

MEMPELAJARI PENGARUH UNSUR-UNSUR LAIN TERHADAP  
PEMISAHAN SERIUM DARI SENYAWA URANIUM DAN ANALISANYA

Samin, Gunanjar

PPBMI - BATAN

YOGYAKARTA

INTISARI

Telah dipelajari pengaruh dari berbagai unsur-unsur lain (Sb, As, Cd, Cr, Cu, Co, Bi, Ni, Al, Pb, Hg, Mo, Mn, Th, dan Zr) dengan bermacam-macam konsentrasi 0,5 - 10 mg/50 ml pada pemisahan dan analisa 300 ug. Ce/50 ml dari cuplikan uranyl sulfat dengan metoda spektrofotometri sinar tampak pada daerah panjang gelombang 350 - 750 nm. Tata kerja meliputi pelarutan cuplikan dengan  $H_2SO_4$  (1 : 4) kemudian serium diekstraksi dengan pelarut oxin-chloroform yang bebas asam dan air. Setelah 10 menit hasil ekstraksi diukur pada panjang gelombang 490 nm. Cuplikan yang mengandung 100 - 300 ug. Ce/50 ml dapat dianalisa dengan metoda ini dan Cd, Bi, Pb, Mn, Cr, Cu, Ni, Hg, Sb, Mo, Co, dan Zr dengan bermacam-macam konsentrasi 0,5 - 10 mg/50 ml tidak mempengaruhi, tetapi Th dan Al berturut-turut 10 dan 4 mg/50 ml mempengaruhi pemisahan serium.

ABSTRACT

The effect of some elements (Sb, As, Cd, Cr, Cu, Co, Bi, Ni, Al, Pb, Hg, Mo, Mn, Th and Zr) with various concentrations of 0,5 - 10 mg/50 ml on the separation and analysis of 300 ug. Ce/50 ml in uranyl sulphate samples using visible spectrophotometry method at the wavelength of 350 - 750 nm was studied. The procedure involved the dissolution of samples in sulfuric

acid ( 1 : 4 ) solution, followed by the extraction of cerium into oxin-chloroform solution being free from acid and water . The result was analyzed at 490 nm after 10 minutes . The samples containing 100 - 300 ug/50 ml of cerium showed no difficulty to be analyzed by this method and these elements of Cd, Bi, Pb, Mn, Cr, Cu, Ni, Hg, Sb, Mo, Co and Zr with various concentrations of 0,5 - 10 mg/50 ml were not influence, but the Th and Al concentrations of 10 mg/50 ml and 4 mg/50 ml respectively were influence on the cerium separation .

## I PENDAHULUAN

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh unsur-unsur lain ( Sb, As, Cd, Cr, Cu, Co, Bi, Ni, Al, Pb, Hg, Mo, Mn, Th, dan Zr ) terhadap pemisahan dan analisa Ce dari senyawa uranium . Disini dilakukan percobaan dengan menggunakan Ce non radioaktif dan senyawa uranium dari uranil sulfat, dimaksudkan sebagai percobaan pendahuluan dan persiapan melakukan pemisahan dan analisa Ce dalam olah ulang bahan bakar bekas nuklir .

Pemisahan Ce dari uranium digunakan cara ekstraksi dengan menggunakan pelarut oxin-kloroform sebagai ekstraktan, Ce akan membentuk senyawa kompleks oxinat dan akan terekstraksi kedalam fasa organik . Selanjutnya analisa Ce secara kuantitatif dilakukan dengan metoda spektrofotometri, dimana senyawa kompleks Ce - oxinat dalam fasa organik (kloroform) pada daerah sinar tampak memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 490 nm . Sedang konsentrasi U dalam fasa air dianalisa dengan metoda spektrofotometri juga<sup>(3)</sup> . Untuk tujuan tersebut diatas, kedalam larutan duplikan ditambahkan bermacam-macam unsur tersebut diatas dengan berbagai konsentrasi 0,5 - 10 mg/50 ml, kemudian setelah proses ekstraksi, hasil analisa Ce

dalam fasa organik dibandingkan dengan konsentrasi Ce yang sesungguhnya, demikian juga untuk U yang ada dalam fasa air ( sisa ekstraksi Ce ) .

Pada penelitian ini juga dipelajari pengaruh pH larutan terhadap ekstraksi Ce dan pengaruh U terhadap ekstraksi Ce pada konsentrasi Ce 150 - 300 ug/50 ml .

