

## KARAKTERISASI STRUKTUR MOLEKUL BUTIRAN GEL DAN KERNEL OKSIDA URANIUM DENGAN SPEKTROSKOPI FOURIER TRANSFORM INFRA MERAH

Damunir dan Sukarsono

P3TM – BATAN

### ABSTRAK

**KARAKTERISASI STRUKTUR MOLEKUL BUTIRAN GEL DAN KERNEL OKSIDA URANIUM DENGAN SPEKTROSKOPI FOURIER TRANSFORM INFRA MERAH.** Karakterisasi struktur molekul butiran gel dan kernel oksida uranium dengan spektroskopi Fourier Transform Infra merah telah dipelajari. Penelitian ini, meliputi analisis kualitatif struktur molekul butiran gel hasil proses gelasi eksternal dan kernel oksida uranium hasil kalsinasi. Seratus miligram butiran gel dicampurkan dengan duaratus miligram serbuk KBr, kemudian dihomogenkan dengan menggunakan mortar agate. Setelah itu diubah menjadi pelet menggunakan alat press pada tekanan 8000 Psi, lalu divakum selama 2 menit. Scanning sinar Infra merah secara simultan dilewatkan pada cuplikan pada bilangan gelombang 4000-200  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil scanning berbentuk pita serapan spektrum infra merah dicetak dengan komputer. Dengan prosedur yang sama, percobaan diulangi pada kernel oksida uranium hasil kalsinasi pada suhu 500, 700, 800, 900 dan 1000 °C. Hasil percobaan menunjukkan bahwa hasil analisis pita serapan spektrum infra merah gugus fungsional  $\text{U}_2\text{O}_7$  atau  $\text{UO}_3$ , ikatan O-U-O dan U-O, dan gugus fungsional amina, karbonil, karbida dan hidrokil pada butiran gel hasil proses gelasi eksternal, menghasilkan struktur molekul  $[\text{2UO}_3.4(\text{NH}_2).6(\text{C}_2\text{H}_3\text{OH})_n.\text{H}_2\text{O}]$ . Demikian juga, hasil analisis pita serapan spektrum infra merah gugus fungsional pada ikatan O-U, ikatan O-U-O-U-O dan instensitas transmitansinya pada kernel oksida uranium hasil kalsinasi, menghasilkan struktur molekul oksida  $\text{UO}_3$  pada suhu 500 °C, campuran oksida  $\text{UO}_2$ ,  $\text{U}_4\text{O}_9$  dan  $\text{U}_3\text{O}_8$ , pada suhu 700 °C, oksida  $\text{U}_3\text{O}_8$  pada suhu 800°C, campuran oksida  $\text{UO}_{2,15}$  dan  $\text{U}_4\text{O}_9$  pada suhu 900 °C dan campuran oksida  $\text{UO}_{2,3}$  dan  $\text{U}_3\text{O}_8$  pada suhu 1000°C. Gugus fungsional karbonil, karbida, amonia dan hidroksil tidak mempengaruhi perubahan struktur molekul gel dan kernel oksida uranium

### ABSTRACT

**CHARACTERIZATION OF MOLECULAR STRUCTURE OF THE GEL GRAINS AND URANIUM OXIDE KERNEL BY FOURIER TRANSFORM INFRA RED SPECTROSCOPY.** The characterization of molecular structure of the gel grains and uranium oxide kernel by Fourier Transform Infra red spectroscopy has been studied. The research includes the qualytative analyzis of molecular structure of the gel grains as the result of external gelation process and the uranium oxides kernel as the result of calcination.. A hundred miligrams of gel grains was mixed with two hundred miligram of KBr powder, then homogenized by using Mortar agate. It was , then, changed to be pellet by using pressing tool at 8000 Psi pressure and vacuumed for 2 minutes. The scanning of infra red ray was simultaneously past through the sample at 4000 – 200  $\text{cm}^{-1}$  wave number. The scanning result was an absorption band, of infra red spectrum printed by Computer. By similar procedure ,the experimentwas repeated on the calcinating result of uranium oxide kernel at 500,700,800,900 and 1000 °C. The experiment result, shows that the analyzed result of absorption band of infra red spectrum of  $\text{U}_2\text{O}_7$  or  $\text{UO}_3$  bond, O-U-O bond, O-U bond, and amine, carbonyl, carbide dan hidroxy functional group in the gels grains of the external gelation process results in the molecular structure of  $[\text{2UO}_3.4(\text{NH}_2).6(\text{C}_2\text{H}_3\text{OH})_n.\text{H}_2\text{O}]$ . The analyzed of the absorption band of infra red spectrum on O-U bond, O-U-O-U-O bond functional groups and transmittance instensity on the calcineted of uranium oxide kernel, likewise, result in structure molecular of  $\text{UO}_3$  oxide at 500 °C, mixture of  $\text{UO}_2$ ,  $\text{U}_4\text{O}_9$  dan  $\text{U}_3\text{O}_8$  oxide at 700 °C ,  $\text{U}_3\text{O}_8$  oxide at 800 °C, mixture of  $\text{UO}_{2,15}$  dan  $\text{U}_4\text{O}_9$  oxide at 900 °C and mixture of  $\text{UO}_{2,3}$  and  $\text{U}_3\text{O}_8$  oxide at 1000 °C. The functional group of carbonyl, carbide, ammonia and hidroxy does not affected the change of the molecular structure of the gel grains and uranium oxide microsphere.

