

PEMISAHAN MOLIBDENUM DARI URANIUM DENGAN CARA EKSTRAKSI KROMATOGRAFI MENGGUNAKAN KOLOM SILIKA-TBP

Endang Susiantini

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan – BATAN, Serpong

(Diterima 22 April 2008, disetujui 10 Nopember 2008)

ABSTRAK

PEMISAHAN MOLIBDENUM DARI URANIUM DENGAN CARA EKSTRAKSI KROMATOGRAFI MENGGUNAKAN KOLOM SILIKA-TBP. Telah dilakukan pemisahan molibdenum dari uranium sebagai langkah awal dalam pengembangan pembuatan ^{99}Mo yang akan diiradiasi dengan akselerator di PTAPB untuk kepentingan kedokteran nuklir. Ekstraksi kromatografi dilakukan dengan menggunakan TBP (*Tributyl phosphate*) sebagai ekstraktan yang diimpregnasikan pada silika sebagai fase diam dan sebagai fase gerak digunakan simulasi campuran larutan uranyl nitrat dan molibdenum 5 – 10 ml masing-masing berkadar 100 – 339,4 gU/L dan 200 – 500 ppm. Kolom ekstraksi 50,5 cm terbuat dari gelas dengan tinggi bahan isian silika-TBP 10 cm sebanyak 7 gram, diameter 1,2 cm. Dari atas kolom dimasukkan umpan dengan laju alir 0,5 ml/menit dan setiap 2 menit (1 ml) diambil untuk dianalisis. Uranium yang menempel pada silika-TBP berwarna kuning sedangkan molibdenum tidak berwarna dan lolos dari kolom. Molibdenum yang lolos dianalisis dengan alat Spektrometri-20 pada panjang gelombang 460 nm dalam bentuk molibdenum $\text{Mo}(\text{SCN})_5$ berwarna merah oranye. Uranium yang menempel pada silika-TBP dielus menggunakan HNO_3 0,1N hangat (suhu 60 °C) dan dianalisis secara titrimetri menggunakan metode Titan. Pada volume umpan campuran 10 ml berkadar 300 ppm molibdenum dan uranium 100 gU/L diperoleh faktor pisah (α) 7,49.

KATA KUNCI: Impregnasi, TBP, Silika-TBP, ^{99}Mo

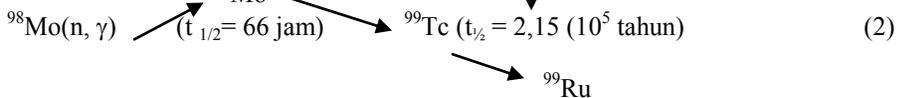
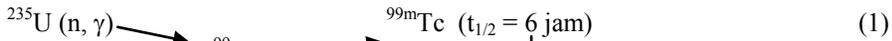
ABSTRACT

SEPARATION OF MOLYBDENUM FROM URANIUM BY CHROMATOGRAPHIC EXTRACTION USING SILICA-TBP COLUMN. Separation of molybdenum from uranium as the first step of development in producing ^{99}Mo that will be irradiated using accelerator in PTAPB for nuclear medicine has been carried out. Chromatographic extraction was conducted using TBP (*Tributyl phosphate*) as the extractant that was impregnated in silica as the stationary phase, and simulated mixture of uranyl nitrate and molybdenum 5 – 10 ml with the concentration of 100 – 339.4 gU/L and 200 – 300 ppm respectively was used as the mobile phase. The 50.5 cm column extraction made from glass was packed with material of silica-TBP up to a height of 10 cm with a weight of 7 gram and a diameter of 1.2 cm. The feed was poured from the top of the column with a flow rate of 0.5 ml per minute and every two minutes (1 ml) the sample was analyzed. The uranium impregnated in silica-TBP was yellow in colour while molybdenum was colourless and passed through the column. The effluent that consisted of molybdenum was determined by Spectronic-20 at a wavelength of 460 nm in the form of complex $\text{Mo}(\text{SCN})_5$ molybdenum with orange in colour. The uranium attached to silica-TBP was eluted with warm HNO_3 0.1 N (temperature of 60 °C) and analyzed titrimetrically using Titan method. At 10 ml mixture feed volume with molybdenum concentration of 300 ppm and uranium 100 gU/L, a separation factor (α) of 7.49 was obtained.

