

PEMISAHAN DAN ANALISIS Nd, Ce DALAM LARUTAN PEB U₃Si₂-Al PRA IRADIASI MENGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI PERTUKARAN KATION

Rosika Kriswarini, Erlina Noerpitasari, Novarty, Sutri Indaryati
Pusat Teknologi bahan Bakar Nuklir

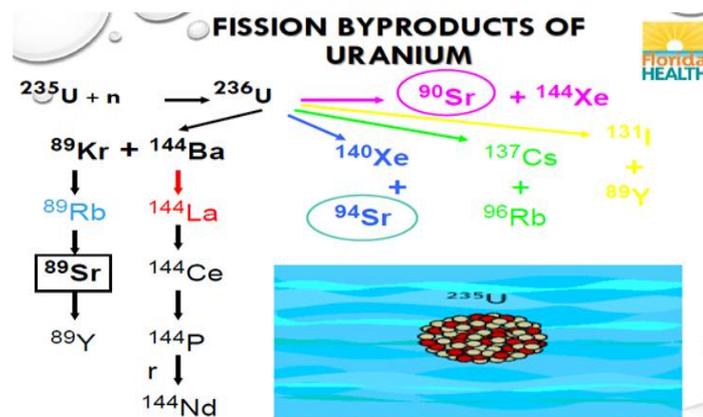
ABSTRAK

Pemisahan Nd Ce dalam larutan bahan bakar dilakukan karena Nd digunakan sebagai indikator *burn up*. Isotop Nd dan Ce merupakan produk fisi bahan bakar nuklir setelah mengalami radiasi di reaktor. Kedua isotop tersebut mempunyai sifat fisik dan kimia yang mirip sehingga perlu dilakukan pemisahan untuk memperoleh isotop Nd yang murni. Sebelum dilakukan pemisahan maka ditentukan faktor pisah (α) antara Nd dan Ce menggunakan larutan standar spex. Standar Nd dan Ce dengan konsentrasi 10000 ppm. setelah diencerkan menjadi 500 ppm masing-masing dilarutkan dalam media HNO₃ dan campuran HNO₃ dan methanol dengan perbandingan 1 : 9. Selanjutnya dilakukan proses pertukaran kation menggunakan resin dowex 50W-X8 secara *batch*. Setelah dilakukan pengocokan dan pemisahan, fase cair dianalisis kandungan Nd dan Ce menggunakan UV-Vis dan XRF. Berdasarkan perhitungan nilai koefisien distribusi (KD) Nd dan Ce, diperoleh nilai α dalam media HNO₃ dan metanol lebih besar dibanding media HNO₃ tanpa metanol. Nilai faktor pisah menggunakan media HNO₃ maksimal sebesar 1,83, sedangkan menggunakan media campuran HNO₃-metanol (1:9) maksimal sebesar 12,28.

Kata kunci : pemisahan, analisis, Nd, Ce, PEB U₃Si₂, pra irradiasi, kromatografi.

PENDAHULUAN

Isotop Nd dan Ce merupakan bagian dari produk fisi bahan bakar nuklir U₃Si₂-Al setelah mengalami proses iradiasi di reaktor. Proses reaksi fisi bahan bakar nuklir berbasis uranium menghasilkan produk fisi ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Produk fisi ²³⁵U^[1]

Pada Gambar 1, produk fisi berupa isotop U, Cs dan Nd umum digunakan sebagai monitor *burn-up* bahan bakar karena mempunyai sifat-sifat yang diperlukan sebagai indikator *burn up*, antara lainampang lintang serapan neutron yang rendah, umur paruh yang panjang dan *high fission yield* yang tinggi. *Burn up* merupakan salah satu parameter *Post Irradiation Examination (PIE)* yang diketahui dalam menentukan unjuk kerja bahan bakar selama dioperasikan di reaktor^[2]

Pada Gambar 1, selain isotop Nd terdapat isotop Ce dalam produk fisi. Isotop Nd dan Ce mempunyai sifat yang mirip secara fisik dan kimia^[3] sehingga bila isotop Nd digunakan sebagai monitor *burn up* harus dipisahkan dari isotop Ce^[4].

