

ISSN 1410-6086

PROSIDING

Seminar Nasional Teknologi Pengelolaan Limbah XII Tahun 2014



Tema :
Penguasaan dan Pemanfaatan Teknologi Pengelolaan Limbah
sebagai Wujud Perlindungan Lingkungan Hidup

Diterbitkan
Oktober 2014



Pusat Teknologi Limbah Radioaktif-BATAN
bekerjasama dengan
BLHD Kota Tangerang Selatan



KATA PENGANTAR

Puji syukur kita panjatkan ke hadirat Allah SWT, yang karena atas ijin dan karunia-Nya maka Prosiding Seminar Nasional Teknologi Pengelolaan Limbah XII dapat diterbitkan. Seminar dengan tema "***Penguasaan dan Pemanfaatan Teknologi Pengelolaan Limbah Sebagai Wujud Perlindungan Lingkungan Hidup***", telah dilaksanakan pada tanggal 30 September 2014 di Gedung Graha Widya Bhakti, Kawasan PUSPIPTEK Serpong – Tangerang.

Seminar ini diselenggarakan sebagai media sosialisasi hasil penelitian di bidang pengelolaan limbah radioaktif dan non radioaktif. Seminar Nasional Teknologi Pengelolaan Limbah XII dijadikan sebagai media tukar menukar informasi dan pengalaman, ajang diskusi ilmiah, peningkatan kemitraan di antara peneliti dengan praktisi, penimbul dengan pengelola limbah, mempertajam visi pembuat kebijakan dan pengambil keputusan, serta peningkatan kesadaran kolektif terhadap pentingnya pengelolaan limbah yang handal.

Prosiding ini memuat karya tulis dari berbagai hasil penelitian mengenai pengelolaan limbah radioaktif, industri dan lingkungan. Setelah melalui mekanisme evaluasi dan editing oleh tim editor maka makalah-makalah dikelompokkan menjadi empat kelompok, yaitu kelompok pengelolaan limbah, disposal, lingkungan dan perundang-undangan. Makalah-makalah tersebut berasal dari para peneliti di lingkungan lembaga penelitian, perguruan tinggi dan kalangan industri sebagai *stakeholder* kegiatan pengelolaan limbah.

Semoga penerbitan prosiding ini dapat digunakan sebagai data sekunder dalam pengembangan penelitian di masa akan datang, serta dijadikan bahan acuan dalam pengelolaan limbah. Akhir kata kepada semua pihak yang telah membantu, kami ucapkan terima kasih.

Serpong, 30 Oktober 2014

Pusat Teknologi Limbah Radioaktif
Kepala,

Ir. Suryantoro MT.

SUSUNAN TIM EDITOR

Ketua	:	Dr. Budi Setiawan	- BATAN
Anggota	:	1. Dr. Adiarso	- BPPT
		2. Dr. Yus Rusdian Ahmad	- BAPETEN
		3. Dr. Rahmat Salam, M.Si	- BLHD
		4. Dr. Heny Suseno, S.Si., M.Si	- BATAN
		5. Dr. Sigit Santoso	- BATAN
		6. Dr. Sjafruddin, M.Eng	- BATAN
		7. Dr. Sudaryanto, M.Eng	- BATAN
		8. Drs. Gunandjar, SU	- BATAN
		9. Ir. Aisyah, MT	- BATAN

SUSUNAN PANITIA

Pengarah

Pembina	: Prof. Dr. Djarot Sulistio Wisnubroto	- BATAN
Penanggung Jawab	: Ir. Suryantoro, M.T.	- BATAN

Penyelenggara

Ketua	: Bung Tomo, ST	- BATAN
Wakil Ketua	: Hendra Adhi Pratama, S.Si, M.Si	- BATAN
Sekretaris	: 1. Endang Nuraeni, ST	- BATAN
	2. Titik Sundari, A.Md	- BATAN
Anggota	: 1. Ir. Eko Madi Parmanto	- BATAN
	2. Anna Triyana, A.Md	- BATAN
	3. Budiyono, ST	- BATAN
	4. Mas Udi, S.ST	- BATAN
	5. Nurul Efri Ekaningrum, S.ST	- BATAN
	6. Sugianto, ST	- BATAN
	7. Yuli Purwanto, A. Md.	- BATAN
	8. Adi Wijayanto, A. Md.	- BATAN
	9. Drs. Hendro	- BATAN
	10. Sunardi, ST	- BATAN
	11. Budi Arisanto, A.Md	- BATAN
	12. Parjono, ST	- BATAN
	13. Imam Sasmito	- BATAN
	14. Ajrieh Setyawan, S.ST	- BATAN
	15. Siti Silaturohmi	- BATAN
	16. Dadang	- BATAN
Staf Pendukung	: 1. Moh. Cecep Cepi Hikmat, S.ST	- BATAN
	2. Suhartono, A.Md	- BATAN
	2. Ade Rustiadam, S.ST	- BATAN
	3. Sariyadi	- BATAN
	4. Eri Iswayanti, A.Md	- BATAN
	5. Heru Sriwahyuni, S.ST	- BATAN
	6. Suparno, A.Md	- BATAN