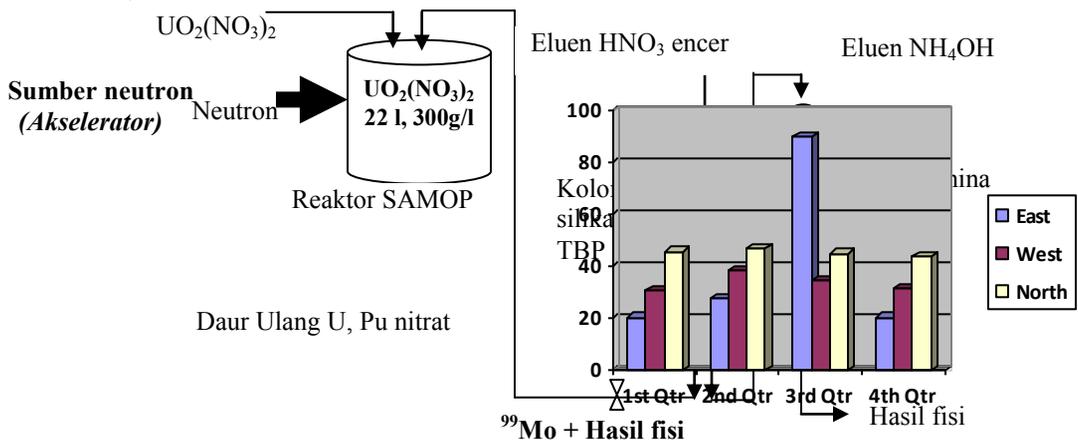
FREE TERMS: Impregnation, TBP, Silica-TBP, ^{99}Mo

I. PENDAHULUAN

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB-BATAN) akan mengembangkan proses pembuatan ^{99}Tc (sebagai induk dari ^{99}Mo) karena mempunyai fasilitas akselerator (sebagai generator neutron) dengan menggunakan bahan target berbentuk cairan yaitu uranil nitrat^[1]. Ada dua metode yang populer dan banyak dipakai untuk menghasilkan ^{99}Mo yaitu melalui reaksi:



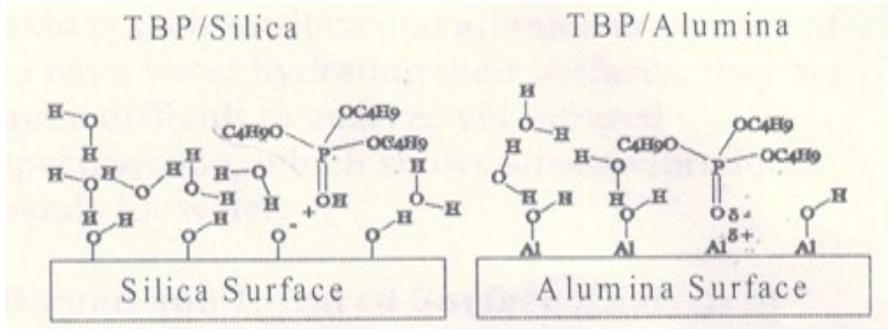
Reaksi pertama menghasilkan ^{99}Mo dengan aktivitas jenis yang tinggi tetapi diperlukan pemisahan dan manajemen limbah radioaktif yang sangat rumit. Metode kedua menghasilkan ^{99}Mo yang bersih artinya tidak memerlukan penanganan limbah yang rumit tetapi aktivitas spesifiknya rendah. PT Batan Teknologi Serpong telah menghasilkan ^{99}Mo dengan cara iradiasi ^{235}U padat kemudian dilarutkan dan diendapkan dengan alfa benzoin oksim (ABO) 2% yang selanjutnya dimurnikan dengan menggunakan kolom campuran antara resin zirkon oksida hidrat (HZO), resin argentum charcoal (AgC), kolom campuran antara AgC-HZO dan resin charcoal (C) untuk mendapatkan ^{99}Mo yang memenuhi persyaratan di kedokteran nuklir. Di PTAPB, akan dikembangkan iradiasi larutan uranil nitrat untuk menghasilkan ^{99}Mo . Pada Gambar 1 ditampilkan pemisahan ^{99}Mo dari reaktor SAMOP (*Subcritical Assembly for Molybdenum Production*).



Gambar 1. Skema proses pemisahan ^{99}Mo dari reaktor SAMOP

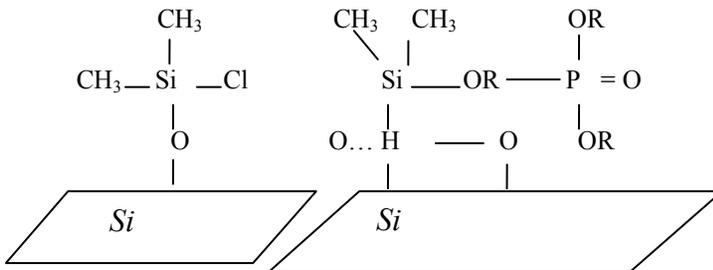
Diharapkan metode ini akan memperpendek proses, karena tidak perlu pelarutan dan pengendapan. Uranil nitrat setelah diiradiasi dengan akselerator menghasilkan ^{99}Mo (orde ppb-ppm) dan hasil fisi akan dipisahkan dengan menggunakan 2 kolom. Kolom pertama berisi

silika-TBP yang akan mengikat uranium, sedangkan hasil fisi termasuk molibdenum lolos. Pada kolom pertama, silika-TBP dibuat dengan cara hidrofobisasi silika untuk mengubah sifat silika yang hidrofil menjadi hidrofob yaitu dengan menambah DMCS (dimetildiklorosilan). Jika silika langsung direndam dengan TBP maka akan terjadi adsorpsi TBP secara langsung yang ikatannya dapat dilihat pada Gambar 2^[2].



