

PEMBAKUAN METODE PEMISAHAN DAN ANALISIS Nd, Ce, Zr MENGUNAKAN METODE KOLOM PENUKAR KATION DAN ANION

Noviarty, Erlina N., Rosika K. Sutri Indaryati
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir

ABSTRAK

Pembakuan metode pemisahan dan analisis Nd, Ce, Zr menggunakan metode kolom penukar kation dan anion adalah kegiatan tahun kedua dari kegiatan komponen Pembakuan Metode Analisis Radionuklida Monitor *Burn Up* (Nd, Ce, Zr) Dalam PEB U_{3Si_2}/Al dan PEB UMo/Al dengan tahun pencapaian 2019. Kegiatan pembakuan metode pemisahan dan analisis Nd, Ce dan Zr menggunakan kolom penukar kation dan anion telah dilakukan tahun 2018. Pemisahan unsur Nd, Ce dan Zr pada penelitian terdahulu telah dilakukan menggunakan kolom penukar kation dengan Resin Dowex 50 W X8 dengan mempelajari beberapa parameter uji. Dari kegiatan tersebut diperoleh hasil pemisahan Nd, Ce dan Zr dalam larutan campuran. Dari hasil pemisahan ditunjukkan bahwa Zr telah terpisah secara sempurna, sehingga penelitian ini dapat dilanjutkan dengan melakukan verifikasi metode uji. Sedangkan untuk pemisahan Nd dan Ce masih belum dapat dipisahkan secara optimal, sehingga pemisahan unsur ini dikaji ulang kembali dengan menggunakan larutan elusi lain dengan menggunakan campuran asam nitrat dan MeOH dengan tujuan agar dapat diperoleh metode baku untuk pemisahan Nd dan Ce yang akan digunakan sebagai indikator *Burn-up*. Selain itu pengujian juga dilakukan dengan menggunakan metode lain yaitu dengan metode kolom penukar Anion menggunakan resin dowex I-X4^[4;5]. Analisis dari Ce dan Nd setelah dipisahkan dilakukan dengan spektrometer X-ray fluoresen. Pada kegiatan pemisahan Nd dan Ce menggunakan metode kolom penukar kation dilakukan dengan cara batch, dari cara tersebut diperoleh nilai faktor pisah ($\alpha=1,59$) untuk konsentrasi keasaman eluen 0,25 M, sedangkan untuk konsentrasi keasaman 2 M nilai faktor pisah yang diperoleh yaitu 12,28. Hal ini menunjukkan bahwa Nd dan Ce dapat dipisahkan menggunakan resin penukar kation Dowex 50 W X8, namun dengan metode kolom penukar kation, namun perlu dioptimasi lebih lanjut dengan menggunakan metode kolom penukar kation. Pemisahan Nd dan Ce menggunakan kolom penukar anion dengan resin dowex I-X4 telah dilakukan dengan metode kolom, dari kegiatan tersebut diperoleh recovery pemisahan yang cukup baik yaitu sekitar 93,15 % untuk Nd dan 83,27 % untuk unsur Ce. Metode pemisahan ini dapat dioptimasi dan diverifikasi lebih lanjut sehingga dapat diterapkan pada pemisahan Nd dan Ce yang terdapat dalam larutan PEB Pascairadiasi

Kata kunci : pemisahan Nd, Ce dan Zr, Kolom penukar kation, resin dowex I-X4

PENDAHULUAN

Bidang Uji Radiometalurgi berfungsi sebagai mata rantai yang menghubungkan litbang bahan bakar dan elemen bakar dari keadaan pra sampai pasca iradiasi. Bidang ini memiliki fasilitas yang diperlukan untuk berbagai pemeriksaan laboratorium pasca iradiasi dan pra iradiasi^[1]. Analisis *Post Irradiation Examination* (PIE) merupakan uji pasca iradiasi bahan bakar nuklir di laboratorium instalasi radiometalurgi (IRM) yang dilakukan untuk melihat unjuk kerja bahan bakar nuklir, selain itu juga untuk menjamin keandalannya selama proses iradiasi di reaktor. Analisis fisikokimia merupakan salah satu uji merusak yang dapat dilakukan di laboratorium IRM untuk penentuan *Burn-up*.

