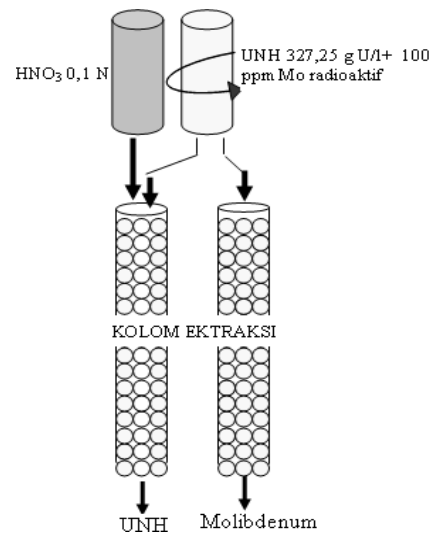


menghasilkan ^{99}Mo , diharapkan proses ini akan memperpendek proses karena tidak perlu proses pelarutan dan pengendapan. ^{99}Mo hasil iradiasi dengan akselerator akan di pisahkan dengan menggunakan 2 kolom, kolom pertama berisi silika-TBP yang akan mengambil uranil nitrat sedang hasil fisi termasuk molibdenum lolos. Kolom ke dua berisi alumina yang akan mengabsorpsi molibdenum sedangkan hasil fisi lainnya lolos. Dengan menggunakan ke dua kolom tersebut selain dapat memisahkan molibdenum juga dapat memisahkan hasil fisi. Uranil nitrat yang tertangkap di kolom pertama dapat dielusikan menggunakan HNO_3 encer, setelah dipekatkan dapat dipakai lagi sebagai umpan pada akselerator dan mempunyai waktu hidup selama 15 tahun. Untuk maksud tersebut dalam penelitian ini di buat simulasi yaitu larutan molibdenum alam di iradiasi di reaktor Kartini, larutan tersebut di campurkan ke dalam uranil nitrat kemudian dipisahkan di dalam kolom pertama yang berisi silika-TBP. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui secara kualitatif pemisahan molibdenum dari uranil nitrat dengan kolom yang berisi silika-TBP, jika hal ini berhasil maka data ini dapat dipakai untuk pemisahan molibdenum dari uranil nitrat pada kondisi yang sebenarnya. Ekstraksi kromatografi menjadi pilihan karena pada akhir-akhir ini sangat populer dan sangat ideal untuk memisahkan hasil fisi dan aktinida terutama radionuklida-radionuklida seperti plutonium, uranium, amerisium, stronsium dll [2]. Ekstraksi kromatografi adalah bentuk kromatografi cair-cair yang di kopel dengan ekstrak organik yang biasa digunakan pada ekstraksi cair-cair dengan karakter multi stage dari proses kromatografi. Ada dua macam proses yang dikembangkan dalam reprocessing menggunakan ekstraksi kromatografi yaitu *Chromex process* untuk pemisahan hasil fisi dan aktinida, proses ini pertama kali dikembangkan secara sukses untuk *reprocessing* skala industri pada aktivitas tinggi. Yang ke dua yaitu *Purochromex process* untuk mengisolasi uranium dan plutonium dari pelarutan bahan bakar air ringan [3,4]. Di dalam *Chromex process* Tributylfosfat (TBP) yang sudah sejak lama dikenal sebagai ekstrak yang sangat selektif pada ekstraksi cair-cair untuk reprocessing bahan bakar nuklir, dikembangkan pada ekstraksi kromatografi. Pada ekstraksi kromatografi ini, TBP ditempelkan pada fasa diam (resin, silika, alumina, polimer organik), sedang fasa geraknya adalah uranil nitrat [3,4,5]. Gambar 1 adalah kolom yang berisi silika-TBP untuk memisahkan molibdenum dari uranil nitrat.

