

PAIR/P.261/1988

PENENTUAN ^{60}Co DALAM CONTOH AIR DAN
AIR LAUT DENGAN PENGOMPLEKS
2-NITROSO-1 NAFTOL

Surtipanti S., Syaefudin, dan
June Mellawati

K.P. 540

PENENTUAN ⁶⁰Co DALAM CONTOH AIR DAN AIR LAUT DENGAN PENGOMPLEKS 2-NITROSO-1NAFTOL

Surtipanti S.*, Syaefudin S.*, dan June Mellawati*

ABSTRAK

PENENTUAN ⁶⁰Co DALAM CONTOH AIR DAN AIR LAUT DENGAN PENGOMPLEKS 2-NITROSO-1-NAFTOL. Dalam penelitian ini telah ditentukan kandungan ⁶⁰Co dalam contoh air dan air laut setelah dilakukan pemekatan dan pemisahan. Pemekatan dilakukan dengan penukar ion IR-120, sedang untuk memisahkannya dari unsur-unsur lain, dilakukan dengan ekstraksi pelarut yang menggunakan pereaksi 2-nitroso-1-naftol dan pelarut kloroform. Penentuan kandungan ⁶⁰Co dilakukan dengan mengukur aktivitas sinar ⁶⁰γ yang dipancarkannya menggunakan alat penganalisis salur ganda (Multi Channel Analyzer) ND-62. Kadar ⁶⁰Co yang diperoleh kembali dengan metode ini, berkisar antara 80 dan 90%.

ABSTRACT

DETERMINATION OF ⁶⁰Co IN WATER AND SEA WATER USING 2-NITROSO-1-NAPHTOL REAGEN. The determination of ⁶⁰Co in water and sea water sample has been carried out after being concentrated and separated. The pre-concentration was carried out using ion exchange resin IR-120, while the separation of ⁶⁰Co from the other elements was done by extracting the ⁶⁰Co with 2-nitroso-1-naphtol and chloroform as the solven. The activity of gamma ray emitted was measured using a multi channel analyzer, and the recovery of ⁶⁰Co found was about 80-90%.

PENDAHULUAN

Berbagai macam metode telah digunakan untuk memisahkan kobalt dari unsur-unsur lain, di antaranya dengan pengendapan sulfida, atau ekstraksi pelarut. Kedua metode tersebut cukup baik, tetapi tidak dapat dipakai untuk penentuan kandungan kobalt yang sangat kecil dalam contoh yang berjumlah besar (1).

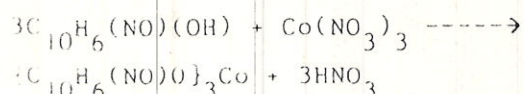
Dalam penelitian ini dicoba menggabungkan metode pemekatan dengan penukar ion dan metode ekstraksi pelarut. Pemekatan dilakukan dengan melewati contoh melalui kolom resin penukar ion. Setelah kation-kation yang ada di dalamnya terikat oleh resin,

kation-kation tersebut dielusi kembali dengan menggunakan asam klorida 1N. Eluen kemudian digunakan sebagai contoh yang akan dianalisis kandungan kobalt-nya. Dengan cara seperti ini, maka dapat dilakukan pemekatan sesuai yang diinginkan secara cepat dan mudah.

Dengan menggunakan metode tersebut, telah dicoba melakukan pemisahan kobalt dari logam-logam lain, yaitu Ni, Fe, Sn, Cu, Pd, Zn, Mn, Cr, Pb, Cd, Mg, dan Ca, dalam contoh air. Penukar ion yang dipakai ialah resin Amberlite IR-120, sedang untuk ekstraksi digunakan pengompleks 2-nitroso-1-naftol dengan kloroform sebagai pelarut (2).

*Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, BATAN

Kobalt dalam larutan asam, dengan senyawa 2-nitroso-1-naftol $C_{10}H_6(NO)(OH)$ membentuk senyawa kompleks kobalt-nitroso-naftol yang berwarna merah, menurut reaksi berikut (2) :



Senyawa tersebut larut dalam kloroform.

Metode tersebut ternyata dapat digunakan untuk memisahkan kobalt dari campuran logam-logam lain yang ada dalam air, sehingga dapat diterapkan untuk menentukan ^{60}Co yang terdapat dalam contoh air.

Pada penelitian ini akan ditentukan ^{60}Co dalam contoh air dan air laut dengan menggunakan metode tersebut, masing-masing sebanyak 5 liter, dengan keaktifan 30 pCi/liter. Pemisahan dilakukan dengan menambahkan kobalt sebanyak 5-15 μg sebagai pengemban ke dalam contoh (3).

Sebagai uji coba dalam penelitian ini telah ditentukan kandungan kobalt dalam air dengan berbagai macam logam pengganggu masing-masing seperti tersebut di atas, dengan menggunakan alat spektrofotometer UV, pada panjang gelombang 402 nm. Untuk penentuan radio nuklida ^{60}Co yang kadarnya kecil dipakai alat penganalisis salur ganda (Multi Cannel Analyzer).