## II. DASAR TEORI

Cerium adalah unsur tanah jarang yang merupakan salah satu diantara hasil-hasil belahan reaksi inti terhadap bahan bakar dalam reaktor nuklir . Cerium mempunyai penampang absorpsi neutron yang cukup besar, oleh karena itu adanya Ce dan juga unsur-unsur hasil-hasil belahan yang lain yang mempunyai penampang absorpsi neutron besar adalah sangat merugikan karena mudah menyerap neutron<sup>(2)</sup> . Perlakuan olah ulang bahan bakar bekas nuklir dimaksudkan untuk memisahkan/memurnikan bahan bakar ( U dan Pu ) dari hasil-hasil belahan dan pemulihan kembali menjadi bahan bakar yang berkualitas nuklir . Beberapa cara pemisahan yang lazim digunakan dalam olah ulang bahan bakar bekas antara lain adalah dengan proses pengendapan, penukar ion, dan ekstraksi pelarut . Suatu kenyataan bahwa terdapat beberapa hasil belahan yang sulit dipisahkan dari U dan Pu yaitu antara lain :  $Ce^{141}$ ,  $Ce^{144}$ ,  $Zr^{95}$ ,  $Nb^{95}$ ,  $I^{131}$ ,  $Ru^{103}$  dan  $Ru^{106}$  . Sedang untuk nuklida-nuklida selain tersebut diatas, dengan penggunaan pereaksi pembentuk garam lebih mudah dapat dipisahkan dari U dan Pu secara ekstraksi pelarut<sup>(1)</sup> .

## III. BAHAN DAN TATA KERJA

### BAHAN

- Larutan asam sitrat ( 500 g asam sitrat dalam 1 liter larutan ) .
- Larutan KCN ( 400 g KCN dan 15 g NaOH dalam 1 liter larutan ) .
- Larutan sodium dithionit ( 2,5 g  $Na_2S_2O_4$  dilarutkan dalam 25 ml aquadest ) .

- yang mengandung 5 tetes ammonia ) .
- Larutan oxin-kloroform yang bebas asam dan air ( 6 gr oxin dalam 200 ml kloroform bebas asam dan air yang kemudian ditambah 20 ml aceton ) .
  - Kloroform bebas asam dan air ( kloroform dikocok dengan ammonia 1 : 20 yang mengandung 25 gr  $\text{NH}_4\text{Cl}$  / liter , kemudian dikeringkan dengan  $\text{K}_2\text{CO}_3$  selama 1 jam dan disaring ) .
  - Uranil sulfat (  $\text{UO}_2\text{SO}_4$  ) dan Cerium nitrat .

#### TATA KERJA

1. Cuplikan ( mengandung U dan Ce ) dilarutkan dengan asam sulfat ( 1 : 4 )
2. Kedalam larutan cuplikan ditambahkan bermacam-macam unsur lain seperti: Sb, As, Cd, Cr, Cu, Co, Bi, Ni, Al, Pb, Hg, Mo, Mn, Th dan Zr dengan berbagai konsentrasi 0,5 - 10 mg/50 ml .
3. Ditambahkan 2 ml larutan asam citrat , ammonia pekat bertetes-tetes hingga bersifat basa .
4. Ditambahkan 4 ml larutan KCN dan 1 ml larutan sodium dithionit .
5. Larutan di didihkan , cuci dengan aquadest dan di dinginkan pada temperatur kamar .
6. Ditambahkan indikator pp , diteteskan asam citrat hingga warna jambon terbebaskan , ditambah ammonia lagi hingga larutan berwarna jambon muda.
7. Ditambah ammonia pekat 5 ml ( pH larutan dibuat 12 dengan volumenya 50 ml ) .
8. Larutan tersebut diekstraksi dengan 15 ml larutan oxin-kloroform yang bebas asam dan air ( pH = 9 ) , dikocok selama 5 menit .
9. Fasa organik dipisahkan dari fasa airnya , dimasukkan kedalam labu yang mengandung 1 gr  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous .
10. Fasa organik disaring dengan kertas saring , diukur serapannya dengan

spektrofotometer Beckman model 25 pada panjang gelombang 490 nm dan kloroform sebagai pembandingnya .

