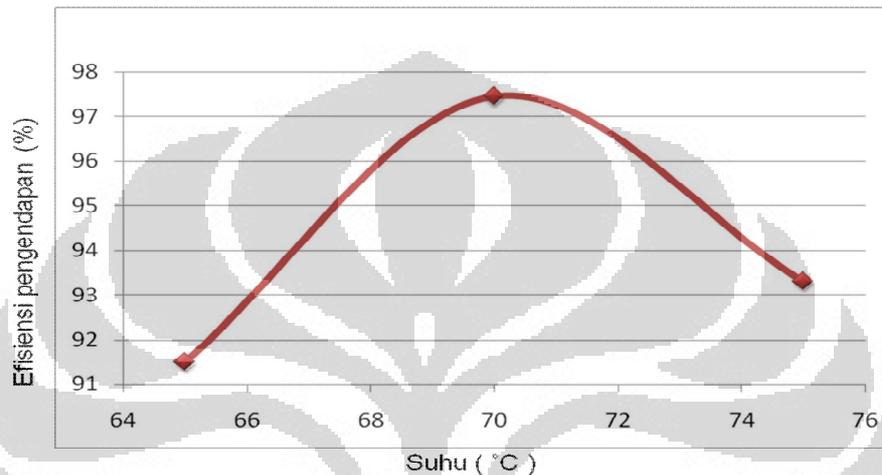
Suhu optimum ditentukan dari hasil efisiensi pengendapan yang paling baik seperti ditunjukkan pada Tabel 4.4, yaitu rafinat ADU yang memiliki kadar uranium paling kecil pada penentuan suhu optimum proses pengendapan.

Tabel 4.4 Variasi suhu pada proses pengendapan ADU

pH	T (°C)	t (menit)	Vol. NH ₄ OH (ml)	[U] awal (g/L)	[U] Akhir (g/L)	Efisiensi pengendapan (%)
7	65	45	38	70,01	5,95	91,50
7	70	45	39,6	70,01	1,785	97,45
7	75	45	77	70,01	4,685	93,31

Data tersebut menunjukkan suhu 70 °C merupakan suhu proses yang memiliki efisiensi pengendapan yang paling besar dibandingkan pada suhu 65 °C dan 75 °C. Pada suhu 65 °C suhu reaksi belum optimum, karena suhu reaksi berpengaruh terhadap kecepatan reaksinya dimana semakin tinggi suhu reaksi, maka kecepatan reaksi akan semakin cepat sehingga suhu 70 °C memiliki efisiensi pengendapan yang lebih baik dari suhu 65 °C. Namun pada 75 °C larutan amonia mudah terlepas dari larutannya, sehingga reaksi sudah tidak dapat dipercepat kembali dan menimbulkan

panas reaksi yang berlebihan, sehingga menyebabkan pH larutan mudah berubah atau tidak stabil, dikarenakan banyak ammonium yang menguap. Sehingga efisiensi pengendapan menurun dibandingkan pada suhu 70 °C. Perubahan efisiensi tersebut dapat dilihat dalam grafik pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8. Penentuan efisiensi pengendapan optimum pada variasi suhu.

Derajat keasaman atau pH merupakan faktor yang sangat besar pengaruhnya dalam pengendapan, pH berpengaruh terhadap efisiensi pengendapan serta sifat-sifat endapannya.^[4,5]

Proses pengendapan selanjutnya dilakukan pencarian pH dan waktu pengendapan optimum, yaitu pada pH 6, 7 dan 8, yang masing-masing dilakukan dengan variasi waktu 15, 30, 45 menit. Kecepatan pengadukan yaitu 560 rpm dan suhu pengendapan yaitu 70 °C mengacu pada suhu optimum hasil penelitian ini.

Kondisi pH dan waktu pengendapan optimum ditentukan dari hasil efisiensi pengendapan yang paling baik, yaitu rafinat ADU yang memiliki

kadar uranium paling kecil. ^[10,11] Penentuan pH dan waktu pengendapan optimum dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Penentuan pH dan waktu pengendapan optimum *

pH	t (menit)	Vol. NH₄OH (ml)	[U] Akhir (g/L)	Efisiensi pengendapan (%)
6	15	63,2	4,76	93,19
	30	57	5,95	91,50
	45	45,4	3,12	95,54
7	15	46,8	3,074	95,65
	30	47,6	2,033	97,096
	45	39,6	1,785	97,45
8	15	99,8	3,173	95,47
	30	88,2	2,082	97,025
	45	122,8	2,231	96,82

(* kondisi suhu = 70°C dan konsentrasi U awal = 70,01 g/L)

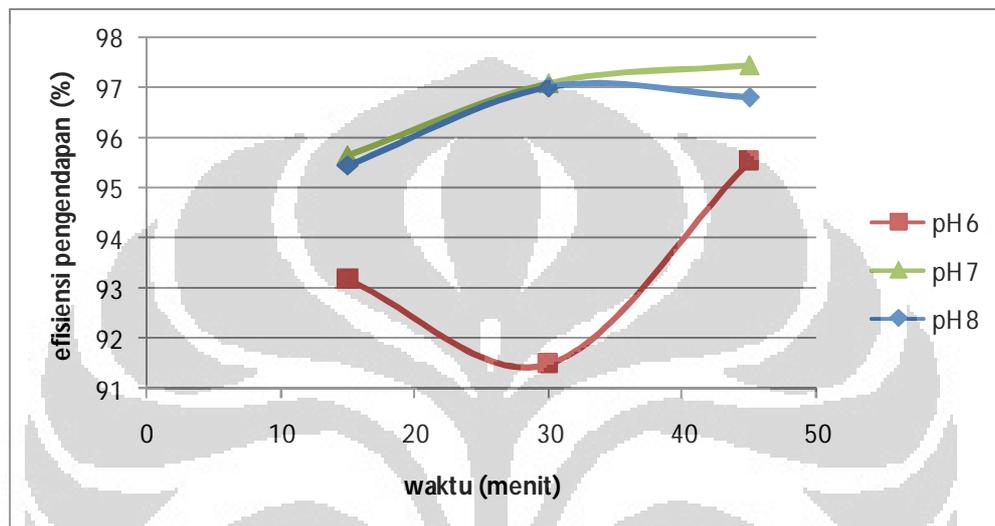
Data tersebut menunjukkan efisiensi yang paling baik berada pada pH 7. Hal tersebut dikarenakan ADU yang diendapkan pada pH rendah, akan menghasilkan aglomerat yang lebih besar sehingga lebih cepat mengendap dan lebih mudah untuk disaring, tetapi reaksi pengendapannya kurang sempurna. Sedangkan bila ADU diendapkan pada pH yang lebih tinggi, maka aglomeratnya lebih halus sehingga waktu pengendapannya lebih lama dan lebih sulit untuk disaring tetapi reaksi pengendapannya lebih sempurna. Namun reaksi pengendapan tidak optimal lagi setelah melewati pH optimum. Hal itu yang menyebabkan efisiensi menurun pada pH 8, karena pH optimum telah terlewati.

Pada data di atas efisiensi terbaik dihasilkan pada pH 7 dan waktu pengendapan 45 menit, hal tersebut dikarenakan waktu kontak atau waktu tinggal dalam reaktor berpengaruh terhadap jumlah endapan yang dihasilkannya. Semakin lama waktu tinggalnya dalam reaktor maka zat-zat yang beraksi akan semakin banyak pula sehingga endapan yang terjadi juga akan semakin banyak, tetapi setelah konversi reaksi yang maksimum, maka penambahan waktu tinggal dalam reaktor sudah tidak berarti lagi.

Kecepatan pengadukan juga berpengaruh terhadap ukuran butir endapan. Pada proses pengendapan, kecepatan pengadukan dibuat tetap yaitu 560 rpm. Pengadukan yang tinggi akan dihasilkan butir-butir yang kecil dan sebaliknya pada pengadukan yang rendah akan dihasilkan endapan yang agak besar ukurannya. Apabila kecepatan pengadukan terlalu rendah

maka akan dihasilkan endapan yang bersifat gelatin. Oleh karena itu kecepatan pengadukan harus lebih besar 500 rpm .

Perbandingan efisiensi dari masing-masing pH, dapat ditunjukkan dalam Gambar 4.9.



Gambar 4.9. Penentuan efisiensi pengendapan optimum dengan variasi pH dan waktu kontak.

Dari hasil pengendapan diperoleh endapan ADU berwarna kuning, ^[1,2] seperti pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 : Serbuk ADU

4.6. Kalsinasi ADU menjadi U_3O_8

Proses kalsinasi dilakukan selama empat jam pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ menggunakan tungku, waktu untuk menaikkan suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ diatur selama satu jam, dengan kenaikan suhu permenit $10\text{ }^\circ\text{C}$. ADU yang berwarna kuning berubah menjadi U_3O_8 berwarna hijau kehitaman, ^[1,2] seperti ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 : Serbuk U_3O_8

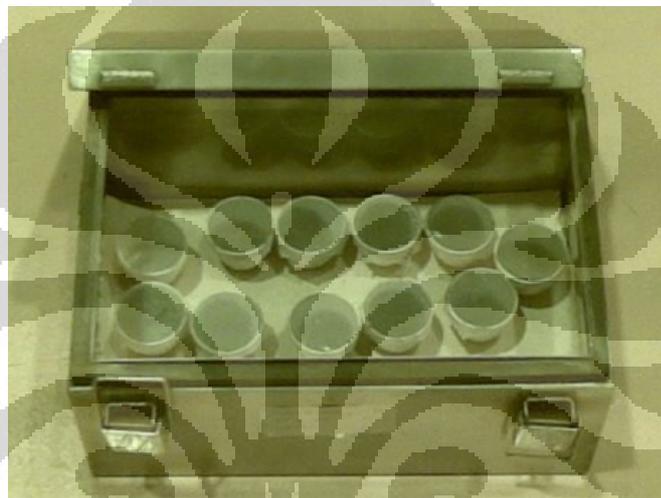
Warna hijau kehitaman pada serbuk telah homogen di semua bagian serbuk, dengan persentase pembentukan serbuk U_3O_8 dari serbuk ADU ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 : Persentase pembentukan serbuk U_3O_8 hasil kalsinasi.

Sampel	ADU (g)	U_3O_8 (g)	Persentase pembentukan serbuk U_3O_8 (%)
I	12,664	10,9555	86,51242
II	12,114	11,2716	93,04453
III	13,778	11,9879	87,00629
IV	14,316	12,3807	86,48216
V	14,826	12,1272	81,79574
VI	13,337	11,6212	87,13634
VII	13,337	11,649	87,34676
VIII	13,821	12,0631	87,28095
IX	12,114	11,2716	93,04453
X	13,497	11,7774	87,26068
XI	13,341	11,6659	87,44659
XII	13,774	12,0698	87,62487

4.7. Reduksi U_3O_8 menjadi UO_2

Serbuk U_3O_8 yang dihasilkan, di reduksi untuk membentuk serbuk UO_2 pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ dengan gas hidrogen (H_2) sebagai reduktor. Secara visual serbuk UO_2 ditandai dengan warna serbuknya yaitu hitam kecokelatan ^[12] seperti ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12. Serbuk UO_2

Warna hitam kecokelatan pada serbuk telah homogen di semua bagian serbuk, dengan persentase pembentukan serbuk UO_2 dari serbuk U_3O_8 ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel. 4.7 : Persentase pembentukan serbuk.UO₂ hasil reduksi.