Dalam penelitian ini digunakan simulasi 100 ppm larutan molibdenum alam di iradiasi di reaktor



Dianalisis dng titrasi Di analisis dng AAN

Gambar 1. Kolom ekstraksi

Kartini fasilitas Lazy Susan pada flux $3,0 \cdot 10^{11}$ neutron $\text{cm}^{-2} \text{det}^{-1}$ selama 6 jam. Molibdenum yang telah di iradiasi ditambahkan pada larutan uranil nitrat kadar 327,25 g U/L kemudian di pisahkan dengan kolom yang berisi silika-TBP. Molibdenum yang keluar dari kolom pada selang waktu satu (1) menit di analisis menggunakan spektrometer gama sedang uranium yang tertempel pada silika-TBP di elusi menggunakan 0,1 N HNO_3 dan kadar uraniumnya dianalisis secara titrimetri menggunakan metode titan. Analisis kuantitatif dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi antara absorbansi vs konsentrasi larutan standar. Dalam penelitian ini digunakan larutan standar dalam satuan berat (untuk memudahkan pengolahan data) vs aktivitas awal (cps), dengan menggunakan persamaan regresi $Y = bX + a$ maka untuk larutan sampel hasil pemisahan molibdenum dapat dihitung. Untuk mencari aktivitas pada waktu nol (mula-mula) maka digunakan rumus sbb:

$$A_0 = A_t e^{-\lambda t} \quad (3)$$

Kinerja Kolom Ekstraksi Kromatografi

Pada dasarnya pemisahan yang mungkin dilakukan dalam kolom ekstraksi kromatografi ditentukan oleh beberapa faktor seperti:

Faktor Pisah (FP), adalah perbandingan koefisien distribusi dari komponen yang dipisahkan.

$$\text{Koefisien distribusi molibdenum (Kd)} \\ \text{Mo} = \frac{\sum \text{moFo}}{\sum \text{moFa}} \quad (4)$$

Koefisien distribusi uranium (Kd)

$$U = \frac{\sum U_{Fo}}{\sum U_{Fa}} \quad (5)$$

Faktor pisah (FP)

$$U/Mo = \frac{KdU}{KdMo} \quad (6)$$

Kd Mo = koefisien distribusi molibdenum.

U Fo = jumlah uranium dalam fasa organik

U Fa = jumlah uranium dalam fasa air

Mo Fo = jumlah molibdenum dalam fasa organik

Mo Fa = jumlah molibdenum dalam fasa air

BAHAN DAN TATA KERJA

Bahan

Serbuk U_3O_8 ; ABM (Air Bebas Mineral); HNO_3 pekat; H_2SO_4 pekat; Asam Amido Sulfonat; $TiCl_3$; $FeCl_3$; Indikator PP; NaOH tritisol 0,1 N; $K_2Cr_2O_7$ tritisol 0,1 N; digunakan untuk membuat larutan uranil nitrat dan analisis kadar uranium serta keasaman. Sebelum hidropobisasi *Kiesel Gel 40* dipanaskan dalam Oven termostatik (desikator vakum) kemudian dimasukkan dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pompa vakum, corong pisah dan tabung gas N_2 untuk dihidropobisasi dengan DMCS (*Dimethyl Dichloro silane*). *Impregnasi* dilakukan dalam beker yang berisi Aseton dan TBP (*Tri Butyl Phosphate*). Digunakan kolom ekstraksi panjang 8 cm diameter 1 cm dilengkapi dengan pendingin dipakai untuk memisahkan ^{99}Mo dari uranium serta elusi pada keasaman HNO_3 0,1 N. *Natrium molybdat* 100 ppm dari merk di iradiasi di reaktor Kartini pada fasilitas Lazy Susan pada flux $3,0 \cdot 10^{11}$ netron cm^{-2} det^{-1} selama 6 jam.

Tata kerja

a). Hidropobisasi *Kiesel Gel 40*

Ke dalam gelas beker dimasukkan sebanyak 15 gram kiesel gel 40 dipanaskan dalam oven thermo static pada suhu $150^\circ C$ (sambil divakum selama 1 jam). Setelah dingin dimasukkan ke dalam labu leher tiga, divakumkan selama 30 menit. Sebanyak 6 ml DMCS dimasukkan kedalam corong pisah dari atas labu setetes demi setetes sampai habis (penetasan dilakukan 1 tetes dengan 1 menit pengadukan dan dibiarkan selama 5 menit). Diaduk selama 24 jam kemudian dialiri gas N_2 (untuk menghilangkan gas HCl yang ada).