11. Dalam fasa air ( sisa ekstraksi Ce ) dilakukan analisa uranium juga dengan metoda oxin ( pH fasa air dibuat 9 ) .<sup>(3)</sup>

#### IV. DATA PERCOBAAN DAN PERHITUNGAN

Kondisi ekstraksi optimum dilakukan dengan menggunakan 50 ml fasa air ( pH = 12 ) dan 15 ml fasa organik ( pH = 9 ) , yang dikocok selama 5 menit . Pada percobaan ini , oxin sebagai pembentuk kompleks dilarutkan dalam kloroform yang bebas asam dan kering ( bebas air ) , kemudian pH larutannya diatur dengan ammonia hingga mencapai 9 , sebab jika pH larutan oxin kurang dari 9 oxin tidak dapat membentuk kompleks dengan cerium . pH fasa air juga berpengaruh pada pembentukan kompleks Ce - oxinat , yang mana telah dilakukan bahwa untuk pH fasa organik tetap 9 dan pH fasa air divariasasi 8 - 13 , ternyata pada daerah pH 11 dan pH 12 serapan kompleks cukup besar dan stabil ( Gambar 1 ) . Untuk percobaan selanjutnya cerium diekstraksi dalam daerah pH 11 - 12 dari larutan citrat - ammonia ( fasa air ) dan pH 9 untuk fasa organiknya . Pada pH 13 ( untuk fasa air ) tidak dilakukan untuk percobaan , karena pada keadaan tersebut meskipun serapan kompleksnya lebih besar namun larutan terlalu banyak mengandung amoniak pekat .

Dari gambar 2 diperlihatkan bahwa oxin-kloroform yang bebas asam dan air dan pereaksi tidak mempunyai puncak serapan , sedangkan kompleks Ce - oxinat berpuncak pada panjang gelombang 490 nm .

Uranium tidak mempengaruhi ekstraksi cerium ( Gambar 3 ) dan kompleks yang terpisahkan juga terjadi pada panjang gelombang 490 nm . Kompleks stabil selama 2 jam setelah ekstraksi .

Untuk analisa Ce secara kuantitatif, digunakan kurva standar Ce dari cerium nitrat, untuk cuplikan yang mengandung ( 100 - 325 ) ug Ce/50 ml dapat dianalisa ( Gambar 4 ) .

Pengganggu besi ( Fe ) dapat diatasi dengan merubahnya kedalam bentuk ferrocianida dengan adanya potasium cianida dan sodium dithionit .

Selain tersebut diatas larutan harus bebas dari fluorida .<sup>(4)</sup> Gangguan Mn yang kemungkinannya sangat kecil dapat dihindarkan dengan jalan setelah direduksi dengan dithionit Mn diendapkan dengan asam sulfat .<sup>(4)</sup>

Pengaruh unsur-unsur lain terhadap pemisahan dan analisa cerium dari senyawa uranium telah dipelajari dan diperlihatkan pada tabel 1 .

Dari tabel tersebut didapat bahwa untuk cuplikan yang mengandung 300 ug Ce dan 40 mg U, ternyata unsur-unsur : Cd, Bi, Pb dan Mn masing-masing 0,5 mg, As = 0,6 mg, Cr, Cu, Ni, Hg, masing-masing 1 mg, Zr = 0,8 mg, Sb, Mo, Co masing-masing 2 mg tidak mengganggu dan kesalahan hasil analisa cerium terhadap pengukuran yang sebenarnya adalah 2 - 3,3 % .

Jika cuplikan mengandung 10 mg Th dan 4 mg Al terbentuknya kompleks Ce - Oxin terganggu .

Hasil analisa cerium dengan adanya uranium diperlihatkan pada tabel 2 dan diperoleh kesalahan 2,9 % terhadap pengukuran yang sesungguhnya .

Uranium dalam fasa air dianalisa dengan metoda oxin dengan pH fasa airnya = 9 dan puncak serapan diukur pada panjang gelombang 380 nm .

Untuk analisa U secara kuantitatif digunakan kurva standar uranium ( Gambar 5 ) . Jika dibandingkan dengan pengukuran uranium yang sebenarnya, U hasil analisa menyimpang 2,4 % .

Berdasarkan hasil analisa cerium dalam fasa organik dan uranium dalam fasa air ( sisa ekstraksi Ce ), dapat dikatakan bahwa metoda ekstraksi cerium

dengan oxin merupakan cara pemisahan cerium yang cukup selektif, karena pada konsentrasi tertentu unsur-unsur lain tidak mengganggu .

#### V KESIMPULAN

1. Konsentrasi cerium hasil analisa menyimpang 2 - 3,3 % terhadap pengukuran yang sebenarnya .
2. Pada analisa kolorimetri ini, unsur-unsur seperti Sb, As, Cd, Bi, Ni, Pb, Cr, Cu, Hg, Co, Mo, dan Zr dengan berbagai konsentrasi 0,5 - 10 mg/50 ml tidak mempengaruhi pemisahan serium dari senyawa uranium, tetapi Th dan Al berturut-turut 10 mg/50 ml dan 4 mg/50 ml mempengaruhi .
3. Metoda ekstraksi dan spektrofotometri merupakan salah satu cara pemisahan dan analisa cerium yang cukup teliti .

