

---

## PENYIAPAN LARUTAN URANIL NITRAT UNTUK PROSES KONVERSI KIMIA MELALUI EVAPORASI

Sunardi

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

### ABSTRAK

**PENYIAPAN LARUTAN URANIL NITRAT UNTUK PROSES KONVERSI KIMIA MELALUI EVAPORASI.** Telah dilakukan evaporasi untuk mendapatkan larutan siap umpan pada proses konversi kimia. Evaporator yang digunakan dalam proses ini adalah jenis *termosifon* tersirkulasi secara alamiah dengan pemanas berupa oli. Oli dipanaskan menggunakan pemanas listrik melalui pesawat pemanas dengan seperangkat pengatur suhu dan *stage heater*. Larutan uranil nitrat hasil ekstraksi yang memiliki konsentrasi 50 g U/l dengan keasaman 0,5 M diuapkan secara kontinyu pada suhu 100°C hingga konsentrasi 310,73 g U/l dengan keasaman 2,2 M. Hasil analisis unsur pengotor berupa Fe = 85,94 ppm, Ni = 11,93 ppm, dan Cr 17,27 ppm. Kandungan unsur-unsur pengotor masih di bawah batas yang diijinkan oleh *American Standard of Testing Material (ASTM) Standard park 45*.

**Kata kunci :** uranil nitrat (un), ekstraksi/*stripping*, evaporasi.

### PENDAHULUAN

Proses pemurnian (ekstraksi/*stripping*) Uranil Nitrat (UN) hasil pelarutan yang dilakukan di Instalasi Produksi Elemen Bakar Reaktor Riset (IPEBRR) tidak dapat langsung digunakan sebagai umpan pada proses konversi kimia menjadi endapan Amonium Uranil Karbonat (AUK). Hal ini disebabkan konsentrasi larutan UN yang diperoleh dari proses tersebut hanya dirancang untuk konsentrasi maksimum sebesar 80 g U/l sedangkan untuk memperoleh endapan AUK pada proses konversi kimia larutan UN harus memiliki konsentrasi yang dipersyaratkan yaitu antara 200 - 400 g U/l<sup>[1]</sup>. Untuk mencapai konsentrasi yang memenuhi persyaratan dalam proses konversi kimia maka kandungan air dalam larutan UN hasil ekstraksi harus diturunkan terlebih dahulu melalui evaporasi. Proses ini mempunyai tujuan menyiapkan larutan UN yang memenuhi spesifikasi (konsentrasi dan unsur pengotor dalam larutan UN) untuk proses konversi kimia dari hasil ekstraksi/*stripping* larutan UN berkonsentrasi rendah melalui evaporasi. Hasil yang telah diperoleh dari proses ini telah memenuhi spesifikasi untuk proses konversi kimia.

### TEORI

Evaporator yang digunakan dalam evaporasi adalah jenis *termosifon* tersirkulasi secara alamiah dengan pemanas berupa oli yang memiliki jangkauan suhu didih di atas 100°C<sup>[2]</sup>. Oli pemanas itu sendiri dipanaskan dengan pemanas listrik

melalui pesawat pemanas dengan seperangkat pengatur suhu dan *stage heater*. Suhu oli pemanas dapat dipantau melalui indikator suhu yang terpasang pada pesawat pemanas.

Larutan UN yang diumpankan ke dalam tangki evaporator memiliki konsentrasi 80 g U/l dan keasaman 0,5 molar. Pengumpanan dilakukan dengan menggunakan pompa dosis secara kontinyu pada tekanan 1,5 bar<sup>[3]</sup>. Laju pengumpanan larutan 25 liter/jam. Larutan tersebut diuapkan hingga mencapai konsentrasi 400 g U/l dan keasaman 2,2 molar. Perolehan hasil yang diinginkan dari evaporasi dapat dilakukan dengan mengatur posisi *switch level* yang terpasang pada evaporator. Switch level akan merespon switch pada pompa pulsa. Ketika larutan uranil nitrat melampaui *setting* pada switch level, maka pompa pulsa akan mati. Begitupun sebaliknya, pada saat larutan uranil nitrat dalam tangki evaporator mulai berkurang maka pompa pulsa akan hidup kembali.