## PENDAHULUAN

Gel dan kernel oksida uranium bulat seperti bola mempunyai struktur molekul sesuai dengan bahan dasar dan suhu kalsinasi yang digunakan. Gel hasil proses gelasi eksternal dalam medium amonium hidroksida yang menggunakan bahan dasar uranyl nitrat dan zat aditif polivinil alkohol (PVA) terdiri dari molekul  $\text{UO}_3 - \text{NH}_3 - \text{PVA}$ . Kernel oksida uranium hasil kalsinasi gel pada suhu tinggi mempunyai struktur molekul sesuai dengan suhu yang digunakan seperti oksida  $\text{UO}_3$  pada suhu  $500^\circ\text{C}$ , campuran oksida  $\text{UO}_2, \text{U}_4\text{O}_9$  dan  $\text{U}_3\text{O}_8$  pada suhu  $700^\circ\text{C}$ , oksida  $\text{U}_3\text{O}_8$  pada  $800^\circ\text{C}$ , campuran oksida  $\text{UO}_{2,17}$  dan  $\text{U}_4\text{O}_9$  pada suhu  $850-950^\circ\text{C}$ , campuran oksida  $\text{UO}_{2,3}$  dan  $\text{U}_3\text{O}_8$  pada suhu  $1000^\circ\text{C}$ . Senyawa oksida uranium  $\text{UO}_3, \text{U}_4\text{O}_9, \text{UO}_{2,17}, \text{UO}_2$  dan  $\text{UO}_{2,3}$  adalah tidak stabil dan mudah teroksidasi atau bereaksi dengan oksigen dari udara menjadi oksida  $\text{U}_3\text{O}_8$  <sup>(1,2,3)</sup>.

Struktur molekul gel dan oksida uranium diatas dapat ditentukan dengan beberapa metoda, diantaranya dengan metoda spektroskopi Fourier Transform Infra Merah (FTIR). Metoda ini dapat memberikan informasi yang jelas dan akurat mengenai peranan gugus fungsional yang terdapat didalam cuplikan. Karakterisasi struktur molekul gel dan oksida uranium dengan metoda FTIR dilakukan secara kualitatif berdasarkan analisis pita serapan spektrum infra merah dari gugus fungsional seperti ikatan U-O dan O-U-O-U-O. Cuplikan dicampurkan dengan serbuk KBr dan dihomogenkan dengan menggunakan alat "Mostar agate" atau "Ball Mill". Setelah itu, campuran diubah menjadi pelet dalam kondisi vakum pada tekanan sebesar  $800-10.000$  Psi. Pelet tersebut bersifat transparan dan tembus cahaya sinar infra merah pada bilangan gelombang  $4000-200\text{ cm}^{-1}$  atau panjang gelombang  $0,25-25\mu\text{m}$ . Menurut Lamber – Beer, besarnya Intensitas Transmittansi (% T) pita serapan spektrum infra merah pada setiap bilangan gelombang setara dengan banyaknya gugus fungsional dalam butiran gel dan kernel oksida uranium tersebut <sup>(4)</sup>.

NYQUEST dan KAGEL, R.O <sup>(5)</sup>, ALLEN, G.C., CRTS, J.A dan GRIFFITS, A.J <sup>(6)</sup> mempelajari struktur molekul senyawa amonium diuranat  $(\text{NH}_4)_2\text{U}_2\text{O}_7$  atau  $(\text{NH}_3)_2 \cdot 2\text{UO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dan oksida  $\text{U}_3\text{O}_8$  dan  $\text{UO}_2$  dengan metoda spektroskopi Infra Merah (IR). Mereka dapat mengidentifikasi pita serapan spektrum gugus  $[\text{UO}_3-\text{O}-\text{UO}_3]$  atau  $[\text{UO}_3-\text{UO}_3]$  pada bilangan gelombang ( $\nu$ )  $880-900\text{ cm}^{-1}$ , pita serapan gugus

ikatan U-O dan O-U-O pada  $\nu$  ( $220-777\text{ cm}^{-1}$ ) pada amonium diuranat. Pita serapan ikatan U-O dan O-U-O-U-O pada oksida  $\text{U}_3\text{O}_8$  orto rombik dan heksagonal. Pita serapan tersebut terdiri dari lenturan ikatan U-O pada  $\nu$  ( $220$  dan  $224\text{ cm}^{-1}$ ), rentangan ikatan U-O pada  $\nu$  ( $420$  dan  $529\text{ cm}^{-1}$ ), lenturan vibrasi ikatan O-U-O-U-O pada  $\nu$  ( $279\text{ cm}^{-1}$ ) dan rentangan vibrasi ikatan -O-U-O-U-O- pada  $\nu$  ( $740-745\text{ cm}^{-1}$ ). Pita serapan lenturan ikatan U-O pada  $\nu$  ( $220$  dan  $224\text{ cm}^{-1}$ ) dan lenturan vibrasi ikatan -O-U-O-U-O- pada  $\nu$  ( $279\text{ cm}^{-1}$ ) mempunyai puncak serapan yang kecil dan lemah, Sedangkan pita serapan rentangan ikatan U-O pada  $\nu$  ( $420$  dan  $529\text{ cm}^{-1}$ ) dan geteran rentangan ikatan -O-U-O-U-O- pada  $\nu$  ( $740-745\text{ cm}^{-1}$ ) mempunyai puncak serapan tinggi, kuat dan jelas sehingga mudah dianalisis. Spektrum pita serapan senyawa organik dan anorganik yang terdapat pada gel dan kernel oksida uranium berasal dari gugus fungsional karbonil, karbida, C=C, C-C, C-O, C-H dan O-H pada bilangan gelombang diatas  $1000\text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan gugus fungsional senyawa amina seperti  $\text{U-NH}_3$  pada bilangan gelombang lebih kecil  $400\text{ cm}^{-1}$  <sup>(7)</sup>.

Struktur molekul gel dan kernel oksida uranium diatas merupakan faktor yang sangat penting karena dapat mempengaruhi kualitas hasil proses gelasi eksternal. Sedangkan karakterisasi struktur molekul gel dan kernel oksida uranium baik secara kualitatif maupun kuantitatif dengan metoda FTIR belum dilakukan oleh peneliti sebelumnya. Dalam penelitian ini, dilakukan karakterisasi struktur molekul gel hasil proses gelasi eksternal dan oksida uranium hasil kalsinasi gel secara kualitatif dengan metoda Spektroskopi fourier transform infra merah.