Sampel	U ₃ O ₈ (g)	UO ₂ (g)	Persentase pembentukan serbuk UO ₂ (%)
I	10,9555	10,5354	96,1654
II	11,2716	10,8407	96,17712
III	11,9879	11,2247	93,63358
IV	12,3807	11,8999	96,11654
V	12,1272	11,6794	96,30747
VI	11,6212	11,0496	95,0814
VII	11,649	11,2056	96,19366
VIII	12,0631	11,5999	96,16019
IX	11,2716	10,8407	96,17712
X	11,7774	10,9509	92,98232
XI	11,6659	11,0318	94,5645
XII	12,0698	11,8615	98,27421

4.8. Karakterisasi serbuk UO_2

Penentuan rasio O/U merupakan salah satu cara identifikasi serbuk uranium oksida, dimana nilai rasio O/U dari UO_2 adalah ± 2 , dan nilai rasio O/U dari U_3O_8 adalah $\pm 2,67$. [2,5,7]

Hasil penentuan rasio O/U dari semua sampel serbuk uranium oksida hasil reduksi menunjukkan nilai sekitar 2, seperti ditunjukkan pada Tabel 4.8 dan 4.9. Sehingga sampel serbuk uranium oksida hasil reduksi merupakan serbuk UO_2 . Hal ini didukung pula dengan data XRD pada lampiran 3.

Tabel 4.8. Penentuan O/U rasio dari serbuk uranium oksida hasil reduksi pada variasi suhu.

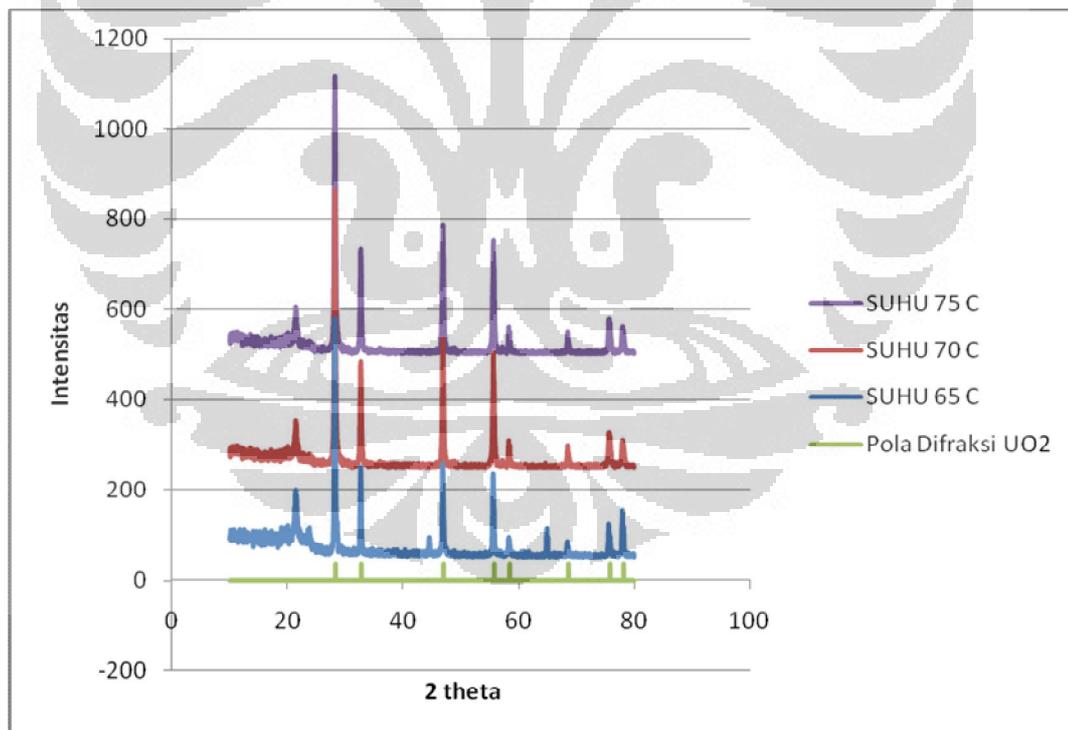
pH	t (menit)	T (°C)	O/U
7	45	65	2,1741
		70	2,1397
		75	2,1158

Tabel 4.9. Penentuan O/U rasio dari serbuk uranium oksida hasil reduksi pada variasi pH dan waktu kontak.

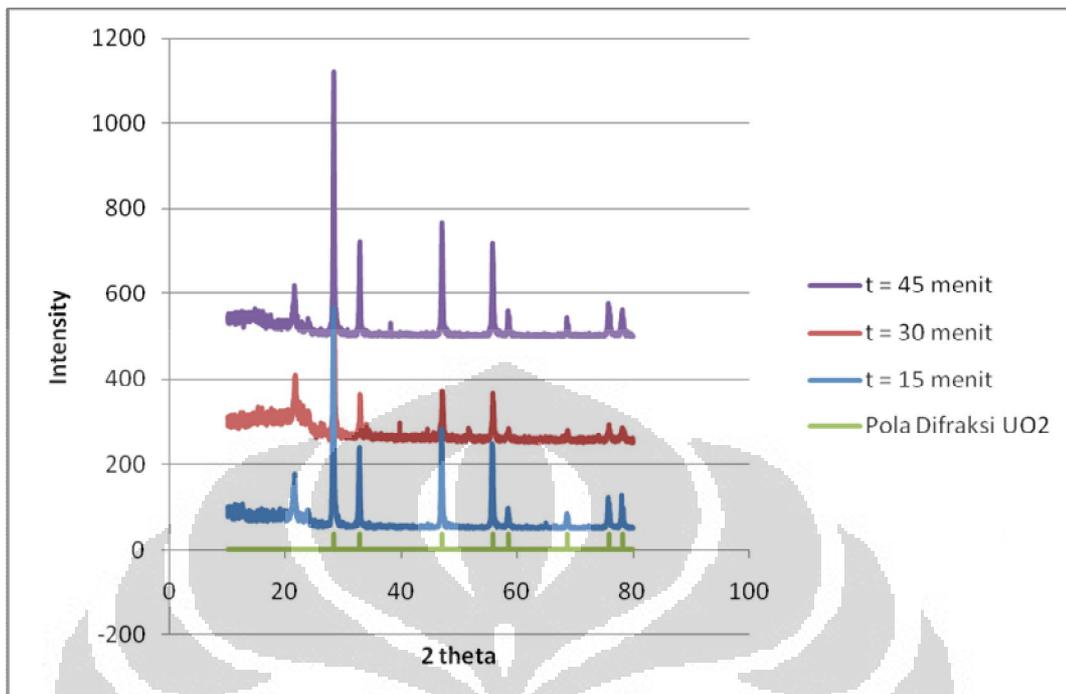
pH	T (°C)	t (menit)	O/U
6	70	15	2,0997
		30	2,1017
		45	2,1972
7	70	15	2,1397
		30	2,1722
		45	2,0998
8	70	15	2,1434
		30	2,1276
		45	2,1444

Dari data XRD pada Lampiran 3, semua sampel serbuk yang telah dioksidasi dapat diidentifikasi apakah senyawa dihasilkan merupakan senyawa UO_2 sesuai dengan yang diharapkan menggunakan *search and match database ICDD-PDF-2*.^[8,13]

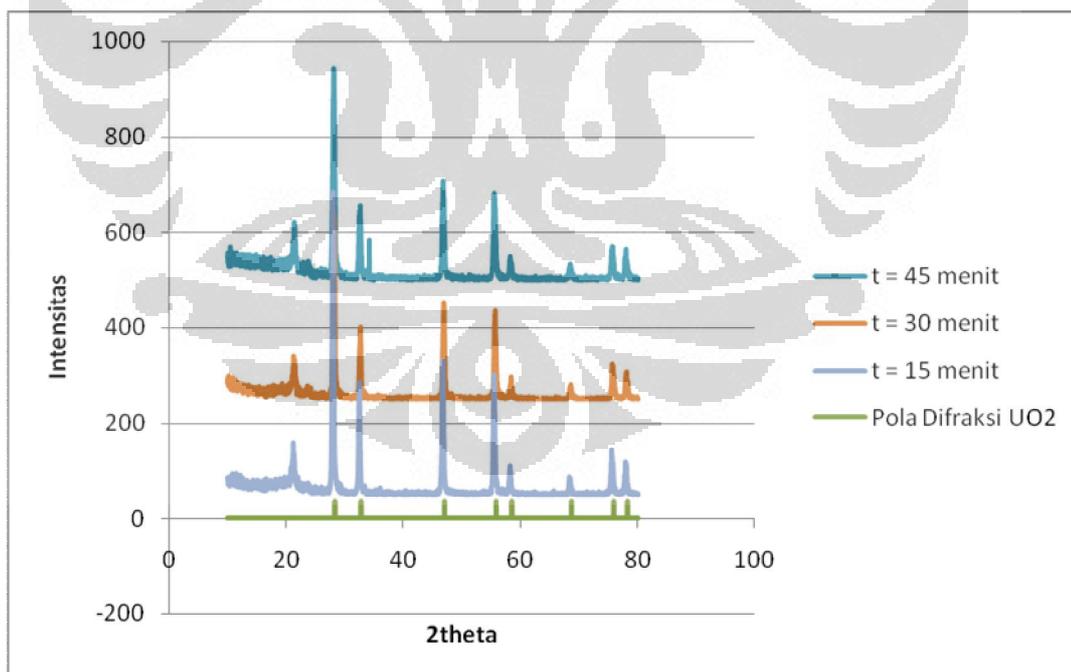
Dari Gambar 4.13 sampai dengan 4.16 diketahui bahwa spektra yang muncul dari semua sampel menunjukkan bahwa serbuk yang dihasilkan adalah UO_2 , hal ini sesuai dengan pola difraksi UO_2 . Selain itu ada pula beberapa spektra lain yang tergolong minor, spektra tersebut diperkirakan merupakan puncak dari pola difraksi U_3O_8 dan UO_3 seperti ditunjukkan pada Lampiran 3. Adanya puncak tersebut diperkirakan karena proses reduksi tidak berjalan dengan sempurna, selain itu diperkirakan pula adanya kontaminasi udara, karena diketahui UO_2 itu memiliki sifat higroskopis sehingga membentuk U_3O_8 .^[5]



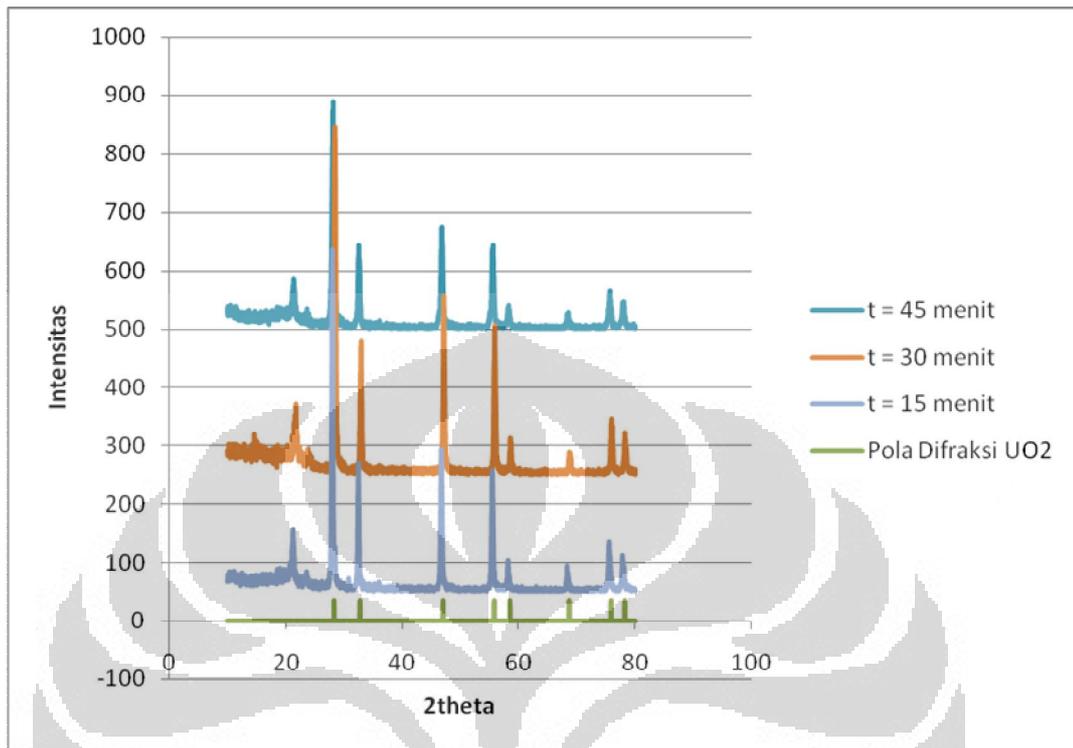
Gambar 4.13. Pola difraksi sampel dengan variasi suhu



