

PENENTUAN KOEFISIEN DISTRIBUSI RENUUM DAN WOLFRAM DENGAN METODE EKSTRAKSI MENGGUNAKAN PELARUT METIL ETIL KETON

Riftanio Natapratama Hidayat, Maria Christina Prihatiningsih

Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir, Jl. Babarsari POB 6101/YKBB Yogyakarta 55281

riftanio@gmail.com

Duyeh Setiawan

Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan- BATAN, Jl. Tamamsari No.71 Bandung 40132

ABSTRAK

PENENTUAN KOEFISIEN DISTRIBUSI RENUUM DAN WOLFRAM DENGAN METODE EKSTRAKSI MENGGUNAKAN PELARUT METIL ETIL KETON. Penentuan koefisien distribusi (Kd) terhadap renium dan wolfram dilakukan untuk tujuan mengetahui nilai Kd dari kedua unsur tersebut. Penentuan nilai Kd ini diaplikasikan untuk proses pemisahan renium-188 dari sasaran wolfram-188 untuk keperluan pemurnian radioisotop yang dibuat agar memenuhi kemurnian secara radionuklida dan radiokimia. Penentuan nilai Kd ini menggunakan metode ekstraksi dengan pelarut metil etil keton (MEK). Sebelum dilakukan penentuan nilai Kd, terlebih dahulu ditentukan kondisi optimum proses ekstraksi berdasarkan pengaruh waktu pengocokan, volume MEK, dan pH larutan. Konfirmasi hasil ekstraksi dilakukan dengan metode spektrofotometer UV-Vis dengan pengompleks KSCN dalam suasana asam dan pereduktor SnCl₂. Hasil percobaan menunjukkan bahwa kondisi optimum proses ekstraksi dengan umpan masing-masing 10 ppm yaitu pada waktu pengocokan selama 10 menit, volume MEK pada 20 mL, dan kondisi pH larutan dibawah 5. Didapat perolehan maksimum renium yang terambil pada fase organik sebanyak 9,545 ppm. Namun, kondisi proses ekstraksi tidak berpengaruh terhadap migrasi wolfram ke fase organik. Kemudian nilai Kd maksimum renium didapat sebesar 2,7566 dan Kd maksimum wolfram sebesar 0,0873. Kondisi optimum proses ekstraksi ini selanjutnya dapat di uji cobakan pada renium dan wolfram yang radioaktif sebagai alternatif pemisahan radioisotop.

Kata kunci : ekstraksi, renium, dan wolfram

ABSTRACT

DETERMINATION COEFFICIENT DISTRIBUTION RHENIUM AND TUNGSTEN USING METHOD EXTRACTION WITH SOLVENT METHYL ETHYL KETONE. Determination of the distribution coefficient (Kd) of the rhenium and tungsten conducted for the purpose of knowing the value of Kd of the two elements. Kd value determination is applied to the process of separation rhenium-188 from target of tungsten-188 for the purposes purification of radioisotopes that are made to meet the radionuclide and radiochemical purity. The Kd value determination using solvent extraction with methyl ethyl ketone (MEK). Prior to the determination of Kd values, determined beforehand the optimum conditions of extraction process based on the effect of agitation time, the volume of MEK, and the pH of the solution. Confirmation the results of the extraction was conducted using UV-Vis spectrophotometer with a complexing KSCN under acidic conditions and pereduktor SnCl₂. The results showed that the optimum condition extraction process to feed each of 10 ppm is when the agitation for 10 minutes, the volume of MEK in 20 ml, and the pH below 5. Obtained the maximum recovery of rhenium are drawn to the organic phase as much as 9.545 ppm. However, the condition of the extraction process does not affect the migration of tungsten to the organic phase. Then the maximum Kd values obtained at 2.7566 rhenium and tungsten maximum Kd is 0.0873. Optimum conditions of extraction process can be further tested on radioactive rhenium and tungsten as an alternative to the separation of radioisotopes.

Keywords: extraction, rhenium, and tungsten

PENDAHULUAN

Teknologi produksi radioisotop dan radiofarmaka, serta pemanfaatan operasi siklotron dan reaktor nuklir, harus senantiasa ditingkatkan pengembangan dan pelayanannya agar dapat memenuhi

kebutuhan pemakai. Pengembangan teknologi produksi radioisotop dan radiofarmaka diarahkan pada inovasi produk berdayaguna tinggi dan strategis sehingga dapat dimanfaatkan langsung dalam bidang kesehatan, industri dan bidang-bidang lain.