Metode pemisahan ada bermacam-macam. Kromatografi pertukaran ion digunakan sebagai salah satu metode untuk pemisahan Nd dan Ce, karena Metode kromatografi pertukaran ion ada dua macam yaitu kromatografi pertukaran kation dan kromatografi pertukaran anion. Sebagai media pertukaran ion digunakan resin yang bersifat tidak larut, berupa bahan polimer organik dengan ukuran partikel 200 – 400 mesh. Resin kation mempunyai gugus fungsional negatif yang menyerap ion positif. Sebaliknya gugus fungsional positif dalam resin anion menyerap ion negatif^[5].

Faktor-faktor yang berpengaruh dalam dalam pemisahan isotop menggunakan proses pertukaran ion antara lain waktu kontak antara resin penukar dengan ion yang dipertukarkan, kecepatan alir, konsentrasi umpan, pH/keasaman, diameter kolom, jumlah resin^[6].

Sebelum melakukan pemisahan dan analisis Nd, Ce dalam larutan PEB U_3Si_2 -Al pra iradiasi menggunakan metode kromatografi pertukaran kation^[7], maka perlu dilakukan optimasi pemisahan terhadap standar Nd dan Ce. Optimasi pemisahan dilakukan bila telah diperoleh perbandingan KD antara Nd dan Ce untuk menentukan nilai faktor pisah (α)^[8].

METODOLOGI

Bahan yang digunakan adalah resin dowex 50Wx8 yang telah dikondisikan dalam HNO_3 encer, larutan standar Nd, Ce 1000 ppm yang dibuat dari larutan Nd, Ce induk 10000 ppm, *aquadest* sebagai pengencer larutan, sebagai eluent HNO_3 dengan variasi konsentrasi 0,25; 0,5; 1; 2; 4; 6N dan metanol (MeOH) dengan perbandingan HNO_3 : MeOH 1:9^[9], *via*l untuk dudukan kertas saring

Alat yang diperlukan adalah vial sebagai tempat sampel, pipet *ependorph* dan pipet volume untuk mengambil larutan, *hotplate* sebagai pemanas sampel, *shaker* sebagai pengocok, nampan sebagai wadah/alas sampel, UV-Vis untuk analisis sampel larutan, oven untuk mengeringkan resin, XRF untuk analisis padatan yang sudah dikeringkan. Penentuan KD dalam analisis Nd dan Ce metode pertukaran kation melalui tahapan: penyiapan botol vial 10mL sebanyak 12 buah (untuk Nd & Ce), pembuat larutan HNO₃ : MeOH (1:9) @ 5mL dengan 6 variasi konsentrasi HNO₃ (larutan A). Selanjutnya larutan A sebanyak 2mL dimasukkan ke dalam vial yang berisi 0,1 gram resin dowex 50W-X8 dan dikocok selama 1jam kemudian dianapkan selama 2 jam. Setelah larutan dianapkan, maka akan terbentuk fase padat dan fase cair. Fase cair dipisahkan dari fase padat dan kandungan Nd, Ce dalam fase cair dianalisis menggunakan UV-Vis atau XRF. Penentuan Profil Nd dan Ce dilakukan dengan tahapan peyiapkan kolom penukar kation yang berisi dowex 50W-X8 sebanyak 2,5 g, kemudian larutan loading dialirkan ke dalam kolom tersebut. Larutan loading yang sudah melalui kolom, ditampung sebanyak 2 mL. Tahap selanjutnya adalah mengalirkan larutan eluen sebanyak 50 mL dan efluen ditampung setiap 5 mL. Efluen dari larutan loading dan eluen diteteskan di kertas saring sebanyak 50µL untuk dinalisis menggunakan XRF.

Resin Dowex 50W-x8 sebelum digunakan sebagai media proses pertukaran kation, dikondisikan menggunakan HNO₃ encer. Setelah itu resin dikeringkan menggunakan oven pada suhu 35°C kemudian ditimbang dan dimasukkan ke dalam 6 buah vial @ 0,1 g.

Eluen yang digunakan berupa campuran HNO₃ dan MeOH dengan perbandingan 1:9.HNO₃ disiapkan dengan variasi konsentrasi 0,25, 0,5, 1, 2, 4 dan 6 N. Dalam pembuatan larutan HNO₃ : MeOH dengan perbandingan 1:9 untuk masing-masing konsentrasi dan ditepatkan menggunakan *aquadest* sampai volume 5 mL.