## TATA KERJA

### Alat

1. Spektroskop (FTIR), dilengkapi dengan sumber radiasi "Nernt glower", detektor vakum, detector MCT, printer computer dan pompa vakum.
2. Mostar agate atau ball mill adalah alat yang digunakan untuk mencampurkan cuplikan dengan serbuk KBr supaya menjadi homogen
3. Alat pengempres adalah alat yang digunakan untuk pembuatan pelet.
4. Desikator alat yang digunakan untuk menyimpan pelet pada suhu  $50^\circ\text{C}$

5. Mikroskop optis type 150 year dan kaca pembesar digunakan untuk melihat keadaan butiran gel dan kernel oksida uranium.

#### Bahan

1. Butiran gel berbentuk bulat seperti bola kecil, diperoleh dari hasil proses gelasi eksternal dalam medium amonium hidroksida
2. Kernel oksida uranium diperoleh dari hasil kalsinasi butiran gel pada suhu 500-1000 °C dalam medium udara
3. Serbuk Kalium Bromida Merck digunakan sebagai bahan standard an pembanding pada spektrum sinar infra merah karena mempunyai daya serapan cahaya pada bilangan gelombang antara 4000-200  $\text{cm}^{-1}$
4. Aseton Merck dan air bebas mineral digunakan sebagai bahan pencucian pada peralatan FTIR.

#### CARA KERJA

Masing-masing ditimbang sebanyak 100 mg, kemudian dicampurkan dengan 200 mg serbuk KBr. Campuran dihomogenkan dengan menggunakan morta agate, lalu dipindahkan kedalam alat press untuk dibuat pelet. Pengepresan dilakukan dalam keadaan vakum selama 2 menit pada tekanan 8000 Psi. Untuk mencegah terjadinya "fogging" pada temperatur kamar, pelet dimasukkan kedalam desikator yang suhunya dijaga pada 50 °C. Setelah itu, scanning sinar Infra merah secara simultan dilewatkan pada cuplikan pada bilangan gelombang 4000-200  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil scanning berbentuk spektrum pita serapan FTIR dicetak dengan Computer.

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 1.a ditunjukkan spektrum pita serapan FTIR pada butiran gel yang mengandung uranium dan Polivinil alkohol(PVA). Pita serapan ini menunjukkan hubungan antara frekuensi bilangan gelombang( $\nu$ ) dengan gugus fungsional pada butiran gel tanpa melihat besar intensitas transmitansi (%T) pita serapannya. Spektrum pita serapan tersebut terdiri dari pita serapan gugus  $\text{UO}_3$  dari ion uranat  $\text{U}_2\text{O}_7^-$  pada  $\nu(898,8 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan rentangan vibrasi ikatan O-U-O pada  $\nu(725 \text{ cm}^{-1})$  dan pita serapan rentangan ikatan U-O pada  $\nu(420,5 \text{ dan } 466,7 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan  $\text{NH}_3\text{-U-NH}_3$  pada  $\nu(316,3 \text{ dan } 335,6 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan gugus fungsional polivinil alkohol terdiri dari pita

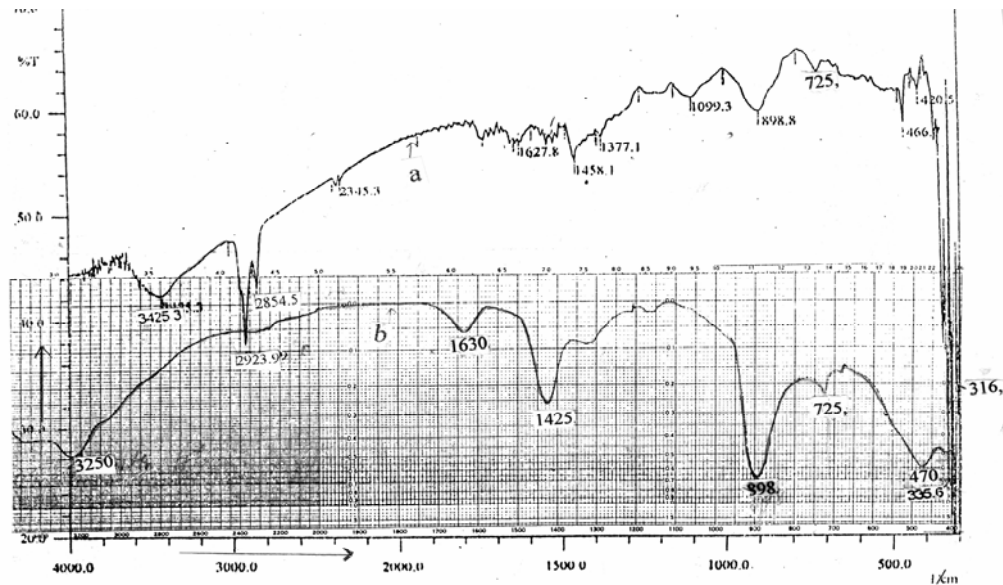
serapan C-O dari polivinil alkohol  $(\text{CH}_2\text{-CH-OH})_n$  pada  $\nu(1099 \text{ cm}^{-1})$  yang terkonyukasi dengan ikatan O-U pada molekul  $\text{UO}_3$ , pita serapan lenturan vibrasi CH dari  $\text{CH}_2$  pada  $\nu(1377,1 \text{ dan } 1458 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan CH yang tersubstitus pada alifatis pada alkohol dan/atau  $>\text{C}=\text{C}<$  pada  $\nu(1627,8 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan CH yang tersubstitus pada alifatis pada alkohol dan/ atau  $-\text{C}\equiv\text{C}$  pada  $\nu(2345 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan rentangan vibrasi C-H dari  $\text{CH}_2$  pada  $\nu(2854,5 \text{ dan } 2923,9 \text{ cm}^{-1})$  dan pita serapan rentangan OH dari molekul  $\text{H}_2\text{O}$  pada  $\nu(3425 \text{ cm}^{-1})$ . Ikatan rangkap dua dan tiga pada butiran gel berasal dari hasil samping proses polimerisasi pembentuk polivinil alkohol bukan hasil reaksi pada proses gelasi eksternal yang jumlahnya relatif kecil dan dapat diabaikan<sup>(8)</sup>. Pita serapan gugus uranat  $\text{UO}_3$ , ikatan O-U-O dan O-U pada gel tersebut diatas mirip dengan pita serapan gugus fungsional pada amonium diuranat standar,  $2\text{UO}_3 \cdot 2 \text{NH}_3 \cdot (x+1) \cdot \text{H}_2\text{O}$  pada Gambar 1.b yaitu pita serapan gugus fungsional  $\text{UO}_3$  pada  $\nu(898 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan rentangan vibrasi ikatan O-U-O pada  $\nu(725 \text{ cm}^{-1})$  dan rentangan ikatan O-U pada  $\nu(470 \text{ cm}^{-1})$ .