Gambar 4.14. Pola difraksi sampel pada pH 6 dengan variasi waktu kontak



Gambar 4.15. Pola difraksi sampel pada pH 7 dengan variasi waktu kontak



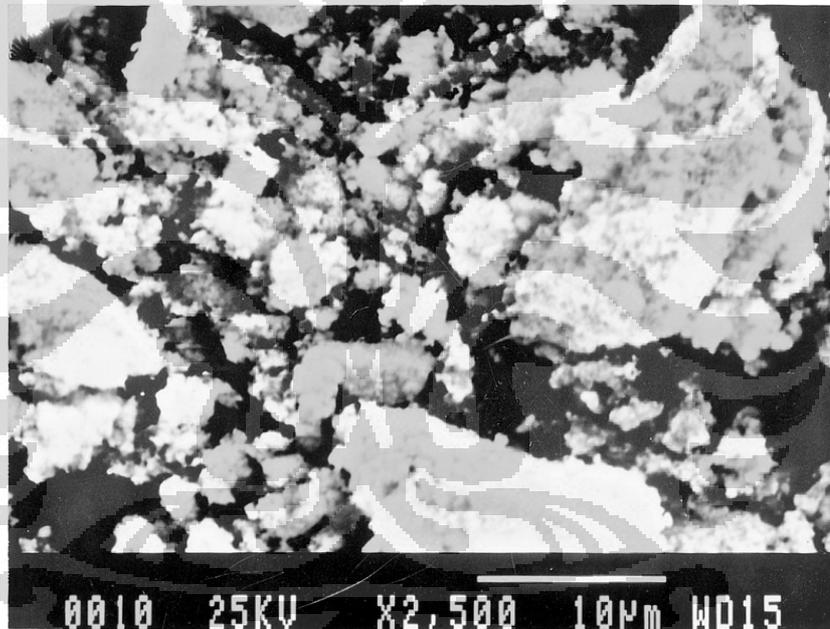
Gambar 4.16. Pola difraksi sampel pada pH 8 dengan variasi waktu kontak

Dari Gambar morfologi serbuk secara umum uranium oksida memiliki kecenderungan membentuk aglomerasi. Dari pengaruh suhu, yang ditunjukkan pada Gambar 4.17 sampai dengan 4.19 memiliki ukuran aglomerasi sekitar 500 nm hingga 1 μm . Pada Gambar 4.17 yaitu pada suhu 65 $^{\circ}\text{C}$ membentuk aglomerasi yang besar yaitu sekitar 1 μm sedangkan pada Gambar 4.18 yaitu pada suhu 70 $^{\circ}\text{C}$ ukuran aglomeratnya lebih kecil sekitar 500 nm dan terdistribusi dengan baik, dan pada Gambar 4.19 aglomerat yang dihasilkan meningkat lagi menjadi sekitar 800 nm.

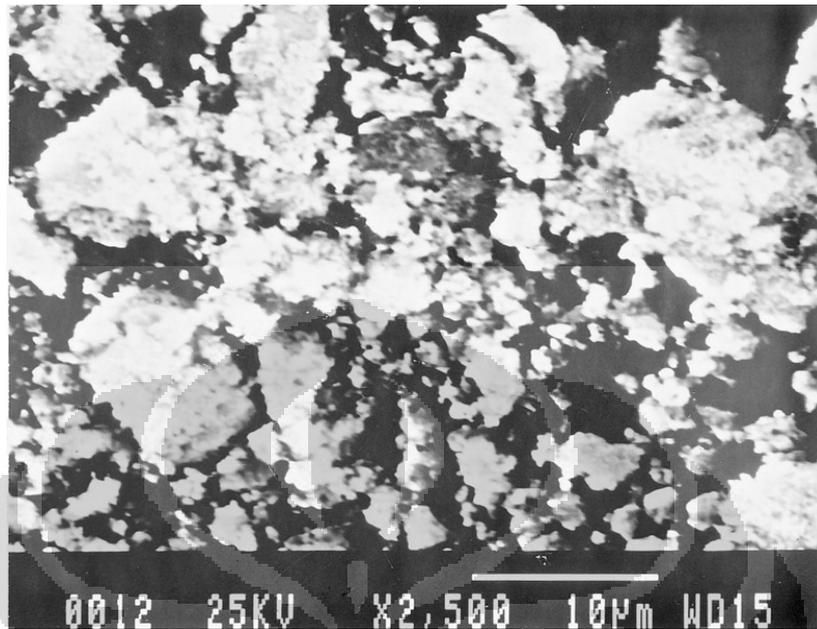
Hal tersebut dikarenakan suhu reaksi berpengaruh terhadap kualitas serbuk. Pada suhu yang rendah yaitu pada suhu 65 $^{\circ}\text{C}$ menghasilkan serbuk

yang sangat halus sehingga mudah beraglomerat, dibandingkan serbuk pada suhu 70 °C, namun dengan penambahan suhu menjadi 75 °C, proses pengendapan serbuk sudah tidak optimal karena pada suhu ini, larutan ammonia mudah terlepas dari larutannya sehingga reaksi sudah tidak dapat dipercepat kembali, dan serbuk yang dihasilkan pun tidak lebih baik dibandingkan pada suhu 70 °C.

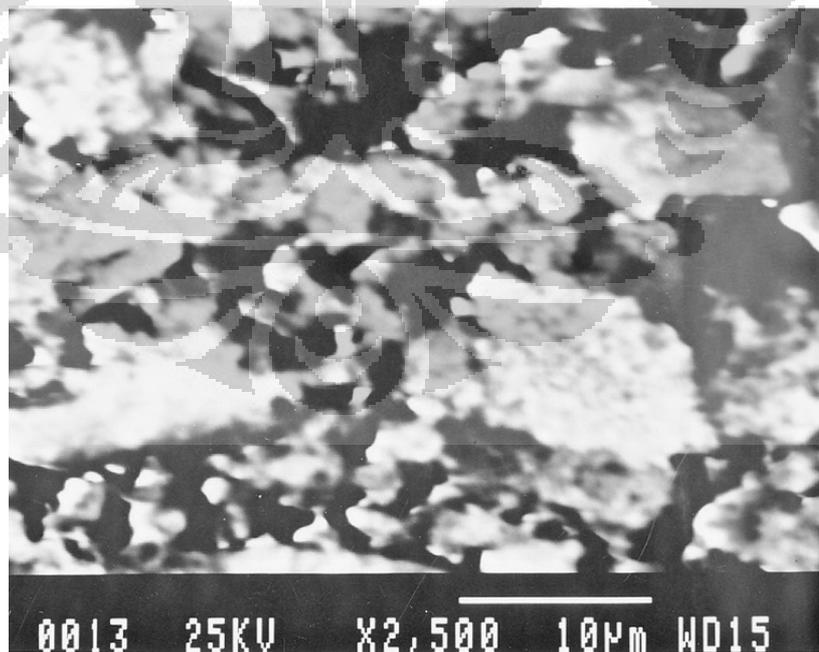
- Morfologi serbuk pada variasi suhu :



Gambar 4.17. pH = 7, t = 45 menit, T = 65 °C



Gambar 4.18. pH = 7, t = 45 menit, T = 70 °C



Gambar 4.19. pH = 7, t = 45 menit, T = 75 °C

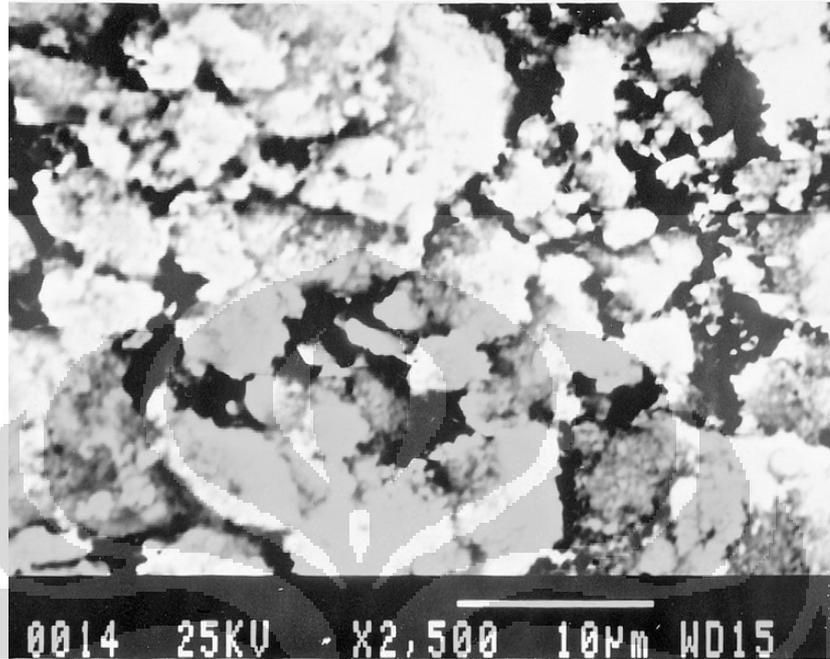
Morfologi serbuk dari pengaruh pH dan waktu kontak ditunjukkan pada Gambar 4.20 s/d 4.28, dan secara umum pun semua serbuk memiliki kecenderungan membentuk aglomerasi. Morfologi serbuk yang diamati pada waktu pengadukan selama 15 menit, pada pH 6, 7 dan 8 menghasilkan partikel yang membentuk aglomerasi besar sekitar 1,25 μm namun pada pH 8 partikel aglomerat yang terbentuk berongga hingga menyerupai *sponge*.

Morfologi serbuk yang diamati pada waktu pengadukan selama 30 menit, pada pH 6 partikel mulai memisah/merekah sehingga bentuk partikel belum lepas sempurna, sedangkan pada pH 7 sudah membentuk aglomerat kecil namun jumlahnya masih sedikit, dan pada pH 8 membentuk aglomerat besar yang padat.