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	i
Susunan Tim Editor	ii
Susunan Panitia	iii
Daftar Isi	iv
1. Devitrifikasi Gelas-Limbah Dari Abu Batubara Pada Berbagai Suhu Dan Waktu Pemanasan	1
Herlan Martono, Yuli Purwanto	
2. Imobilisasi Limbah Cair Tingkat Tinggi Menggunakan <i>Glass Frits Fly Ash</i>	8
Aisyah, Yuli Purwanto	
3. Pengolahan Resin Penukar Ion Bekas Menggunakan Reagen Fenton	21
Mirawaty	
4. Pengembangan Teknologi Pengolahan Limbah Cair Dari Industri : Imobilisasi Limbah Radioaktif Cair Tingkat Tinggi Dengan Bahan Matriks Synroc Titanat	26
Gunandjar, Titik Sundari, Yuli Purwanto, Sugeng Purnomo	
5. Komparasi Penggunaan Eps Terimobilisasi Dalam Matriks Ca-Alginat Dengan Eps Terdispersi Dan Kemampuannya Untuk Biosorpsi Cobalt, Cesium Dan Stronsium	39
Endang Nuraeni	
6. Pengolahan Limbah Tri Butil Fosfat (Tbp) Dengan Oksidasi Ion Perak II Dalam Sel Elektrokimia	45
Sutoto	
7. Pengelolaan Limbah Metalografi Di Laboratorium IEBE	52
Ngatijo, Lilis Windaryati, Pranjono, Banawa Sri Galuh	
8. Preparasi Dan Analisis Limbah Radioaktif Padat HEPA Filter Berasal Dari Pengoperasian Instalasi Nuklir Di Indonesia.	56
Bung Tomo, M. Nurhasyim, Miswanto, M. Ramdan	
9. Pengolahan Limbah Resin Bekas Dari Pemurnian Air Reaktor Dengan Cara Sementasi.....	64
Bambang Sugito	
10. Perancangan Dan Pembuatan Saluran Limbah Cair Dari Tangki Penampung KHIPSB3 ke Pusat Buangan Terpadu (PBT) PTLR.....	71
Dyah Sulistyani Rahayu, Marhaeni Joko Puspito	
11. Analisis Laju Korosi Material Almg ₂ Dan Ss304 Dalam Lingkungan Air Kolam Penyimpanan Bahan Bakar Bekas (ISSF).....	78
Rahayu Kusumastuti, Geni Rina Sunaryo	
12. Studi Pengolahan Limbah Yang Ditimbulkan Dari Dekontaminasi Elektropolishing <i>Stainless Steel</i> 304 Secara Sinergi Elektro Filtrasi dan Pertukaran Ion Dalam <i>Resin</i>	86
Sutoto	
13. Penyimpanan Bahan Bakar Nuklir Bekas PLTN 1000 MWe Sistem Kering <i>Cask Storage</i>	92
Subiarto, Cahyo Hari Utomo, Dwi Luhur Ibnu Saputra	

14	Kajian Terhadap Persyaratan Surveilans Perawatan Sistem Pendingin dan Purifikasi Air Penyimpanan Bahan Bakar Nuklir Bekas.....	103
	Budiyono, Sugianto, Parjono	
15	Estimasi Pengolahan Limbah Radioaktif Paska Program Dekomisioning Reaktor <i>Triga Mark II</i> Bandung.....	114
	Kuat Heriyanto, Nurokhim	
16	Penyerapan Ion Logam Cu(II) Pada Limbah Cair Menggunakan Adsorben Selulosa Dari Jerami Padi.....	121
	Meri Suhartini Dan Santoso Prayitno	
17	Pengolahan Limbah Perak Dari Proses Elektrolisis Dengan Metode Elektrodeposit Dan Pemurniannya Menjadi Logam Perak.....	126
	Dwi Luhur Ibnu Saputra, Sugeng Purnomo	
18	Pengaruh Sumber Karbon Dan pH Pada Kinerja Mikroba Dalam Penanggulangan Pencemaran Limbah Ammonia Di Lingkungan Perairan.....	131
	Hanies Ambarsari, Adityo Hertomo	
19	Pengaruh Penambahan Nitrogen Terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ Dalam Pengolahan Limbah <i>Methylen Blue</i>	140
	Agus Salim A, Auring R, Yustinus P, Asep Nana	
20	Pengolahan Limbah Cair Model Industri Pulp Dan Kertas Menggunakan Kombinasi Metode Koagulasi-Flokulasi-Irradiasi UV/H ₂ O ₂ Dan Elektrokoagulasi.....	148
	Galuh Yuliani, Ratna Agustiningsih, Nur Fitriah Rachmi, Budiman Anwar	
21	Studi Calon Tapak Disposal Limbah Radioaktif Operasi PLTN Di Bangka Belitung : Pemilihan Tapak Potensial Di Bangka Barat.....	158
	Sucipta Dan Hendra Adhi Pratama	
22	Penyiapan Komponen Desain Tata Letak Fasilitas <i>Demonstration-Plant of Disposal</i> Di Kawasan Nuklir Serpong.....	172
	Dewi Susilowati	
23	Penyiapan Konsep Desain Fasilitas Disposal Demo Limbah Radioaktif di Kawasan Nuklir Serpong : Tata Letak, Drainase, Bahan Pengisi Dan Penutupan	178
	Heru Sriwahyuni, Dewi Susilowati, Budi Setiawan, Hendra Adhi Pratama	
24	Karakterisasi Geofisika Tapak Terpilih Untuk Disposal Limbah Radioaktif: Penggunaan Metode Geolistrik.....	188
	Dadang Suganda, Sucipta, Sugeng Waluyo	
25	Pengkajian Komponen Desain Penutupan Fasilitas <i>Demonstration Plant of Disposal</i> Di Kawasan Nuklir Serpong.....	197
	Hendra Adhi Pratama	
26	Penyiapan Disain Konsep Fasilitas Demo Disposal Limbah Radioaktif di Kawasan Nuklir Serpong : <i>Vault</i> , Pemilihan Bahan Pengisi, Operasi dan <i>Cover</i>	202
	Heru Sriwahyuni, Budi Setiawan, Dewi Susilowati, Hendra Adhi Pratama	
27	Pengkajian Keselamatan Fasilitas Disposal Limbah Radioaktif Di Kawasan Nuklir Serpong (Skenario).....	208
	Arimuladi S Purnomo	
28	Pengkajian Unjuk Kerja Wadah Limbah Radioaktif Dalam Fasilitas Disposal Saat Terkena Dampak Kecelakaan Dan Kebakaran.....	216
	Nurul Efri Ekaningrum	