Dari data analisis pita serapan gugus fungsional pada FTIR diatas dapat dipahami bahwa molekul  $\text{NH}_3$  yang berikatan dengan molekul  $\text{UO}_3$  sebanyak empat buah. Molekul organik (PVA) yang berikatan dengan ikatan U-O pada molekul  $\text{UO}_3$  sebanding dengan jumlah gugus U-O yaitu enam buah dan molekul  $\text{H}_2\text{O}$  sebanyak satu buah. Maka struktur molekul gel hasil proses gelasi eksternal dalam medium  $\text{NH}_4\text{OH}$  adalah  $[2\text{UO}_3 \cdot 4 (\text{NH}_3) \cdot 6 (\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})_n \cdot \text{H}_2\text{O}]$ .

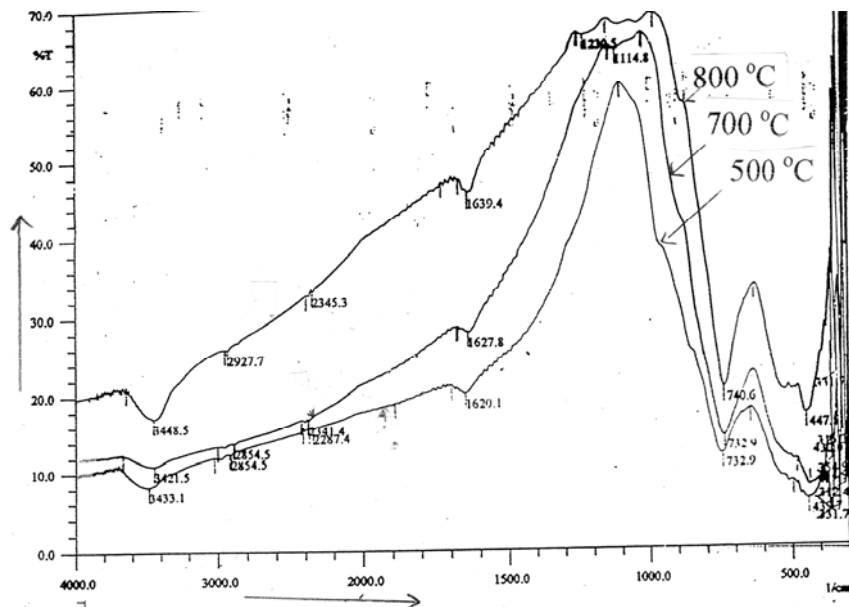
Pada Gambar 2.a ditunjukkan spektrum pita serapan FTIR kernel oksida uranium hasil kalsinasi gel pada suhu 500 °C, 700 °C dan 800 °C dan spektrum pita serapan  $\text{U}_3\text{O}_8$  standar pada gambar 2.b. Pada Gambar 2.a, spektrum pita serapan tersebut terdapat perbedaan jumlah gugus fungsional dan bilangan gelombang pita serapan infra merah yang dihasilkan. Pada kernel oksida uranium hasil kalsinasi pada suhu 500°C dan 700 °C terdapat gugus fungsional amina ( $\text{U-NH}_3$ ) pada  $\nu(312,3 - 354,9 \text{ cm}^{-1})$  seperti gugus amina yang terdapat pada gel. Sedangkan pada kernel oksida uranium hasil kalsinasi pada suhu 800 °C tidak mengandung senyawa(gugus) amina karena molekul  $\text{NH}_3$  telah terkomposisi menjadi oksida nitrogen selama pemanasan. Pita serapan gugus fungsional C-O terdapat pada kernel oksida

uranium hasil kalsinasi pada suhu 700 °C pada  $\nu(1114,8 \text{ cm}^{-1})$  dan hasil kalsinasi 800 °C pada  $\nu(1230,3 \text{ cm}^{-1})$ . Gugus fungsional C-O ini terkonyugasi dengan ikatan O-U pada kernel oksida uranium. Pada kernel oksida uranium diatas juga terdapat pita serapan ikatan rangkap dua  $>C=C<$  dan ikatan rangkap tiga  $C\equiv C$  dari hasil kalsinasi ikatan karbon pada suhu tinggi.

