

PENGARUH GARAM AMONIUM NITRAT PADA PENGENDAPAN AMONIUM DIURANAT

Oleh

DJOKOWIJODO

PPBMT-BATAN YOGYAKARTA

INTISARI

Pelah dilakukan reaksi pengendapan larutan UNH di dalam air dengan penambahan larutan amonium hidroksida. Endapan tersebut dikenal sebagai ADU (amonium diuranat).

Terbentuknya endapan sangat dipengaruhi oleh pH larutan. Apabila perubahan pH dialurkan terhadap ml penambahan NH_4OH , akan terjadi kurva khas yang mengikuti suatu pola tertentu.

Dipelajari juga pH mulai terbentuknya endapan dan juga pengaruh penambahan amonium nitrat pada pembentukan endapan ADU tersebut. Terwata penambahan amonium nitrat menyebabkan terbentuknya endapan ADU pada pH yang lebih rendah dari pada terbentuknya endapan ADU tanpa penambahan amonium nitrat. Tetapi penambahan amonium nitrat tidak menunjukkan perbedaan pada pola alur kurva pengendapan ADU.

Mekanisme reaksi pengendapan ADU ini dicoba diterangkan menurut teori pembentukan kompleks sistem terner $\text{UO}_3\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$.

ABSTRACT

The precipitation reaction of UNH in aqueous solution by ammonia had been studied. The precipitate is known as ADU (ammonium diuranate).

The precipitation was effected by the pH of the solution.
A specific curve was obtained when a curve was drawn upon the variation of pH as a function of the ammonia addition.
It has also been studied the pH of the solution when the precipitation was initiated as well as the influence of NH_4NO_3 . The ammonium nitrate addition didn't show different shape of the specific curve.

The mechanism of the precipitation reaction was explained by the terniary system of $\text{UO}_3\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$ complex theory.

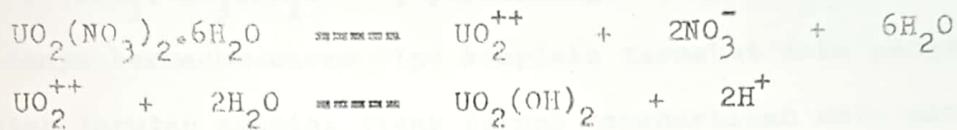
PENGARUH GARAM AMONIUM NITRAT PADA PENGENDAPAN AMONIUM DIURANAT

Oleh:

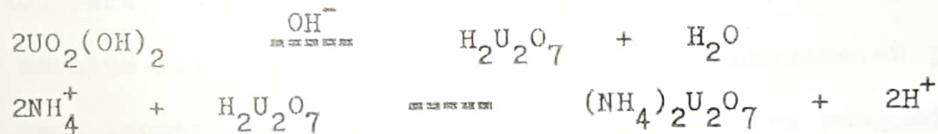
DJOKOWIDODO, SUKARMAN AMINJOYO, KRIS TRI BASUKI

PENDAHULUAN

Uranil nitrat heksa hidrat (UNH) adalah zat padat berwarna kuning dan mudah larut di dalam air. Di dalam pelarut air UNH akan terhidrolisa dan larutan bersifat asam⁽⁴⁾

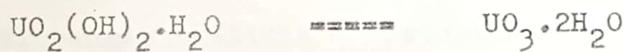


Jika ke dalam larutan UNH ini ditambahkan basa, akan terjadi perubahan susunan dari uranil hidroksida menjadi diuranat yang dengan logam atau amonium akan membentuk garam diuranat dan tidak larut di dalam air,

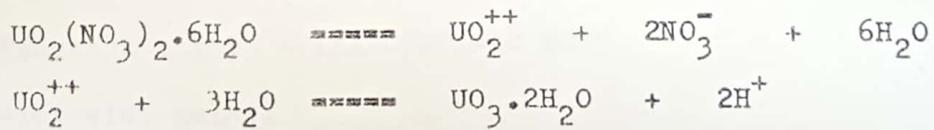


Cordfunke⁽¹⁾ melakukan penelitian tentang senyawa amonium diuranat tersebut dan diperoleh kesimpulan bahwa di dalam pelarut air tidak akan pernah dapat diperoleh senyawa amonium diuranat, meskipun dengan amonium hidroksida yang sangat berlebihan.