Radioisotop dapat diperoleh melalui iradiasi neutron atau iradiasi partikel bermuatan. Iradiasi neutron dilakukan di dalam reaktor nuklir sebagai penghasil neutron. Iradiasi partikel bermuatan dilakukan di fasilitas siklotron. Pada proses iradiasi, bahan sasaran/target harus sesuai dan tahan terhadap kondisi iradiasi, misalnya tahan terhadap panas. Oleh karena itu, harus dilakukan pemilihan bentuk kimia sasaran. Pemilihan bentuk kimia sasaran ini juga perlu mempertimbangkan kemudahan proses pasca iradiasi, misalnya kemudahan dalam pelarutan dan pemisahan [1].

Dalam pembuatan radioisotop renium-188, dilakukan iradiasi terhadap sasaran wolfram alam. Sehingga menghasilkan wolfram-188 yang kemudian meluruh menjadi renium-188 dengan waktu luruh 69 hari. Renium-188 yang dihasilkan kemudian dipisahkan dari induknya yaitu wolfram-188. Dalam berbagai penelitian guna memperoleh produk radioisotop renium-188 yang murni secara radio-kimia dan radionuklida telah dilakukan seperti pemisahan melalui kolom generator alumina [2] atau pemisahan secara elektrokimia [3]. Pada pemisahan menggunakan kolom generator alumina terdapat kelemahan yaitu umpan yang dipisahkan harus memiliki aktivitas yang cukup besar karena kolom alumina memiliki daya serap yang sedikit sehingga untuk aktivitas yang rendah sulit untuk di pisahkan. Kemudian untuk pemisahan secara elektrokimia, metode tersebut masih belum memiliki prosedur yang pasti dalam proses pemisahannya. Oleh karena itu, diharapkan dengan metode pemisahan secara ekstraksi dapat menjadi alternatif metode pemisahan yang mudah dan praktis.

Pada ekstraksi pemisahan W/Re, pelarut yang digunakan pada proses ini yaitu metil etil keton (MEK). Pelarut MEK ini digunakan berdasarkan acuan pada penelitian pemisahan Tc terhadap sasaran induk Mo [4,5]. Kemudian di ujicobakan terhadap renium didasari oleh kemiripan sifat kimia dari Tc dengan Re. Selain itu, pelarut MEK juga murah dan mudah didapat serta merupakan pelarut yang baik untuk proses ekstraksi renium. Pelarut MEK juga memiliki polaritas yang tinggi jika dibandingkan dengan pelarut lainnya, yang dipengaruhi ikatan rantai karbon yang lebih banyak dibanding senyawa lainnya seperti aseton, kloroform, dan lain-lain.

Beberapa faktor yang berpengaruh pada ekstraksi pemisahan antara renium dan wolfram adalah waktu pengocokan, volume pelarut organik, serta pengaruh pH larutan. Peningkatan volume pelarut organik yang digunakan sangat penting dalam proses ekstraksi karena akan mempengaruhi kenaikan koefisien distribusi renium didalam pelarut organik. Namun, pelarut MEK tidak mempengaruhi kenaikan koefisien distribusi dari wolfram.

Dalam penelitian ini dipelajari pengaruh penambahan volume pelarut MEK, waktu pengocok-

an, serta pH larutan untuk proses ekstraksi terhadap koefisien distribusi (K_d) dengan tujuan untuk mengetahui tingkat keberhasilan dalam sistem pemisahan. Penelitian ini juga dilakukan terhadap renium dan wolfram yang tidak aktif untuk mengurangi risiko paparan radiasi. Selanjutnya kondisi optimum pemisahan digunakan untuk proses pemisahan renium dan wolfram yang radioaktif.

TATA KERJA

Alat

Alat-alat gelas yang umum di laboratorium dan beberapa instrumen yang mendukung penelitian ini yaitu neraca analitis (Metler Toledo A1204), pH meter, pemanas elektrik, spektrofotometer ultra-violet-visible (Hitachi model 200-20).