Konsentrasi larutan hasil evaporasi diperiksa secara periodik melalui tabung jalur uranium yang berisi pengukur densitas larutan. Pengukuran densitas larutan dilakukan setelah melalui pendinginan. Jika konsentrasi yang diinginkan belum tercapai, larutan diumpankan kembali ke dalam evaporator untuk diuapkan kembali. Larutan yang telah mencapai konsentrasi yang diinginkan ditampung di dalam tangki penampung hasil evaporasi untuk dikirim ke unit konversi kimia setelah mencapai volume tertentu. Sementara kondensat yang terjadi dari hasil evaporasi yaitu sekitar 29,5 kg/jam ditampung di dalam tangki penampung kondensat untuk diekstraksi kembali.

Proses penguapan dibantu oleh alat pendukung proses seperti : kondensor (berfungsi sebagai pendingin uap dari puncak tangki evaporator sehingga menjadi larutan kondensat), *cooler* (berfungsi sebagai pendingin hasil larutan uranil nitrat), pompa dosis (berfungsi sebagai pensirkulasi larutan uranil nitrat dari tangki simpan sementara ke dalam tangki evaporator dan sebaliknya), pompa sentrifugal (berfungsi sebagai pensirkulasi media panas berupa oli pemanas dari tangki penampungan ke pipa jalur pemanas yang melintas di tengah-tengah tangki evaporator), dan *heater* (berfungsi memanaskan oli pemanas sebagai media panas pada evaporasi).

Pengecekan kondisi operasi alat dukung evaporasi (temperatur dan tekanan) selama proses penguapan harus selalu dilakukan agar tidak mengalami perubahan.

Dalam evaporasi, gas-gas yang terjadi selama proses dialirkan ke dalam sistem cuci gas buang (*scrubber*) sebelum gas tersebut di buang ke lingkungan. Sehingga diharapkan lingkungan bebas dari pengaruh gas-gas hasil proses.

### **Kualitas larutan uranil nitrat hasil evaporasi**

Larutan UN hasil evaporasi hasil produksi IPEBRR masih memiliki unsur pengotor berupa Fe, Ni dan Cr. Dalam pembuatan Elemen Bakar Nuklir, unsur-unsur pengotor tersebut harus ditekan serendah mungkin sehingga dapat dijadikan sebagai bahan induk yang berkualitas pada hasil proses konversi kimia. Menurut standar ASTM *Standard part 45* batas konsentrasi maksimum dari unsur pengotor telah ditentukan yaitu unsur Fe 200 ppm, Ni 150 ppm dan Cr 150 ppm <sup>[4]</sup>. Larutan UN yang memiliki unsur pengotor lebih besar dari standar yang telah ditentukan sesuai dengan ASTM harus diproses kembali.

### **Kegagalan proses dan penanganannya**

Pada proses kimia kemungkinan dapat terjadi kegagalan proses, baik kegagalan yang disebabkan oleh kesalahan operasi maupun pada pasok (*supply*) energi dan media. Kegagalan proses kimia tersebut dapat mengakibatkan terjadinya hambatan proses dan juga dapat mengakibatkan kerusakan pada peralatan yang lain.

Kesalahan operasi diantaranya dapat berupa kesalahan pengaturan laju pengumpanan dan kesalahan pengaturan switch level pada tangki evaporator. Hal ini dapat mengakibatkan :