Selanjutnya untuk menghilangkan sisa gas HCl dan uap DMCS yang masih tertinggal dalam

labu maka dipanaskan pada suhu $60^\circ C$ sambil divakum selama 30 menit.

b.) *Impregnasi TBP pada kiesel gel*

Sebanyak 5 gram kiesel gel 40 hasil hidropobisasi dimasukkan dalam beker glas 50 ml dan ditambahkan 10 ml aseton dan 2,5 ml TBP, diaduk sampai homogen, hingga kering tanpa pemanasan.

c). *Pengisian kolom*

Setelah silika-TBP benar-benar kering, masukkan kedalam kolom ekstraksi secara bed (catu), caranya: masukkan serbuk tersebut sedikit demi sedikit kedalam kolom panjang 30 cm dan diameter 1 cm yang sebelumnya telah diberi glass-wool pada bagian paling bawah. Selanjutnya setelah mencapai ketinggian 1 cm kolom dialiri gas N_2 selama 2 menit. Hal ini terus dilakukan hingga serbuk habis (5 g = 5 cm tingginya).

Sebelum digunakan kolom dibasahi dengan larutan HNO_3 0,1N sebanyak 4ml hingga semua serbuk basah. Kemudian masukkan larutan uranil nitrat berkadar 327,25 g/L dan pH 2 sampai jenuh. Untuk mengelusi digunakan larutan HNO_3 0,1 N.

d) *Pemisahan molibdenum dari uranium.*

Sebanyak 4 ml larutan uranil nitrat dengan konsentrasi 327,25 g/L dan 4 ml larutan molibdenum 100 ppm yang telah di iradiasi di reaktor Kartini digunakan sebagai umpan pada kolom kromatografi

Diatur kecepatan alir antara tetes masuk dan keluar dibuat sama yaitu 0,4 ml / menit.

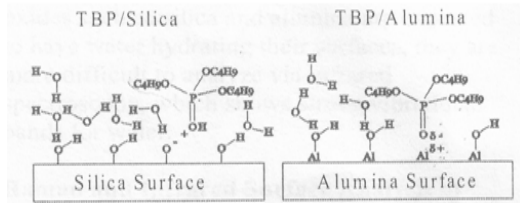
- Larutan yang keluar dari kolom pada selang waktu 1 menit diambil kemudian dianalisis kadar dan ditentukan berat uranium dan molibdenumnya.
- Berat uranium dapat ditentukan dari hasil kali antara konsentrasi dengan volume cuplikan. Sedang molibdenumnya diperoleh dengan membandingkan larutan standar dari 0-80 ppm merk yang telah di iradiasi di reaktor Kartini. Dengan membuat grafik massa vs aktivitas awal, dan dengan menggunakan persamaan regresi linier maka dapat diperoleh massa molibdenum dalam cuplikan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Hidropobisasi *Kiesel Gel 40* dan *impregnasi dengan TBP*

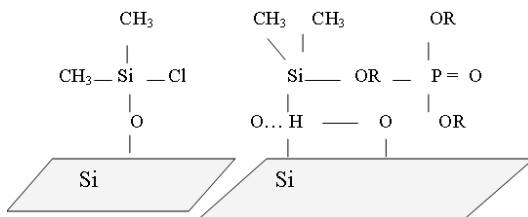
Hidropobisasi dilakukan untuk mengubah sifat silika yang hidrofil menjadi hidrofob yaitu

dengan menambah DMCS. Jika silika langsung direndam dengan TBP maka akan terjadi adsorpsi TBP secara langsung yang ikatannya sbb^[8] :



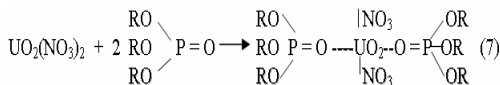
Gambar 2. Adsorpsi TBP pada silika atau alumina^[8,9]