Bahan

Aquadest, aseton, HCl pekat, KSCN, NaCl, NaOH, Renium metal, SnCl₂, dan Wolfram trioksida (WO₃). Semuanya adalah buatan E.Merck untuk tingkat analisis.

Cara Kerja

1. Penyiapan larutan induk
Dibuat larutan induk wolfram 1000 mg/l dengan cara menimbang WO₃ sebanyak 0,1262 g kemudian dilarutkan dalam NaOH 2N kemudian diencerkan hingga volum akhir 100 mL. Dibuat larutan induk renium berkadar 200 ppm dengan menimbang logam renium sebanyak 0,01 g dan dilarutkan dalam peroksida, kemudian diuapkan hingga kikat dan residu dilarutkan dalam NaCl 0,9% dan diencerkan hingga volum akhir 100 mL.
2. Variasi waktu pengocokan ekstraksi
Diambil larutan wolfram berkadar 10 ppm sebanyak 25 mL. Larutan tersebut diekstraksi dalam corong pisah dengan MEK selama 5 menit dengan perbandingan fase air dengan fase organik 5:1. Selesai diekstraksi, fase air dan fase organik dipisahkan. Kadar masing-masing fase di analisis dengan spektrofotometri UV-Vis. Ekstraksi diulang pada waktu yang berbeda yaitu 10, 15, 20,25, dan 30 menit. Hal yang sama dilakukan pada larutan induk renium.
3. Variasi penambahan volume pelarut MEK
Diambil larutan wolfram berkadar 10 ppm sebanyak 25 mL. Larutan tersebut diekstraksi dalam corong pisah dengan MEK selama 10 menit dengan volume 5 mL. Selesai diekstraksi, fase air dan fase organik dipisahkan. Kadar masing-masing fase di analisis dengan spektrofotometri UV-Vis. Ekstraksi diulang pada volume pelarut yang berbeda yaitu 7,5; 10; 12,5; 15; 17,5; dan 20

mL. Hal yang sama dilakukan pada larutan induk renium.

4. Variasi pengaturan pH larutan

Diambil larutan wolfram berkadar 10 ppm sebanyak 25 mL. pH larutan diatur pada pH 3. Larutan tersebut diekstraksi dalam corong pisah dengan MEK selama 10 menit dengan volume 17,5 mL. Selesai diekstraksi, fase air dan fase organik dipisahkan. Kadar masing-masing fase di analisis dengan spektrofotometri UV-Vis. Ekstraksi diulang dengan mengatur pH larutan yang berbeda yaitu 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Hal yang sama dilakukan pada larutan induk renium.

5. Analisis

Analisis wolfram dan renium dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Sebelum dilakukan pengukuran absorban, panjang gelombang diatur terlebih dahulu. Untuk wolfram pada 403 nm dan renium pada 420 nm. Larutan pengompleks digunakan KSCN 30% dalam suasana asam dengan reduktor SnCl_2 30%. Selanjutnya, masing-masing cuplikan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis. Kemudian dapat ditentukan kadar W dan Re pada setiap variasi.

Besarnya koefisien distribusi (K_d) dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$K_d = \frac{C_{org}}{C_{air}}$$

C_{org} = konsentrasi unsur dalam fase organik

C_{air} = konsentrasi unsur dalam fase air.

HASIL DAN PEMBAHASAN

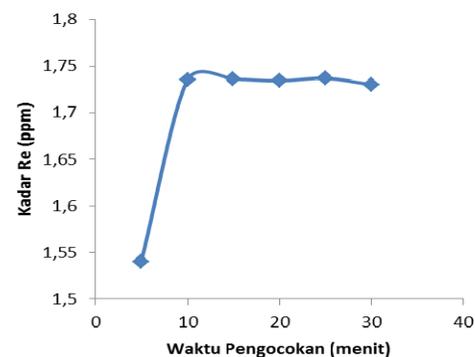
Variasi Waktu Pengocokan Ekstraksi

Tabel 1, Gambar 1 dan 2 menunjukkan bahwa dengan meningkatnya waktu ekstraksi Re yang terekstraksi ke dalam fase organik semakin besar. Kenaikan ini akan mencapai maksimum apabila waktu kesetimbangannya tercapai, yaitu bila konsentrasi Re yang terdistribusi dari fase air ke fase organik sama dengan konsentrasi Re yang terdistribusi dari fase organik dan fase air. Namun, pada wolfram, tidak terjadi distribusi yang signifikan terhadap waktu pengocokan dan masih banyak yang tertinggal pada fase air.