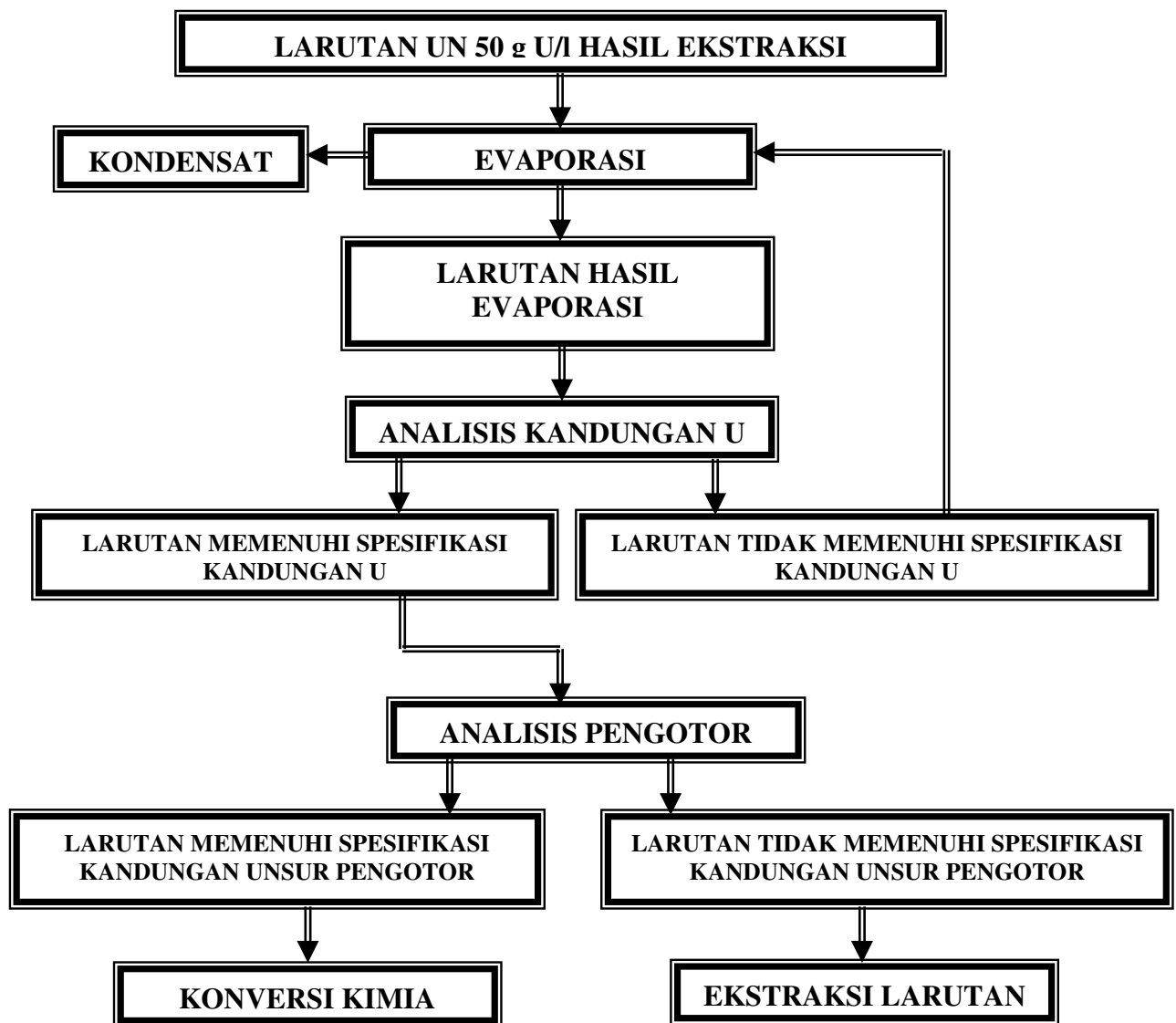
- (a) Tidak tercapainya konsentrasi produk yang diinginkan.
- (b) Kegagalan sirkulasi larutan UN dalam evaporator.
- (c) Terjadi pengkristalan hasil UN di dalam pipa jalur pada saat proses sedang berlangsung.

Penanganan yang dapat dilakukan pada segenap kegagalan tersebut antara lain meliputi :

- (a) Agar tercapai konsentrasi yang diinginkan, dapat diatasi dengan mengumpankan kembali larutan UN ke dalam evaporator secara kontinyu.
  - (b) Kegagalan sirkulasi larutan di dalam evaporator dapat diatasi dengan jalan menghentikan evaporasi serta mengeluarkan larutan yang terdapat di dalam evaporator maupun segenap pipa jalur uranium, kemudian dilakukan *flushing* menggunakan air bebas mineral bersuasana asam (asam encer 5%) <sup>[1]</sup>.
-

- (c) Untuk menghindari terbentuknya kristal uranil nitrat di dalam jalur pipa dapat ditangani dengan memanaskan pipa menggunakan filamen pemanas dengan melilitkan pada jalur pipa tersebut ataupun menggunakan alat pemanas "hair dryer" secara manual.

Diagram alir proses penguapan UN hasil ekstraksi/*stripping* ditunjukkan pada Gambar-1.



Gambar-1 : Diagram alir proses penguapan larutan UN hasil ekstraksi/*stripping*

## **METODOLOGI**

### **Bahan**

Bahan yang digunakan larutan UN hasil ekstraksi yang berkonsentrasi 50 g U/l dengan keasaman 0,5 M HNO<sub>3</sub> encer, air bebas mineral.

### **Alat**

Peralatan yang digunakan meliputi: evaporator dengan kapasitas 16 liter, peralatan dukung (kondensor, cooler, pompa dosis, pompa sentrifugal, *heater*), segenap peralatan kontrol proses, tangki-tangki (umpan dan hasil), densitometer, gelas piala, seperangkat alat potensiometer dan seperangkat alat AAS (*Atomic Adsorption Spectrophotometer*) untuk analisis unsur pengotor.