Penentuan *burn up* dapat dilakukan antara lain dengan melakukan pemantauan terhadap keberadaan isotop Nd, Ce dan Zr sebagai produk hasil fisi dari bahan bakar nuklir uranium. Sehubungan dengan hal tersebut perlu dilakukan pembakuan metode untuk analisis radionuklida hasil fisi Nd, Ce dan Zr dalam bahan bakar. Pembakuan metode analisis ini, yaitu penentuan *burn up menggunakan* isotop Nd, Ce dan Zr dilakukan secara merusak (*Destructive Test, DT*).

Teknik destruktif/merusak dilakukan berdasarkan penentuan isotop spesifik yang dilakukan secara fisikokimia menggunakan peralatan spektrometer massa^[2]. Berdasarkan metode ASTM E 321-96 untuk menganalisis isotop Nd diperlukan pemisahan Nd dari Ce karena Isotop ¹⁴²Ce mengganggu pengukuran ¹⁴²Nd sehingga dapat mempengaruhi hasil perhitungan *burn-up*. Dalam usaha mendapatkan metode yang valid, dilakukan simulasi pemisahan Ce, Nd dan Zr dalam bahan bakar PEB UMo/Al dan PEB U₃Si₂/Al karena keberadaan unsur Nd, Ce dan Zr secara bersamaan sebagai produk fisi^[3]. Pemisahan unsur Nd, Ce dan Zr pada penelitian terdahulu telah dilakukan menggunakan kolom penukar kation dengan Resin Dowex 50 W X8 dengan beberapa parameter uji. Dari kegiatan tersebut diperoleh hasil pemisahan Nd, Ce dan Zr dalam larutan campuran dengan kolom penukar kation. Untuk hasil pemisahan unsur Zr, telah terpisah secara sempurna, sehingga penelitian ini dapat dilanjutkan dengan melakukan verifikasi metode uji. Untuk pemisahan unsur Nd dan Ce masih belum dapat dipisahkan secara optimal, sehingga pemisahan unsur ini dikaji ulang kembali dengan menggunakan larutan elusi lain yaitu larutan campuran asam nitrat dan MeOH. Tujuan kegiatan ini adalah agar dapat diperoleh metode baku untuk pemisahan Nd dan Ce yang akan digunakan sebagai indikator *Burn-up*. Selain itu pengujian juga dilakukan dengan menggunakan resin anion dowex I-X4^[4;5]. Analisis dari Ce dan Nd setelah dipisahkan dilakukan dengan spektrometer *X-ray fluoresen*.

METODOLOGI

Bahan yang digunakan adalah resin dowex 50Wx8 yang telah dikondisikan dalam HNO₃ encer, resin dowex 1-X4, larutan standar Nd, Ce 500 ppm yang dibuat dari larutan Nd, Ce induk 10000 ppm, larutan standar La 10000 ppm, aquadest sebagai pengencer larutan, HNO₃ dan metanol yang digunakan untuk melarutkan umpan (HNO₃ 0,8 M dalam Metanol 96%), H₂O₂ untuk preparasi larutan umpan, sebagai eluent HNO₃ dengan variasi konsentrasi 0,25; 0,5; 1; 2; 4; 6N dan MeOH dengan perbandingan HNO₃ : MeOH 1:9; (HNO₃ 0,04 M : Metanol 1 : 9).