Jika silika langsung ditambah TBP tanpa hidropobisasi maka akan terjadi reaksi seperti di atas maka proses ekstraksi kromatografi tidak akan terjadi karena gugus P=O dari TBP tidak dapat berikatan dengan uranium karena sudah mengikat silika, untuk itu maka dilakukan hidropobisasi agar supaya gugus P=O ada dipermukaan silika. Gambar dibawah menunjukkan kemungkinan reaksi yang terjadi setelah hidropobisasi dan impregnasi dengan TBP sbb^[9]



Dari reaksi tersebut dimungkinkan bahwa gugus P=O ada dipermukaan sehingga dapat dipakai untuk ekstraksi kromatografi. Adapun reaksi yang terjadi pada ekstraksi kromatografi adalah seperti reaksi yang terjadi pada reaksi ekstraksi cair-cair sbb

Reaksi cair-cair :

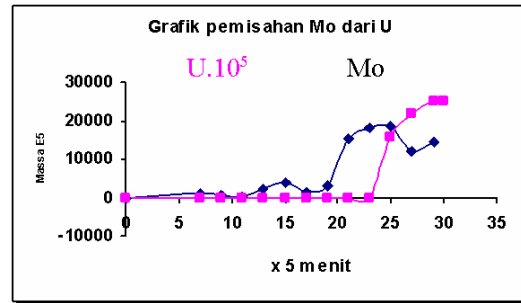


Ekstraksi kromatografi

Ekstraksi dilakukan dengan mengiradasi 4 ml larutan induk molibdenum Merck sebagai umpan kemudian dicampur dengan larutan uranil nitrat 327,25 g/L kemudian dipisahkan secara ekstraksi kromatografi. Selang waktu 5 menit di analisis kadar uranium dan molibdenumnya, diperoleh grafik seperti terlihat pada Gambar 3

Dari Gambar 3 terlihat bahwa molibdenum keluar lebih dulu yaitu pada menit ke 35 sedangkan uranium muncul pada menit ke 125. Dalam

ekstraksi kromatografi TBP cukup selektif terhadap uranium



Gambar 3. Kurva massa Mo,U vs waktu pemisahan

dan membentuk kompleks $UO_2(NO_3)_2 \cdot 2TBP$ seperti pada reaksi cair-cair (7). Dalam ekstraksi cair-cair uranium, Zr, Ru terdapat di fasa organik (TBP) sedang hasil fisi termasuk molibdenum berada di fasa air.

Penentuan Kd (U), Kd (Mo) dan FP (U/Mo) dari pemisahan Molibdenum dari Uranium.

- Sampel uranium yang digunakan sebanyak 4 ml, konsentrasi 327,25 gr/L.
- Larutan Mo yang digunakan sebanyak 4 ml, konsentrasi 100 ppm
- Berat molibdenum masuk = $100 \text{ mgr/L} \times 0,004 \text{ L} = 400 \text{ } \mu\text{gr}$
- Molibdenum 100 ppm hasil counting = 12,36 μgr
- Berat molibdenum keluar = 1,77 μgr
- Berat uranium masuk = $327,25 \text{ gr/L} \times 0,004 \text{ L} = 1309 \text{ mgr}$
- Berat uranium keluar = 132,42 mgr

sehingga :

Koefisien distribusi molibdenum (Kd)

$$Mo = \frac{\sum moFo}{\sum moFa} = \frac{12,36 - 1,77}{1,77} = 5,98$$

Koefisien distribusi uranium (Kd)

$$U = \frac{\sum UFo}{\sum UFa} = \frac{1309 - 132,42}{132,42} = 8,88$$

Faktor pisah (FP)