29	Manajemen Teknologi Pendukung Keselamatan Fasilitas Disposal Limbah Radioaktif PLTN dan TENORM.....	225
	Arimuladi S Purnomo, Sucipta	
30	Mekanisme Penjerapan Plutonium Pada Sedimen di Perairan Laut Semenanjung Muria Jepara.....	236
	Murdahayu Makmur	
31	Analisis Tritium Dalam Air Laut Menggunakan LSC Tricarb 2910TR Melalui Proses Elektrolisis.....	243
	Nurokhim	
32	Evaluasi Penerimaan Dosis Personil Untuk Menentukan Pembatas Dosis di Instalasi Pengolahan Limbah Radioaktif Tahun 2014.....	251
	L,Kwin Pudjiastuti, Utara, M. Cecep CH.	
33	Perancangan Kartu Akses Kontrol Sebagai Pemantau Tingkat Kontaminasi Personil di Instalasi Pengolahan Limbah Radioaktif (IPLR).....	258
	Adi Wijayanto, Suhartono	
34	Evaluasi Dosis Eksterna Personil Yang Diterima Pekerja Radiasi di PTBIN-BATAN Periode Tahun 2007-2012.....	263
	Auring Rachminisari , W. Prasud	
35	Peran Safety Climate Dalam Fostering Budaya Keselamatan.....	271
	W. Prasud	
36	Deteksi Dan Kuantifikasi Kerusakan Asam Deoksiribonukleat (DNA) Akibat Paparan Radiasi Pngion Dengan Teknik <i>Comet Assay</i>	284
	Mukh Syaifudin, Yanti Lusiyanti Dan Wiwin Mailana	
37	Hubungan Respon Dosis Aberasi Kromosom Stabil Dan Tak Stabil Dengan Paparan Radiasi Gamma.....	292
	Yanti Lusiyanti Dan Sofiati Purnami	
38	Pengembangan Prototip Perangkat Pemantau Radiasi Gamma, Suhu Dan Kelembaban Secara Kontinyu Pada Fasilitas Penyimpanan Limbah Radioaktif.....	298
	I Putu Susila, Istofa, Sukandar	
39	Pembuatan Pot Ramah Lingkungan Dari Komposit Limbah Tapioka Menggunakan Teknologi Radiasi.....	305
	Sudradjat Iskandar	
40	Sensor Kimia Bentuk Stik <i>N,N-Diethyl-P-Phenylenediamine</i> (DPD) Untuk Deteksi Kadar Klorin Dalam Air Minum	311
	Teguh Hari Sucipto, Indra Sudrajat, Ganden Supriyanto, Ainur Roziqin, Siti Maryam, Alfinda Novi Kristanti	
41	Tinjauan Sk Kepala Bapeten No. 572/K/X/2013 Tentang Penetapan Tingkat Layanan Persetujuan Pengangkutan Zat Radioaktif Di Lingkungan BAPETEN.....	317
	Togap Marpaung	
42	Pengaturan Lintas Batas Pengangkutan Limbah Radioaktif di Wilayah Hukum Republik Indonesia	327
	Nanang Triagung Edi Hermawan	
43	Tinjauan Kendali Pengawasan Pengangkutan Zat Radioaktif Berdasarkan PP No.26 Tahun 2002 dan Amandemennya.....	332
	Togap Marpaung	

44	Pengelolaan Zat Radioaktif Terbungkus Yang Tidak Digunakan Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 61 Tahun 2013.....	341
	Suhaedi Muhammad, Nazaroh	
45	Penentuan Ketebalan <i>Dead Layer</i> Detektor Hpge Melalui Simulasi Dan Pengukuran Kurva Kalibrasi Efisiensi Untuk Analisis Limbah Radioaktif Pemancar Gamma.....	348
	Nurokhim	
46	Penerapan Tingkat Klierens Untuk Limbah Radioaktif dari Produk Generator Tc-99m Berdasarkan Perka Bapeten Nomor 16 Tahun 2012.....	358
	Suhaedi Muhammad, Rr.Djarwanti, Rps, Farida Tusafariah	
47	Kajian Kualitas Listrik Transformator BHT03 Pada Operasi Teras Ke-85 Menggunakan <i>Power Quality Analyzer</i>	364
	Teguh Sulistyio	