#### Acuan

1. Bruce F.R., " Proceeding of The International Conference On The Peaceful Uses of Atomic Energy ", United Nations, New York, Vol 7, 100, 1957 .
2. Mohammad Ridwan, Prayoto, Marsongkohadi, Jasif Iljas, Roestam Roekmantara, Haryoto Djojosebroto, " Pengantar Ilmu Pengetahuan Dan Teknologi Nuklir ", BATAN, Jakarta, 1978 .
3. Rodden C.J., " Analysis of Essential Nuclear Reactor Materials ", New Brunswick Laboratory, U.S. Atomic Energy Commission, 1964 .
4. Sandell E.B., " Colorimetric Determination of Traces of Metals 3 rd ed, Interscience, New York, 1959 .

Tabel 1 : Hasil analisa Ce dari larutan cuplikan ( U = 40 mg/50 ml; Ce = 350 ug/50 ml dan unsur-unsur lain ) .

Cupl.	Unsur-unsur lain ( mg/50 ml )	Berapakan komp. Ce-Oxinat	Ce hasil ana- lisa	Kesalahan
A	Sb = 2,0 mg	0,826	292,5 ug	2,5 %
	As = 0,6 "	0,823		
	Cr = 1,0 "	0,831		
	Cu = 1,0 "	0,827		
B	Pb = 0,5 "	0,815	291,25 ug	2,9 %
	Mo = 2,0 "	0,823		
	Hg = 1,0 "	0,818		
		0,821		
C	Bi = 0,5 "	0,819	290,0 ug	3,3 %
	Ni = 1,0 "	0,813		
	Co = 2,0 "	0,820		
		0,814		
D	Zr = 0,8 "	0,829	294,0 ug	2,0 %
	Cd = 0,5 "	0,822		
	Mn = 0,5 "	0,830		
		0,825		



E	Th = 10,0 "	2,399		
		2,393		
		2,390		
		2,395		
F	Al = 4,0 "	0,462	175,1 ug	41,7 %
		0,460		
		0,448		
		0,453		

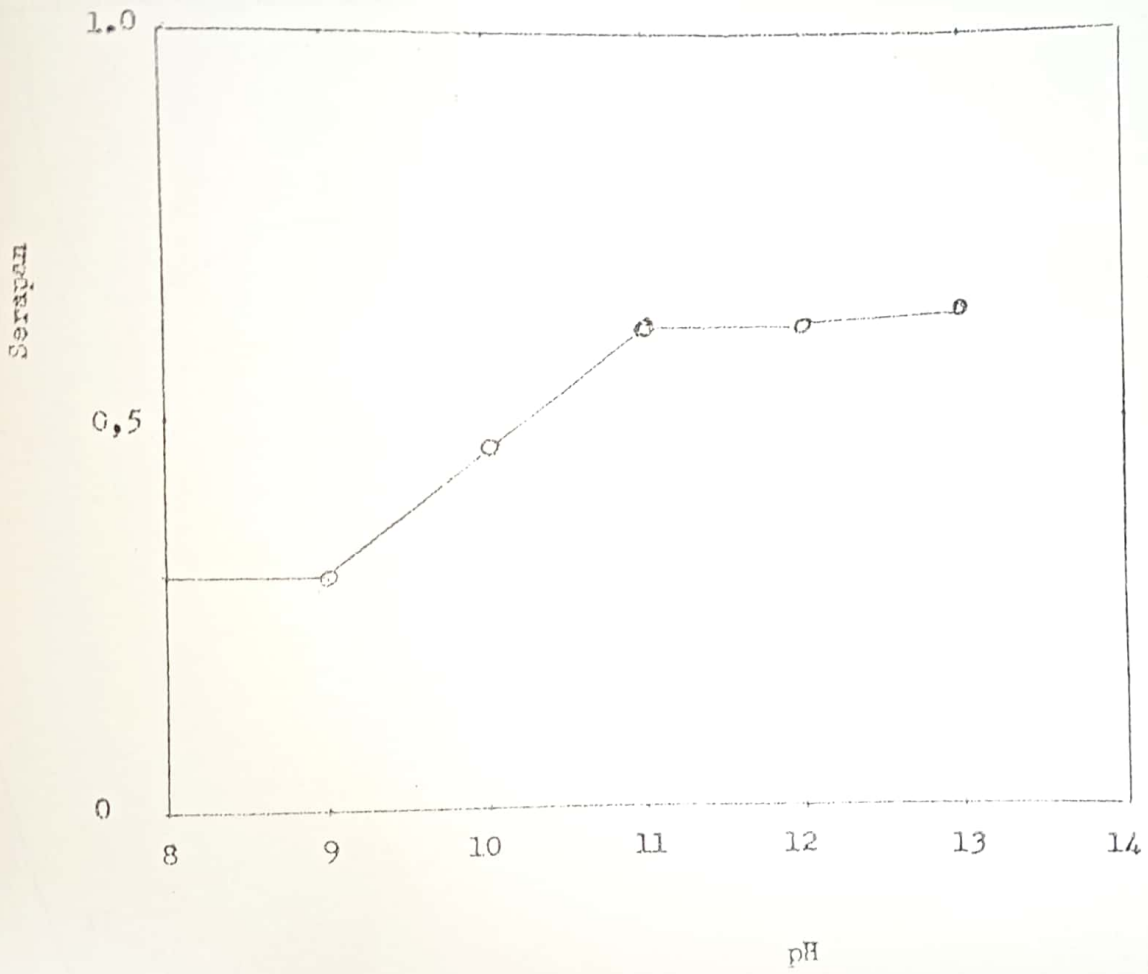
Tabel 2 : Pengaruh uranium terhadap analisa serum .