Tujuan penelitian ini ialah untuk mendapatkan metode penentuan ^{60}Co dalam

contoh air dan air laut untuk analisis rutin.

TATA KERJA

Pereaksi Kimia. Semua pereaksi kimia yang digunakan berkualitas pro-analisis, buatan Merck. Larutan 2-nitroso-1-naftol, dibuat dengan melarutkan 1 gram 2-nitroso-1-naftol ke dalam 100 ml asam asetat glasal, ditambah 1 gram karbon aktif, dikocok, kemudian disaring. Larutan penyangga natrium sitrat ($Na_3C_6H_5O_7$) 40% dibuat dengan melarutkan 40 gram natrium sitrat ke dalam air. Larutan standar ^{60}Co buatan Amersham, mempunyai keaktifan 9,7 $\mu Ci/ml$ pada tanggal 1 April 1979. Penukar ion yang dipakai adalah resin Amberlite IR-120, ukuran 14-50 mesh.

Peralatan. Peralatan yang digunakan ialah penganalisis salur ganda (MCA) ND-62 dengan 4096 saluran, yang memakai detektor Hp Ge (Princeton Gamma Tech; Mod IGC-11 No. Seri DI-445), berdiameter 7,5 cm yang dirangkaikan dengan preamplifier/amplifier (ND-62 No Seri 84-0407). Alat tersebut mempunyai resolusi (FWHM) 3,75 keV, untuk energi gamma 1332,5 keV dari ^{60}Co .

Prosedur Analisis. Lima liter larutan contoh yang mengandung ^{60}Co 30 pCi/l dan 5-15 μg Co sebagai pengemban, pH 4-6 dialirkan melalui kolom penukar ion yang berdiameter 3 cm dan tinggi 40 cm. Tinggi resin dalam kolom 10 cm. Kecepatan aliran contoh yang keluar

dari kolom 25 ml/menit. Setelah semua contoh dialirkan melalui kolom, kation yang terikat oleh resin dielusi dengan 250 ml HCl 1 N, dengan kecepatan aliran eluen 1 ml/menit. Eluen kemudian dimasukkan ke dalam corong pemisah, ditambah 10 ml larutan natrium sitrat 40%, pH diatur 3-4 dengan asam klorida atau natrium hidroksida, kemudian ditambah 10 ml H₂O₂ 3%, didiamkan 10 menit, ditambah 2 ml larutan 2-nitroso-1-naftol, dan didiamkan selama 30 menit pada suhu kamar. Kemudian larutan diekstraksi dengan 10 ml CHCl₃, lalu fase organik dipisahkan. Ke dalam fase air ditambahkan lagi 5 ml CHCl₃ dan diekstraksi, fase organik dipisahkan, kedua fase organik tersebut dijadikan satu, dan dikocok dengan 20 ml HCl 2N untuk menghilangkan Fe. Fase organik dipisahkan lagi dan ke dalam fase organik tersebut ditambahkan 20 ml NaOH dan dikocok untuk menghilangkan kelebihan pereaksi 2-nitroso-1-naftol. Fase organik dipisahkan lagi, kemudian diukur keaktifannya dengan penganalisis salur ganda (MCA).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pemisahan kobalt dari logam lain dan penentuannya dengan UV-spektrofotometer pada panjang gelombang 402 nm, hasilnya tercantum dalam Tabel 1. Terlihat bahwa 1 ppm Co yang diberi pengganggu sebanyak 5-10 ppm, serapannya tidak berbeda nyata ($p \leq 0,05$). Hal

ini menunjukkan bahwa Co dapat terpisah dari logam lain.

Pada Tabel 2 terlihat bahwa makin tinggi kadar pengemban, makin berkurang ⁶⁰Co yang didapatkan kembali. Hal ini mungkin disebabkan kapasitas resin sudah jenuh sehingga ada pengemban dan ⁶⁰Co yang tidak terikat pada resin, tetapi lolos ke luar kolom.

Pada Tabel 3 terlihat bahwa dengan pengemban ⁶⁰Co yang keaktifannya 144 dan 360 pCi, ⁶⁰Co yang didapatkan kembali tetap di atas 80%.

Pada Tabel 4 terlihat pengaruh pH pada pemekatan dengan penukar ion. Pada pH 4-6, ⁶⁰Co yang didapatkan kembali rata-rata di atas 90%, sedang pada pH di bawah 4, hanya sekitar 66%. Hal ini mungkin karena pada suasana pH < 4, kadar ion H⁺ terlalu besar sehingga mengganggu pertukaran ion logam dengan H yang terikat pada resin. Dengan demikian, ion logam yang seharusnya terikat pada resin akan lolos ke luar kolom.

KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa, air dan air laut yang volumenya 5l dan mengandung ⁶⁰Co yang keaktifannya 144 pCi dapat ditentukan kandungan kobalnya dengan cara ekstraksi yang menggunakan pengompleks 2-nitroso-1-naftol setelah melalui resin penukar ion pada pH 4-6. Kobalt-⁶⁰ yang didapatkan kembali lebih dari

90%.

Dengan metode ini dapat dilakukan pemekatan dari 5 liter menjadi 15 liter (+300 kali).

DAFTAR PUSTAKA

1. TSENG, C.L., YANG, M.H., and LIN, C.C., Rapid determination of cobalt in sea-water with steel wool adsorption, J. Radioanal. Nucl. Chem. Letters 85 (1984) 253.

2. BELCHER, R., and GORDON, L., The analytical chemistry of cobalt, International Series of Monographs on Analytical Chemistry 27 (1966).

3. MASATAKA, H., KENICHI, S., and ATSU-SHI, M., Radiochemical separation of Co-60 in sea water using continuous flow coprecipitation flotation, Anal. Chem. 56 (1984) 2851.

Tabel 1. Pengaruh beberapa logam pada absorban kobalt-nitroso-naftol setelah diekstraksi dengan kloroform, diukur pada panjang gelombang 402 nm, 3 ulangan (simpangan baku 0-0,29%); kadar kobalt 1 ppm.

| Jenis logam yang ditambahkan | Kadar logam yang ditambahkan | Absorban |
|------------------------------|------------------------------|----------|
| - | - | 1,305 |
| Cu | 10 | 1,321 |
| Cu | 5 | 1,305 |
| Cr | 10 | 1,259 |
| Cr | 5 | 1,202 |
| Fe | 10 | 1,364 |
| Fe | 5 | 1,355 |
| Ni | 10 | 1,342 |
| Ni | 5 | 1,305 |
| Sn | 10 | 1,340 |
| Sn | 5 | 1,325 |
| Cd | 10 | 1,256 |
| Cd | 5 | 1,156 |
| Zn | 10 | 1,247 |
| Zn | 5 | 1,265 |
| Mg | 10 | 1,347 |
| Mg | 5 | 1,287 |
| Pb | 10 | 1,326 |
| Pb | 5 | 1,287 |
| Ca | 10 | 1,371 |
| Ca | 5 | 1,292 |
| Cs | 10 | 1,342 |
| Cs | 5 | 1,290 |
| Mn | 10 | 1,358 |
| Mn | 5 | 1,203 |

Tabel 2. Persentase ⁶⁰Co yang didapatkan kembali dari 144 pCi dalam 5 l contoh air laut buatan dengan pengemban yang divariasi.

| Jumlah pengemban (ug) | Harga perata (%) |
|-----------------------|------------------|
| 5 | 93,66 ± 1,78 |
| 10 | 88,87 ± 2,93 |
| 15 | 74,27 ± 5,05 |

Tabel 3. Persentase ⁶⁰Co yang didapat kembali dari 5 l contoh air laut buatan dengan keaktifan yang berbeda dan pengemban yang ditambahkan 5 ug, ulangan 5 kali.

| Keaktifan ⁶⁰ Co (pCi) | Harga perata (%) |
|----------------------------------|------------------|
| 144 | 93,66 ± 1,78 |
| 360 | 81,86 ± 6,9 |

Tabel 4. Persentase ^{60}Co yang didapat kembali setelah melalui penukar ion yang pH-nya divariasikan dari 4 sampai 6, dengan pengembalian 5 μg dan keaktifan ^{60}Co 144 pCi.

| pH | Harga perata (%) |
|-------|-------------------|
| < 4 | 66,769 \pm 1,96 |
| 4 - 5 | 93,66 \pm 1,78 |
| 5 - 6 | 96,22 \pm 9,80 |

DISKUSI

N. HILMY :

Jepang mengisolasi kobalt-60 dan uranium dari air laut dengan hasil yang cukup meyakinkan. Selain dari limbah reaktor, apakah ada sumber lain yang menyebabkan air laut tercemar oleh kobalt-60 dan uranium ?

SURTIPANTI :

Selain limbah dari reaktor, ada juga limbah dari laboratorium yang menggunakan ^{60}Co . Uranium mungkin berasal dari proses penambangan U yang air cucian/buangannya dibuang ke sungai yang mengalir ke laut.

SOFYAN YATIM :

1. Waktu yang diperlukan untuk analisis ^{60}Co berlangsung sekitar 450 menit. Dapatkah disebutkan cara ini sebagai cara yang cepat ?
2. Betulkah kadar pengembalian yang digunakan 10^{-3} ppm (= 1 ppb) ?

SURTIPANTI :

1. Waktu 450 menit dianggap cepat bila dibandingkan dengan cara pengendapan.
2. Pengembalian 10^{-3} ppm berasal dari 5 $\mu\text{g}/5 \text{ l} = 5 \mu\text{g}/5000 \text{ ml} = 10^{-3}$ ppm.