Yang terjadi adalah suatu kompleks uranat, yaitu



Dengan demikian reaksi hidrolisa UNH di dalam air adalah



Kompleks uranat hidrat ini merupakan bentuk dasar pada pembentukan

senyawa kompleks uranat-amoniak-hidrat, yang merupakan sistem ter-
nor $\text{UO}_3 \cdot \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Berdasarkan pengertian tersebut, maka dikenal 4(empat) macam tipe
kompleks :

Tipe I : $\text{6UO}_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, perbandingan molar $\text{NH}_3:\text{U} = 0,00$

Tipe II : $\text{6UO}_3 \cdot 2\text{NH}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, perbandingan molar $\text{NH}_3:\text{U} = 0,33$

Tipe III : $\text{6UO}_3 \cdot 3\text{NH}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, perbandingan molar $\text{NH}_3:\text{U} = 0,50$

Tipe IV : $\text{6UO}_3 \cdot 4\text{NH}_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, perbandingan molar $\text{NH}_3:\text{U} = 0,66$

Karena adanya bermacam-macam tipe kompleks tersebut maka pengendapan UNH oleh larutan amoniak tidak pernah menghasilkan satu macam endapan, tetapi selalu merupakan campuran ketiga tipe kompleks tersebut.

Pengamatan dilakukan pada hidrolisa UNH, pH mulai terbentuknya endapan ADU baik tanpa penambahan amonium nitrat maupun dengan penambahan amonium nitrat. Demikian juga dilakukan pengamatan perubahan pH pada penambahan amoniak untuk pembuatan kurva pengendapan.

1. PERCOBAAN

Bahan : UNH - Merck

Larutan amoniak 25% - Merck

NH_4NO_3 - Merck

Alat : Timbangan analitik - Sartorius

pH meter - WTW

Pengaduk magnet - IKA-COMBIMAC RCT

Alat-alat gelas.

Tata kerja

pH meter dibakukan dengan mempergunakan larutan dapar Tritisol buatan Merck, pada pH 3, 4, 6, 7, 9, 11.

Larutan UNH dibuat dengan melarutkan 25,1065 gram UNH menjadi 50 ml larutan. Untuk selanjutnya larutan ini merupakan larutan induk untuk pembuatan larutan-larutan berikutnya.

Larutan 1M NH_4OH dibuat dengan mengencerkan larutan NH_3 25%.

Untuk mengetahui perlakuan hidrolisa UNH dilakukan percobaan dengan melarutkan 50 mg, 100 mg, 150 mg, 200 mg dan 250 mg serbuk UNH menjadi 10 ml larutan. Sebelum pelarutan pH air diukur dengan pH meter. Selanjutnya larutan disimpan selama sehari-semalam, kemudian diukur pH akhirnya.

Untuk mempelajari pada pH berapa mulai timbul endapan dilakukan percobaan sebagai berikut:

Ke dalam tabung reaksi bertutup ulir dimasukkan 15 ml 0,05M UNH, pH awal ditetapkan dengan pH meter. Kemudian ditambahkan larutan 1M NH_4OH secukupnya sampai diperoleh pH yang diinginkan.

Dibuat campuran larutan dengan pH : 3,5; 3,6; 3,7; 3,8; 3,9; 4,0. Semua larutan di dalam tabung disimpan untuk selanjutnya akan diperiksa pada pH berapa mulai timbul endapan dan kemudian diukur kembali pH akhir campuran larutan.

Untuk mengetahui pengaruh amonium nitrat, dilakukan percobaan dengan cara yang sama, tetapi ke dalam setiap campuran larutan ditambahi dulu dengan 0,75 ml 1M NH_4NO_3 .

Pembuatan kurva pengendapan dilakukan dengan cara sebagai berikut :

Ke dalam gelas piala 100 ml dimasukkan 40 ml 0,05M UNH dengan mempergunakan pipet gondok. pH larutan ditetapkan dengan pH meter. Larutan 1M NH_4OH ditambahkan dengan mempergunakan mikroburet 5 ml. Penambahan NH_4OH dilakukan secara berkala, setiap penambahan 0,1 ml dengan selang waktu 5 (lima) menit untuk penambahan NH_4OH berikutnya. Selama penambahan NH_4OH larutan diaduk dengan pengaduk magnet.