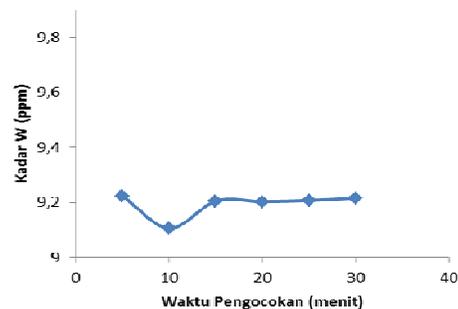
Setelah ekstraksi berlangsung selama 10 menit, terlihat bahwa bertambahnya waktu ekstraksi, Re yang masuk kedalam fase organik relatif tetap. Hal ini berarti bahwa waktu kesetimbangan sudah tercapai. Sehingga untuk selanjutnya, ekstraksi dilakukan selama 10 menit.

Tabel 1. Waktu pengocokan ekstraksi wolfram dan renium pada kondisi umpan campuran konsentrasi masing-masing 10 ppm, volume MEK sebanyak 5 mL.

Waktu (menit)	Renium Fase organik	Wolfram fase air
	Kons. (ppm)	Kons. (ppm)
5	1,54	9,223
10	1,735	9,106
15	1,736	9,205
20	1,734	9,203
25	1,737	9,207
30	1,73	9,215



Gambar 1. Pengaruh waktu pengocokan terhadap kadar Re dalam fase organik.



Gambar 2. Pengaruh waktu pengocokan terhadap kadar W dalam fase air.

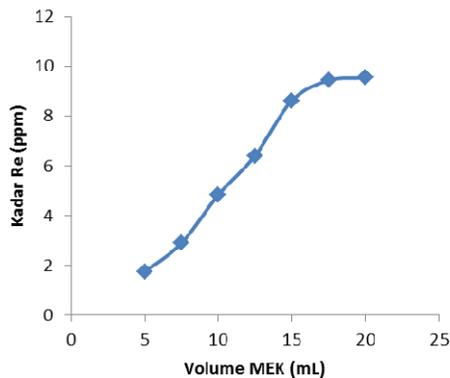
Variasi Penambahan Volume Pelarut MEK

Pengaruh penambahan volume pelarut MEK disajikan dalam Tabel 2 serta Gambar 3 dan 4. Penambahan volume pelarut MEK pada proses ekstraksi menunjukkan bahwa dengan bertambahnya volume pelarut, renium yang terekstraksi dalam fase

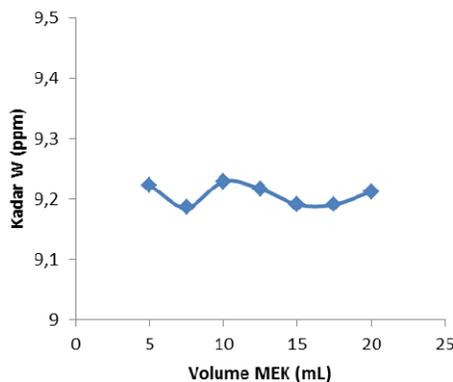
organik semakin besar. Penambahan volume ini dilakukan hingga renum terbawa seluruhnya atau sampai pada kondisi kesetimbangan pelarut membawa renum pada fase organik.

Tabel 2. Volume pelarut MEK pada proses ekstraksi pada kondisi umpan campuran konsentrasi masing-masing 10 ppm.

Volume (mL)	Renium Fase organik	Wolfram fase air
	Kons. (ppm)	Kons. (ppm)
5	1,735	9,223
7,5	2,896	9,186
10	4,833	9,229
12,5	6,411	9,217
15	8,618	9,191
17,5	9,436	9,191
20	9,545	9,212



Gambar 3. Pengaruh volume pelarut MEK terhadap kadar Re dalam fase organik.



Gambar 4. Pengaruh volume pelarut MEK terhadap kadar W dalam fase air.