$$U/Mo = \frac{KdU}{KdMo} = \frac{8,88}{5,98} = 1,48$$

Tabel 1. Data-data Molibdenum Hasil Penelitian

Matrik reaktor 19-4-2007 jam 9.04 Matrik reaktor 20-4-2007 jam 15.04 Ditunjukkan sejumlah di bawah ini 20-4-2007													
No	Waktu counting	pendinghkan	t1/2 (detik), 67,80/60	tunda (detik)	tunda t1/2	ketapa 1	$\lambda=0,693/t1/2$	It	e	$e^{-\lambda t}$	At, cps	No. cacah/detik	masa
1	15.05	24. -	241.200	86.460	0,36846	0,693	0,0000287	0,24841	2,71830	1,28199	18,47	12,36	
1 ppm	14.28	23.24	241.200	84.240	0,36688	0,693	0,0000287	0,24203	2,71830	0,65792	2,62	3,337	
2 ppm	15.34	23.30	241.200	84.600	0,36812	0,693	0,0000287	0,24307	2,71830	0,66073	4,17	5,317	
10 ppm	14.40	23.36	241.200	85.020	0,36937	0,693	0,0000287	0,24427	2,71830	0,66401	22,43	14,89	
40 ppm	14.52	23.48	241.200	85.680	0,36937	0,693	0,0000287	0,24617	2,71830	0,66916	9,37		
80 ppm	14.59	23.55	241.200	86.112	0,37061	0,693	0,0000287	0,24741	2,71830	0,67264	19,64		
2	16.55		241.200	86.511	0,36992	0,693	0,0000287	0,24873	2,71830	1,28240	0,05	0,076943881	
3	17.00		241.200	86.871	0,36916	0,693	0,0000287	0,24959	2,71830	1,28350	0,04	0,051340154	
4	17.05		241.200	87.171	0,36141	0,693	0,0000287	0,25045	2,71830	1,28461	0,18	0,231229915	
5	17.11		241.200	87.531	0,36290	0,693	0,0000287	0,25149	2,71830	1,28594	0,14	0,180031606	
6	17.16		241.200	87.831	0,36414	0,693	0,0000287	0,25235	2,71830	1,28705	0,26	0,334632722	
7	17.21		241.200	88.131	0,36539	0,693	0,0000287	0,25321	2,71830	1,28816	0,1	0,128815878	
8	17.27		241.200	88.491	0,36688	0,693	0,0000287	0,25425	2,71830	1,28949	0,2	0,257896371	
9	17.32		241.200	88.791	0,36812	0,693	0,0000287	0,25511	2,71830	1,29060	0,96	1,238979654	3,97E-01
10	17.37		241.200	89.091	0,36937	0,693	0,0000287	0,25597	2,71830	1,29172	1,14	1,472557057	5,60E-01
11	17.42		241.200	89.391	0,37061	0,693	0,0000287	0,25683	2,71830	1,29283	1,18	1,525540092	5,90E-01
12	17.48		241.200	89.751	0,37210	0,693	0,0000287	0,25787	2,71830	1,29417	0,78	1,0094514290	2,31E-01
13	17.21		241.200	89.901	0,37272	0,693	0,0000287	0,25830	2,71830	1,29473	0,09	0,116525373	
Jumlah =												6,623945132	1,778

Tabel 2. Data-data Uranium Hasil Analisis Pemisahan

Nomor Sampel	Volume K ₂ Cr ₂ O ₇ (mL)	Kadar U (gr/L)	Berat U (mgr)
1	0,02	0	0
2	0,02	0	0
3	0,02	0	0
4	0,02	0	0
5	0,02	0	0
6	0,02	0	0
7	0,02	0	0
8	0,02	0	0
9	0,02	0	0
10	0,02	0	0
11	0,02	0	0
12	0,02	0	0
13	0,02	0	0
14	0,02	0	0
15	0,02	0	0
16	0,02	0	0
17	0,02	0	0
18	0,02	0	0
19	0,02	0	0
20	0,02	0	0
21	0,02	0	0
22	0,02	0	0
23	0,02	0	0
24	0,02	0	0
25	0,12	59	15,7333
26	0,16	82,6	22,0267
27	0,16	82,6	22,0267
28	0,16	82,6	22,0267
29	0,18	94,4	25,3057
30	0,18	94,4	25,3057