Untuk mempelajari pengaruh amonium nitrat pada pengendapan larutan UNH oleh penambahan NH_4OH dilakukan percobaan seperti pada percobaan pertama, tetapi dengan penambahan NH_4NO_3 berturut-turut pada setiap 40 ml 0,05M UNH dengan : 0,2 ml, 0,4 ml, 0,6 ml, 1,6 ml, 1,8 ml dan 2,0 ml 1M NH_4NO_3 .

HASIL PENGAMATAN DAN DISKUSI

Hasil-hasil pengamatan dan kurva pengendapan terlampir.

Dari tabel-1, ternyata bahwa UNH akan terhidrolisa sempurna pada konsentrasi di bawah $3,98 \times 10^{-4}$ M.

Dari tabel-2 endapan sistem terner $\text{UO}_3-\text{NH}_3-\text{H}_2\text{O}$ pada larutan UNH yang tidak ditambahi amonium nitrat, endapan segera timbul pada penambahan NH_4OH begitu campuran mencapai pH 3,9 - 4,0.

Pada pH 3,8 endapan timbul sesudah campuran UNH- NH_4OH didiamkan selama sehari semalam.

Pada pH 3,7 endapan timbul sesudah campuran didiamkan selama satu minggu.

Campuran larutan UNH- NH_4OH dengan pH 3,5 dan 3,6 tidak menghasilkan endapan, meskipun sudah ditunggu lebih dari tiga minggu.

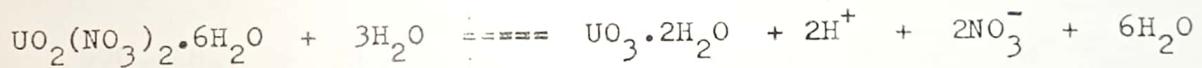
Pada campuran larutan $\text{UNH-NH}_4\text{NO}_3\text{-NH}_4\text{OH}$ dengan pH 3,5 tidak timbul endapan dan pada pH 3,6 mulai terlihat adanya endapan sesudah satu bulan dengan pengamatan tiap hari dikocok. Pada pH 3,7 endapan timbul sesudah campuran didiamkan selama sehari-semalam, sedangkan campuran dengan pH 3,8 endapan segera timbul sesudah diamkan selama satu jam.

Pengamatan pada kurva pengendapan tidak dapat menunjukkan dengan pasti pengaruh penambahan amonium nitrat pada pengendapan sistem terner $\text{UO}_3\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$. Tetapi kurva-kurva pengendapan menunjukkan pola alur yang sama.

Berdasarkan kurva pengendapan dapat diterangkan tahap-tahap reaksi sebagai berikut:

Tahap I, hidrolisa UNH,

Larutan UNH di dalam air akan terhidrolisa dengan persamaan reaksi hidrolisa :



Pada reaksi hidrolisa ini dihasilkan ion H^+ , oleh karena itu pada akhir reaksi pH larutan rendah dan larutan bersifat asam.

Tahap II, penambahan NH_4OH tingkat pertama,

Pada tahap ini terjadi reaksi penetralan, yaitu reaksi antara ion H^+ dari larutan UNH dengan ion OH^- dari NH_4OH .



Pada tahap ini alur kurva akan naik perlahan-lahan sesuai dengan berkurangnya konsentrasi ion H^+ . Untuk menekan agar kenaikan pH

jangan terlalu dipengaruhi oleh membesarnya voluma larutan, maka dibuat larutan NH_3 relatif sangat pekat dibandingkan dengan konsentrasi UNH.

Tahap III, tahap pembentukan endapan ,

Pada tahap ini mulai terbentuk endapan, kurva akan menunjukkan penurunan yang agak tajam, kemudian naik lagi perlahan-lahan sampai saat akan naik dengan tajam lagi. Dengan naiknya pH berarti konsentrasi ion OH^- bertambah, adanya ion OH^- yang cukup akan mengubah ion uranil menjadi kompleks uranat hidrat, yang kemudian dengan NH_4^+ akan membentuk endapan sistem terner $\text{UO}_3\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$.