Bahan yang akan dilakukan untuk proses pertukaran kation adalah larutan standar Nd, Ce 1000 ppm. Larutan standar Nd, Ce 1000 ppm disiapkan dari larutan standar Nd, Ce10000 ppm. Larutan induk 10000 ppm dipipet sebanyak 250 µL dan ditambahkan ke dalam larutan campuran (B). Pengujianefluen Nd, Ce menggunakan spektrometer XRF dengan cara meneteskan efluen Nd dan Ce sebanyak 50µL secara bertahap @10uL di atas permukaan kertas saring diameter 2,7 cm yang diletakkan di atas vial. Kertas saring yang sudah berisi larutan sampel Nd, Ce dikeringkan di bawah lampu *infra red* yang selanjutnya siap dikur menggunakan XRF.

Proses pertukaran kation dilakukan menggunakan larutan *loading* campuran Nd, Ce sebanyak 5 mL dialirkan ke dalam kolom resin dan dielusi menggunakan eluen sebanyak

50 mL dan efluen ditampung setiap 5 mL. Larutan loading dan effluent sebanyak 50 µL diteteskan di kertas saring untuk dianalisis kandungan Nd dan Ce menggunakan XRF.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran kandungan Nd dan Ce dalam larutan menggunakan UV-Vis tercantum pada Tabel 1.

Tabel 1. Absorbansi Ce dan Nd dalam larutan HNO₃

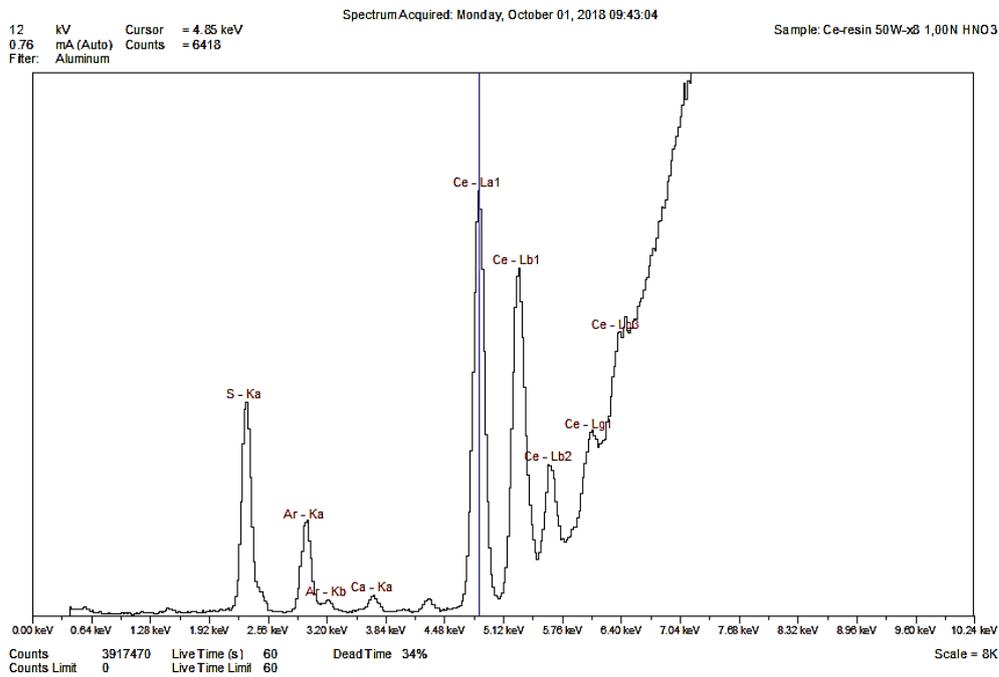
Konsentrasi HNO ₃ (N)	Absorbansi Ce	Absorbansi Nd
0,25	-0,023	-0,250
0,50	-0,010	-0,500
1,00	-0,020	-0,010
2,00	-0,019	-0,063
4,00	-0,251	-0,019
6,00	-0,017	-0,009

Pada Tabel 1 menunjukkan bahwa nilai absorbansi < 0. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada Ce dan Nd yang terikat dalam larutan setelah proses elusi menggunakan HNO₃^[10]. Koefisien distribusi tidak dievaluasi karena larutan tidak mengandung Nd maupun Ce. Untuk memastikan bahwa Ce dan Nd masih terikat dalam resin, maka dilakukan pengujian kandungan Ce dan Nd menggunakan XRF. Hasil pengukuran XRF ditunjukkan pada Tabel 2.