### **Cara kerja**

#### **A. Persiapan proses penguapan**

1. Dilakukan flushing menggunakan air bebas mineral bersuasana asam (asam nitrat encer 5%) terhadap segenap alat proses maupun pipa jalur yang dilalui uranium.
2. Diperiksa volume larutan pada setiap tangki penampung sementara, baik tangki umpan, tangki tampung, maupun tangki kondensat.
3. Diperiksa setiap katup yang berhubungan dengan pipa jalur uranium, jalur kondensat, maupun jalur pendingin.
4. Diperiksa peralatan kontrol proses meliputi : indikator suhu baik suhu pendinginan maupun suhu pemanasan, indikator laju alir media panas, maupun *level indicator* pada segenap tangki tampung sementara.

#### **B. Proses penguapan**

1. Dioperasikan peralatan dukung meliputi : kondensor, cooler.
  2. Larutan UN hasil ekstraksi dengan konsentrasi 50 g U/l diumpangkan dari tangki umpan ke evaporator menggunakan pompa dosis.
  3. Dialirkan oli pemanas tersirkulasi oleh pompa sentrifugal ke evaporator dengan membuka katup sirkulasi.
  4. Dioperasikan pemanas oli melalui pesawat pemanas dengan mengatur stage heater.
  5. Suhu proses yang terdapat pada pesawat pemanas diatur pada temperatur 115<sup>o</sup>C.
  6. Diperiksa densitas larutan UN hasil evaporasi pada tangki tampung setiap reduksi volume sebesar 100 liter.
-

7. Dilakukan analisis uranium dalam larutan.
8. Larutan dengan konsentrasi U di bawah yang dipersyaratkan dikembalikan ke tangki umpan, sedang larutan yang telah mencapai konsentrasi U yang dipersyaratkan disimpan di dalam tangki tampung.
9. Dilakukan analisis kandungan pengotor pada larutan UN hasil evaporasi yang telah memenuhi persyaratan menggunakan AAS.
10. Kondisi proses (volume larutan UN, suhu, tekanan, dan volume kondensat) diamati setiap 20 menit melalui indikator proses.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Volume larutan UN

Pada proses evaporasi terdapat 4 buah tangki umpan (tangki B-01, B-02, B-03, dan B-04) dan 1 buah tangki tampung dengan kapasitas 50 liter tiap tangki. Tangki umpan berisi larutan UN hasil ekstraksi/stripping dengan konsentrasi 50 g U/l. Evaporasi larutan UN dilakukan secara kontinyu.

Selama evaporasi, larutan UN mengalami reduksi volume sebesar 5 hingga 7 liter setiap 20 menit. Setiap 100 liter volume larutan UN yang telah tereduksi ditampung ke dalam tangki penampung untuk selanjutnya dilakukan pengecekan terhadap densitas larutan. Penurunan volume larutan selama evaporasi ditunjukkan pada Tabel-1 dan Tabel-2.

Tabel-1. Penurunan Volume Larutan Evaporasi Tahap I.

| WAKTU<br>(menit) | TANGKI LARUTAN UMPAN<br>(liter) |      | KONDENSAT<br>(liter) |
|------------------|---------------------------------|------|----------------------|
|                  | B-01                            | B-02 |                      |
| 0                | 50                              | 50   | 0                    |
| 20               | 45                              | 45   | 1                    |
| 40               | 40                              | 40   | 6                    |
| 60               | 33                              | 32   | 11                   |
| 80               | 27                              | 26   | 16                   |
| 100              | 21                              | 19   | 20                   |
| 120              | 16                              | 14   | 25                   |
| 140              | 11                              | 9    | 27                   |
| 160              | 5                               | 4    | 31                   |
| 180              | 0                               | 0    | 34                   |

Tabel-2. Penurunan Volume Larutan Evaporasi Tahap II.

| WAKTU<br>(menit) | TANGKI LARUTAN UMPAN<br>(liter) |      | KONDENSAT<br>(liter) |
|------------------|---------------------------------|------|----------------------|
|                  | B-03                            | B-04 |                      |
| 0                | 50                              | 50   | 0                    |
| 20               | 45                              | 44   | 1                    |
| 40               | 39                              | 38   | 5                    |
| 60               | 33                              | 33   | 11                   |
| 80               | 26                              | 27   | 16                   |
| 100              | 21                              | 22   | 21                   |
| 120              | 16                              | 15   | 25                   |
| 140              | 10                              | 10   | 27                   |
| 160              | 5                               | 4    | 31                   |
| 180              | 0                               | 0    | 34                   |

Kecepatan reduksi volume tergantung pada konsentrasi awal larutan UN. Semakin besar konsentrasi awal larutan UN maka akan semakin lambat reduksi volume larutan. Begitupun sebaliknya, semakin kecil konsentrasi awal larutan UN maka akan semakin cepat reduksi volume larutan.