Kemungkinan reaksi yang terjadi pada pembentukan endapan sistem terner adalah :



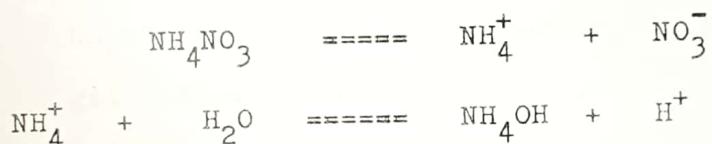
Pada sistem terner $\text{UO}_3\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$ tersebut perbandingan molar $\text{UO}_3 : (\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O})$ selalu 1 : 2.

Penurunan pH yang sedikit tajam itu dikarenakan terlepasnya ion H^+ pada waktu terbentuknya endapan. Pada penambahan NH_4OH berikutnya kurva akan naik lagi perlahan-lahan, pada saat ini ion NH_4^+ akan membentuk endapan dengan uranat sedangkan ion OH^- menetralkan ion H^+ . Apabila pada daerah tahap ke-3 ini penambahan NH_4OH dihentikan dan

dibiarkan, reaksi pembentukan kompleks sistem terner akan berjalan terus sampai dicapai keadaan kesetimbangan. Keadaan kesetimbangan ini akan dicapai pada pH 7,6. Keadaan tersebut dapat diamati dengan tetap terjadinya penurunan pH sampai tercapai keadaan kesetimbangan. Apabila reaksi pengendapan diteruskan, maka pada penambahan NH_4OH selanjutnya, pH akan sedikit melonjak dan seterusnya akan mengikuti pola alur semula sampai semua uranil mengendap.

Tahap IV, tahap akhir,

Apabila semua ion uranil sudah terendapkan sempurna, pH akan naik dengan sangat tajam. Tahap IV yang sangat pendek ini disebabkan karena dengan penambahan NH_4OH sedikit saja sisa UNH akan habis terendapkan dan di dalam larutan terdapat garam amonium nitrat yang terhidrolisa dan menyebabkan larutan sedikit bersifat asam.



Penambahan NH_4OH berikutnya akan segera menetralkan larutan dan dengan sedikit kelebihan NH_4OH larutan menjadi bersifat basa, oleh karena itu pada penambahan NH_4OH selanjutnya kenaikan pH akan sangat lambat. Hal itu disebabkan karena terjadinya larutan dapar dari campuran garam amonium nitrat dengan basa lemah amonium hidroksida.

KETERANGAN TABEL

1. Tabel 1, : Hidrolisa UNH di dalam pelarut air dapa berbagai konsentrasi.
2. Tabel 2 : Pembentukan endapan ADU pada berbagai penambahan NH_4OH dan pengaruh penambahan garam amonium nitrat pada pembentukan endapan ADU.

KETERANGAN GAMBAR

1. Gambar 1 : Pola alur kurva perubahan pH larutan pada penambahan NH_4OH terhadap ml penambahan NH_4OH .
2. Gambar 2 ; Kurva perubahan pH larutan pada penambahan NH_4OH terhadap ml penambahan NH_4OH dengan menghentikan reaksi pada tahap III.
3. Gambar 3 : Kurva-kurva perubahan pH larutan pada penambahan NH_4OH terhadap ml penambahan NH_4OH , dengan berbagai variasi penambahan NH_4NO_3 .