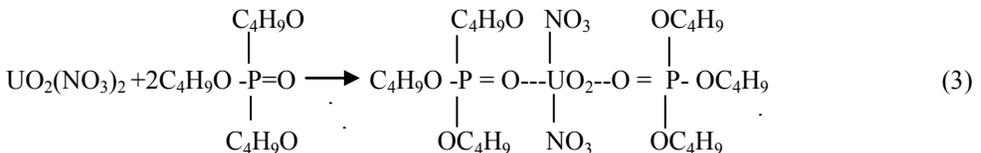
Gambar 2. Adsorpsi TBP pada silika atau alumina

Agar supaya silika tidak berikatan langsung dengan TBP maka dilakukan hidrofobisasi agar gugus P=O ada di permukaan silika. Gambar 3 di bawah menunjukkan kemungkinan reaksi yang terjadi setelah hidrofobisasi dan impregnasi dengan TBP sebagai berikut^[3].

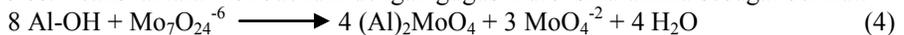


Gambar 3. Struktur silika-TBP

Dari struktur di atas dimungkinkan bahwa gugus P=O ada di permukaan sehingga dapat dipakai untuk bahan isian pada kolom ekstraksi kromatografi. Adapun reaksi yang terjadi pada ekstraksi kromatografi adalah seperti reaksi yang terjadi pada reaksi ekstraksi cair-cair sebagai berikut:



Kolom kedua berisi alumina yang akan mengabsorpsi molibdenum sedangkan hasil fisi lainnya lolos. Reaksi antara molibdenum dengan gugus hidroksil alumina sebagai berikut:



Dalam penelitian ini dipelajari pemisahan molibdenum dari uranium dengan kolom yang berisi silika-TBP atau yang disebut ekstraksi kromatografi.

Penelitian yang dilakukan sebelumnya yaitu pembuatan bahan isian silika-TBP, setelah itu dicari kapasitas silika TBP, kondisi keasaman elusi yang terbaik serta dilakukan pemisahan molibdenum dari uranil nitrat dengan bahan molibdenum yang diiradiasi di Reaktor Kartini dan analisis molibdenumnya menggunakan spektrometri gamma. Namun dari penelitian tersebut belum diperoleh hasil pemisahan yang baik. Untuk itu digunakan simulasi campuran molibdenum alam dengan uranil nitrat dan analisis molibdenumnya secara Spektrofotometri UV-Vis dengan alat Spektronik-20. Analisis molibdenum ini didasarkan pada reduksi Mo(VI) menjadi Mo(V) sebagai kompleks tiosianat $\text{Mo}(\text{SCN})_5$ yang berwarna merah oranye dan terekstraksi dengan ekstrak alkohol^[4]. Warna merah oranye bergantung pada konsentrasi asam dan anion tiosianat (< 1%). Warna ini tidak berubah selama terdapat SnCl_2 berlebih pada panjang gelombang 460 – 470 nm. Penentuan uranium dilakukan dengan cara titrasi dengan metode Titan menggunakan reduktor TiCl_3 .

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui banyaknya molibdenum setelah dipisahkan dari uranium. Dalam penelitian ini digunakan sebanyak 5 – 10 ml sebagai umpan pada ekstraksi kromatografi campuran molibdenum-uranil nitrat berkadar antara 200 – 500 ppm dan 100 – 339,4 gU/L. Digunakan kolom yang mengandung bahan isian silika-TBP dengan panjang 10 cm, diameter 1,2 cm, berat silika-TBP 10 gram dan kecepatan alir umpan 0,5 ml/menit. Pengambilan sampel dilakukan setiap 2 menit sekali untuk dianalisis kadar uranium dan molibdenumnya.

Dalam ekstraksi cair-cair reaksi antara uranil nitrat dengan tributil fosfat (TBP) menghasilkan $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{TBP}$ yang ada di fase organik sebagai ikatan kompleks koordinasi dan molibdenum tidak membentuk kompleks seperti reaksi (3) di atas sehingga molibdenum ada di fase air. Oleh karena itu dalam ekstraksi kromatografi uranium tertahan di fase diam (silika-TBP) sedangkan molibdenum lolos. Koefisien distribusi atau angka banding distribusi D_g adalah suatu besaran penting dalam kromatografi.