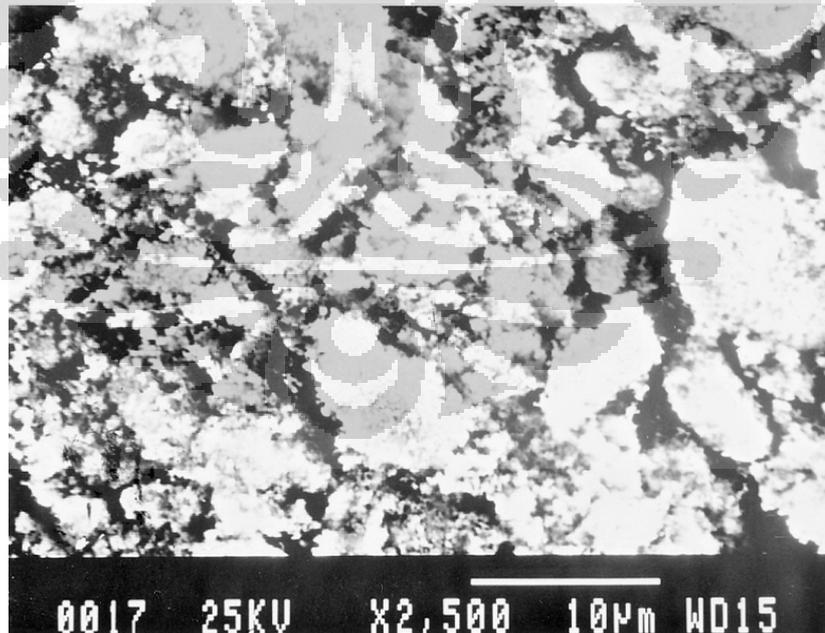
Morfologi serbuk yang diamati pada waktu pengadukan selama 45 menit, pada pH 6 dan 7 membentuk aglomerasi - aglomerasi kecil yaitu sekitar 500 nm, namun pada pH 7 menghasilkan aglomerasi kecil yang lebih banyak dibandingkan pH 6. Sedangkan pada pH 8 membentuk aglomerat besar sekitar yaitu 1 μm namun memiliki rongga lebih banyak dibandingkan pada waktu pengadukan 15 menit.

Dari semua hasil morfologi, serbuk uranium oksida yang dihasilkan memiliki tekstur yang halus, untuk memenuhi salah satu persyaratan serbuk yang mampu sinter yaitu serbuk yang berukuran 200 mesh, serbuk harus diproses awal terlebih dahulu yaitu pembutiran / granulasi.

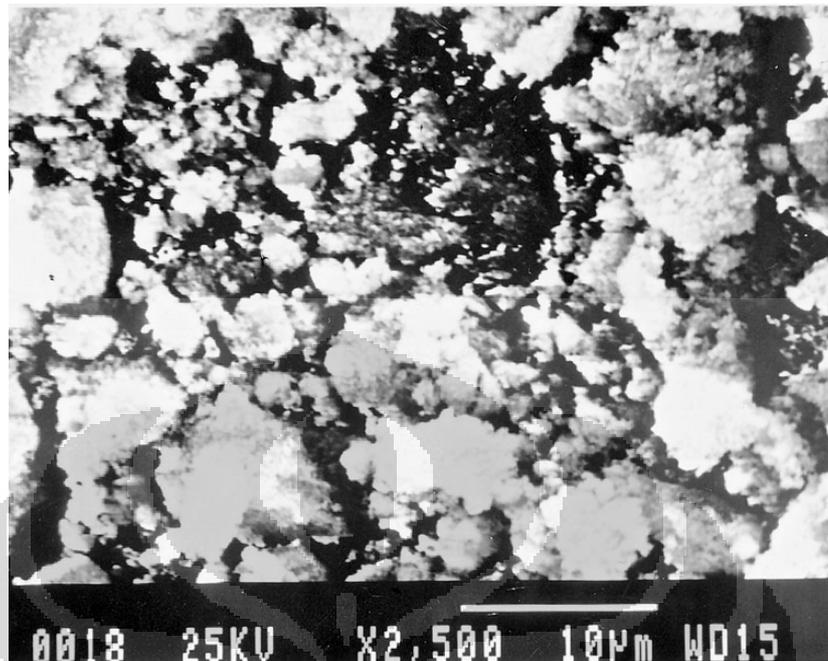
- Morfologi serbuk pada pH 6, dengan variasi waktu pengadukan :



Gambar 4.20. pH = 6, t = 15 menit, T = 70 °C

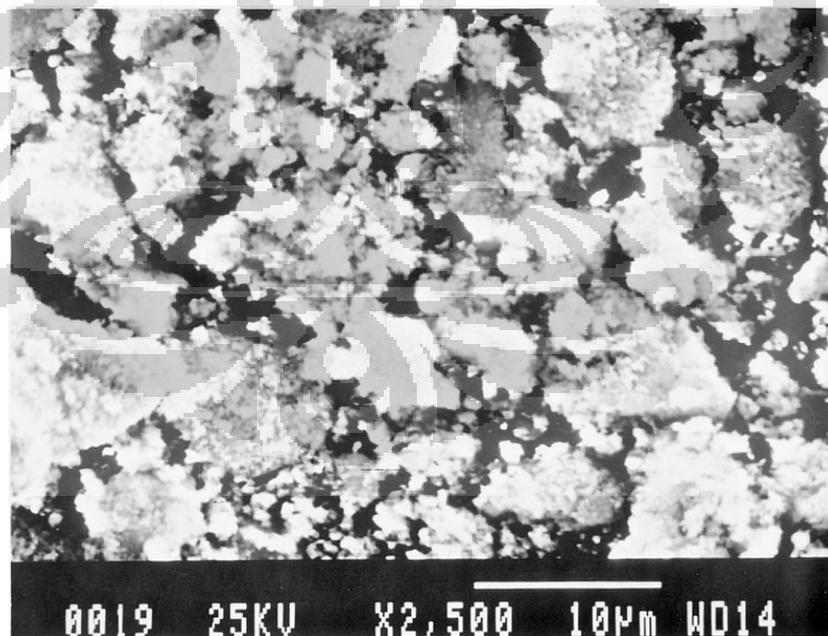


Gambar 4.21. pH = 6, t = 30 menit, T = 70 °C

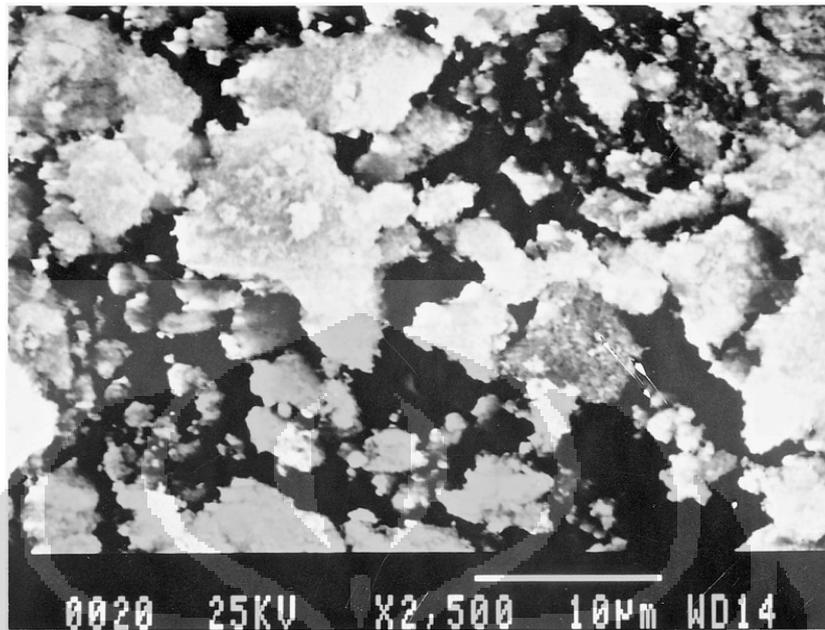


Gambar 4.22. pH = 6, t = 45 menit, T = 70 °C

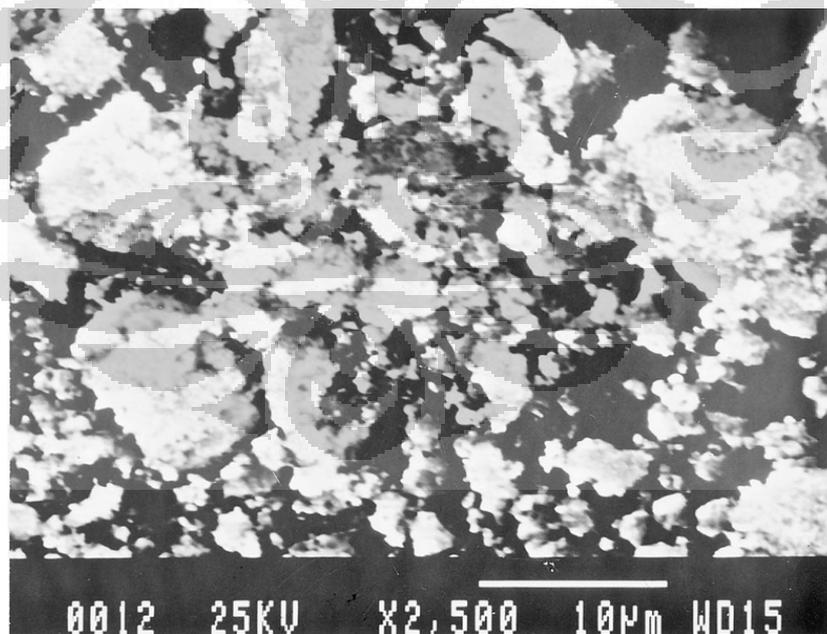
- Morfologi serbuk pada pH 7, dengan variasi waktu pengadukan :