Alat yang diperlukan adalah vial sebagai tempat sampel, pipet *ependorph* dan pipet volume untuk mengambil larutan, labu takar 25 ml, piala gelas 25 ml, kolom pemisah diameter 7mm volume 10 ml, *hotplate* sebagai pemanas sampel, *shaker* sebagai pengocok, nampan sebagai wadah/alas sampel, UV-Vis untuk analisis sampel larutan, oven untuk mengeringkan resin, lampu infra red, Spektrometer XRF untuk analisis Ce dan Nd dalam efluen

a. Pemisahan Menggunakan Penukar Kation

Pemisahan diawali dengan menyiapkan botol vial 10mL sebanyak 12 buah untuk proses penentuan nilai koefisien distribusi (KD). Selanjutnya dibuat larutan HNO_3 : MeOH (1:9) sebanyak 5mL dengan variasi konsentrasi HNO_3 . Kemudian larutan yang telah dibuat dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam vial yang berisi resin Dowex 50W-X8 0,1 gram. Selanjutnya vial yang telah berisi larutan dikocok selama 1 jam, selanjutnya ditenap selama 2 jam. Setelah mengendap dilakukan larutan dari resin. Kemudian larutan yang mengandung Nd, Ce diteteskan di kertas saring untuk kemudian dianalisis kandungan Nd dan Ce nya menggunakan XRF

b. Pemisahan Menggunakan Kolom Penukar Anion

Kegiatan pemisahan diawali dengan proses preparasi larutan umpan dengan membuat larutan campuran Nd dan Ce dengan konsentrasi 200 ppm. Larutan umpan selanjutnya dimasukkan kedalam kolom berisi 2,5 gram resin Dowex 1-X4 yang telah diaktivasi. Larutan umpan dibilas dengan 0,5 ml HNO_3 0,8 M dalam Metanol 96% sebanyak 2 kali. Selanjutnya Neodymium dielusi menggunakan HNO_3 0,04 M : Metanol 1 : 9,. Efluen ditampung menggunakan labu takar 25 ml hingga tanda batas. Larutan efluen diteteskan di kertas saring untuk kemudian dianalisis kandungan Nd dan Ce nya menggunakan Spektrometer X-ray Fluoresen.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Pemisahan Dengan Resin Kation

Pemisahan dengan kation masih dilakukan dengan cara batch, menggunakan media HNO_3 encer : MeOH (1:9) dan dengan menggunakan media HNO_3 2M: MeOH (1:9).

Penggunaan media HNO_3 encer : MeOH (1:9) memberikan Nilai faktor pisah (α) yang masih kecil yaitu 1,59 seperti ditunjukkan dalam Tabel 1.

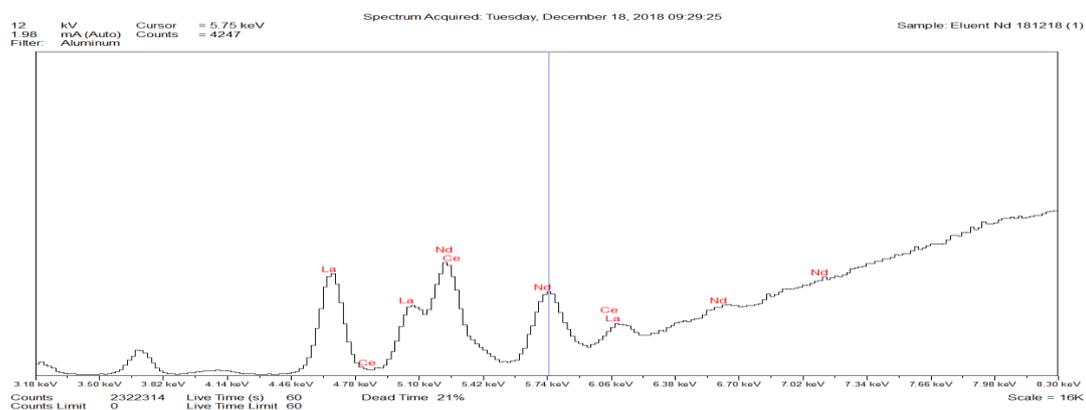
Tabel 1. Data hasil penentuan nilai KD dan faktor pisah Nd, Ce

Jenis Media	Keasaman HNO ₃ (M)	Kd Nd	Kd Ce	α
HNO ₃ encer : MeOH (1:9)	0,25	4850	7718	1,59
HNO ₃ 2M : MeOH (1:9).	0,25	729,7	8956,07	12,28