40,0 mg U + Ce yang dianalisa per 50 ml	Ce hasil analisa per 50 ml	Kesalahan
Ce = 150 ug	146,1 ug	2,7 %
Ce = 200 "	193,2 "	3,4 %
Ce = 250 "	243,8 "	2,5 %
Ce = 300 "	291,4 "	2,9 %

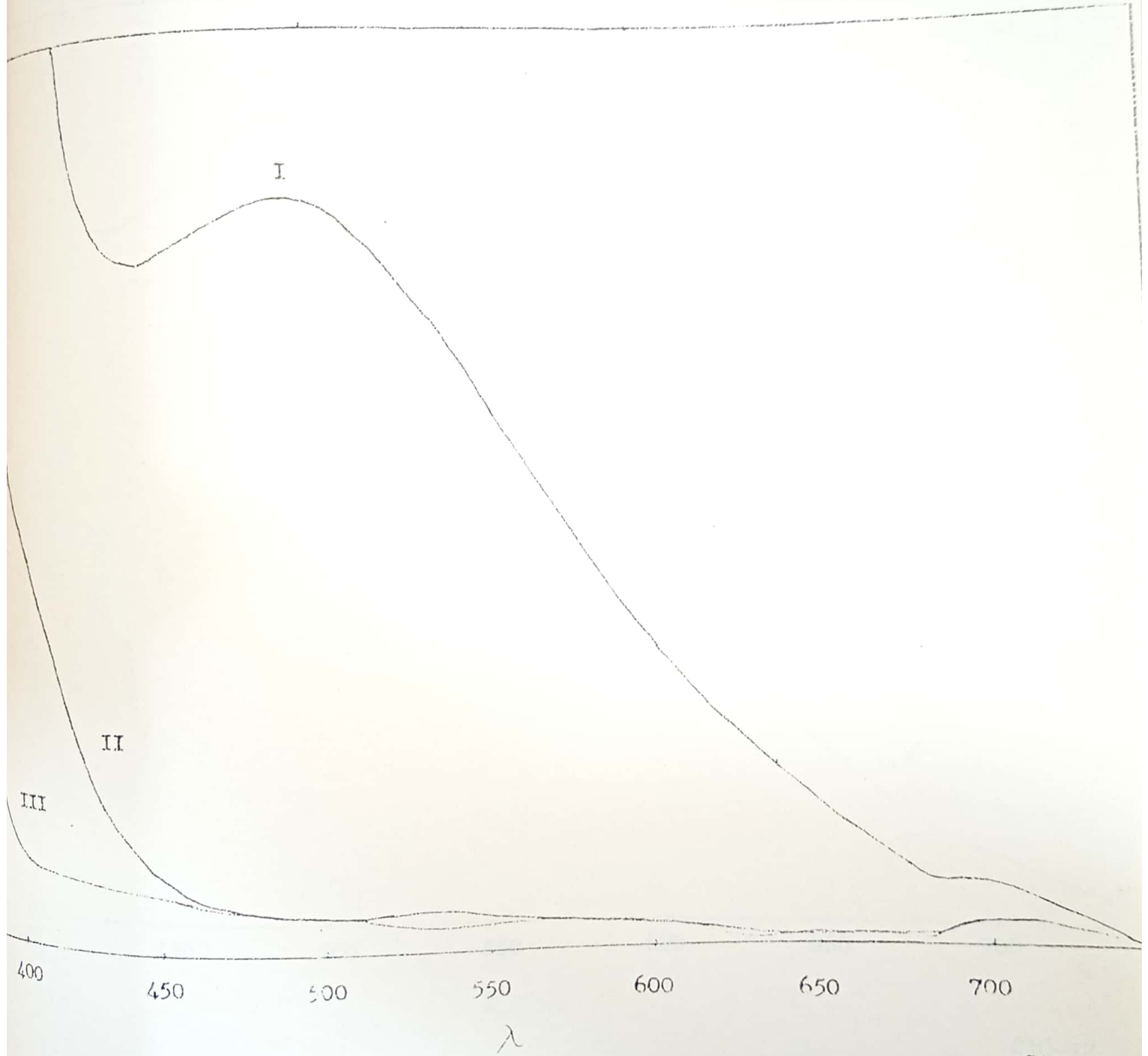
Tabel 3 : Hasil analisa uranium dari larutan sisa ekstraksi serum .