$$D_g = \frac{\text{Jumlah ion yang terikat pada resin/gram resin kering}}{\text{Jumlah ion yang ada dalam larutan/ml larutan}} \quad (5)$$

$$D_m = k' = \text{Faktor kapasitas} = \frac{\text{Jumlah ion yang terikat pada resin}}{\text{Jumlah ion yang ada dalam larutan}} \quad (6)$$

$$D_g = D_m \times \frac{\text{Volume larutan dalam kolom (ml)}}{\text{Berat resin kering (g)}} = D_m \times \frac{V_m}{g} \quad (7)$$

dimana V_m = Volume fase gerak di dalam kolom
= Volume larutan (ion) di dalam kolom

$$D_m = \frac{V_r - V_m}{V_m} \quad (8)$$

V_r = Volume retensi = Volume fase gerak yang diperlukan untuk membawa komponen X dari ujung permukaan kolom (titik injeksi) ke ujung akhir kolom

Faktor pisah (α) dari dua ion X dan Y dalam kromatografi didefinisikan sebagai berikut:

$$\alpha = \frac{D_m(Y)}{D_m(X)} \quad (9)$$

Nilai α diharapkan paling kecil agar dua ion X dan Y dapat terpisah (puncak-puncak kromatogramnya dapat terelusi) dengan baik tergantung dari teknik kromatografi yang digunakan. Apabila kromatografi dilakukan dalam tabung kolom aliran gravitasi biasa (tidak dengan alat HPLC) maka nilai minimum α sekitar 4,0. Selain itu nilai D_m dari Y (komponen yang keluar belakang) harus di atas 10, agar Y tidak keluar dari kolom sebelum semua X terelusi dengan sempurna. Bilangan-bilangan ini berlaku untuk kolom aliran gravitasi dengan ukuran $1 \times 15 \text{ cm}^{[5]}$.

Beberapa metode pemisahan antara uranil nitrat dengan molibdenum yaitu: ekstraksi cair-cair, pengendapan dengan benzoin oksim, pertukaran ion, ekstraksi kromatografi dan lainnya. 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 dan stronsium^[6,7,8]. Ekstraksi kromatografi adalah bentuk kromatografi cair-cair yang digabung dengan ekstraktan organik yang biasa digunakan pada ekstraksi cair-cair dengan karakter *multi-stage* dari proses kromatografi^[8,9].

Beberapa keuntungan dalam ekstraksi kromatografi yaitu: ekstraktan yang ditempelkan pada resin, silika atau alumina, lebih selektif dan lebih sederhana dari pada pertukaran ion, dapat mengurangi limbah cair, dapat digunakan untuk keasaman rendah serta mengurangi solven organik sehingga lebih ekonomis^[8,9,10]. Sebagai contoh, telah dikembangkan metode pemisahan secara ekstraksi kromatografi menggunakan U/TEVA. *Spec* resin U/TEVA merupakan spesifikasi resin untuk mengekstrak uranium dari hasil fisi. *Spec* resin U/TEVA ini secara komersial dijual di EL ChoM Industri.

II. TATA KERJA

2.1. 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, tritisol $NaOH$ 0,1 N dan titritisol $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N digunakan untuk membuat larutan uranil nitrat dan analisis kadar uranium serta keasaman. Bahan isian kolom yaitu serbuk silika yang telah dihidrofobilisasi dengan dimetil diklorosilan dan diimpregnasi dengan tributyl fosfat (TBP). Larutan HNO_3 0,1 N digunakan untuk elusi. Natrium molibdat 200 – 500 ppm dari Merck, dan larutan uranil nitrat kadar 100 – 339,4 g/L sebagai umpan ekstraksi. Untuk analisis molibdeum digunakan HCl 2N. Amonium fero sulfat 10%, $KCNS$ 10%, $SnCl_2$ 10% yang dilarutkan dalam 1 M HCl dihidrat, campuran butil alkohol sekunder dengan CCl_4 sebesar 1:1.

2.2. Alat

Alat yang digunakan meliputi seperangkat alat hidrofobisasi berupa labu leher tiga yang dilengkapi dengan pengaduk magnet, corong pisah untuk meneteskan dimetil diklorosilan dan gas N_2 untuk mengusir gas HCl yang merupakan hasil samping reaksi. Kolom ekstraksi kromatografi dari gelas panjang 50,5 cm yang berisi bahan isian silika-TBP dengan berat

7 gram, panjang 10 cm, diameter 1,2 cm; Spektronik-20 dan alat titrasi (buret) yang dilengkapi dengan pengaduk magnet serta alat gelas lainnya.

2.3. Cara Kerja

2.3.1. Pengisian kolom

Serbuk silika-TBP dimasukkan ke dalam kolom ekstraksi secara catu ke dalam kolom panjang 50,5 cm dan diameter 1,2 cm yang sebelumnya telah diberi *glasswool* pada bagian paling bawah sedikit demi sedikit. Selanjutnya setelah mencapai ketinggian 1 cm kolom dialiri gas N_2 selama 2 menit. Hal ini terus dilakukan hingga serbuk masuk ke dalam kolom semuanya.