### Konsentrasi

Untuk memperoleh larutan UN dengan konsentrasi yang memenuhi syarat pada proses konversi kimia, evaporasi dilakukan dua tahap. Hal ini disebabkan pengecekan konsentrasi larutan dilakukan melalui tangki tampung secara sampling dengan menggunakan densitometer. Setiap 100 ml larutan UN hasil evaporasi dilakukan pengecekan terhadap konsentrasi. Dari proses penguapan yang telah dilakukan diperoleh hasil pengukuran pertama konsentrasi larutan sebesar 266,04 g U/l. Besar konsentrasi tersebut masih dapat ditingkatkan, sehingga perlu dilakukan proses penguapan yang kedua. Pada peroses penguapan yang kedua diperoleh hasil pengukuran konsentrasi larutan sebesar 310,73 g U/l.

Pada kondisi konsentrasi larutan 310,73 g U/l evaporasi dihentikan, hal ini disebabkan pada konsentrasi di atas 310,73 g U/l larutan UN mengalami pengkristalan di dalam pipa jalur sirkulasi larutan UN. Hal ini dapat mengakibatkan suhu evaporasi larutan UN naik dan larutan akan masuk ke jalur kondensat. Selanjutnya pada

konsentrasi 310,73 g U/l larutan UN sudah dapat digunakan sebagai umpan pada proses konversi kimia.

### **Temperatur dan Tekanan**

Peranan alat dukung pada evaporasi sangat penting. Keberhasilan dan kegagalan evaporasi ditentukan oleh kondisi peralatan dukung tersebut. Sehingga selama evaporasi berlangsung perlu dilakukan pengecekan terhadap suhu dan tekanan proses melalui segenap indikator pada peralatan dukung. Dari proses penguapan yang telah dilakukan baik kondisi suhu dan tekanan segenap alat dukung stabil, sehingga proses penguapan berjalan dengan baik.

### **Kualitas larutan UN**

Untuk memperoleh hasil evaporasi yang diinginkan, senantiasa dilakukan analisis unsur pengotor terhadap larutan UN. Unsur pengotor yang terdapat di dalam larutan UN hasil evaporasi diantaranya berupa : Ni, Fe, Cr. Unsur pengotor tersebut dapat menurunkan kualitas bahan induk (amonium uranil karbonat, AUK) pada pembuatan elemen bakar.

Dari hasil penguapan larutan UN diperoleh unsur pengotor dalam larutan berupa Fe = 85,94 ppm, Ni = 11,93 ppm, dan Cr = 17,27 ppm, sedang unsur pengotor yang lain tidak ditemukan. Hasil tersebut menunjukkan besar konsentrasi larutan UN berada di bawah standar konsentrasi pengotor maksimum yang diijinkan, sehingga sudah memenuhi spesifikasi untuk diproses konversi kimia.

## **KESIMPULAN**

Dari penyipian larutan UN didapatkan konsentrasi pada tahap pertama sebesar 266,04 g U/l dan tahap ke-dua sebesar 310,73 g U/l. Unsur pengotor yang terdapat di dalam larutan UN hasil evaporasi adalah : Fe = 85,94 ppm, Ni = 11,93 ppm, dan Cr = 17,27 ppm dengan kandungan unsur-unsur pengotor masih di bawah batas yang diijinkan oleh American Standard of Testing Material (ASTM) Standard park 45.

## **DAFTAR PUSTAKA**

1. NUKEM "Basic and Detail Engineering Process Element Fabrication Plant for BATAN", Vol. 4 Nukem VT – No. 2.0080, Hanau (1983).
2. SURIPTO A, "Proses pembuatan Elemen Bakar Nuklir", Diklat keselamatan dan sarana dukung Elemen Bakar Nuklir (KSDP-PEBN), Serpong (1988).



3. BPEBRR-PEBN, "Petunjuk operasi pemungutan gagal 5S", Diagram P & I Pemungutan gagal, BPEBRR-PEBN 5S (1986).
4. ASTM, "Annual Hand Book of ASTM Standard park 45", ASTM – 1916 Rarc st., Philadelphia, Pa. 19103, (1082), hal. 533.