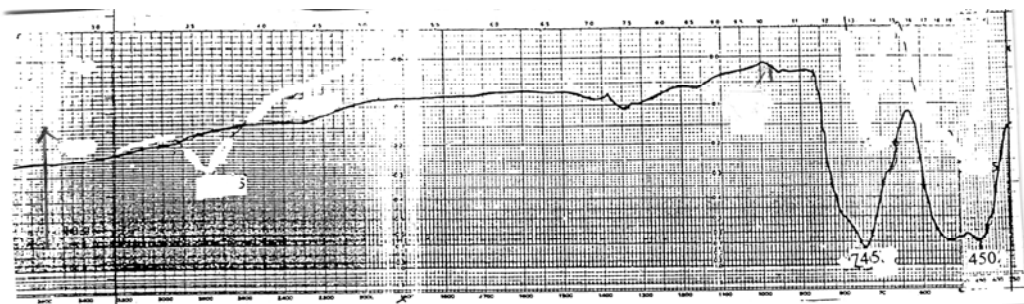
Pita serapan  $>C=C<$  pada  $\nu(1620-1627,8 \text{ cm}^{-1})$  terkonyugasi dengan gugus C-O dan pita serapan ikatan rangkap tiga  $C\equiv C$  pada  $\nu(2287,4; 2341,4 \text{ dan } 2347,2 \text{ cm}^{-1})$  terkonyugasi dengan ikatan rangkap dua, pita serapan rentangan C-H pada  $\nu(2854,5; 2854,5 \text{ dan } 2927,7 \text{ cm}^{-1})$  dan pita serapan intermolekul ikatan hidrogen dan rentangan OH pada  $\nu(3421-3433,1 \text{ cm}^{-1})$ .



Gambar 1. Spektrum gel hasil gelasi eksternal dalam medium  $NH_4OH$  (a) dan spektrum amonium diuranat standar (b)



Gambar 2a. Spektrum pita serapan FTIR kernel hasil kalsinasi gel pada suhu 500 °C, 700 °C dan 800 °C dalam medium udara.

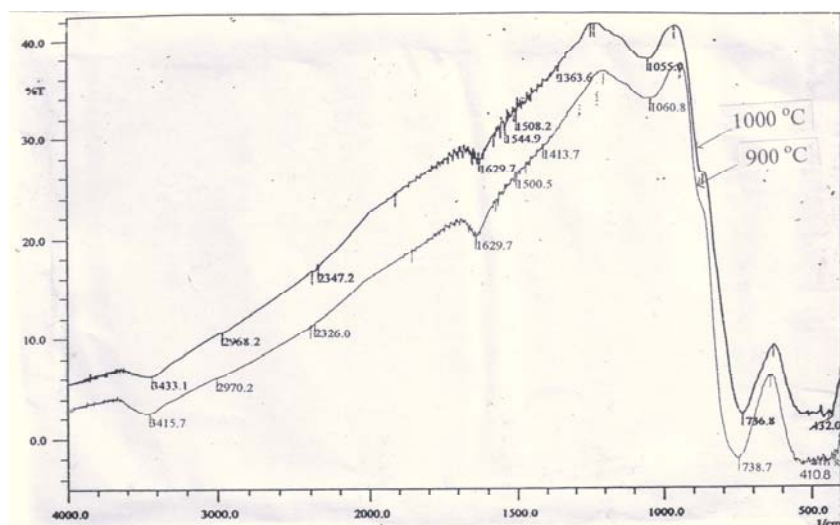


Gambar 2b. Spektrum pita serapan Infra Red kernel  $U_3O_8$  standar yang dilaporkan oleh ALLEN dkk (1976) dan NYQUEST dkk (1971)

Puncak pita serapan minimum pada kernel oksida uranium diatas berasal dari rentangan vibrasi ikatan O-U-O-U-O- pada  $\nu(732,9 ; 732,9$  dan  $740,6 \text{ cm}^{-1}$ ) dan rentangan ikatan U-O pada  $\nu(439,7 ; 432$  dan  $447,5 \text{ cm}^{-1}$ ). Puncak pita serapan ini mirip dengan puncak pita serapan Infra merah pada molekul  $\alpha - U_3O_8$  standar yaitu pita serapan rentang ikatan O-U pada  $\nu(420-529 \text{ cm}^{-1})$  dan pita serapan rentangan vibrasi ikatan O-U-O-U-O pada  $\nu(740-745 \text{ cm}^{-1})$  seperti yang dilaporkan oleh ALLEN dkk (1976) dan NYQUEST dkk (1971) pada gambar 2.b.

Pada Gambar 3 ditunjukkan spektrum pita serapan FTIR kernel oksida uranium hasil kalsinasi pada suhu 900 dan 1000 °C. Pada spektrum ini terdapat pita serapan C-O pada  $\nu(1055$  dan  $1060,8 \text{ cm}^{-1})$  yang terkonyugasi dengan ikatan O-U, pita serapan rentangan CH yang tersubstitusi pada  $CH_2-CH_2$  pada  $\nu(1363,6$

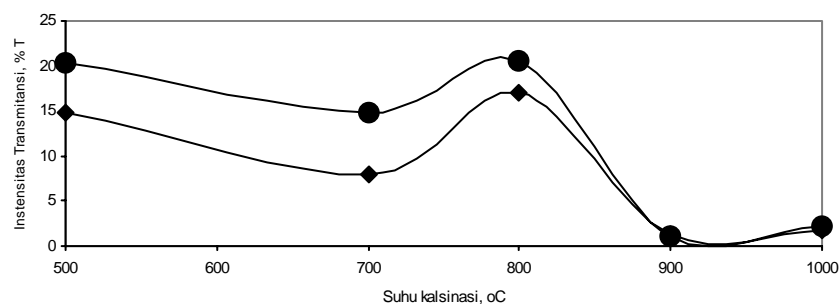
dan  $1413,7 \text{ cm}^{-1}$ ) dan terkonyugasi dengan gugus C-O, pita serapan rentangan ikatan rangkap dua, C=C pada  $\nu(1500,5; 1508,2, 1544,9$  dan  $1629,7 \text{ cm}^{-1})$  yang terkonyugasi dengan  $CH_2-CH_2$ , pita serapan  $-C\equiv C-$  pada  $\nu(2326$  dan  $2347,2 \text{ cm}^{-1})$  terkonyugasi dengan ikatan rangkap dua dan pita serapan rentangan C-H pada  $\nu(2968,2$  dan  $2970,2 \text{ cm}^{-1})$  terkonyugasi dengan ikatan rangkap tiga, pita serapan intermolekul hidrogen dan rentangan OH pada  $\nu(3433,1 \text{ cm}^{-1})$ , pita serapan rentangan ikatan U-O pada  $\nu(410$  dan  $432 \text{ cm}^{-1})$ , dan pita serapan rentangan vibrasi ikatan O-U-O-U-O pada  $\nu(736,4$  dan  $738,7 \text{ cm}^{-1})$ . Perbedaan frekuensi bilangan gelombang pada kernel oksida uranium pada Gambar 2 dan 3 dan  $\alpha - U_3O_8$  standar pada Gambar 2.b berkisar antara 0,67 - 4 % untuk rentangan ikatan O-U dan 0,6-1,6 % untuk rentangan vibrasi ikatan O-U-O-U-O.