PENGOLAHAN LIMBAH TRI BUTIL FOSFAT (TBP) DENGAN OKSIDASI ION PERAK II DALAM SEL ELEKTROKIMIA

Sutoto

Pusat Teknologi Limbah Radioaktif-BATAN
Kawasan PUSPIPTEK, Serpong 15310

ABSTRAK

PENGOLAHAN LIMBAH TRI BUTIL FOSFAT (TBP) DENGAN OKSIDASI ION PERAK II DALAM SEL ELEKTROKIMIA. Telah dilakukan percobaan oksidasi molekul TBP (*tri butil fosfat*) dengan oksidator Ag^{+2} yang dibangkitkan dari sel elektrokimia bersekat membran keramik. Sebagai anolit adalah larutan $AgNO_3/HNO_3$ 4M dan katolit adalah HNO_3 14M dengan elektroda jenis Pt/Pt. Optimalisasi pembentukan Ag^{+2} dilakukan pada kuat arus 10 A dengan kecepatan pengadukan divariasi dari 300 ; 1000 ; 1200 rpm dan konsentrasi $AgNO_3$ bervariasi dari 0,05N ; 0,1N ; 0,2N. Kemudian hasil kondisi optimalisasi tersebut dipakai untuk mengoksidasi limbah simulasi TBP dalam pelarut kerosin. Hasil yang didapatkan adalah indikasi terjadinya degradasi molekul TBP dengan ditandai adanya penurunan intensitas warna hitam dari Ag^{+2} . Diperlukan percobaan lanjutan untuk mendapatkan kesempurnaan distruksi molekul TBP, yaitu dengan memperpanjang waktu oksidasi, memperluas permukaan elektroda dan menaikkan jumlah arus pembangkitan oksidasinya.

Kata Kunci : Elektrokimia, oksidasi ion perak II limbah solven TBP

ABSTRACT

TREATMENT OF TRIBUTHYL PHOSPHAT (TBP) BY SILVER ION II OXYDATION IN THE ELECTROCHEMICAL CELL. *The oxydation experiment of TBP by silver ion II was done in the cell electrochemical specified ceramic partition. As anolyt is $AgNO_3/HNO_3$ 4M solution and an catholyt is HNO_3 14M with Pt/Pt as pair of specified electrodes. The optimalization of generating Ag^{+2} was done at current potential constant at 10 Ampere and the homogenous of solution was various adjusting at 300 ; 1000; 1200 rpm, and also the concentrate of $AgNO_3$ mediator was determined varios in 0,05N ; 0,1N ; 0,2 N. The result of optimal condition was operate to treatment of TBP diluted in kerosene. The conclusion of the reasearch done is an information any degradation process of TBP molecule and perform to continue in the future with more length time of oxydation procces, more large of surface electrodes and more passing current intensity strength.*

Key Word : electrochemical, silver ion II oxydator TBP solvent waste

PENDAHULUAN

Tri Butyl Phosfat (TBP) dipakai industri bahan bakar nuklir sebagai solven ekstraksi pemurnian uranium. Untuk meningkatkan kemampuan *recovery* proses, pemakaiannya sering dicampur dengan solven sejenis, diantaranya adalah TOPO, DEPHA dengan pengencer kerosin [1,2]. Solven tersebut dilimbahkan setelah tidak dapat dipakai karena nilai rekoverti pengambilan uraniumnya rendah dan tidak dapat diregenerasi lagi. Salah satu penyebabnya adalah terjadinya kerusakan struktur molekul TBP karena proses iradiasi uranium dan oksidasi dari HNO_3 sebagai pelarut uranium. Karakteristik limbah organik tersebut mudah terbakar sehingga pengolahannya dapat dilakukan dengan oksidasi thermal dalam tungku insenerator [3].

Proses pengolahan secara insenerasi dilakukan dengan cara menyempotkan limbah ke dalam tungku insenerator bertemperatur tinggi yang dilengkapi dengan sistem pengelolaan gas buangnya. Proses distruksi thermal molekul

limbah TBP terjadi, menghasilkan gas-gas hasil pirolisis yang tercampur dalam aliran gas buang dan abu berupa serbuk padatan yang mengandung fosfat. Hasil padatan abu tersebut ditampung di bagian dasar tungku dan dapat dikeluarkan untuk diolah lanjut secara sementara. Berbagai kendala teknis ditemukan di proses pengolahan limbah TBP secara insenerasi, diantaranya terikutnya molekul fosfat ke dalam aliran gas buang yang dapat mengakibatkan penyumbatan pori-pori filter (*clogging*) sistem pengelolaan gas buangnya. Kejadian seperti di atas pada batas tertentu dapat berpengaruh terhadap jalannya operasi dan keselamatan prosesnya. Jika kondisi tersebut terjadi, maka harus dilakukan tindakan pemulihan (*declogging*) atau mengganti filter baru. Kedua jenis pekerjaan tersebut membutuhkan waktu panjang dan beresiko terkontaminasi. Fosfat masuk dan melekat dalam pori-pori seperti lem (*glue*) melekat pada permukaan benda. Sebagai langkah pencegahannya (*preventive*), maka sebelumnya filter dilapisi (*coating*) dengan serbuk kapur $CaCO_3$. Oleh karena berbagai kendala tersebut, maka perlu dilakukan pengembangan metode

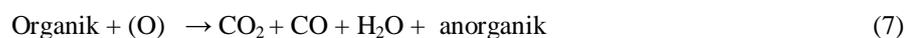
pengolahan lain yang lebih kecil, murah, efisien dan mudah terdistribusi di fasilitas penimbun limbah.