Gambar 4.23. pH =7, t = 15 menit, T = 70 °C

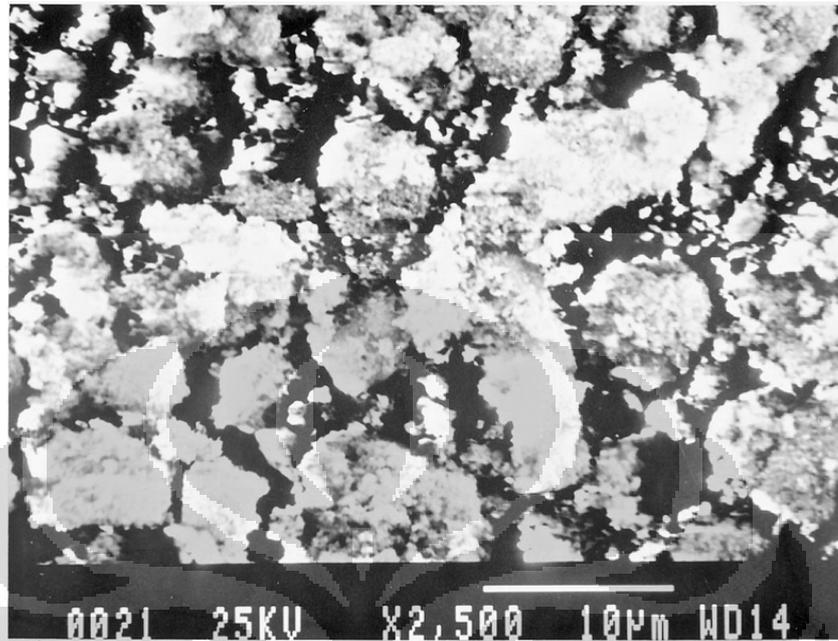


Gambar 4.24. pH = 7, t = 30 menit, T = 70 °C

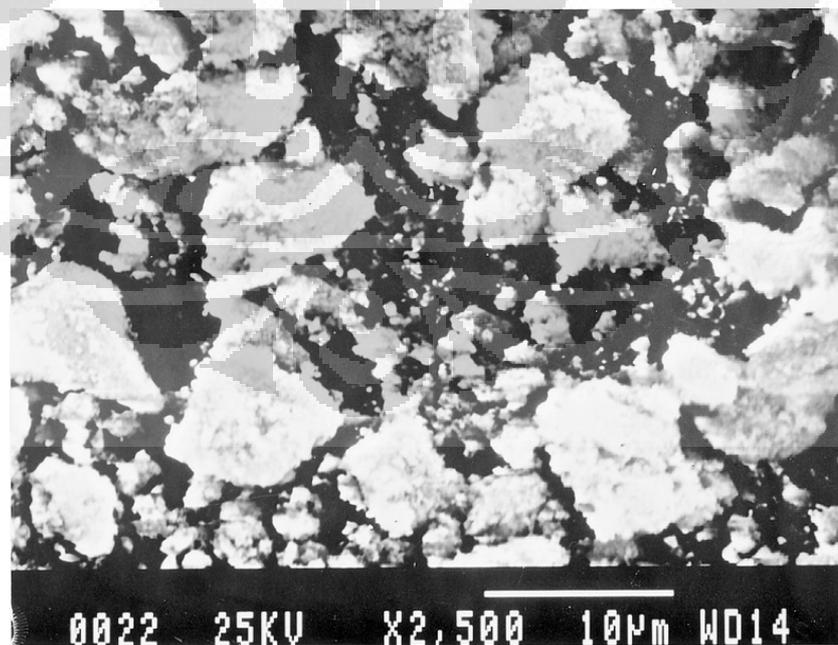


Gambar 4.25. pH = 7, t = 45 menit, T = 70 °C

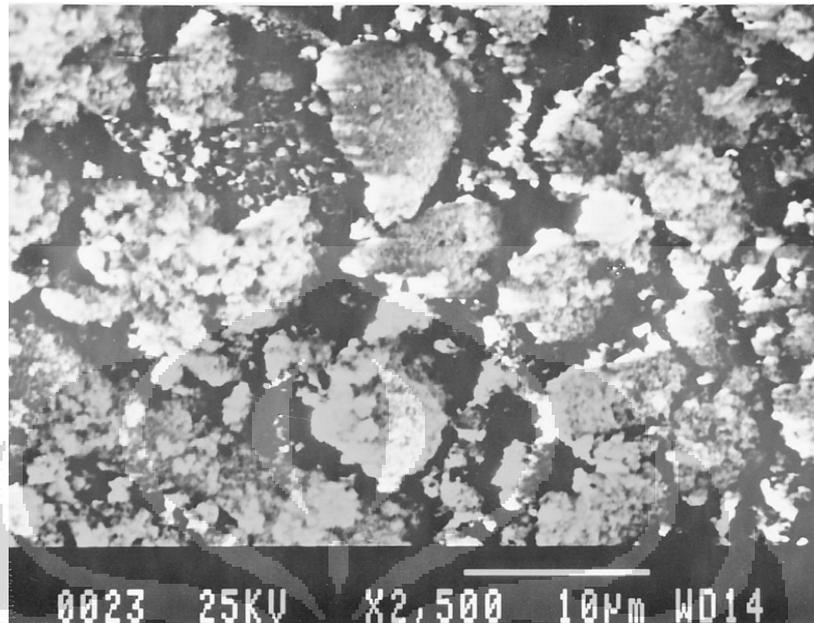
- Morfologi serbuk pada pH 8, dengan variasi waktu pengadukan :



Gambar 4.26. pH =8, t = 15 menit, T = 70 °C



Gambar 4.27. pH = 8, t = 30 menit, T = 70 °C



Gambar 4.28. pH = 8, t = 45 menit, T = 70 °C

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Metode ekstraksi menggunakan TBP kerosin 3:7 memberikan nilai efisiensi ekstraksi yang cukup baik yaitu sekitar 80 – 99 %.
2. Waktu 30 menit merupakan waktu yang paling efektif dalam proses ekstraksi karena memberikan nilai efisiensi ekstraksi yang paling besar dibandingkan pada waktu 60 dan 120 menit.
3. ABM dengan temperatur 60 - 70 °C merupakan fasa air yang lebih efektif untuk digunakan dalam proses re-ekstraksi (dengan perbandingan 2:1) dibandingkan dengan HNO₃ 0,5 N.
4. Konsentrasi unsur pengotor pada UNH telah memenuhi persyaratan derajat nuklir kecuali unsur kalsium.
5. Efisiensi pengendapan ADU yang terbaik adalah pada kondisi suhu 70 °C, pH 7 dan waktu 45 menit.
6. Proses kalsinasi pada suhu 600°C selama empat jam, memberikan serbuk U₃O₈ ditandai dengan warna serbuk hijau kehitaman.
7. Proses reduksi pada suhu 800 °C selama dua jam dengan reduktor H₂, memberikan serbuk UO₂ ditandai dengan warna serbuk hitam kecokelatan.

8. Semua sampel serbuk uranium hasil reduksi merupakan serbuk UO_2 karena dari hasil penentuan rasio O/U memberikan nilai sekitar 2.
9. Hasil analisa menggunakan XRD menunjukkan Semua Serbuk hasil oksidasi setelah di difraksi dengan sinar X, menunjukkan puncak yang identik dengan pola difraksi UO_2 , selain itu ada pula beberapa puncak lain yang tergolong minor, yang diperkirakan merupakan puncak dari pola difraksi U_3O_8 dan UO_3 .
10. Hasil morfologi menggunakan SEM, menunjukkan serbuk memiliki tekstur yang halus dan memiliki kecenderungan beraglomerasi dengan ukuran aglomerat sekitar 500 nm hingga 1,25 μm .

5.2. Saran

1. Sebelum dilanjutkan proses pengendapan ADU, sebaiknya dilakukan perlakuan tersendiri untuk menurunkan kadar pengotor kalsium yang masih terlalu tinggi.
2. Preparasi sampel untuk analisis morfologi menggunakan SEM, sebaiknya dilakukan homogenisasi ukuran serbuk dengan pengayakan pada ukuran tertentu untuk mendapatkan ukuran partikel serbuk yang seragam.
3. Untuk memenuhi salah satu persyaratan serbuk yang mampu sinter yaitu serbuk yang berukuran 200 mesh, serbuk harus diproses awal terlebih dahulu yaitu pembutiran / granulasi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Madi Parmanto, Eko & Dimas Irawan, 2007. *Mengenal PLTN dan prospeknya di Indonesia*. PDIN BATAN : Jakarta.
- [2] Rahmayanti, Tri. 2008. *Oksidasi gagal pellet sinter UO_2 pada suhu 600 °C dengan variasi waktu*. Departemen Fisika FMIPA IPB : Bogor. Skripsi
- [3] Supardjo. 1993. *Karakterisasi paduan U_xSi_y pada daerah komposisi antara 6,62 s/d 7,63 % Si*. Jalur material nuklir program magister ilmu dan perencana nuklir. ITB : Bandung. Thesis
- [4] Susanto, Bambang Galung. 1986. *Pengaruh pada kondisi pengendapan ADU secara sinambung terhadap sifat fisis U_3O_8 dan UO_2* . Prosiding ISSN 0216-3128. UPT- PPIN, BATAN : Tangerang.
- [5] Benedict, Manson, et al. 1981. *Nuclear chemical engineering*, 2nd. ed. McGraw-Hill Book Company : New York.
- [6] Marwoto. 1984. *Pilot Conversion Plant Tinjauan pada bagian pelarutan konsentrat uranium (Seksi 300) IEBE*. Tangerang: Unit pengelola teknis persiapan pengembangan industri nuklir BATAN.
- [7] Anonim. 2002. *Annual book of ASTM standards Section twelve: nuclear, solar, and geothermal energy*. ASTM in international.
- [8] Hikam, Muhammad. 2007. *Kristalografi dan Teknik Difraksi*. Depok: Universitas Indonesia.

- [9] Langenati, Ratih dan Futichah. 2009. *Regangan Mikro dan Pengaruhnya terhadap Mikrostruktur Hasil Oksidasi Gagal Pelet Sinter UO_2* . PTBN BATAN: Serpong.
- [10] Noor Yudhi, Pranjono. *Analisis Asam Bebas secara Potensiometrik di dalam larutan Uranil Nitrat murni*. Tangerang: PTBN BATAN.
- [11] Torowati. 2009. *Uji kualifikasi alat titrasi potensiometri METROHM 672 untuk penentuan kandungan uranium*. Tangerang: PTBN BATAN.
- [12] Jeffery, GH, et al. 1989. *Vogel's textbook of quantitative chemical analysis fifth edition*. Newyork: John wiley & sons, inc.
- [13] Masrukan, Agung Kadaryono. 2009. *Pengaruh Penambahan Unsur Zr terhadap Pembentukan Fase Pasca Perlakuan Korosi pada Bahan Bakar Paduan Uzr*. PTBN BATAN : Serpong.

LAMPIRAN 1 : DATA PROSES EKSTRAKSI

Volume UN = 250 mL

Volume TBP Kerosin 3:7 = 250 mL

kecepatan pengadukan 1000 rpm

- Ekstraksi I

Konsentrasi umpan UN = 260,31 g/L

Tahap	Umpan (g/L)	Rafinat (FA) (g/L)	Ekstrak (FO) (g/L)	%	t (menit)
I	260,31	136,85	123,46	47,43	30
II	136,85	89,25	47,60	34,78	60
III	89,25	55,78	33,47	37,50	120
IV	55,78	53,55	2,23	4,00	120
		Jumlah terekstrak	206,76		

$$\% \text{ Efisiensi ekstraksi} = \frac{206,76 \text{ g/L}}{260,31 \text{ g/L}} \times 100\% = 79,43\%$$

- Ekstraksi II

Konsentrasi umpan UN = 260,31 g/L

Tahap	Umpan (g/L)	Rafinat (FA) (g/L)	Ekstrak (FO) (g/L)	%	t (menit)
I	260,31	175,23	85,08	32,68	30
II	175,23	65,75	109,48	62,48	30
III	65,75	55,24	10,51	15,98	30
IV	55,24	32,43	22,81	41,29	30
Jumlah terekstrak			227,88		

$$\% \text{ Efisiensi ekstraksi} = \frac{227,88 \text{ g/L}}{260,31 \text{ g/L}} \times 100\% = 87,54\%$$

- Ekstraksi III

Konsentrasi umpan UN = 223,72 g/L

Tahap	Umpan (g/L)	Rafinat (FA) (g/L)	Ekstrak (FO) (g/L)	%	t (menit)
I	223,72	116,22	107,50	48,05	30
II	116,22	60,98	55,24	47,53	30
III	60,98	32,28	28,70	47,06	30
IV	32,28	23,35	8,93	27,66	30
Jumlah terekstrak			200,37		

$$\% \text{ Efisiensi ekstraksi} = \frac{200,37 \text{ g/L}}{223,72 \text{ g/L}} \times 100\% = 89,56\%$$

Ekstraksi IV

Konsentrasi umpan UN = 223,72 g/L

Tahap	Umpan (g/L)	Rafinat (FA) (g/L)	Ekstrak (FO) (g/L)	%	t (menit)
I	223,72	122,57	101,15	45,21	30
II	122,57	66,94	55,63	45,39	30
III	66,94	38,67	28,27	42,23	30
IV	38,67	34,81	3,86	9,98	30
		Jumlah terekstrak 188,91			

$$\% \text{ Efisiensi ekstraksi} = \frac{188,91 \text{ g/L}}{223,72 \text{ g/L}} \times 100\% = 84,44\%$$

LAMPIRAN 2 : DATA PROSES RE EKSTRAKSI

Volume UN = 250 mL

Volume HNO₃ 0,5 N = 250 mL (FA pada re ekstraksi I dan II)