Gambar 3. Spektrum FTIR kernel oksida uranium hasil kalsinasi gel pada suhu 900 °C dan 1000 °C dalam medium udara.

Pada Gambar 4 ditunjukkan pengaruh suhu kalsinasi terhadap perubahan intensitas transmitansi(%T) FTIR dari gugus fungsional dari ikatan U-O dan rentangan vibrasi O-U-O-U-O pada kernel oksida uranium. Intensitas transmitansi pita serapan ikatan uranium dengan oksigen tersebut mempunyai perbedaan yang mencolok satu sama lain. Menurut **Lamber-beer**, perbedaan intensitas transmitansi pada masing-masing bilangan gelombang setara dengan banyaknya gugus fungsional ikatan U-O dan rentangan vibrasi O-U-O-U-O yang terdapat pada kernel oksida uranium. Seperti telah diterangkan diatas, kalsinasi gel pada suhu 500 °C menghasilkan kernel oksida  $UO_3$ , oksida ini mempunyai intensitas transmitansi pita serapan ikatan U-O pada  $\nu(439,7 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 14,78 % dan rentangan vibrasi O-U-O-U-O pada  $\nu(732,9 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 20,32 %. Pada kalsinasi gel pada suhu 700 °C menghasilkan campuran kernel oksida  $UO_2$ ,  $U_4O_9$  dan  $U_3O_8$ . Pada kondisi ini terjadi penurunan intensitas transmitansi pita serapan ikatan O-U pada  $\nu(432 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 8,03 % dan rentangan vibrasi O-U-O-U-O pada  $\nu(732,9 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 14,78 %. Hal ini menunjukkan bahwa banyaknya kernel oksida  $U_3O_8$  yang terbentuk lebih kecil dibandingkan dengan kernel  $UO_2$  dan  $U_4O_9$ , karena intensitas transmitansi pita serapan ikatan U-O dan rentangan vibrasi ikatan O-U-O-U-O tersebut paling besar terdapat pada oksida  $U_3O_8$ . Pita serapan ikatan U-O maupun O-U-O-U-O pada oksida  $U_4O_9$  mempunyai pita serapan relatif

lemah, sedangkan ikatan O-U pada oksida  $UO_2$  tidak mempunyai pita serapan pada  $\nu(740 \text{ cm}^{-1})$ . Kalsinasi gel pada suhu 800 °C menghasilkan oksida  $U_3O_8$  relatif sempurna, diikuti kenaikan intensitas tranmitansi paling besar untuk pita serapan ikatan O-U pada  $\nu(447,5 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 17,10 % dan rentangan vibrasi O-U-O-U-O pada  $\nu(740,6 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 20,52 %. Kalsinasi gel pada suhu 900 °C dan 1000 °C terjadi proses peleburan kristal dan pemecahan ikatan karbon dengan membentuk ikatan karbon yang baru dengan menghasilkan gas karbon dioksida ( $CO_2$ ) dan karbon monoksida( $CO$ ). Campuran gas ( $CO_2$  dan  $CO$ ) kemudian bereaksi dan mereduksi oksida  $U_3O_8$  dengan menghasilkan campuran oksida uranium. Hasil kalsinasi pada suhu 900 °C terdiri dari campuran oksida  $UO_{2,15}$  dan  $U_4O_9$ , yang diikuti terjadinya penurunan intensitas transmitansi pita serapan ikatan O-U pada  $\nu(410 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 1,38 % dan rentangan vibrasi O-U-O-U-O pada  $\nu(736,4 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 1,02 %. Sedangkan pada kalsinasi 1000 °C terbentuk campuran  $UO_{2,3}$  dan  $U_3O_8$ , diikuti kenaikan sedikit intensitas transmitansi pita serapan ikatan O-U pada  $\nu(432 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 1,75 % dan rentangan vibrasi O-U-O-U-O pada  $\nu(738,7 \text{ cm}^{-1})$  sebesar 2,30%. Kernel oksida uranium hasil kalsinasi gel diatas yang mirip dengan oksida uranium standar adalah kernel oksida  $U_3O_8$ , hasil kalinasi pada suhu 800 °C dan perbedaan bilangan gelombang sebesar sebesar 0,6-0,67 %.



◆ Gugus fungsional ● Gugus fungsional ▲

**Gambar 4.** Pengaruh suhu kalsinasi gel terhadap intensitas transmitansi FTIR dari gugus fungsional U-O dan O-U-O-U-O) pada kernel oksida uranium.