Elektrokimia dengan berbasis reaksi redoks yang terjadi di kedua permukaan elektroda dan dengan rekayasa penghambatan mobilitas ion dapat menghasilkan oksidator radikal yang kuat. Penghambatan atau isolasi dengan membran keramik bertujuan supaya kation yang terbentuk

tidak tereduksi di katode, sehingga tetap berada di sekitar anoda (anolit). Selama proses elektrolisis berlangsung, kation terisolasi akan mengalami oksidasi lanjut menjadi kation radikal yang reaktif. Kation atau oksida radikal tersebut mudah bereaksi dengan air menghasilkan O_n yang dapat mengoksidasi senyawa yang berada disekitarnya. Reaksi pembentukan oksida dan interaksi dengan keberadaan senyawa organik di kompartimen katolit adalah sebagai berikut [5,6,7,8] :

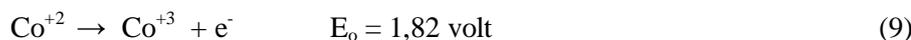
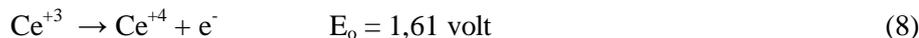


Untuk reaksinya dengan organik adalah:



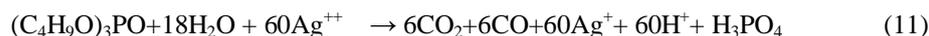
Percobaan destruksi berbagai pelarut organik, seperti EDTA (*ethylene diamine tetra acetat*), OA (*oxalic acid*) dan CA (*citric acid*) dengan oksidasi Ag^{+2} telah dilakukan dan berhasil baik dengan efisiensi berkisar antara 93-97% [8,9].

Mekanisme oksidasi secara elektrokimia di atas terjadi karena adanya mediator $AgNO_3$, dan berbagai senyawa lain yang dapat digunakan adalah Cerium, Cobalt. Berbagai jenis logam mediator dan nilai potensial oksidasinya terlihat pada Persamaan 8,9,10, yaitu [10]:



Hasil pembangkitan oksidator radikal Ag^{+2} dimanfaatkan untuk mendistruksi limbah TBP yang banyak ditimbul dari kegiatan proses pemurnian uranium dan riset lainnya. Potensi

pemanfaatannya kedepan adalah besar, karena dapat ditingkatkan skala kapasitasnya. Reaksi oksidasi limbah TBP yang diharapkan adalah terlihat pada Persamaan 11.



Efisiensi hasil pengolahannya tergantung dari konsentrasi oksidator Ag^{+2} yang dihasilkan di sekat anolyt, besarnya mengikuti Persamaan [11].

$$w = (e \cdot i \cdot t) / 96.500 \quad (12)$$

W = Jumlah oksidator terbentuk (gram)

e = Berat ekuivalen hasil elektrolisis

F = Jumlah arus listrik yang mengalir (faraday) $\frac{i \cdot t}{96.500}$

i = Kuat arus listrik (ampere)

t = waktu (detik)

Karakteristik limbah TBP pasca pemakaian sebagai solven ekstraksi terdiri dari *tributyl posphat* (TBP) , *dibutyl posphat* (DBP) , *mono butyl posphat* (MBP) dan logam-logam pengotor dari senyawa yang dimurnikan

METODE

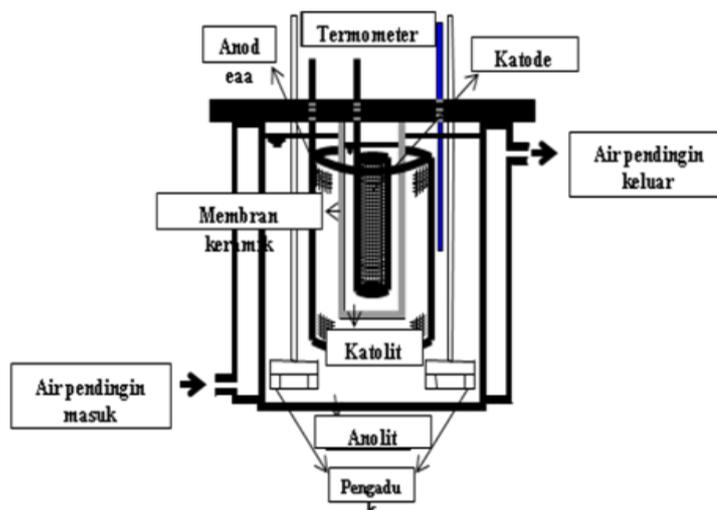
Bahan

- AgNO_3 konsentrasi 0,05 M, 0,1 M dan 0,2 M sebagai anolit
- HNO_3 4M sebagai katolit
- Limbah simulasi TBP dalam kerosin dengan perbandingan % berat 30/70
- $(\text{NH}_4)_6\text{MoO}_4$, KBrO_3 , $\text{Ti}(\text{NO}_3)_3$, HCl , NaCl dan larutan indikator MM (metil merah)
- Akuades