Volume ABM = 500 mL (FA pada re ekstraksi III dan XV)

Kecepatan pengadukan 1000 rpm

- Re Ekstraksi I

Konsentrasi umpan UN = 151,73 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	151,73	115,04	36,69	111,57	30
II	115,04	85,09	29,95	379,78	30
III	85,09	47,29	37,80	339,03	30
IV	47,29	11,74	35,55	174,58	30
		Jumlah terekstrak	139,99		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{139,99 \text{ g/L}}{151,73 \text{ g/L}} \times 100\% = 92,26\%$$

- Re Ekstraksi II

Konsentrasi umpan UN = 151,73 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	151,73	80,48	71,25	46,96	30
II	80,48	63,53	16,95	23,79	30
III	63,53	48,36	15,17	89,50	30
IV	48,36	39,88	8,48	44,10	30
Jumlah terekstrak			111,85		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{111,85 \text{ g/L}}{151,73 \text{ g/L}} \times 100\% = 73,71\%$$

- Re Ekstraksi III

Konsentrasi umpan UN = 123,46 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	123,46	44,32	79,14	64,10	30
II	44,32	13,98	30,34	38,34	30
III	13,98	6,06	7,92	26,10	30
Jumlah terekstrak			117,40		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{88,62 \text{ g/L}}{107,50 \text{ g/L}} \times 100\% = 82,44\%$$

- Re Ekstraksi IV

Konsentrasi umpan UN = 107,50 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	107,50	37,90	69,60	64,74	30
II	37,90	23,62	14,28	20,52	30
III	23,62	18,88	4,74	33,19	30
		Jumlah terekstrak		88,62	

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{79,58 \text{ g/L}}{101,15 \text{ g/L}} \times 100\% = 78,67\%$$

- Re Ekstraksi V

Konsentrasi umpan UN = 101,15 g/L

Tahap	Umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	101,15	45,33	55,82	55,19	30
II	45,33	31,05	14,28	25,58	30
III	31,05	21,57	9,48	66,39	30
		Jumlah terekstrak		79,58	

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{117,40 \text{ g/L}}{123,46 \text{ g/L}} \times 100\% = 95,09\%$$

- Re Ekstraksi VI

Konsentrasi umpan UN = 83,94 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	83,94	39,12	44,82	53,40	30
II	39,12	23,05	16,07	35,84	30
III	23,05	8,37	14,68	51,03	30
		Jumlah terekstrak	75,57		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{75,57 \text{ g/L}}{83,94 \text{ g/L}} \times 100\% = 90,02\%$$

- Re Ekstraksi VII

Konsentrasi umpan UN = 101,15 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	101,15	56,92	44,23	43,73	30
II	56,92	38,48	18,44	41,70	30
III	38,48	20,63	17,85	96,78	30
		Jumlah terekstrak	80,52		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{80,52 \text{ g/L}}{101,15 \text{ g/L}} \times 100\% = 79,60\%$$

- Re Ekstraksi VIII

Konsentrasi umpan UN = 83,94 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	83,94	33,17	50,77	60,49	30
II	33,17	15,21	17,96	33,40	30
III	15,21	5,89	9,32	54,97	30
		Jumlah terekstrak	77,05		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{77,05 \text{ g/L}}{83,94 \text{ g/L}} \times 100\% = 91,79\%$$

- Re Ekstraksi IX

Konsentrasi umpan UN = 55,63 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	55,63	21,91	33,72	60,61	30
II	21,91	11	10,91	32,35	30
III	11	3,07	7,93	72,74	30
		Jumlah terekstrak	52,56		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{52,56 \text{ g/L}}{55,63 \text{ g/L}} \times 100\% = 94,47\%$$

- Re Ekstraksi X

Konsentrasi umpan UN = 47,60 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	47,60	20,03	27,57	57,92	30
II	20,03	9,71	10,32	37,43	30
III	9,71	1,78	7,93	76,88	30
		Jumlah terekstrak	45,82		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{45,82 \text{ g/L}}{47,60 \text{ g/L}} \times 100\% = 96,26\%$$

- Re Ekstraksi XI

Konsentrasi umpan UN = 77,95 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	77,95	36,20	41,75	53,56	30
II	36,20	24,10	12,10	28,98	30
III	24,10	12,4	11,70	96,69	30
		Jumlah terekstrak	65,55		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{65,55 \text{ g/L}}{77,95 \text{ g/L}} \times 100\% = 84,09\%$$

- Re Ekstraksi XII

Konsentrasi umpan UN = 77,95 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	77,95	33,76	44,20	56,70	30
II	33,76	22,45	11,31	25,58	30
III	22,45	13,13	9,32	82,44	30
		Jumlah terekstrak	64,82		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{64,82 \text{ g/L}}{77,95 \text{ g/L}} \times 100\% = 83,16\%$$

- Re Ekstraksi XIII

Konsentrasi umpan UN = 77,95 g/L

Tahap	umpan (g/L)	rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	77,95	30,75	47,20	60,55	30
II	30,75	19,25	11,50	24,37	30
III	19,25	8,94	10,31	89,65	30
		Jumlah terekstrak	69,02		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{69,02 \text{ g/L}}{77,95 \text{ g/L}} \times 100\% = 88,54\%$$

- Re Ekstraksi XIV

Konsentrasi umpan UN = 77,95 g/L

Tahap	Umpan (g/L)	Rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	77,95	39,67	38,28	49,11	30
II	39,67	24,40	15,27	39,90	30
III	24,40	14,09	10,31	67,52	30
Jumlah terekstrak			63,86		

$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{63,86 \text{ g/L}}{77,95 \text{ g/L}} \times 100\% = 81,93\%$$

- Re Ekstraksi XV

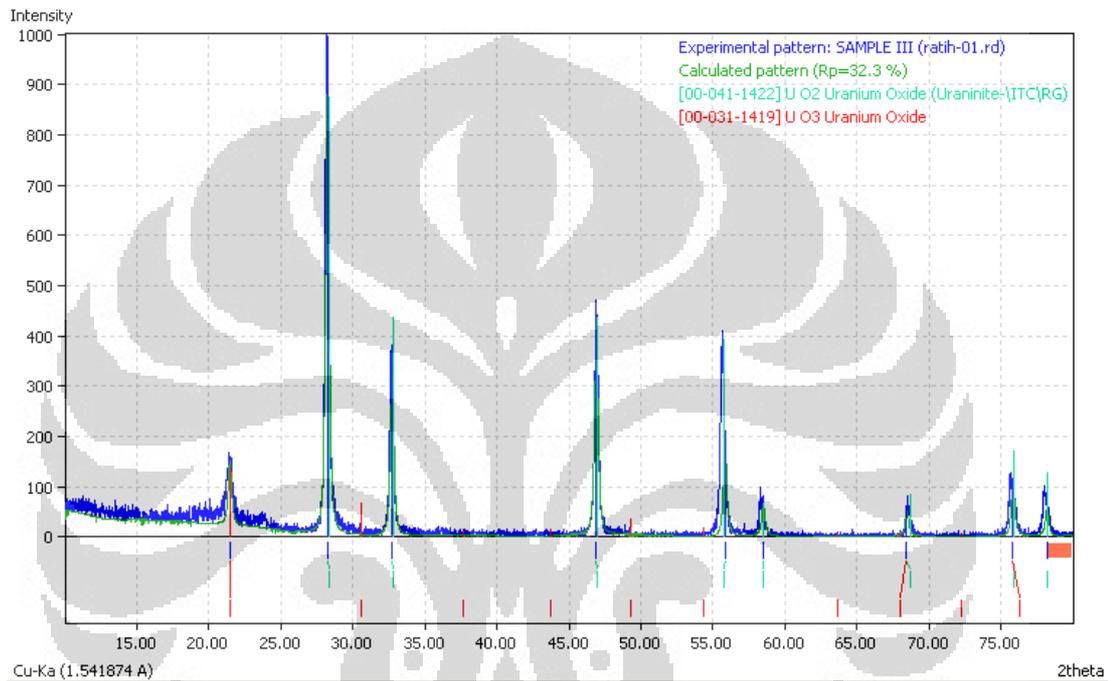
Konsentrasi umpan UN = 77,95 g/L

Tahap	Umpan (g/L)	Rafinat (FO) (g/L)	ekstrak (FA) (g/L)	%	t (menit)
I	77,95	35,31	42,64	49,11	30
II	35,31	21,82	13,49	39,90	30
III	21,82	14,09	8,73	67,52	30
Jumlah terekstrak			64,85		

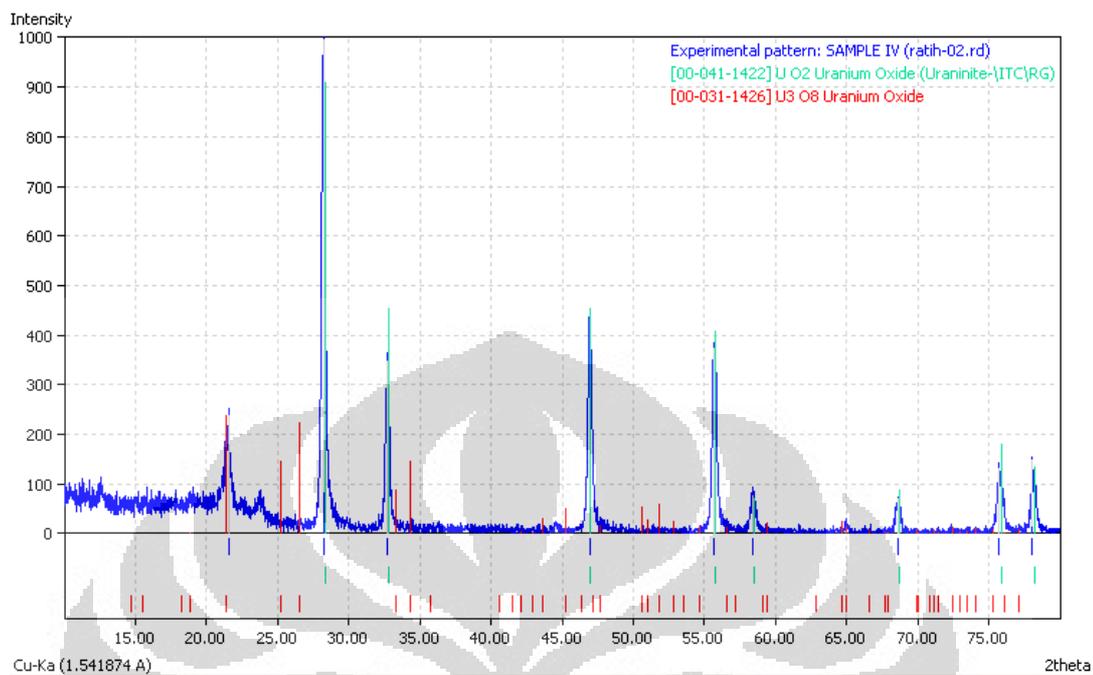
$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \frac{64,95 \text{ g/L}}{77,95 \text{ g/L}} \times 100\% = 83,20\%$$