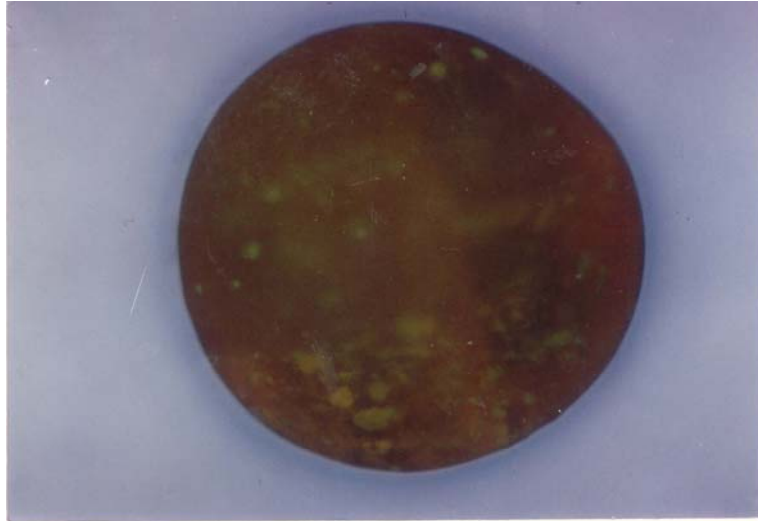
Puncak pita serapan minimum pada kernel oksida uranium diatas berasal dari rentangan vibrasi ikatan O-U-O-U-O- pada  $\nu(732,9 ; 732,9$  dan  $740,6 \text{ cm}^{-1}$ ) dan rentangan ikatan U-O pada  $\nu(439,7 ; 432$  dan  $447,5 \text{ cm}^{-1}$ ). Puncak pita serapan ini mirip dengan puncak pita serapan Infra merah pada molekul  $\alpha - \text{U}_3\text{O}_8$  standar yaitu pita serapan rentang ikatan O-U pada  $\nu(420-529 \text{ cm}^{-1})$  dan pita serapan rentangan vibrasi ikatan O-U-O-U-O pada  $\nu(740-745 \text{ cm}^{-1})$  seperti yang dilaporkan oleh ALLEN dkk (1976) dan NYQUEST dkk(1971) pada Gambar 2.b.

Pada Tabel 1 ditunjukkan pengaruh suhu kalsinasi terhadap perubahan intensitas transmitansi gugus fungsional amina, karbonil,

karbida dan hidroksil pada kernel oksida uranium. Pada kernel oksida hasil kalsinasi pada suhu 500-700 °C terdapat intensitas transmitansi gugus fungsional U-NH<sub>3</sub> berkisar antara 4,45-28,41% dan karbida berkisar antara 13,90-27,92 % dan gugus hidroksil OH sebesar 10,96 %, intensitas gugus karbonil C-O pada kernel oksida uranium hasil kalsinasi 700 °C sebesar 68,86 %. Sedangkan intensitas transmitansi gugus karbonil C-O sebesar 66,03 % , gugus karbida sebesar 25,84-45,60 % dan gugus hidroksil OH sebesar 17,27 %.

**Tabel 1. Hubungan antara suhu kalsinasi dengan bilangan gelombang dan Intensitas transmitansi gugus karbida, karbonil dan hidroksil pada kernel U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>**

Suhu kalsinasi (°C)	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Intensitas (%T)	Gugus fungsional
500	316,3	22,20	U-NH <sub>3</sub>
	331,7	28,41	U-NH <sub>3</sub>
	354,9	19,16	U-NH <sub>3</sub>
	1620,1	27,71	C=C
	2287,4	24,43	C≡C
	2854,5	21,94	C-H
	3433,1	10,96	OH
700	312,4	8,16	U-NH <sub>3</sub>
	331,7	5,27	U-NH <sub>3</sub>
	354,9	4,45	U-NH <sub>3</sub>
	1114,8	68,86	C-O
	1627,8	27,92	C=C
	2341,4	16,86	C≡C
	2854,5	13,90	C-H
3421,5	10,96	OH	
800	1639,4	45,60	C=C
	2345,3	33,23	C≡C
	2927,7	25,84	C-H
	3448,5	17,23	OH
900	1060,0	31,28	C-O
	1413,7	27,22	C-C
	1500,5	24,67	C=C
	1627,7	19,60	C=C
	2326,0	11,85	C≡C
	2970,2	7,17	C-H
	3415,7	4,07	OH
1000	1055,0	27,78	C-O
	1363,6	36,88	C-C
	1508,2	32,11	C=C
	1544,9	31,26	C=C
	1629,0	27,83	C=C
	2347,2	14,83	C≡C
	2968,2	10,62	C-H
	3433,1	6,29	OH



**Gambar 5 a.** Bentuk mikroskopis morfologi butiran gel yang diamati dengan menggunakan Mikroskop optis Tipe 150 Year pada pembesaran 12,5 X



**Gambar 5 b.** Bentuk mikroskopis morfologi kernel oksida  $U_3O_8$  yang diamati dengan menggunakan Mikroskop optis Tipe 150 Year pada pembesaran 12,5 X

Pada kernel oksida uranium hasil kalsinasi 900°C, intensitas transmitansi gugus karbonil C-O sebesar 31,28 %, gugus karbida berkisar antara 7,17-27,22% dan gugus hidroksil OH sebesar 4,07 %.

Sedangkan kernel oksida uranium hasil kalsinasi pada suhu 1000 °C , intensitas transmitansi gugus karbonil C-O sebesar 27,78 %, gugus karbida sebesar 10,62-36,88 % dn OH sebesar 6,29% . Banyaknya gugus fungsional

amina, karbonil, karbida dan hidroksil tersebut relatif kecil sehingga tidak mempengaruhi perubahan bilangan gelombang dan intensitas transmitansi gugus fungsional dari ikatan O-U dan O-U-O-U-O. Menurut MC.Bride dan Bond,W.D <sup>(9)</sup> kadar karbon dan senyawa kimia yang lain dalam kernel oksida uranium hasil kalsinasi pada suhu 500-1000 °C berkisar sebesar 10-150 ppm. Maka dapat dipahami bahwa pengaruh gugus amina, karbonil, karbida



dan hidroksil dalam kristal oksida uranium terhadap perubahan struktur molekul gel dan oksida uranium kecil sekali dan dapat diabaikan.