Tabel : 1

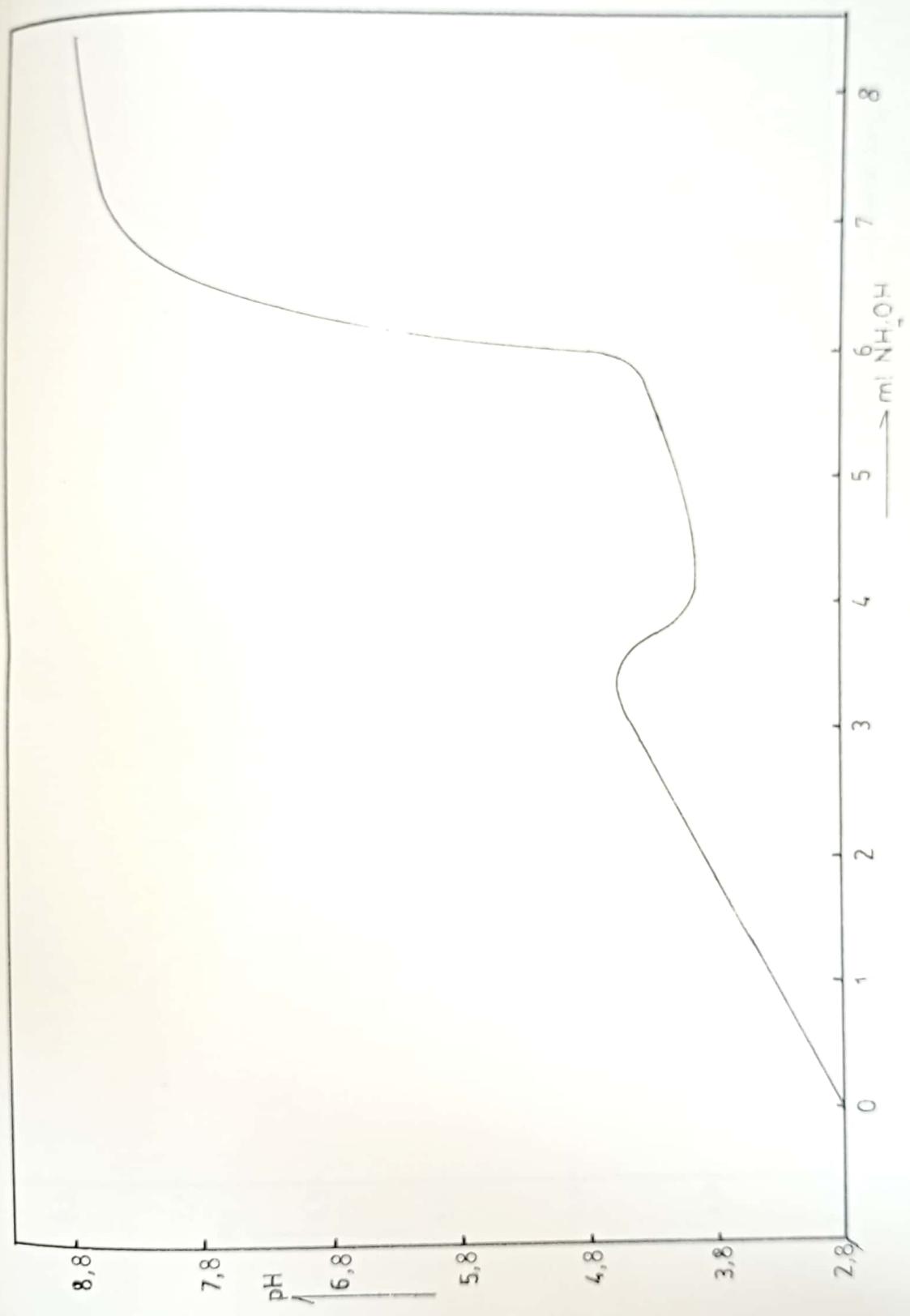
pH larutan w mg UNH menjadi 10 ml larutan, sesudah satu hari satu malam

<u>No</u>	<u>mg UNH</u>	<u>pH</u>	<u>konsentrasi UNH (molar)</u>		
1	50	3,19	9,96	X	10^{-5}
2	100	3,08	1,99	X	10^{-4}
3	150	2,94	2,99	X	10^{-4}
4	200	2,85	3,98	X	10^{-4}
5	250	2,81	4,98	X	10^{-4}
6	-	2,80	0,05		
7	-	2,82	0,10		