Tata Kerja

Proses pembangkitan oksidator Ag^{+2} dilakukan di dalam sel elektrokimia yang terbuat dari gelas dan teflon seperti terlihat pada Gambar

1. Sel tersebut terdiri dari 2 kompartimen, yaitu kompartimen anolit berisi 800ml larutan AgNO_3 / HNO_3 dengan elektroda Pt bermuatan positif dan kompartimen katolit berisi 200 ml larutan 14M HNO_3 dengan elektroda Pt bermuatan negatif. Kedua kompartimen tersebut saling terpisah dengan pembatas dinding sebuah membran keramik. Didalam kompartimen anolit dipasang 2 buah pengaduk teflon dan sebuah thermometer gelas. Temperatur *anolyte* di dalam kompartimen diatur dengan bantuan pendinginan air yang dilengkapi alat penukar panas. Pengambilan sampel dilakukan dengan cara pipet pada periodik waktu tertentu dari fasilitas sampling yang telah tersedia. Perangkat elektrokimia tersebut dirancang dan diadakan oleh Pusat Teknologi Limbah Radioaktif dan membran keramiknya dibuat oleh Balai Penelitian Keramik Bandung. Bahan-bahan yang dipakai dalam percobaan adalah TBP sebagai limbah simulasi, kerosine, *anolit* AgNO_3 / HNO_3 dan HNO_3 . Penentuan kandungan oksidator Ag^{+2} yang terbentuk dilakukan dengan cara volumetri redoks menggunakan pereaksi reduktor $\text{Ti}(\text{NO}_3)_3$ dan kelebihanannya dianalisis secara oksidasi menggunakan KBrO_3 . Sebagai reagen stabilisasi reaksi yang dipakai adalah HCl , NaCl , amonium hepta molibdat dan indikator MM (metil merah).



Gambar 1. Bagan-skema sistem sel elektrokimia bersekat membran keramik

Percobaan optimalisasi pembangkitan oksidator Ag^{+2}

Percobaan dilakukan secara paralel dengan perlakuan variasi kecepatan pengadukan, yaitu pada : 500 rpm, 1000 rpm dan 1200 rpm dan variasi konsentrasi AgNO_3 dalam 4M HNO_3 sebagai anolit, yaitu pada : 0,05 M AgNO_3 ; 0,1M AgNO_3 dan 0,2M AgNO_3 . Setelah masing-masing larutan diukur dan ditempatkan sesuai fungsinya, yaitu sebagai

anolit adalah 800 ml dengan konsentrasi bervariasi diatas dan katolit adalah 200 ml larutan 14 M HNO_3 . Kemudian kedua elektrodanya dihubungkan dengan generator listrik dengan kuat arusnya diatur pada 10 A. Secara periodik sampel *anolyte* diambil melalui lobang sampel, dan kandungan Ag^{+2} yang terbentuk dianalisis dengan cara titrasi oksidimetri.

Terbentuknya Ag^{+2} ditandai dengan adanya perubahan warna anolit dari jernih menjadi hitam. Dilakukan analisis optimalisasi pembentukan Ag^{+2} secara grafis. Selanjutnya kondisi optimum yang

dihasilkan dipakai untuk percobaan mendistruksi limbah TBP simulasi. Ilustrasi percobaan distruksi limbah TBP dengan oksidasi Ag^{+2} terlihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Larutan oksidator Ag^{+2} hasil pembangkitan sel elektrokimia

Percobaan oksidasi TBP

Percobaan dilakukan mengikuti prosedur dan peralatan (sel elektrokimia) yang sama. Kondisi operasinya ditentukan dari percobaan optimalisasi pembangkitan oksidator perak II diatas, yaitu menggunakan larutan anolit 0,1M $\text{AgNO}_3/\text{HNO}_3$ dan sebagai katolit adalah 14M larutan HNO_3 . Kecepatan pengadukan diatur pada putaran pengaduk 1.000 rpm. Pelaksanaannya dilakukan dengan menempatkan 600 ml larutan anolit diatas ke dalam bilik anode dan ditambahkan kedalamnya limbah simulasi 200 ml TBP dalam kerosin. Perbandingan komposisi limbah simulasi TBP dengan kerosin adalah 30:70 (%berat), yaitu sesuai dengan perbandingan yang dipakai sebagai solven ekstraksi pemurnian uranium. Selanjutnya di kedua elektrodanya dihubungkan dengan sumber arus listrik dan kuat arusnya diatur pada 10 ampere. Temperatur anolit dijaga konstan dengan pendinginan air yang disirkulasikan dari perangkat sistem pendingin air. Setiap interval waktu tertentu dilakukan pengambilan sampel untuk dianalisis kandungan posphatnya menggunakan pereaksi amoniak hepta molibdat dengan metode spektrofotometer UV-Vis. Percobaan oksidasi limbah solven TBP dengan oksidasi Ag^{+2} dilakukan selama 120 menit.