Sebelum digunakan kolom harus dibasahi dengan larutan HNO_3 0,1 N sampai merata, kemudian larutan uranil nitrat dengan konsentrasi 339,4 gU/L dimasukkan sampai jenuh. Untuk elusi digunakan larutan HNO_3 0,1 N hangat (60 °C). Silika-TBP hasil impregnasi setelah dimasukkan di dalam kolom harus dalam keadaan basah. Apabila serbuk kering atau kehabisan HNO_3 0,1 N selama semalam, maka silika-TBP tersebut akan rusak (keras) sehingga tidak bisa dipakai lagi untuk proses pemisahan

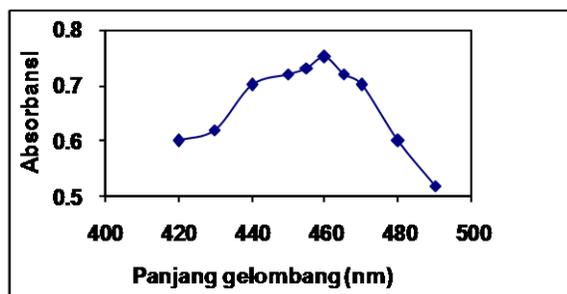
2.3.2. Pemisahan molibdenum dari uranium dan analisisnya

Campuran larutan uranil nitrat dan molibdenum dimasukkan ke dalam kolom ekstraksi kromatografi dengan kecepatan alir antara tetes masuk dengan tetes keluar telah diatur sama yaitu 0,5 ml/menit. Larutan yang keluar dari kolom pada selang waktu 2 menit diambil untuk dianalisis kadar molibdenumnya dengan alat spektrofotometer Spektronik-20 sedangkan kadar uraniumnya dianalisis dengan metode Titan, yaitu dengan cara titrasi. Silika-TBP setelah jenuh berwarna kuning dan dielusi dengan HNO_3 0,1 N hangat. Kadar uranium divariasikan antara 100 – 339,4 g/L, molibdenum antara 200 – 500 ppm dengan volume umpan 5 ml dan 10 ml. Setiap variabel dibuat grafik konsentrasi versus volume eluat untuk mencari V_r , D_m , D_g dan faktor pisah (α).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

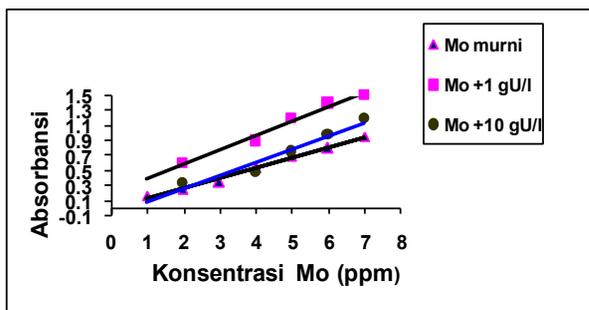
3.1. Analisis Molibdenum dengan Spektronik-20

Untuk menganalisis Mo dengan Spektronik-20, terlebih dulu ditentukan panjang gelombang dimana terjadi penyerapan optimum. Hasil penentuan panjang gelombang optimum disajikan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 tersebut dapat dilihat pada panjang gelombang optimum molibdenum terbentuk kompleks $Mo(SCN)_5$ adalah 460 nm.



Gambar 4. Panjang gelombang optimum untuk absorbansi Mo

Selanjutnya dibuat kurva standar konsentrasi Mo dengan absorbansi seperti terlihat pada Gambar 5.

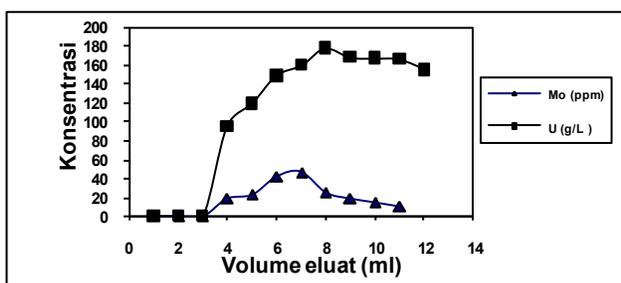


Gambar 5. Kurva standar molibdenum

Dari reaksi (3), hasil pemisahan molibdenum dari uranium dengan cara ekstraksi kromatografi yaitu uranium terikat di fase diam (silika-TBP) sedangkan molibdenumnya lolos. Namun pada kenyataannya hasil pemisahan itu belum sempurna sehingga masih merupakan campuran uranium-molibdenum, sehingga perlu kurva standar campuran UMo. Dari Gambar 5 dapat dilihat bahwa kadar uranium dapat menaikkan absorbansi molibdenum, namun mempunyai nilai regresi yang hampir sama yaitu $r_1 = 0,986$; $r_2 = 0,982$ dan $r_3 = 0,996$ berturut-turut untuk Mo murni, campuran Mo + 1 gU/L dan campuran Mo +10 g U/L. Oleh karena itu dalam analisis hasil pemisahan digunakan kurva standar yang mengandung uranium 1 g/L, kadar uranium tersebut dianggap sudah cukup besar karena secara teori uranium terekstraksi di fase diam silika-TBP sehingga uranium yang lolos lebih sedikit.