Cuplikan	U yang diperiksa	U hasil analisa	Kesalahan
A	40,0 mg	38,75 mg	3,1 %
B	40,0 "	39,0 "	2,5 %
C	40,0 "	39,38 "	1,5 %
D	40,0 "	39,0 "	2,5 %
Kesalahan rata - rata			2,4 %

Gambar : 1.

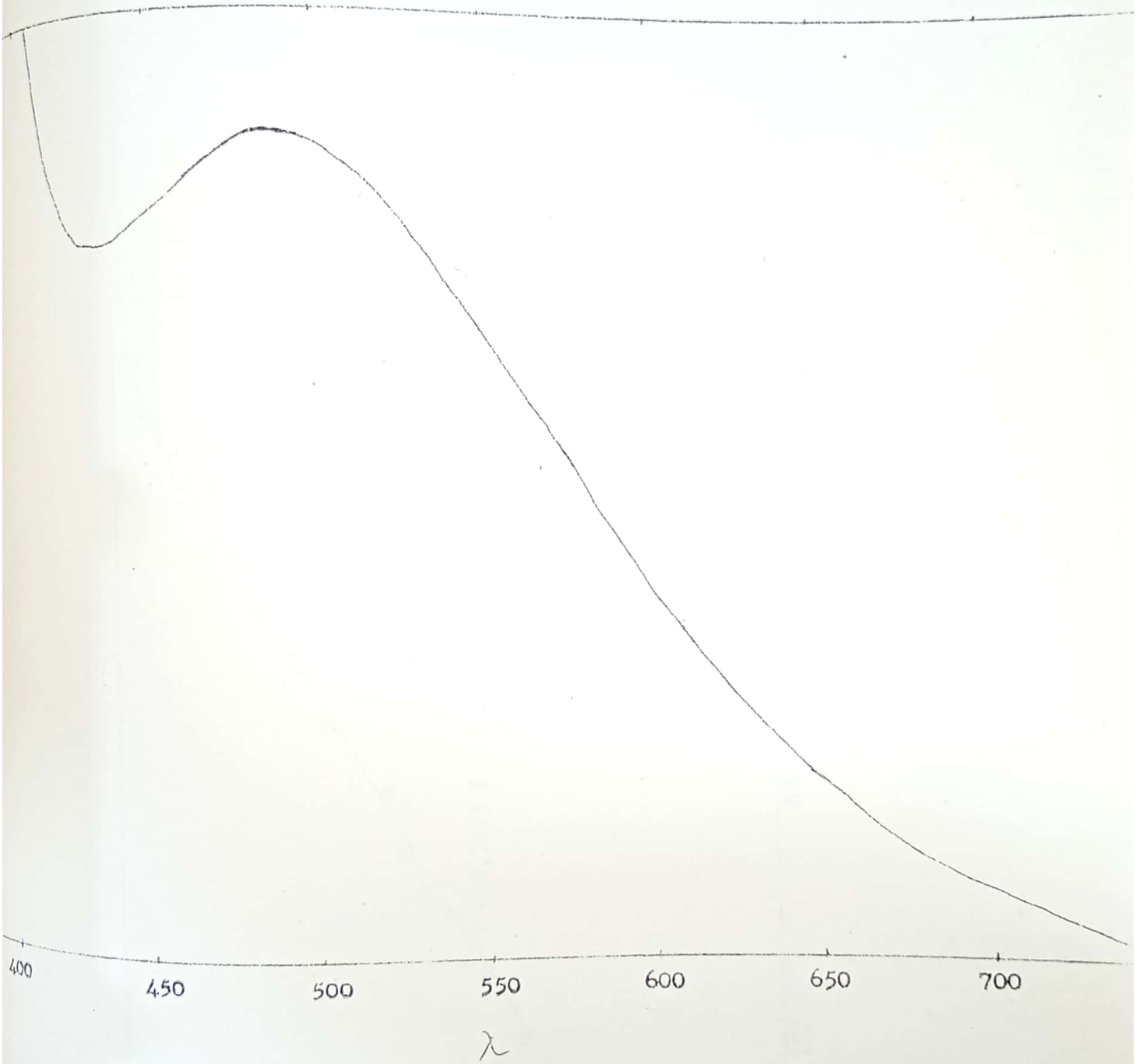


Gambar : 2.



C10-11

Gambar : 3.