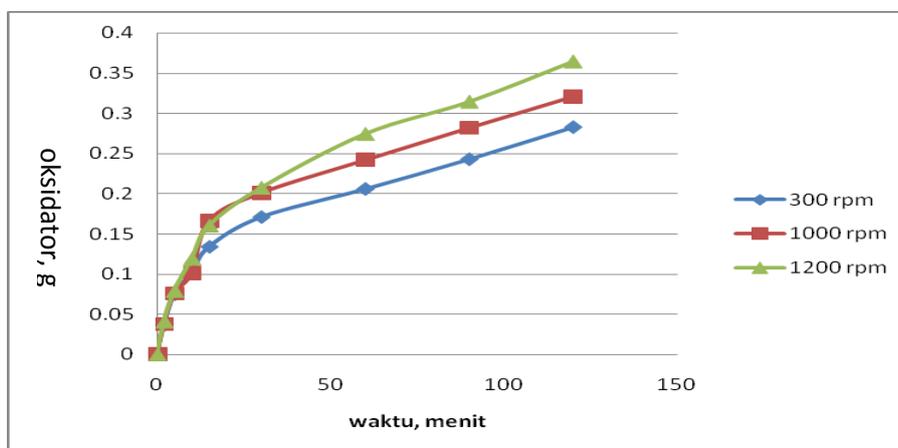
HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimalisasi pembangkitan oksidator Ag^{+2}

Pada awal waktu pengaliran arus listrik di kedua elektroda, warna larutan anolit mengalami perubahan dari bening menjadi coklat. Kejadian tersebut mengindikasikan bahwa reaksi pembentukan oksidator perak II sedang berjalan. Proses tersebut diperjelas dengan semakin hitamnya warna anolit. Selama elektroda masih diberi muatan listrik, maka proses mobilitas elektron melalui elektrolit tetap berjalan dan tingkat polarisasi ion semakin besar. Mekanisme tersebut terjadi karena pori-pori bahan membran keramik relatif lebih kecil dari pada ukuran ion Ag^+ , sehingga pergerakan ion Ag^+ nya tidak dapat sampai ke permukaan katoda. Reaksi reduksi yang terjadi di katoda adalah pembentukan gas NO_x dari reaksi ion H^+ berasal dari HNO_3 anolit dengan NO_3^- . Ion Ag^+ yang terbentuk dan terakumulasi di bilik anode, akan mengalami oksidasi lanjut menjadi oksidator kuat Ag^{+2} . Warna hitam larutan anolit mengindikasikan jumlah kandungan oksidator Ag^{+2} semakin besar, sesuai dengan Persamaan 3.4. Dari bagian atas anoda juga keluar gas berwarna kecoklatan, yaitu NO_x yang dihasilkan dari reaksi oksidasi ion NO_3^- dari katolit menjadi NO_x . Ion nitrat tersebut dapat melewati pori-pori bahan keramik karena ukuran molekulnya kecil.

Selanjutnya untuk mengetahui kemampuan oksidasinya, maka dilakukan percobaan optimalisasi pembangkitannya. Pada optimalisasi pembentukan oksidator dengan kuat arus 10 A dan divariasi kecepatan pengadukannya dari 300,

1000 dan 1200 rpm ; proses pembentukan oksidanya berjalan baik terindikasi adanya perubahan warna dan keluarnya gas dari atas elektroda. Hasil analisis pembentukan oksidanya terlihat seperti pada Gambar 3.



Gambar 3. Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap pembangkitan Ag^{+2}

Dari gambar 3 diatas terlihat adanya hubungan langsung peningkatan kandungan oksidator Ag^{+2} dengan kecepatan pengadukan secara linear. Semakin tinggi kecepatan pengadukan, maka akan dihasilkan peningkatan oksidator yang lebih besar. Pada percobaan sampai menit ke 20 dari awal pengaliran arus, didapatkan jumlah oksidator yang dibangkitkan relatif sama besarnya. Selbihnya, kandungan hasil oksidatornya berbeda kecil tidak menonjol hasilnya. Selanjutnya untuk pengujian mendistruksi molekul limbah TBP ditetapkan dengan hasil optimalisasi pembangkitan oksidator dengan kecepatan pengadukan 1000 rpm. Pada kondisi tersebut tidak akan mengakibatkan anolit meluap dan menanggulangi kemungkinan timbulnya gelembung gas di permukaan anoda. Timbulnya gelembung gas dipermukaan elektroda akan menurunkan besarnya luas penampang elektroda tempat terjadinya reaksi redoks.

Hasil optimalisasi pembentukan oksidator dengan bervariasi konsentrasi mediator $AgNO_3$ pada 0,05M ; 0,1 M dan 0,2M terlihat pada Gambar 4. Dari gambar 4 tersebut dapat diketahui bahwa sampai 15 menit dari mulai pengaliran arus, jumlah kandungan oksidator yang dihasilkan relatif sama besarnya. Selanjutnya pada penambahan waktu pengaliran arus listrik berikutnya (sampai 2 jam berikutnya) didapatkan adanya perbedaan jumlah oksidator yang terbentuk, yaitu berkisar 0,3 mmol/l sampai

0,4 mmol/l. Jumlah hasil pembentukan oksidatornya tersebut relatif tidak membedakan akan berbeda Jumlah kandungan oksidator Ag^{+2} yang terbangkitkan relatif besar, yaitu berkisar 0,3 mmol/l sampai 0,4 mmol/l. Besarnya kandungan oksidator tersebut diNilai lgtidak besar, maka Perbedaan variasi kandungan mediator $AgNO_3$ tidak memberikan pengaruh besar pada hasil pembentukan oksidatornya. Ditetapkan untuk percobaan aplikasi pengolahan limbah TBP menggunakan mediator 0,1 M $AgNO_3/4M HNO_3$.