3.2. Penyerapan Molibdenum oleh Silika-TBP

Hasil penyerapan molibdenum oleh silika-TBP dan konsentrasi U untuk umpan uranil nitrat yang mengandung Mo 500 ppm dan U 339,4 g/L dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Pemisahan campuran molibdenum 500 ppm dan 339,4 gU/L, volume 5 ml

Dari Gambar 6 dapat dilihat bahwa molibdenum dan uranium keluar bersama-sama yaitu pada eluat ke 4, puncak molibdenum pada eluat ke 7 sedangkan puncak uranium pada eluat ke 8. Dari gambar tersebut diperoleh data bahwa volume retensi (V_r) untuk Mo = 7, V_r untuk uranium = 8 dan volume fase gerak yang ada di dalam kolom (V_m) dibuat tetap yaitu 5 ml. Dengan menggunakan persamaan (5), (6) dan (7) diperoleh hasil seperti pada Tabel 1.

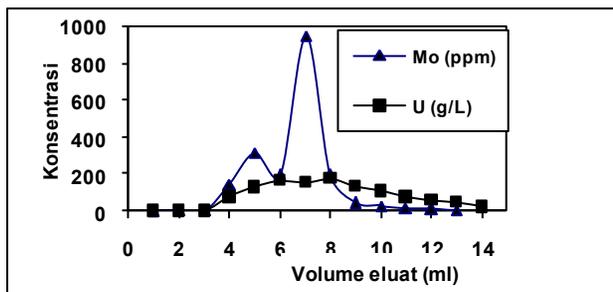
Tabel 1. Pemisahan campuran molibdenum 500 ppm dan 339,4 gU/L, volume 5 ml

No	Unsur	Volume retensi, V_r (ml)	Volume fase gerak, V_m (ml)	Faktor kapasitas $D_m = k'$	Angka banding distribusi, D_g	Faktor pisah (α) U/Mo
1	X= Mo	7	5	0,4	0,285	1,5
2	Y= U	8	5	0,6	0,428	-

Dari Tabel 1 di atas dapat dilihat bahwa pada kondisi komposisi umpan campuran molibdenum 500 ppm dan 339,4 gU/L (perbandingan U/Mo = 1:678) volume 5 ml belum dapat memisahkan molibdenum dari uranium dengan faktor pisah (α) yang kecil yaitu 1,5 sedangkan nilai faktor pisah paling kecil pada kromatografi aliran gravitasi adalah 4. Selain itu nilai D_m (U) = 0,6 ini menunjukkan bahwa komponen Y = U tidak keluar dari kolom sebelum semua X = Mo terelusi dengan sempurna, artinya antara U dan Mo belum dapat terpisahkan. Dengan anggapan bahwa mekanisme reaksi antara unril nitrat dan molibdenum dengan TBP pada ekstraksi kromatografi sama dengan mekanisme reaksi pada ekstraksi cair-cair seperti terlihat di reaksi (3) seharusnya mempunyai faktor pisah yang besar karena molibdenum tidak membentuk kompleks dengan TBP sehingga molibdenum berada di fase air atau langsung lolos pada kolom kromatografi. Adapun yang mempengaruhi faktor pisah di antaranya adalah konsentrasi dan volume umpan, keasaman (pH), dimensi dan kondisi kolom. Untuk itu dibuat variabel kadar molibdenum yang lebih kecil yaitu 300 ppm.

3.3. Umpan Campuran 300 ppm Mo dan 339,4 gU/L volume 5 ml

Hasil penyerapan Mo dan U pada setiap eluat dapat dilihat pada Gambar 7, dimana terlihat bahwa V_r untuk Mo adalah 7 dan untuk U adalah 8.



Gambar 7. Pemisahan campuran molibdenum 300 ppm dan 339,4 gU/L, volume 5 ml

Dari Gambar 7 dan persamaan (5), (6), dan (7) diperoleh hasil seperti pada Tabel 2.