C10-12

LABORATOIR : 4,

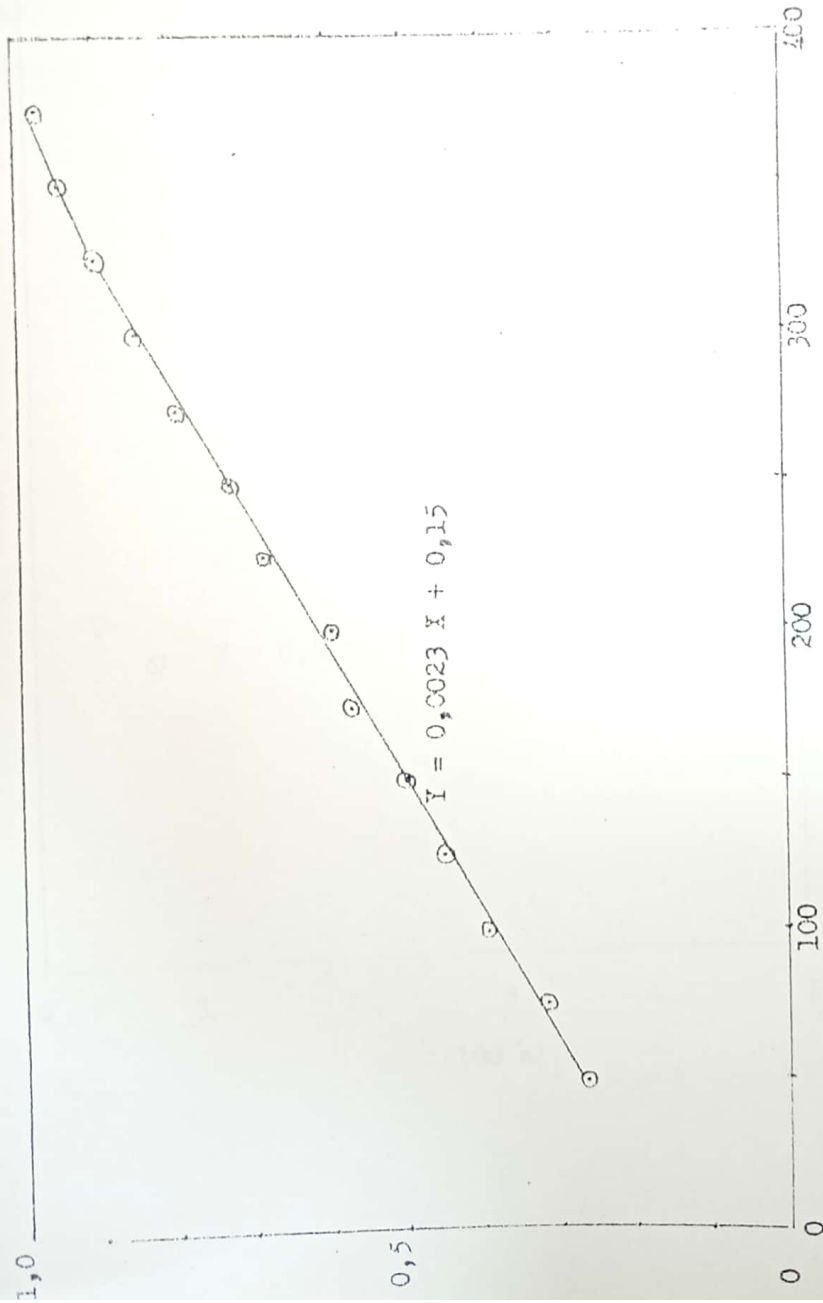
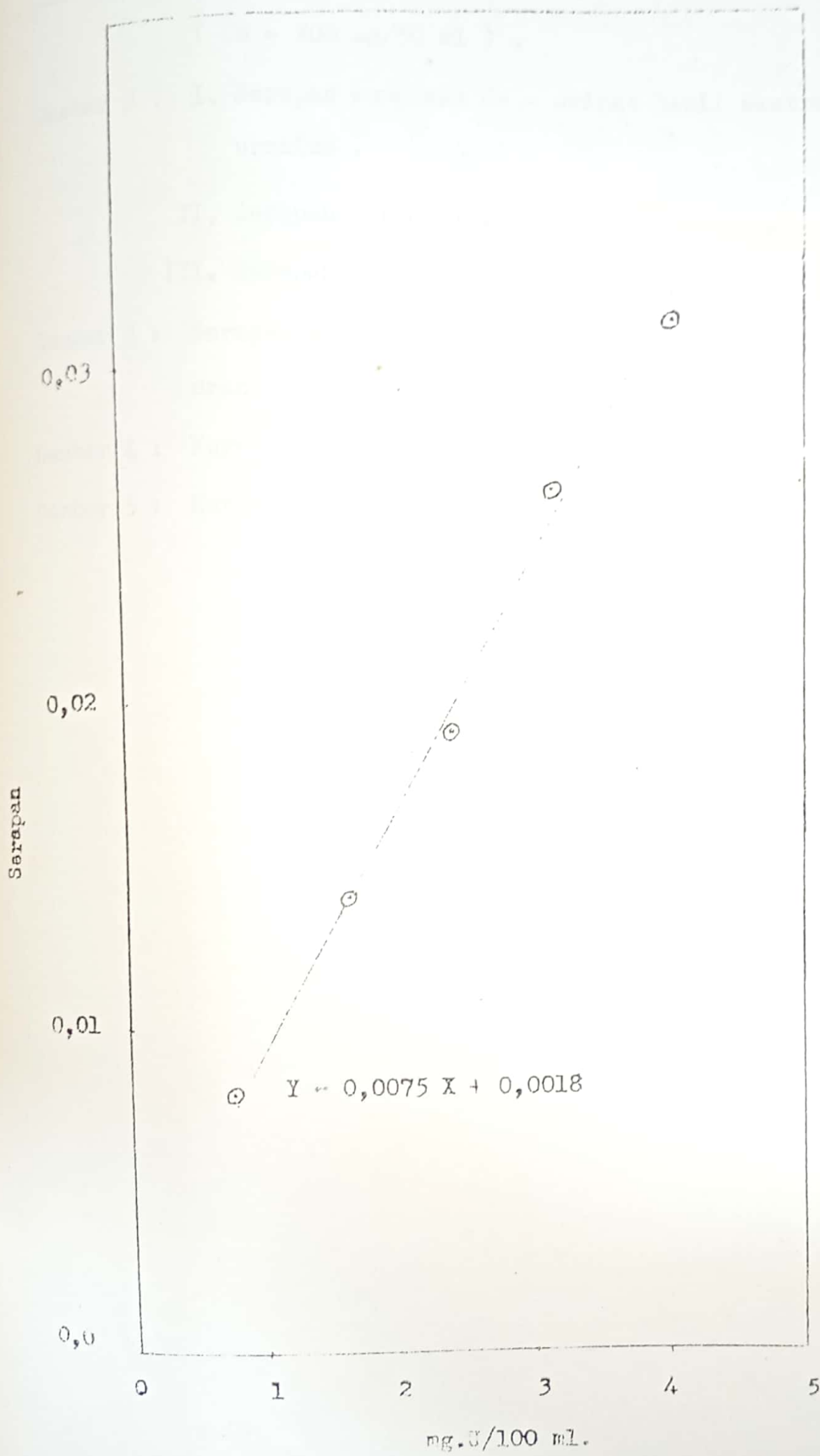


Fig. Co/50 ml

Gambar : 5.



C10-14  
C10-14

Keterangan :

Gambar 1 : Pengaruh pH terhadap ekstraksi kompleks Ce - oxinat .

( Ce = 200 ug/50 ml ) .

Gambar 2 : I. Serapan kompleks Ce - oxinat hasil ekstraksi dari larutan uranium .

II. Serapan pereaksi .

III. Serapan oxin - chloroform .

Gambar 3 : Serapan kompleks Ce - oxinat hasil ekstraksi dari larutan uranium .

Gambar 4 : Kurva standar Serium .

Gambar 5 : Kurva standar Uranium .