Pemisahan larutan standar Nd dan Ce dilakukan dengan menggunakan media yang lebih pekat HNO₃ 2M: MeOH(1:9) memberikan hasil yang cukup baik karena perbedaan faktor pisah antara Nd dan Ce yang cukup besar yaitu Nilai faktor pisah (α) yang cukup besar yaitu 12,28. Semakin besar perbedaan faktor pisah maka akan semakin mudah unsur tersebut dipisahkan. Karena syarat untuk suatu logam dapat dipisahkan dari campurannya yaitu jika nilai faktor pemisahan α kurang dari atau lebih dari satu ($\alpha > 1 < \alpha$)^[6]. Nilai faktor pisah ini menunjukkan kalo pemisahan dengan metode ini dapat dilakukan, namun perlu dioptimasi lebih lanjut dengan menggunakan kolom.

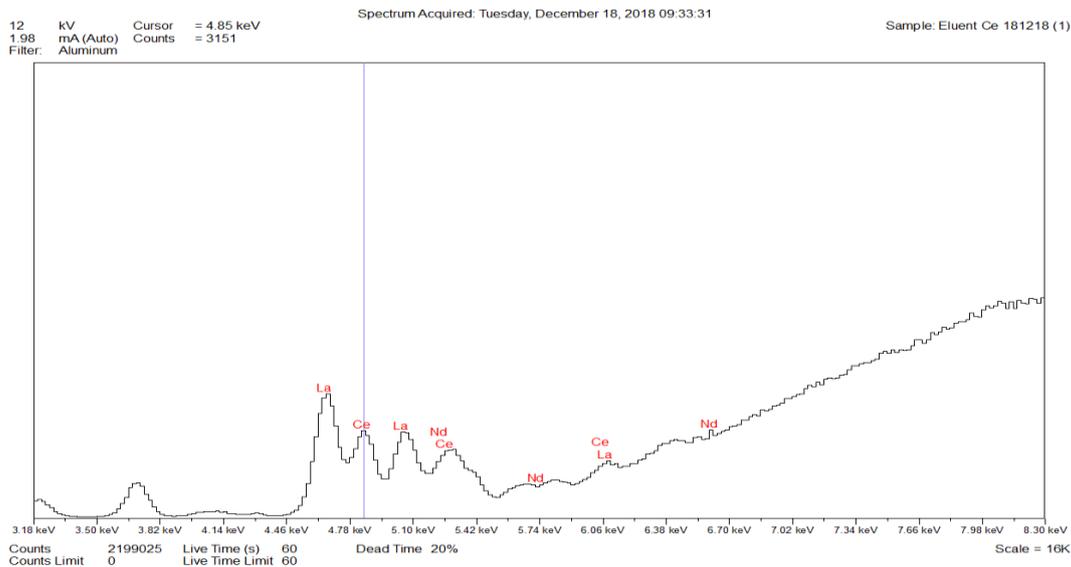
b. Pemisahan Dengan Resin Anion

Pemisahan dengan resin Anion telah dilakukan dengan menggunakan kolom dan dari hasil kegiatan diperoleh hasil seperti ditunjukkan dalam gambar 1 dan gambar 2. Gambar 1 dan 2 menunjukkan bahwa Nd dan Ce telah dapat dipisahkan dengan cukup signifikan.



Spektrum Nd dan Ce hasil elusi I

Hasil elusi pertama yang ditunjukkan dalam Gambar 1 terlihat bahwa Intensitas Spektrum Nd pada energy 5,74 KeV yang dihasilkan cukup tinggi dan jelas terlihat, sedangkan Intensitas spektrum Ce pada energy 4,85 KeV masih belum jelas terlihat. Hal ini menjelaskan bahwa unsur Nd telah keluar dari resin pada saat elusi pertama, sedangkan unsur Ce masih terikat didalam resin.