Tabel 2. Pemisahan campuran molibdenum 300 ppm dan 339,4 gU/L, volume 5 ml

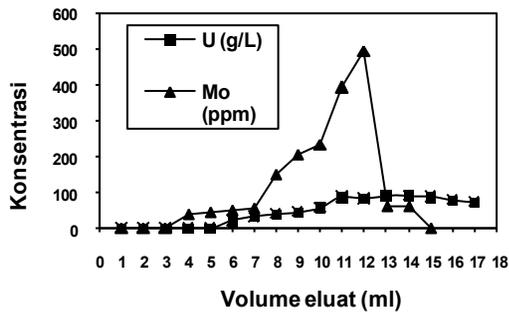
No	Unsur	Volume retensi, V_r (ml)	Volume fase gerak, V_m (ml)	Faktor kapasitas $D_m = k'$	Angka banding distribusi (D_g)	Faktor pisah (α) U/Mo
1	X= Mo	7	5	0,4	0,285	1,5
2	Y= U	8	5	0,6	0,428	-

Dari Tabel 2 terlihat bahwa dengan menurunkan kadar Mo menjadi 300 ppm (menaikkan perbandingan U/Mo = 1:1130), volume umpan 5 ml belum dapat menaikkan angka

faktor pisah (α). Hal ini dapat ditunjukkan dari Gambar 7 bahwa pada kondisi tersebut harga volume retensi (V_r) pada Gambar 6 dan 7 sama yaitu 7 untuk Mo dan 8 untuk U sehingga faktor kapasitas (k'), angka banding distribusi (D_m) dan faktor pisah (α) harganya sama yaitu 1,5 artinya dengan menaikkan perbandingan U/Mo belum ada perubahan faktor pisahnya. Untuk itu dicoba untuk dibuat kadar uranium 200 g/L dengan volume umpan 10 ml.

3.4. Umpan Molibdenum 300 ppm dan Uranil nitrat 200 g/L sebanyak 10 ml

Pada Gambar 8 ditunjukkan hasil penyerapan Mo dan U untuk kadar U dalam umpan 200 g/L dan kadar Mo 300 ppm dengan volume 10 ml. Dari sini terlihat adanya perubahan volume retensi untuk Mo yaitu 12 dan untuk U sebesar 14.



Gambar 8. Pemisahan campuran molibdenum 300 ppm dan 200 U g/L, volume 10 ml

Dari Gambar 8 dan persamaan (5), (6) dan (7) diperoleh hasil seperti pada Tabel 3.

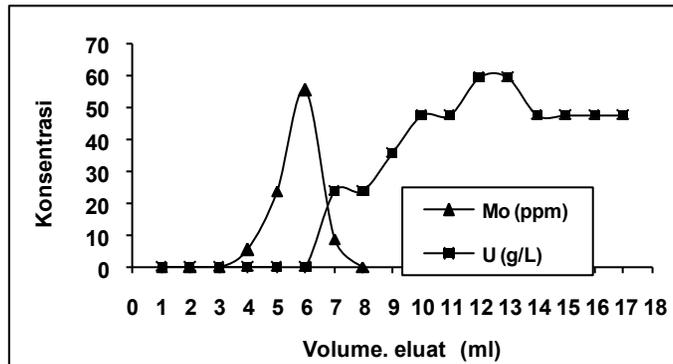
Tabel 3. Pemisahan campuran molibdenum 300 ppm dan 200 gU/L, volume 10 ml

No	Unsur	Volume retensi, V_r (ml)	Volume fase gerak, V_m (ml)	Faktor kapasitas $D_m = k'$	Angka banding distribusi, D_g	Faktor pisah (α) U/Mo
1	X=Mo	12	5	1,4	1,0	1.42
2	Y=U	14	5	2,0	1,42	-

Dengan menurunkan kadar uranium menjadi 200 g/L dan menaikkan volume umpan menjadi 10 ml dengan perbandingan U/Mo = 1:666 maka dapat menaikkan volume ritensi (V_r), faktor kapasitas (k') dan angka banding distribusi (D_g) uranium. Untuk molibdenum kadarnya dibuat tetap yaitu 300 ppm namun volumenya berubah menjadi 10 ml. Perubahan volume ini dapat mengubah volume retensi (V_r) molibdenum sehingga berpengaruh pada pada angka banding distribusi (D_g) yang tadinya = 0,285 naik menjadi 1,0 dan sebagai akibatnya adalah harga faktor pisah (α) menjadi turun yaitu 1,42. Seharusnya angka banding distribusi molibdenum kecil sekali karena dalam ekstraksi cair-cair molibdenum tidak membentuk kompleks dengan TBP. Hal ini mungkin dikarenakan adanya pengaruh lain, misalnya perubahan keasaman (pH) pada saat kadar uraniumnya divariasi.

3.5. Umpan Molibdenum 300 ppm dan Uranil nitrat 100 gU/L sebanyak 10 ml

Untuk memperoleh hasil yang lebih baik, maka kadar U dalam umpan diturunkan menjadi 100 g/L dengan konsentrasi Mo tetap yaitu 300 ppm dan volume tetap 10 ml. Hasil penyerapan dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Pemisahan campuran molibdenum 300 ppm dan 100 U g/L, volume 10 ml

Dari Gambar 9 tampak volume retensi molibdenum pada eluat ke-6 sedangkan uranium pada eluat ke 13 sehingga sudah menunjukkan adanya pemisahan. Dengan menggunakan persamaan (5), (6) dan (7) diperoleh data seperti pada Tabel 4.