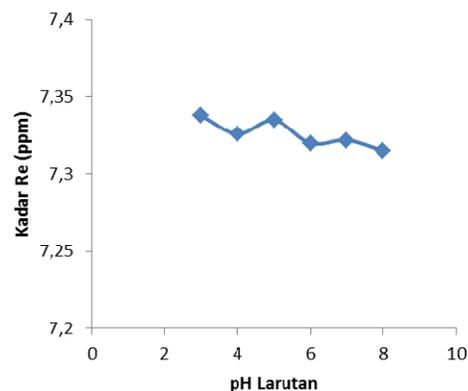
Setelah penambahan volume pelarut MEK pada volume 17,5 mL, terlihat bahwa dengan bertambahnya volume pelarut MEK, Re yang masuk kedalam fase organik relatif tetap. Hal tersebut menandakan jumlah Re yang terbawa dapat dikatakan mencapai maksimumnya, dalam hal ini Re yang terbawa pada fase organik saat penambahan 20 mL pelarut MEK maksimum pada 9,545 ppm. Namun, hal ini tidak terjadi pada wolfram yang tidak terpengaruh terhadap penambahan volume pelarut MEK dan konsentrasi wolfram yang terdapat pada fase air berkisar pada 9,2 ppm. Oleh karena itu, pada variasi ekstraksi selanjutnya digunakan sebanyak 20 mL pelarut MEK.

Variasi Pengaturan pH Larutan

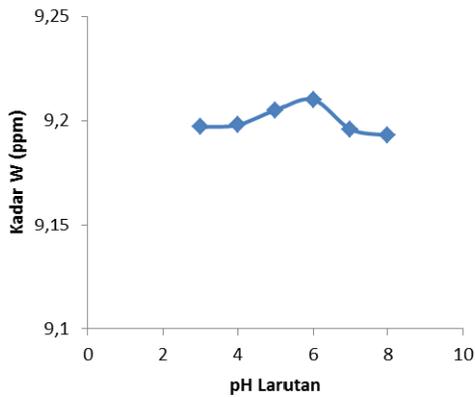
Pengaturan pH larutan dilakukan untuk mengetahui distribusi perpindahan renum atau wolfram ke dalam fase organik serta mengamati perpindahan yang paling besar pada pH tertentu. Tabel 3 serta Gambar 5 dan 6 menyajikan pengaruh pengaturan pH larutan pada proses distribusi renum dan wolfram ke dalam fase organik.

Tabel 3. pH larutan MEK pada proses ekstraksi pada kondisi umpan campuran konsentrasi masing-masing 10 ppm.

pH	Renium Fase organik	Wolfram fase air
	Kons. (ppm)	Kons. (ppm)
3	7,338	9,197
4	7,326	9,198
5	7,335	9,205
6	7,32	9,21
7	7,322	9,196
8	7,315	9,193



Gambar 5. Pengaruh pH larutan terhadap kadar Re dalam fasa organik.



Gambar 6. Pengaruh pH larutan terhadap kadar W dalam fasa air.

Berdasarkan grafik yang ditunjukkan diatas, terlihat bahwa semakin pH ditingkatkan, jumlah kadar Re yang terambil ke dalam fase organik semakin menurun namun tidak terlalu signifikan. Oleh karena itu, kondisi ekstraksi dilakukan pada pH dibawah 5. Kemudian pada wolfram, peningkatan pH tidak berpengaruh terhadap distribusi W ke dalam fase organik dan relatif dominan pada fase air pada kisaran mendekati 9,2 ppm. Walaupun pada pH 6 merupakan titik tertinggi jumlah wolfram yang tertinggal dalam fase air.

Penentuan Koefisien Distribusi Pada Kondisi Optimum

Koefisien distribusi (Kd) dilakukan untuk mengetahui perbandingan Kd renium dengan Kd wolfram. Pada penelitian ini, radioisotop yang diinginkan adalah renium. Oleh karena itu, diharapkan Kd renium lebih besar dari pada Kd wolfram.

Berdasarkan data yang diperoleh dari proses ekstraksi yang dilakukan dengan kondisi optimum pada waktu pengocokan 10 menit, volume pelarut sebanyak 20 mL serta pH larutan diatur berada dibawah pH 5. Tabel 4 dan 5 menyajikan data koefisien distribusi dari renium dan wolfram.