Pada Gambar 5 ditunjukkan bentuk morfologi mikroskopis gel (a) hasil proses gelasi eksternal yang telah dikeringkan pada suhu 120 °C selama 12 jam dalam medium udara dan kernel oksida  $U_3O_8$  (b) hasil kalsinasi gel pada suhu 800 °C selama 4 jam dalam medium udara. Bentuk mikroskopis morfologi gel dan kernel oksida uranium tersebut diamati dengan menggunakan Mikroskop optis Tipe 150 Year pada pembesaran 12,5 X. Bentuknya bulat seperti bola kecil dan tidak terdapat adanya pori-pori akibat pemanasan pada suhu tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi antara uranium, amonium hidroksida dan polivinil alkohol pada proses gelasi eksternal dalam medium amonium hidroksida berlangsung sempurna.

#### KESIMPULAN

Dari pembahasan dan hasil analisis kualitatif gugus fungsional dari pita serapan pada butiran gel dan kernel  $U_3O_8$  dapat diambil kesimpulan sbb:

1. Struktur molekul gel dan kernel oksida uranium dapat ditentukan dengan Metoda spektroskopi Fourier Transform infra merah (FTIR) pada bilangan gelombang 300-4000  $cm^{-1}$
2. Struktur molekul gel hasil proses gelasi eksternal menggunakan bahan baku  $UO_2(NO_3)_2$ , Polivinil alkohol dan medium  $NH_4OH$  13,4 M adalah  $[2UO_3, 4NH_3, 6(C_2H_5OH)_n, H_2O]$ . Struktur molekul kernel oksida uranium hasil kalsinasi gel pada 500°C adalah  $UO_3$ , pada suhu 700 °C adalah campuran  $UO_2$ ,  $U_4O_9$  dan  $U_3O_8$ , pada suhu 800°C adalah  $U_3O_8$ , pada suhu 900 °C adalah campuran  $UO_{2,15}$  dan  $U_4O_9$  dan pada suhu 1000°C adalah  $UO_{2,3}$  dan  $U_3O_8$ .
3. Gugus fungsional karbonil, karbida, amonia dan hidroksil tidak mempengaruhi perubahan struktur molekul pada gel dan kernel oksida uranium.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan pada para teknisi di Bidang Teknologi Proses dan ibu/saudari Maryati dan staf Laboratorium organik FMIPA UGM Yogyakarta yang telah banyak membantu sampai selesainya penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. TANG, C, TANG, Y., ZHU, JU., QIU, X., LI, JU., and XU, SH., Research and Development of Fuel Element for Chinese 10 MW High Temperature Gas-Cooled Reactor, Journal of Nuclear, Science and Technology, Vol.37. No .9 (2000) 802 – 806.
2. IWA MOTO, KAZUMI., Thermal Decomposition of Uranyl nitrate Hexahydrate in the Presence of Graphite, Journal of Nuclear Science and Technology, I:4(1964) 113-114.
3. GALKIIN, N. P and SUDARIKOP .B. N., Technology of Uranium, Atomizdat Moskva, 1964, Israel program for Scientific Translation, Jerusalem (1966).
4. WILLIAM, D.H and FLEMING, I., Spectronic Methods Inorganic Chemistry, Mc.Craw Hill Book Company(UK), Limited , New York (1980)
5. NYQUEST, R.A and KAGEL, R.O., Infra Red Spectra of Inorganic Compounds (3800 – 45  $cm^{-1}$  ), Academic Press, New York(1973)
6. ALLEN, G.C., CROTS, J.A and GRIFFITS, A.J., Infra Red Spectroscopy of the Uranium/Oxygen System, Journal of Nuclear Materials 62 (1976) 273-281
7. AUNSHINE, I., CRC Hand Book of Spectrophotometric Data of Drugs”, CRC Series in Analytical Toxicology, CRC Press, Inc. Florida(1981)
8. RODRIGUEFERDINANDZ RODRIGUES., Principles of Polymer Systems, Tata Mc Graw Hill Publishing Company Ltd. New Delhi (1974)
9. MCBRIDE, J. P and BOND, W. D., Laboratory Studies of Sol - Gel Process at the Oak Ridge National Laboratory. Drying and Firing of Uranium Gels, ORNL-T.M(1980) 46-50.

#### TANYA JAWAB

##### Nusin Samosir

- Bagaimana caranya menentukan molekul  $U_3O_8$  murni dan campuran?
- Sejauh mana dapat ditentukan kandungan  $U_3O_8$  dalam campuran (senyawa)?

##### Damunir

- Cara menentukan molekul  $U_3O_8$  murni dan campuran secara kualitatif dapat ditentukan

dengan metode spektroskopi infra merah (FTIR) dengan membandingkan spektrum pita serapan infra merah standar (Tabel) dengan spektrum pita serapan infra merah dari cuplikan dan intensitas transmitansinya. Secara kuantitatif dapat ditentukan dari perbandingan O/U atau harga X pada molekul  $UO_2 + X$  dengan metode gravimetri (murni), dan metode polarografi, spektrofotometri, titrasi volumetri dan titrasi potensiometri. Untuk cuplikan murni dan campuran caranya adalah dengan melarutkan cuplikan ke dalam asam fosfat murni setelah

itu disaring dengan menggunakan kertas whatman 40, kemudian larutan dianalisis perbandingan O/U atau harga X pada  $UO_2 + X$ , harga O/U berkisar 2,66 harga X berkisar 0,66. Dalam percobaan ini, kandungan molekul  $U_3O_8$  dalam campuran (senyawa) dapat dilihat dari intensitas transmitansinya dan bilangan gelombang ikatan O – U – O – U – O dan ikatan U – O. Semakin kecil intensitas transmitansinya pada bilangan gelombang yang sama semakin kecil (sedikit) molekul  $U_3O_8$  dalam kernel oksida uranium.