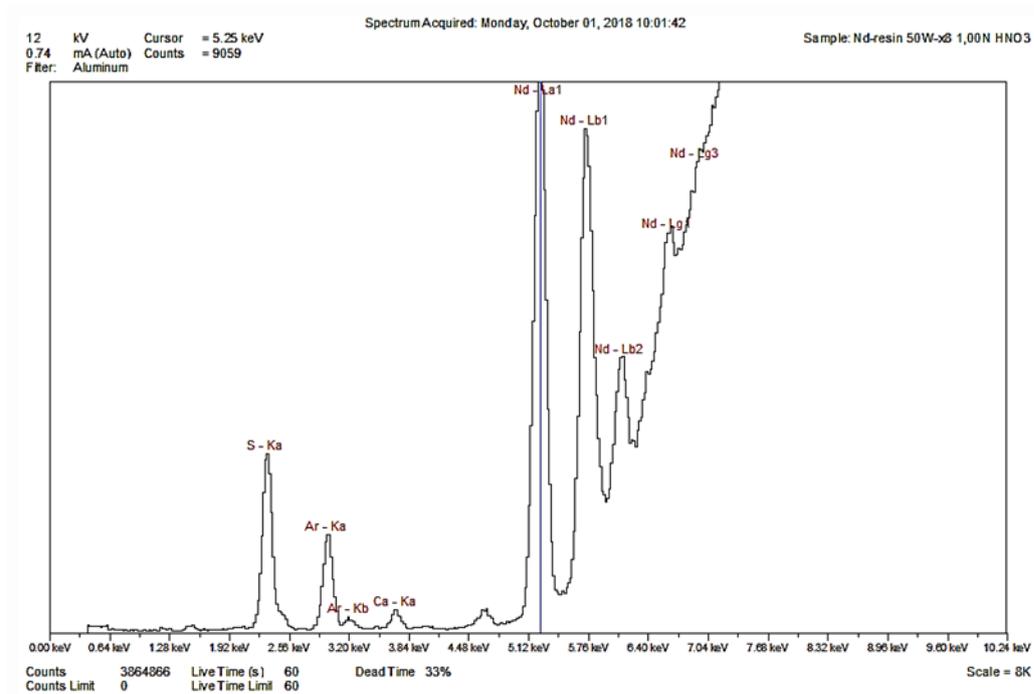
Tabel 2. Intensitas puncak spektrum Ce dan Nd menggunakan XRF

Konsentrasi HNO ₃ (N)	Intensitas Ce		Intensitas Nd	
	(Kα = 4,85 keV)	(Kβ = 5,29 keV)	(Kα = 5,25 keV)	(Kβ = 5,75 keV)
0,25	7446	5996	9496	7979
0,50	6781	5439	8900	7529
1,00	6418	5247	9059	7487
2,00	5209	4302	8068	6957
4,00	4793	3989	6601	5827
6,00	5940	4898	6995	6232

Berdasarkan Tabel 2 maka terbukti bahwa Nd dan Ce masih terikat dalam resin. Spektrum unsur Ce dan Nd yang terikat dalam resin ditunjukkan pada Gambar 1 dan Gambar 2.



Gambar 1. Spektrum Ce yang terikat dalam resin dowex 50W-X8



Gambar 2. Spektrum Nd yang terikat dalam resin dowex 50W-X8

Berdasarkan hasil evaluasi pengujian Ce dan Nd menggunakan UV-Vis dan XRF maka dapat dinyatakan bahwa larutan campuran HNO₃ dengan variasi konsentrasi dari 0,25 sampai dengan 6 N belum mampu mengelusi Ce dan Nd yang terikat dalam resin. Hal ini disebabkan Ce dan Nd masih terikat kuat dalam resin.

Sebagai percobaan lanjutan maka akan dilakukan elusi menggunakan eluen dengan campuran HNO₃ : MeOH (1 : 9) berdasarkan pustaka^[11].