Percobaan pengujian pengolahan limbah TBP kerosin

Dari percobaan pengujian oksidasi simulasi limbah TBP-kerosin (30:70 berat) dengan kuat arus 10 A diamati adanya perubahan intensitas warna hasil oksidatornya. Hasil analisis sampel sampai menit ke 60 didapatkan bahwa kandungan hasil oksidasinya masih sangat kecil kandungannya dan tidak terdeteksi oleh spektrofometer UV. Kemungkinan besar disebabkan karena bahan simulasi limbah yang dipakai adalah masih baru atau belum dipakai, sehingga ikatan molekul TBP nya masih besar dan tidak mudah diputuskan. Kemungkinan penyebab lainnya adalah terjadinya kompetisi oksidasi senyawa TBP dan kerosin. Perlakuan oksidasi sampai menit ke 90 berikutnya terindikasi mulainya terjadinya reaksi oksidasi TBP membentuk fosfat bebas.



Gambar 4. Pengaruh konsentrasi AgNO₃ dalam anolit terhadap pembangkitan Ag⁺²

Hasil analisis pembentukan senyawa kompleks dengan reagen penetapan secara spektrofotometer terdeteksi sangat kecil. Perbandingan analogi penyebab terjadinya kerusakan molekul TBP secara faktual di proses sesungguhnya karena proses iradiasi dan oksidasi HNO₃ dari pelarut oksida uraniumnya. Pemakaian HNO₃ sebagai pelarut uranium konsentrasinya relatif besar. Diperkirakan proses pengolahan limbah TBP secara oksidasi akan berjalan lebih cepat dengan peningkatan kuat arus dan memperpanjang waktu reaksinya.

KESIMPULAN

Dari rangkaian percobaan yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa sel elektrokimia yang dirancang PTLR dapat berfungsi untuk membangkitkan oksidator kuat Ag⁺². Kondisi optimum pembangkitan oksidator dihasilkan dengan menggunakan mediator elektrolit 0,1M AgNO₃/4M HNO₃ dengan kecepatan homogenisasi pengadukan 1.000 rpm. Kecepatan reaksi oksidasi TBP-kerosin pada kondisi tersebut masih sangat rendah, selanjutnya diperlukan percobaan lanjutan dengan meningkatkan kuat arus dan waktu oksidasinya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. TOROWATI, "Proses Re Ekstraksi Uranium Dari Larutan Hasil Ekstraksi Efluen Uranium" Hasil Penelitian EBN-BATAN, ISSN 0854-5561, 2008
- [2]. TOROWATI, dkk, " Analisis Kadar Uranium Dalam Yellow Cake Dengan Titrasi Secara Potensiometri" Majalah Ilmiah PIN No. 03/Th II, April 2009, PTBN, Batan, Serpong, 2009
- [3]. TECHNICATOME-BATAN, "System Note Incinerator Unit" Perancis, 1989
- [4]. DARYOKO, M., SURIPTO, A., "Decontamination of Dismantled Parts from Phosphate Rock Fertilizer Plant", International Conference on Lessons Learned from The Decommissioning of Nuclear Facilities and The Safe Termination of Nuclear Activities, IAEA-CN-143, Athens, Greece (2006)
- [5]. HAROENSRI, A., KOBAYASHI, F., KIMURA, A., and ISHI, J., "Electrochemical Oxidation Process for Mineralization of Solvent", Journal of Metals and Minerals, Vol. 16, No. 2, pp 57-61, 2006
- [6]. MATHESWARMAN, M., BALAJI, S., SANG YOON CHUNG, and IL SHIK MOON, "Silver Mediated Electrochemical Oxidation Production of Silver(II) in Nitric Acid Medium and In situ Destruction of Phenol in Semi-bath Process", J. Ind. Eng. Chem. Vol. 13, No. 2, 2007

- [7]. UCHIYAMA, G. and FUJINE, S., "Destruction of Butyl aldehyde Isomers Using Silver Catalyzed Electrochemical Oxidation", Journal of Radio Analytical and Nuclear Chemistry, ISSN 0236-5731, volume 230, No. 1-2/April, 1998
- [8]. SANG JOON CHUNG, IL SHIK MOON, WANG KYU CHOI " Destruction of Organic Decontamination Liquid Waste Using Electro-Regenerative Ag(II)", Theories and Application of Chemical Engineering, Vol. 10 No.1, 2004
- [9]. LAURIE JUDD, "A Demonstration of Silver II for The Decontamination and Destruction of Organic in Transuranic Waste" AEA Technology Engineering Service Inc 1301 Moran Road, Suite 202 Sterling , VA 20166.
- [10]. KHOPKAR S.M. "Konsep Dasar Kimia Analitik", Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta, 1990,
- [11]. VERERLE VAN ALSENOY, ANDRE RAHIER, "The Electrochemical Oxydation of Organic Waste and Activated Graphite by Ag²⁺ in Nitric Acid", SCK-CEN, Mol, Belgium, August 1996.