LAMPIRAN 3 : DATA PENENTUAN FASA MENGGUNAKAN XRD

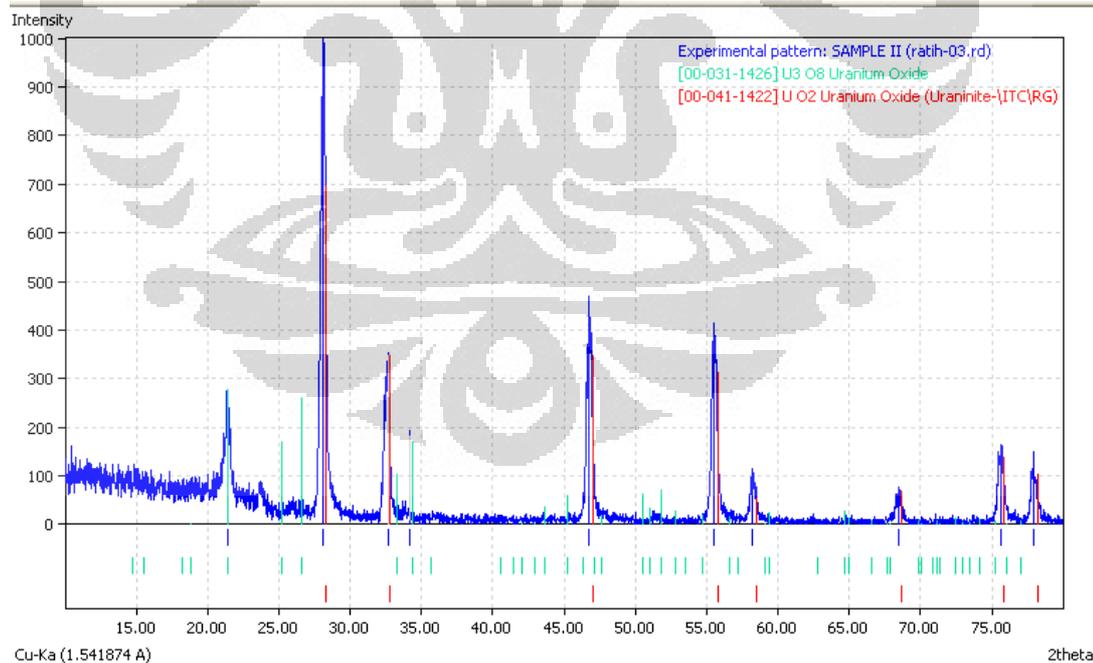
- Data difraksi sampel pada variasi suhu



Sampel 1 : pH = 7, t = 45 menit, T = 65 °C

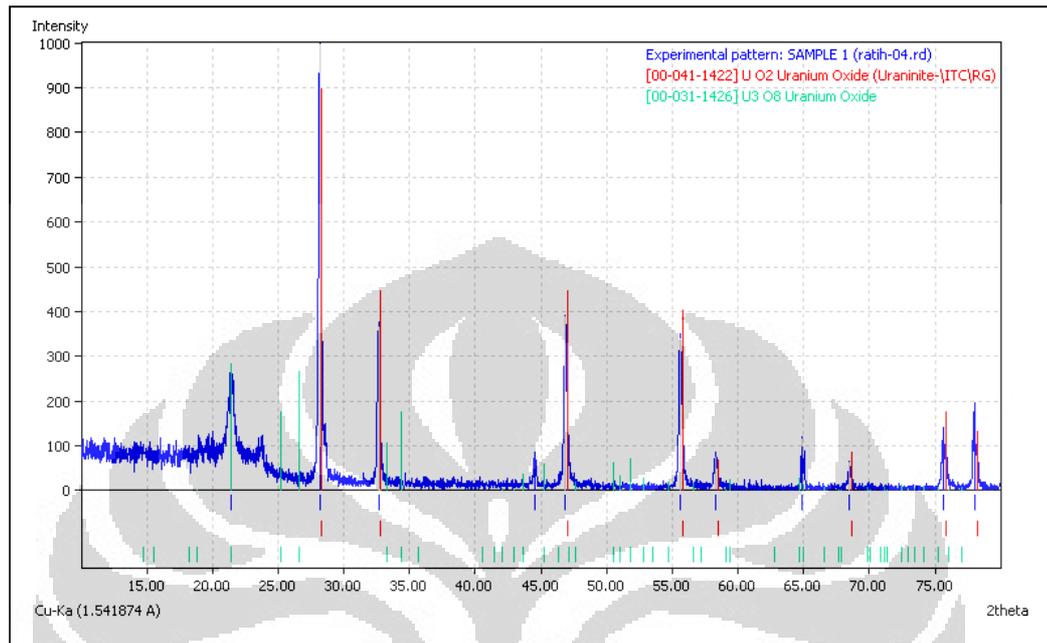


Sampel 2 : pH = 7, t = 45 menit, T = 70 °C

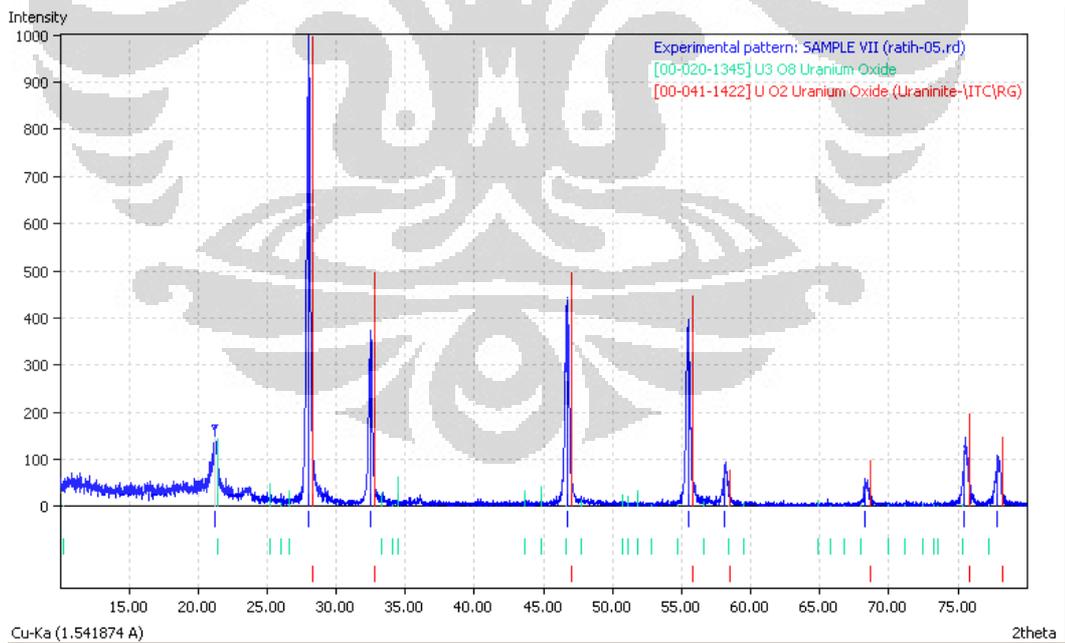


Sampel 3 : pH = 7, t = 45 menit, T = 75 °C

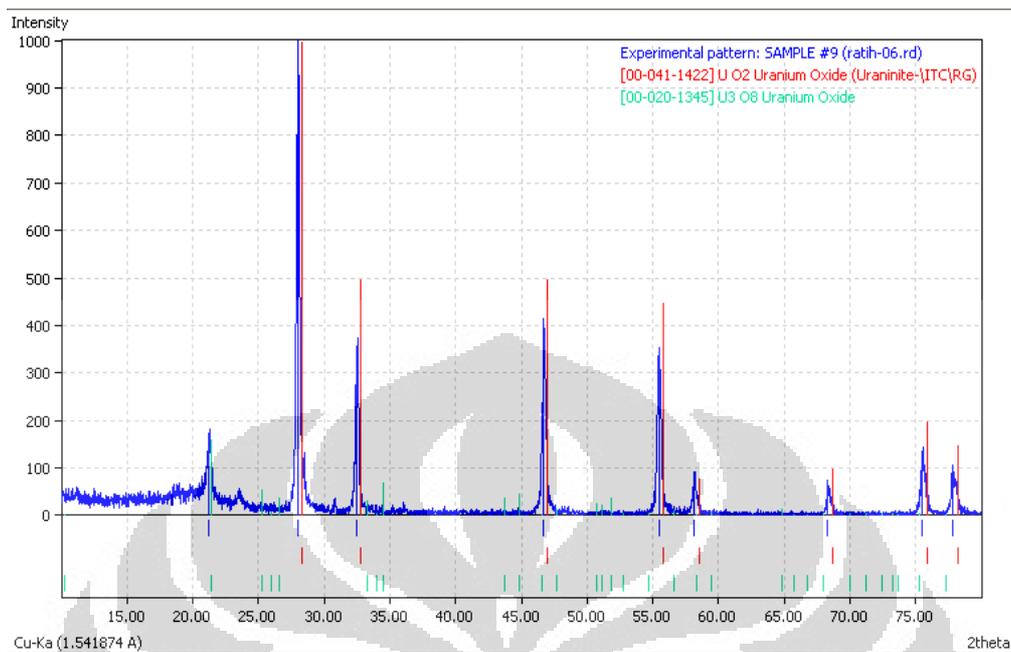
- Data difraksi sampel pada variasi ph dan waktu pengadukan



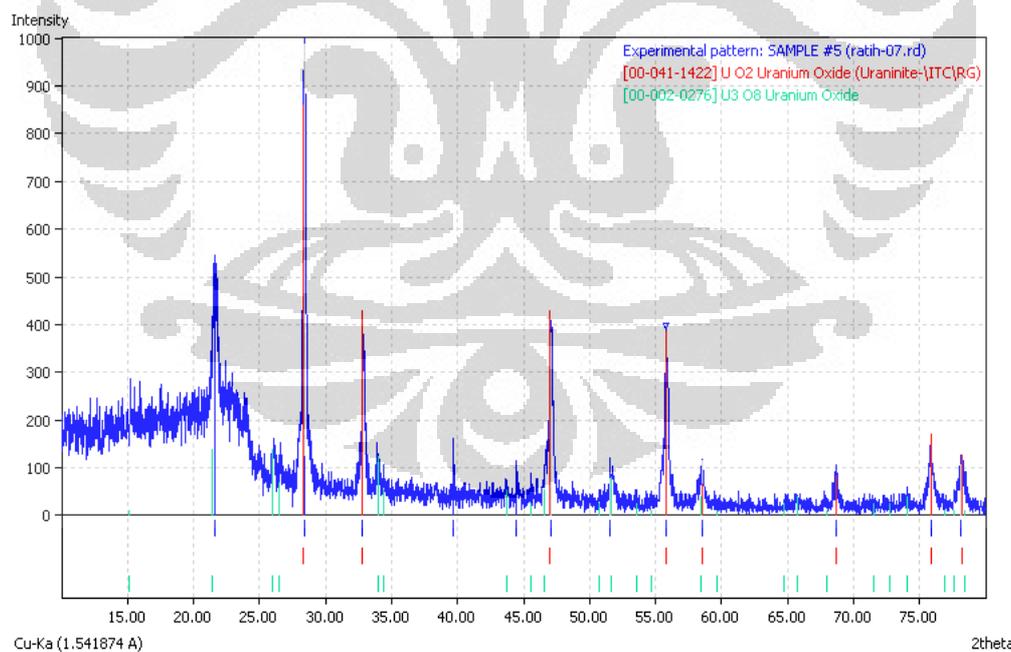
Sampel 4 : pH = 6, t = 15 menit, T = 70 °C