Tabel 4. Koefisien distribusi renium pada kondisi waktu pengocokan selama 10 menit, volume MEK 20 mL serta pH larutan dibawah 5.

pH	Renium		Kd
	Fase air	Fase organik	
	Kons. (ppm)	Kons. (ppm)	
3	2,662	7,338	2,7566
4	2,674	7,326	2,7397
5	2,665	7,335	2,7523

Tabel 5. Koefisien distribusi wolfram pada kondisi waktu pengocokan selama 10 menit, volume MEK 20 mL serta pH larutan dibawah 5.

pH	Wolfram		
	Fase air	Fase organik	Kd
	Kons. (ppm)	Kons. (ppm)	
3	9,197	0,803	0,0873
4	9,198	0,802	0,0872
5	9,205	0,795	0,0864

Data yang ditunjukkan oleh tabel 4 dan 5 dapat dilihat bahwa nilai Kd renium lebih besar dari nilai Kd wolfram. Hal ini dipengaruhi oleh afinitas elektron dari kedua unsur tersebut. Afinitas renium lebih besar dari pada afinitas wolfram. Karena dalam sistem periodik unsur, posisi renium terletak lebih kanan dari wolfram. Sehingga pada proses ekstraksi, pelarut MEK lebih kuat menarik renium yang memiliki afinitas lebih besar.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Proses pemisahan renium dari wolfram dapat dilakukan dengan menggunakan ekstrak MEK dengan waktu pengocokan 10 menit.
2. Semakin banyak pelarut MEK yang ditambahkan, maka jumlah renium yang terbawa kedalam fase organik semakin banyak dengan volume pelarut MEK optimum pada 20 mL.
3. Makin tinggi pH larutan, renium yang terambil semakin berkurang. pH larutan diatur pada kisaran dibawah 5.
4. Koefisien distribusi renium lebih besar dari pada koefisien distribusi wolfram.
5. Waktu pengocokan, jumlah volume pelarut MEK, serta pengaturan pH larutan tidak berpengaruh terhadap proses ekstraksi wolfram.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada bapak Nana Suherman, Ibu Titin Sri Mulyati serta rekan-rekan staf di PSTNT-Bandung yang telah berkontribusi dalam penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

1. Tim Penyusun, *Atomos : Radioisotop dan Radiofarmaka Untuk Bidang Kesehatan, Pertanian, Hidrologi, dan Industri*, Jakarta: Pusat Diseminasi IPTEK Nuklir, 1998.

2. Sriyono, Lubis H., Sarmini E, Herlina, Saptiama I., *Pemisahan Radioisotop ^{188}Re Dari Radioisotop ^{188}W Melalui Generator $^{188}\text{W}/^{188}\text{Re}$ Berbasis Alumina*, Serpong. Pusat Radioisotop dan Radiofarmaka, 2013.
3. R. Chakravarty, A. Dash, K. Kothari, M. R. Ambikalmajan Pillai and M. Venkatesh, *A Novel $^{188}\text{W}/^{188}\text{Re}$ Electrochemical Generator With Potential for Medical Applications*, Atomic Research Centre. Mumbai, 2008.
4. Awaludin, R., lubis, H., Sriyono, Abidin, Herlina, Hardi, A., *et al.*, *Ekstraksi Teknesium- $^{99\text{m}}$ Dari Larutan Molibdenum Skala Besar*, Seminar Nasional VIII SDM Teknologi Nuklir, 2012.
5. S. Yono, Abidin, Herlina, Sulaiman, Sriyono, Hambali, H.G. Adang., *Pemekatan Larutan Teknesium- $^{99\text{m}}$ Hasil Ekstraksi Dengan Adsorpsi Resin dan Evaporasi Tekanan Rendah*, Serpong, Pusat Radioisotop dan Radiofarmaka, 2011.
6. Gamse, T., *Liquid-Liquid Extraction and Solid-Liquid Extraction*, Institute of Thermal Process and Environmental Engineering, Graz University of Technology, hal. 2-24, 2002.

TANYA JAWAB

Suyanti

- Ukuran keberhasilan kerusakan biasanya dinyatakan besarnya faktor pisah, kenapa faktor pisah tidak dihitung.

Riftanio N. Hidayat

- Pada variasi MEK sepertinya belum diperoleh kondisi yang benar-benar optimum dengan melihat konsentrasi Re dalam fasa organik dengan beratnya vol MEK, konsentrasi Re masih semakin naik.