Tabel 3. Nilai Kd dan faktor pisah Nd, Ce menggunakan campuran (HNO₃ + MeOH) variasi konsentrasi (1:9)

Keasaman HNO ₃ (M)	Kd Nd	Kd Ce	α
0,25	4850	7718	1,50
0,5	1701	1576	0,93
1	203	267	1,31
2	30	36	1,17
4	3	4	1,38
6	0	-1	1,83

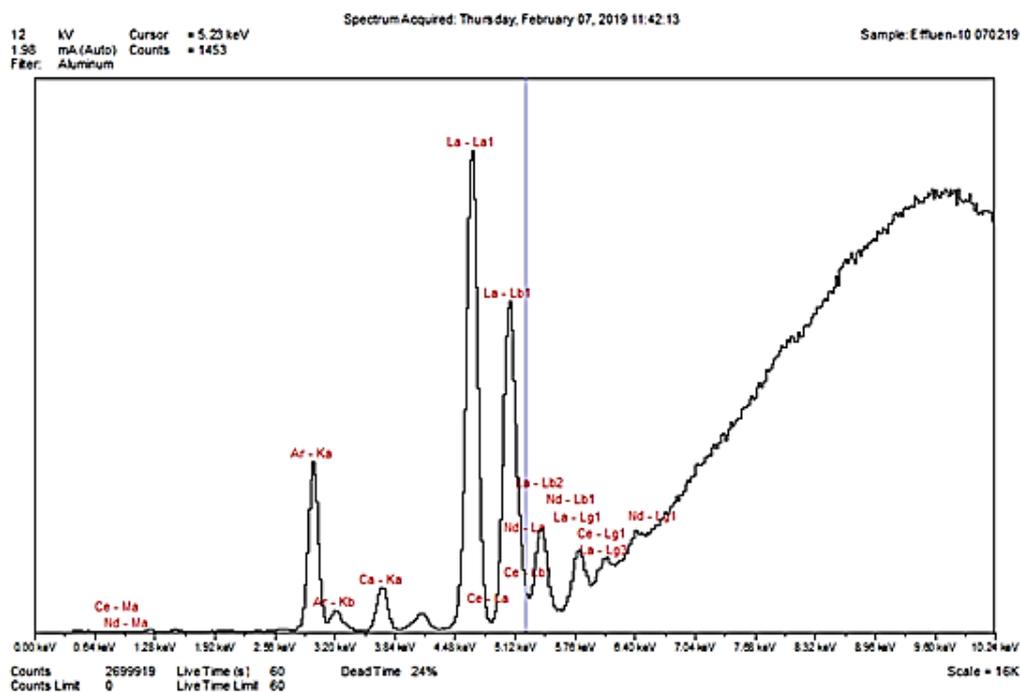
Nilai faktor pisah (α) yang tercantum pada Tabel 1 kurang dari 10. Hal ini dapat dinyatakan bahwa pada kondisi keasaman HNO₃ dari konsentrasi 0,25M sampai dengan 6M Ce dan Nd belum terpisah secara sempurna. Selanjutnya dicoba menggunakan eluent campuran HNO₃ dan MeOH dengan konsentrasi HNO₃ yang lebih pekat yaitu 2 M. Penentuan Kd pada Tabel 3 menggunakan UV-Vis. Untuk mengurangi proses preparasi sampel yang terlalu panjang, maka dicoba melakukan penentuan Kd menggunakan teknis tetes menggunakan XRF^[12]. Hasil penentuan Kd Nd dan Ce menggunakan XRF tercantum dalam Tabel 4.

Tabel 4. Nilai Kd dan faktor pisah Nd, Ce menggunakan campuran HNO₃ + MeOH (1:9) variasi konsentrasi

Keasaman HNO ₃ (M)	Kd Nd	Kd Ce	α
0,25	729,37	8956,07	12,28
0,50	862,22	4147,69	4,81
1,00	389,36	915,45	2,35
2,00	86,14	94,76	1,10
4,00	19,19	13,36	0,70
6,00	8,60	4,58	0,53

Berdasarkan Tabel 3 dan 4 maka nilai faktor pisah antara Ce dan Nd pada keasaman HNO₃ 0,25 N memberikan perbedaan yang signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa campuran HNO₃ dan MeOH dengan perbandingan 1:9 diasumsikan mampu memisahkan Ce dan Nd.