Spektrum Nd dan Ce hasil elusi ke II

Hasil elusi kedua yang ditunjukkan dalam gambar 2, terlihat bahwa Intensitas Spektrum Ce pada energy 4.85 KeV telah jelas terlihat, sedangkan Intensitas spektrum Nd pada energy 5,74 sdh tidak terlihat lagi. Hal ini membuktikan bahwa pada elusi kedua yang keluar dari resin hanya unsur Ce sedangkan unsur Nd telah keluar pada saat elusi pertama. Hal ini dapat dibuktikan dari hasil perhitungan *recovery*. Perhitungan *recovery* pemisahan dihitung dengan membandingkan konsentrasi yang ada dalam efluen dengan konsentrasi umpan. Hasil perhitungan *recovery* pemisahan dituangkan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisis Nd dan Ce dalam sampel efluen

Sampel	Konsentrasi (ppm)		Recovery (%)	
	Nd	Ce	Nd	Ce
Efluen Nd	186,3059	-0,7028	93,15	-0,35
Efluen Ce	1,0052	166,5352	0,50	83,27

Berdasarkan data pada Tabel 2 diperoleh bahwa dalam 25 mL larutan efluen pertama hanya mengandung Nd saja dengan *recovery* cukup besar yaitu 93,15%, dalam larutan efluen tersebut tidak terdapat Ce atau Ce masih terdapat di dalam resin. Pada 25 mL efluen berikutnya masih terdapat sedikit Nd yaitu 0,50% dan Ce terdapat dalam larutan tersebut sebesar 83,27%. terdapat kemungkinan Ce masih tertinggal sedikit di resin, perlu volume eluen lebih banyak untuk mengeluarkan Ce seluruhnya dari resin. Dari kegiatan ini dapat disimpulkan bahwa Nd dan Ce telah dapat dipisahkan, namun untuk kesempurnaan hasil pemisahan metode ini perlu dioptimasi lebih lanjut agar metode ini dapat diterapkan dalam pemisahan Ce dan Nd yang terdapat dalam PEB hasil pasca iradiasi.

KESIMPULAN

Dari kegiatan yang dilakukan menggunakan untuk pemisahan Ce dan Nd menggunakan metode penukar kation dan anion telah diperoleh metode pemisahan menggunakan kolom penukar anion dengan *recovery* yang cukup baik yaitu sekitar 93,15 % untuk Nd dan 83,27 % untuk unsur Ce. Namun metode ini perlu di optimasi lebih lanjut sehingga metode ini dapat diterapkan dalam ini penentuan dokumen baku pemisahan Nd dan Ce sebagai indikator *burn-up*.

PUSTAKA

1. ANONIM, Keputusan kepala BATAN No. 123/KA/VIII/207 tentang "Rincian tugas Unit Kerja di Lingkungan BATAN", Jakarta tahun 2007.
2. Jung Suk KIM, Young Shin JEON, Soon Dal PARK, Sun Ho HAN and Jong Goo KIM, "*Burnup Determination of High Burnup and Dry Processed Fuels Based on Isotope Dilution Mass Spectrometric Measurements*" Journal of NUCLEAR SCIENCE and TECHNOLOGY, Vol. 44, No. 7, p. 1015–1023, 2007.
3. ASTM E 321-96. *Standard Test Method for Atom Percent Fission in Uranium and Plutonium Fuel (Neodymium-148 Method)*.
4. Noviarty, dkk, "Penentuan Parameter Proses Pemisahan Dan Analisis Nd,Ce dan Zr Menggunakan Metode Penukar Kation" Prosiding Hasil-hasil Penelitian Tahun 2017 ISSN 0854-5561 hal 130-141, Oktober 2018
5. Jung Suk Kim et al, "*Burn-up Measurement of Irradiated Uranium Dioxida Fuel by Chemical Methods*" Journal of the Korean Nuclear Society 1, Januari 2006.

6. Titin Sofyatin, dkk” Penentuan Koefisien Distribusi, Efisiensi Ekstraksi Dan Faktor Pemisahan Pada Ekstraksi Gadolinium Dan Samarium Dengan Ligan Dibutilditiofosfat” *Chimica et Natura Acta* Vol.4 No.1, April 2016: 47-51