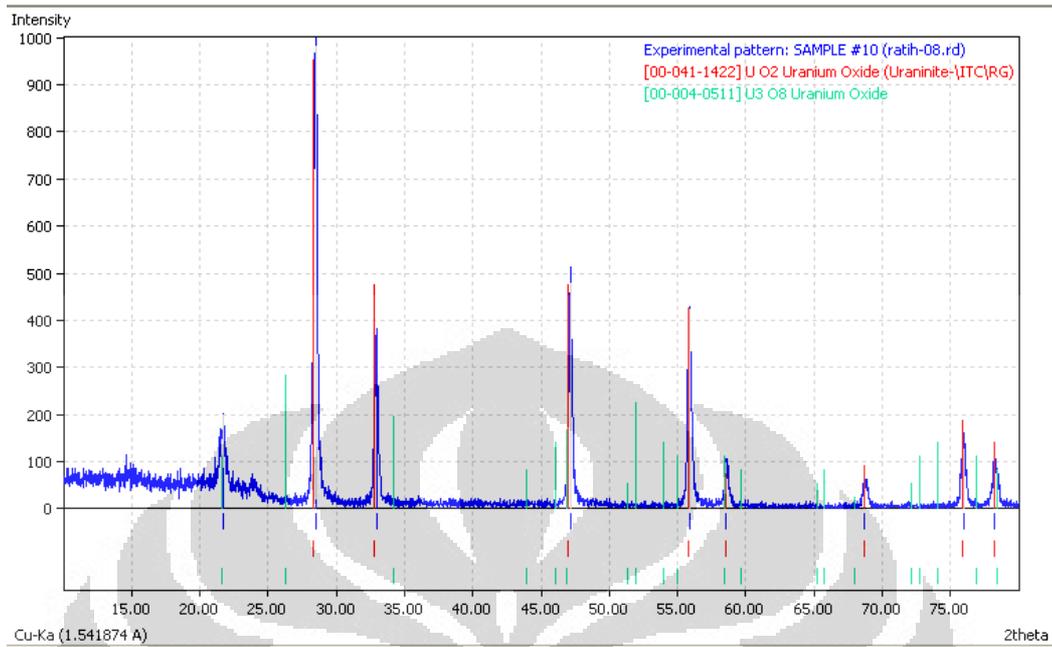
Sampel 5 : pH = 6, t = 30 menit, T = 70 °C



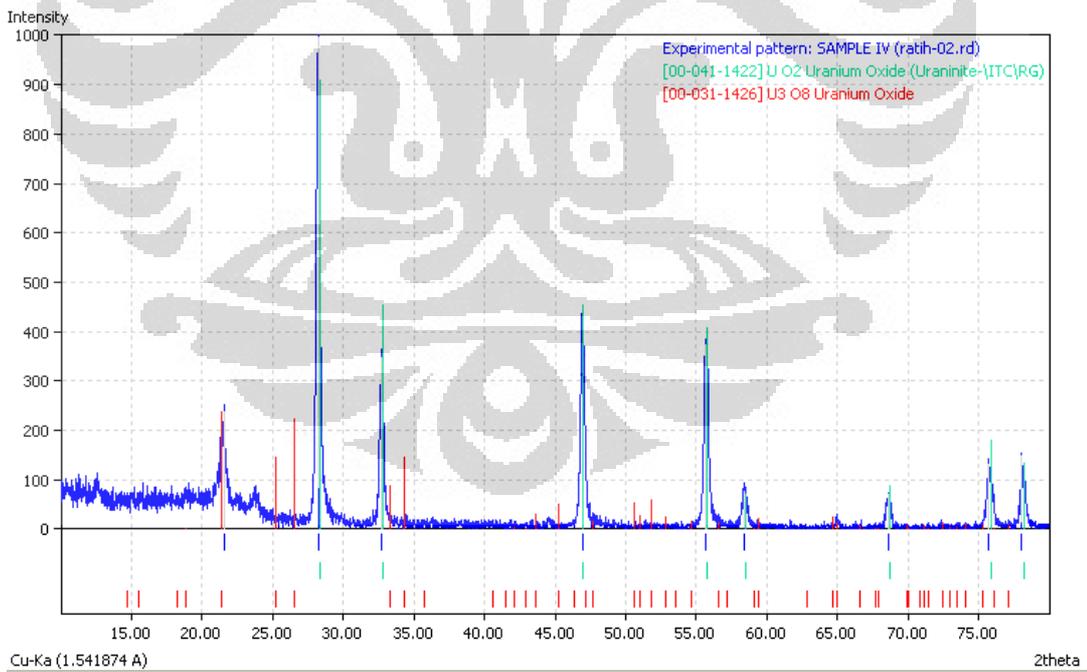
Sampel 6 : pH = 6, t = 45 menit, T = 70 °C



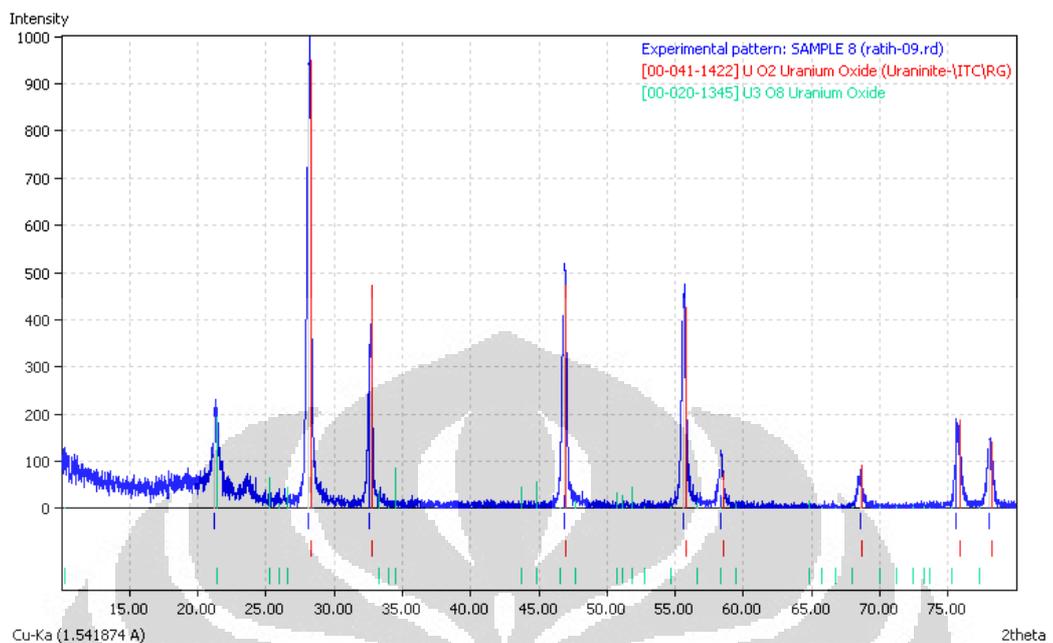
Sampel 7 : pH =7, t = 15 menit, T = 70 °C



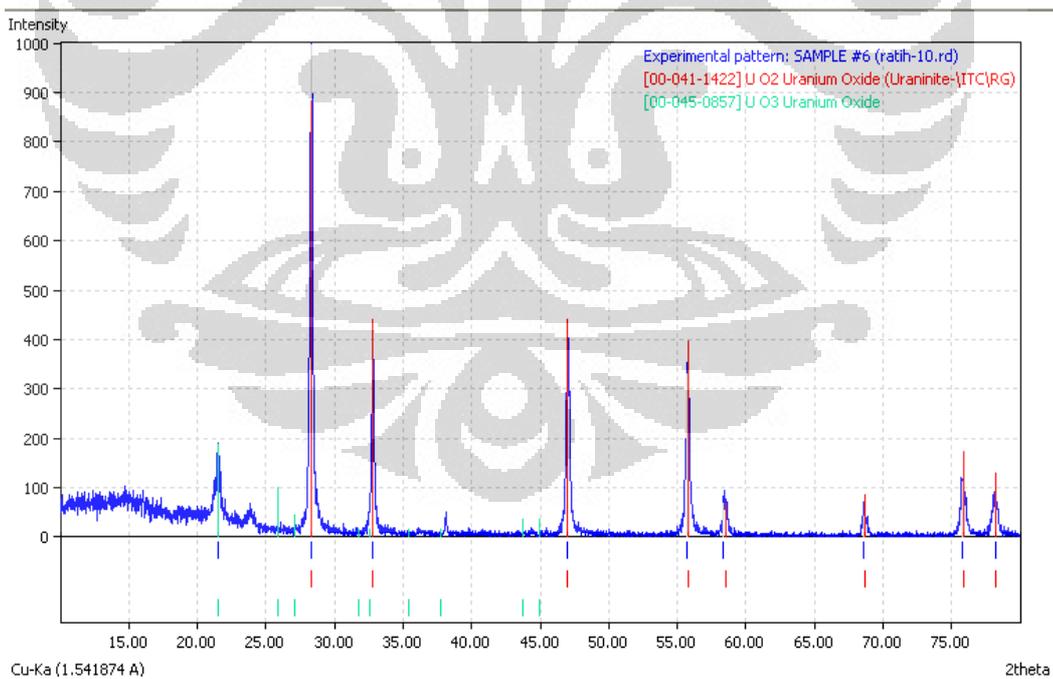
Sampel 8 : pH = 7, t = 30 menit, T = 70 °C



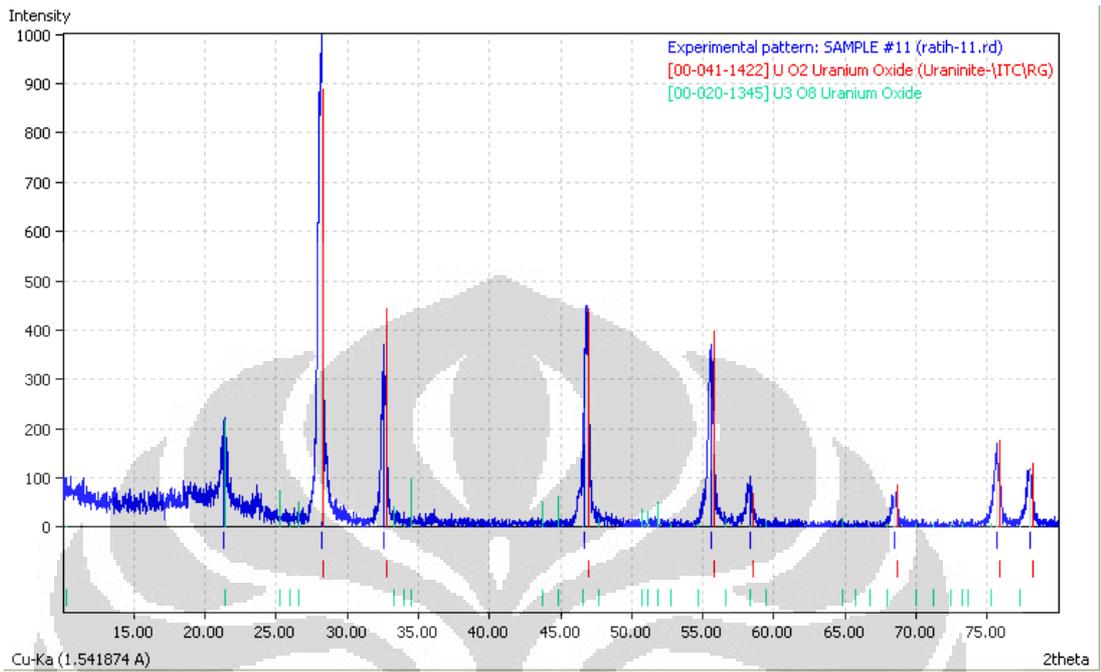
Sampel 9 : pH = 7, t = 45 menit, T = 70 °C



Sampel 10 : pH =8, t = 15 menit, T = 70 °C



Sampel 11 : pH = 8, t = 30 menit, T = 70 °C



Sampel 12: pH = 8, t = 45 menit, T = 70 °C