Proses elusi Ce dan Nd untuk mendapatkan profil pemisahan Ce dan Nd dilakukan menggunakan eluen HNO₃ dan MeOH dengan perbandingan 1:9, tetapi hasil elusi belum menunjukkan profil yang diharapkan. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Spektrum efluen dengan menambahkan standar pembanding La

Hasil pengukuran efluen menggunakan XRF menunjukkan bahwa efluen sebanyak 50 mL dan ditampung setiap 5 mL tidak mengandung Nd maupun Ce. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh konsentrasi eluen dan jumlah resin yang digunakan untuk proses pertukaran kation yang belum optimum. Dengan demikian maka dapat dinyatakan bahwa Ce dan Nd masih terikat pada resin. Pada penelitian selanjutnya perlu dipelajari lebih lanjut faktor-faktor yang mempengaruhi proses elusi.

KESIMPULAN

Pada pemisahan Nd, Ce dengan metode pertukaran kation diperoleh faktor pisah sebesar 12,28 pada tingkat keasaman HNO_3 0,25 N. Metode pertukaran kation dapat digunakan untuk pemisahan Ce, Nd bila telah diperoleh konsentrasi eluen yang optimal.

DAFTAR PUSTAKA

1. D. M. Nguyen, W. A. Moody, dan J. A. Williamson, *A Simple Method to Screen for Radiostrontium in Water by Ion Exchange Chromatography*, *Health Phys.*, April 2017, 1-62.
2. Aslina Br Ginting *et al.*, Penentuan Burn up Mutlak Pelat Elemen Bakar $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Tingkat Muat Uranium 2,96 gU/cm^3 Pasca Iradiasi, *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, Vol. 11, No. 2, Juni 2015, 83–98.
3. Anonim, download https://www.slideshare.net/iwedPC/kimia_organik-golongan-transisi-lantanida, 2017, 1-2.
4. J. S. Kim, Y. S. Jeon, S. D. Park, Y. K. Ha, dan K. Song, *Analysis Of High Burnup Pressurized Water Reactor Fuel Using Uranium, Plutonium, Neodymium, And Cesium Isotope Correlations With Burnup*, *Nuclear Engineering Technology*, vol. 47, no. 7, Oktober 2015, 924-933.
5. J. S. Kim, Y. S. Jeon, S. D. Park, Y. J. Park, Y. K. Ha, dan K. Song, *Determination Of Uranium, Plutonium, Neodymium, Gadolinium And Their Isotopes In $\text{UO}_2\text{-Gd}_2\text{O}_3$ Spent Nuclear Fuels*, *Asian Journal of Chemistry*, vol. 24, no. 7, 2012, 3274–3278
6. S. I. Djoko, M. E. Budiono, Supardi, Nurimaniwathy, dan W. Yuono, Studi Pemakaian Metode Pertukaran Ion Untuk Pengolahan Limbah Radioaktif Cair, *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah*, Buku II, 1996, 271–276.
7. J. S. Kim, Y. S. Jeon, S. D. Park, S. H. Han, dan J. G. Kim, *Burn Up Determination Of High Burnup And Dry Processed Fuels Based On Isotope Dilution Mass Spectrometric Measurements*, *J. Nucl. Sci. Technol.*, Vol. 44, No. 7, July 2007,

1015–1023.

8. D. N. Basir, Kemurnian dan Nilai Faktor Pemisah Transpor Unsur La Terhadap Unsur Nd, Gd, Lu dengan Teknik membran Cair Berpendukung, *Jurnal Alam dan Lingkungan*, Vol. 6, No. 11, Maret 2015, 49-55.
9. C. M. Davies, *Determination Of Distribution Coefficients For Cation Exchange Resin And Optimisation Of Ion Exchange Chromatography For Chromium Separation For Geological Materials, A Thesis Submitted To The University Of Manchester For The Degree Of Master Of Philosophy*, 2012, 1-102.
10. S. T. Sulaiman, G. K. Hanna, dan W. A. Bashir, *Spectrophotometric Determination of Cerium (III) with Arsenazo III : Application to Sea Water and Synthetic Alloys*, *Raf. J. Sci.*, Vol. 24, No. 3, 2013, 37-50.
11. N. Engineering, T. Y. Eom, dan T. Information, *Burnup Measurement of Irradiated Uranium Dioxide Fuel by Chemical Methods*, Vol.21, No.4, Desember 1989, 277-286.
12. T. Moriyama dan A. Morikawa, *Sample Preparation for X-ray Fluorescence Analysis*, *Rigaku Journal*, Vol. 33, No. 1, 2017, 24–29