Tabel 4. Pemisahan campuran molibdenum 300 ppm dan 100 U g/L, volume 10 ml

No	Unsur	Volume retensi, V_r (ml)	Volume fase gerak, V_m (ml)	Faktor kapasitas $D_m = k'$	Angka banding distribusi, D_g	Faktor pisah (α) U/Mo
1	X=Mo	6	5	0,2	0,143	7,49
2	Y=U	13	5	1,5	1,07	-

Dari Tabel 4 dan Gambar 9 dapat dilihat bahwa pada kondisi komposisi umpan campuran molibdenum 300 ppm dan 100 gU/L (perbandingan U/Mo = 333) volume 10 ml dapat memisahkan molibdenum dari uranium. Angka banding distribusi uranium adalah 1,07 sedangkan angka banding distribusi molibdenum 0,143 sehingga dapat menaikkan faktor pisah (α) menjadi 7,49. Harga faktor pisah tersebut membenarkan anggapan mekanisme reaksi pada ekstraksi cair-cair, bahwa uranium membentuk kompleks dengan TBP sehingga uranium terekstrak di TBP dan molibdenumnya ada di fase air atau lolos dari kolom ekstraksi kromatografi. Untuk mendapatkan faktor pisah yang lebih besar lagi yaitu dengan menaikkan angka banding distribusi D_g uranium dan mengecilkan angka banding distribusi D_g molibdenum. Harga D_g uranium maupun molibdenum selain dipengaruhi oleh kadar uranium dan molibdenum juga dipengaruhi oleh perbandingan konsentrasi U/Mo. Karena digunakan campuran umpan dari ammonium molibdat (bersifat basa) dan uranil nitrat (bersifat asam) maka pada perbandingan konsentrasi U/Mo terkecil berarti umpan lebih bersifat basa sehingga Mo banyak yang lolos. Pada ekstraksi cair-cair, agar uranium terekstrak di fase organik harus pada keasaman yang lebih tinggi karena akan menggeser reaksi (3) ke arah kanan sehingga

terbentuk kompleks kompleks $UO_2(NO_3)_2 \cdot 2TBP$ yang lebih banyak. Untuk itu pada penelitian yang akan datang akan dibuat variabel pH.

IV. KESIMPULAN

1. Uranium dapat diserap oleh bahan silika-TBP, sedangkan yang lain masih sebagian lolos. Sebaliknya Mo yang lolos lebih banyak dari pada yang diserap.
2. Konsentrasi U dalam umpan dan volume mempengaruhi faktor pisah (α). Pada kondisi U yang tinggi faktor pisah yang diperoleh rendah (< 4) dan belum memenuhi standar.
3. Hasil yang relatif baik diperoleh pada volume campuran 10 ml dengan kadar Mo 300 ppm dan kadar U 339,4g/L. Faktor pisah yang diperoleh sebesar 7,49.

V. DAFTAR PUSTAKA

1. DANIEL, W., "Method and Apparatus for the Production and Extraction of Molybdenum 99", Patent 5910971, 2006, Akses 26-3-2007.
2. PEMBERTON RESEARCH GROUP, "Surface Analysis of Environmental System", 1999.
3. SCHOLTEN, B.A., "Molecular Surface Structures of Modified Silicas for Chromatography", Eindhoven University of Technology, 1996.
4. PATIL, S.P., and SHIDE, V.M, "Determination of Molybdenum using Solvent Extraction", Anal. Chim. Acta, No.67, pp.473-476. Sumber: VOGEL, A.L., "Quantitative Inorganic Analysis", 3rd ed., Longman, Akses 26-10-2007.
5. ISMONO, "Ekstraksi Pelarut", Diktat kuliah, Jurusan Kimia ITB, 1997.
6. SUSIANTINI, E. and FAISAL, W., "Pemisahan Molibdenum dari Uranil Nitrat dengan Ekstraksi Kromatografi", Prosiding Seminar Akselerator, 2007.
7. ESCHRICH, H., "Extraction Chromatography Separation of Fission Products and Actinides", <http://www.nc.chalmers.se/avhandl/deavh/ESCHRICH.HTM>, Akses 2-8-2006.
8. HORWITZ, P.E., "Extraction Chromatography of Actinides and Selected Fission Products: Principles and Achievement of Selectivity", Eichrom Technologies Inc., USA, <http://www.eichrom.com/products/extraction.cfm>, Akses 4-6-2006.
9. PETER, S.A., and BRAIN, C., "Chromatography Separation", John Wiley & Son, New York, 1987.
10. GUL, A.M., and HARVEY, J., "Novel Silica-Based Ion Exchange Resin", Research Sponsored by the U.S. Department of Energy's Morgan Town Energy Technology Center, under Contract DE-AR21-96MC33088 with Eichrom Industries Inc., 1997.