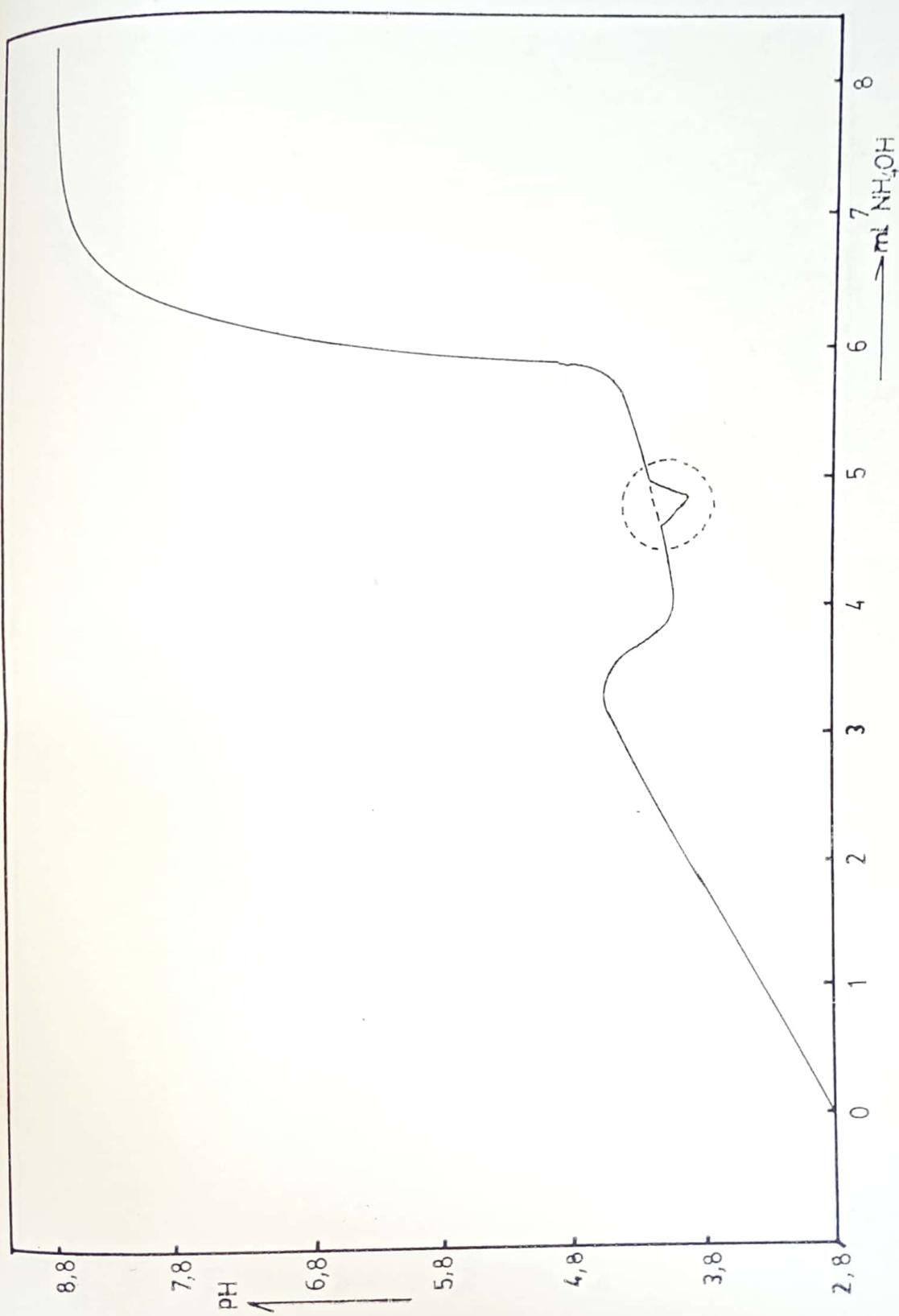
Tabel : 2

Campuran larutan 15 ml 0,05M UNH + 1M NH_4NO_3 + 1M NH_4OH

<u>No</u>	<u>ml NH_4NO_3</u>	<u>ml NH_4OH</u>	<u>pH awal</u>	<u>pH akhir</u>	<u>keterangan</u>
1	-	0,71	3,49	3,50	endapan (-)
2	-	0,86	3,60	3,68	endapan (-)
3	-	0,99	3,73	3,80	endapan (+) sesudah satu minggu
4	-	1,09	3,79	3,80	endapan (+) sesudah sehari semalam
5	-	1,24	3,91	3,73	endapan (+)
6	-	1,36	3,99	3,70	endapan (+)
7	0,75	0,58	3,51	3,50	endapan (-)
8	0,75	0,69	3,62	3,75	endapan (+) sesudah satu bulan
9	0,75	0,86	3,71	3,66	endapan (+) sesudah sehari semalam
10	0,75	1,02	3,84	3,60	endapan (+) sesudah satu jam
11	0,75	1.19	3.91	3,62	endapan (+)
12	0,75	1,27	4,00	3,61	endapan (+)