Σ 132,4268

Data ini menunjukkan bahwa uranium dan dan molibdenum mempunyai Kd yang tidak jauh berbeda, sehingga faktor pisahnya sangat kecil. Faktor pisah yang kecil ini dikarenakan masih banyak faktor yang berpengaruh yang belum dilakukan dalam penelitian ini. Faktor faktor yang berpengaruh antara lain adalah tinggi dan diameter kolom, kecepatan alir, keasaman umpan atau pH, kadar umpan. Selain itu, dalam pemisahan ini analisis molibdenum digunakan AAN, berarti yang teranalisis hanya molibdenum yang aktif sedang yang terpisahkan dengan ekstraksi kromatografi adalah pemisahan molibdenum secara kimia biasa dalam arti molibdenum total baik yang aktif maupun yang tidak aktif sehingga Kd nya sangat kecil.

KESIMPULAN DAN SARAN

Secara kuantitatif molibdenum dapat dipisahkan dari uranil nitrat dengan ekstraksi kromatografi dengan kolom yang berisi silika-TBP tinggi 8 cm, diameter 1 cm, kecepatan alir 3 tetes /menit, molybdenum keluar lebih dulu pada menit ke 35 sedangkan uranium muncul pada menit ke 125. Diperoleh harga Kd (Mo) = 5,98 dan Kd (U) =8,88 ; faktor pemisahan = 1,48 .

SARAN

Penelitian ini perlu dilanjutkan dengan mencoba iradiasi molibdenum pada kadar yang lebih besar dan variabel tinggi dan diameter kolom, kecepatan alir, keasaman umpan atau pH dan kadar umpan.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis menyampaikan terimakasih kepada Sdr. Eko Sasmito siswa SMK Negeri 3 Kimia Madiun dan Sdr. Hartanta mahasiswa STTN yang telah tekun dan rajin membantu mengerjakan penelitian ini sampai selesai.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Daniel, Wasil ;” METHOD AND APPARATUS FOR THE PRODUCTION AND EXTRAC-TION OF MOLYBDENUM⁹⁹”, -Patent 5910971.
- [2] Esrich, Hubert;”EXTRACTION CHROMATOGRAPHY SEPARATION OF FISSION PRODUCTS ANDACTINIDES”,<http://www.nc.chalmers.se/avhandl/deavh/ESCHRICH.HTM>.
- E. Horwitz Philip “EXTRACTION CHROMATOGRAPHY OF ACTINIDES AND SELECTED FISSION PRODUCTS: Achievement of Selectivity”, Eichrom Technologies , Inc; USA.[WWW. eichrom.com/products/extraction.cfm](http://WWW.eichrom.com/products/extraction.cfm).
- [4] Anonym ;” PREPARATION OF COLUMN FOSR REVERSED-PHASE PARTITION CHROMATOGRAPHY ”.
- [5] Pemberton Research Group;” SURFACE RAMAN AND INFRARED SPCTROSCOPY TO PROBE ORGANIC POLLUTION OF SOIL SAMPLE :, Surface Analysis of Environmental System; 1999.
- [6] Navratil , J.D and Alford ,C.E; “ TRIBUTYL-PHOSPHATE IMPREGNATED SORBENT FOR PLUTONIUM-URANIUM SEPARATION “, Technical Report , May 2001.
- [7] Horwitz Philip , E at al, “ SEPARATION AND PRECONCENTRATION OF URANIUM FROM ACIDIC MEDIA BY EXTRACTION CHROMATOGRAPHY ”, Analytical Chimica Acta; 1992.
- [8] AlexBernard Scolten;” MOLECULER SURFACE STRUCTURS OF MODIFIED SILICA FOR CHROMATOGRAPHY ”, Eindhoven University of Technology ; 1996
- [9] Gla,M; Harvey J, ” NOVEL SILICA-BASED ION EXCHANGE RESIN ”, Research Sponsored by the U.S. Department of Energy’sMorgantown Energy Technology Center, under contract DE-AR21-96MC33088 with Eichrom Industries. Inc., 8205 South Cass Avenue, Suite 107, Darien, IL 60561; telefax: 630-963-0381.