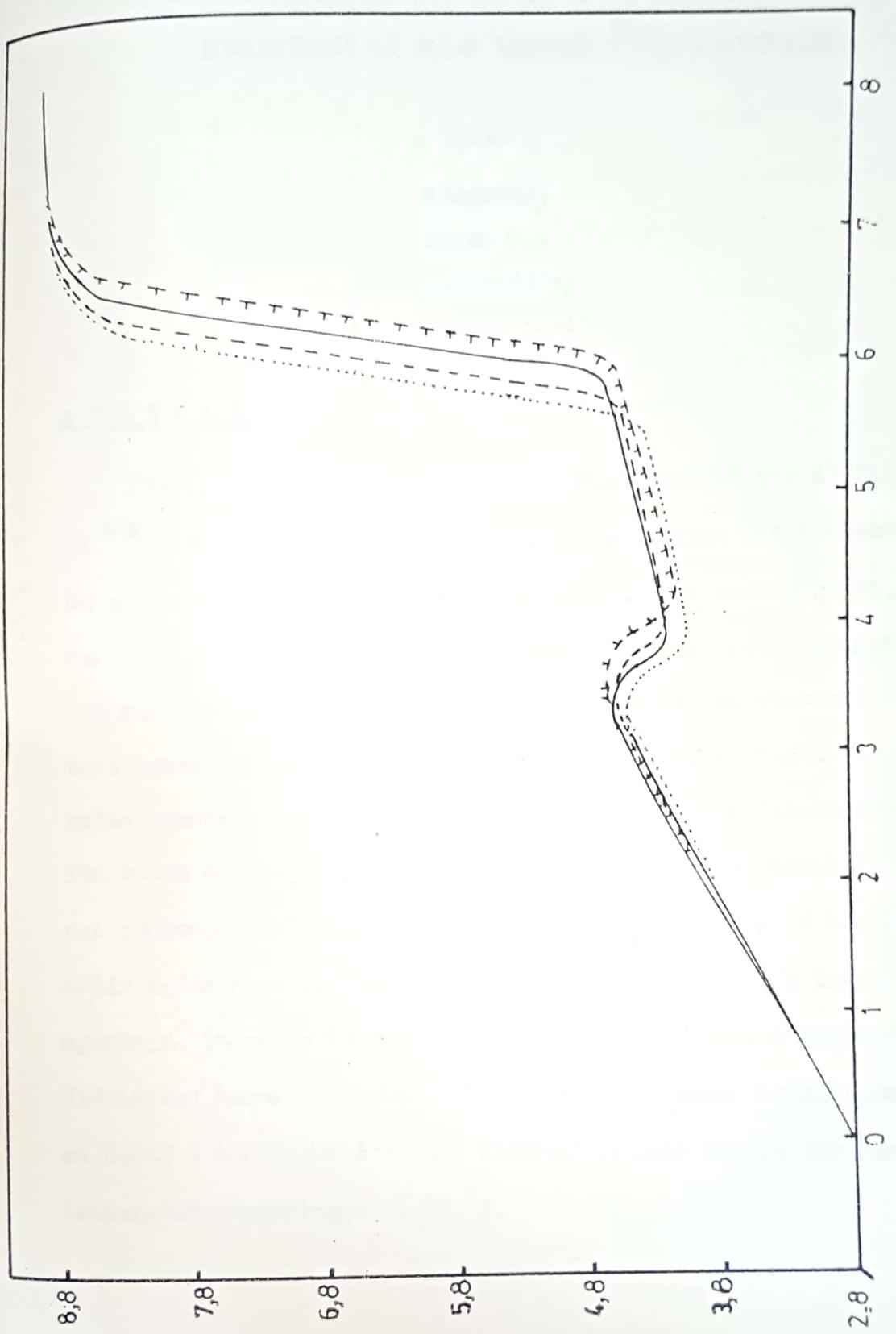


Gambar : 1



Gambar : 2

31/11/11



Gambar : 3

C17-15