

## PENENTUAN MASSA RESIN TERKHELAT DAN pH LARUTAN OPTIMAL PADA PEMUNGUTAN URANIUM DALAM EFLUEN PROSES

Ghaib Widodo<sup>1)</sup>, Sigit<sup>1)</sup>, Kris Tri Basuki<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN  
Kawasan Puspipstek Serpong, Tangerang 15314

<sup>2)</sup>Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir-BATAN  
Jalan Babarsari PO BOX 6101, Yogyakarta 55282  
email: ghaibwidodo@yahoo.com

### ABSTRAK

**PENENTUAN MASSA RESIN TERKHELAT DAN pH OPTIMAL PADA PEMUNGUTAN URANIUM DALAM EFLUEN PROSES.** Kegiatan produksi di fasilitas bahan bakar nuklir baik reaktor daya maupun riset akan menghasilkan efluen proses yang masih mengandung uranium dengan konsentrasi cukup tinggi, melebihi 50 ppm. Berbagai metode telah diupayakan agar uranium dalam efluen proses tersebut dapat diambil kembali. Salah satu metode yang sampai saat ini terus dikembangkan adalah metode pertukaran ion menggunakan resin terkhelat dengan harapan dapat meningkatkan efisiensi uranium yang terambil. Resin terkhelat dibuat dengan cara mencampurkan senyawa pengkhelat TOPO ke dalam resin DOWEX 21K. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kapasitas resin terkhelat dan optimasi massa resin terkhelat dan pH larutan umpan pada proses pemungutan uranium dalam efluen proses. Metode yang digunakan pada proses pertukaran ion ini adalah *batch*, yaitu dengan menambahkan sejumlah resin terkhelat ke dalam 50 mL efluen proses dengan konsentrasi U awal 491,59 ppm dengan waktu kontak 4 jam. Hasil percobaan menunjukkan bahwa nilai kapasitas resin terkhelat adalah sebesar 10,03 mg/g, kondisi optimum diperoleh pada saat penambahan resin terkhelat sebanyak 8,0041 gram dengan pH 3,4. Efisiensi pemungutan dan konstanta keseimbangan yang diperoleh pada kondisi tersebut masing-masing adalah 93,36% dan  $3,75 \times 10^{-5}$ .

**Kata kunci:** Efluen proses, pertukaran ion, DOWEX 21K, TOPO, resin terkhelat

### ABSTRACT

**DETERMINATION OF OPTIMAL CHELATING RESIN MASS AND pH ON URANIUM COLLECTION IN PROCESS EFFLUENT.** *Activity in the production of nuclear fuel facilities both power and research reactors will produce process effluent which still contains relatively high concentrations of uranium, exceeding 50 ppm. Various methods have been attempted in order to recollect uranium in the process effluent. One method that continues to be developed is ion exchange method using chelating resin to improve the efficiency of collected uranium. Modified resin is made by adding a chelating compound (TOPO) to the resin Dowex 21K. The research was conducted to determine the capacity of the chelating resin and to optimize chelating resin mass and pH of feed solution in collecting uranium in collection process. The method used in the ion exchange process is a batch, carrying out by adding a chelating resin into a 50 mL of effluent process with initial uranium concentration of 491,59 ppm and contact time of 4 hours. The experiment results showed that the capacity of the chelating resin was 10.03 mg/g, optimum conditions obtained in addition of chelating resin 8.0041 grams and pH 3.4. In that condition, collection efficiency and equilibrium constant were 93,36% dan  $3,75 \times 10^{-5}$  respectively.*

**Keywords:** *Process effluent, ion exchange, DOWEX 21K, TOPO, chelating resin*

### PENDAHULUAN

Instalasi nuklir yang menangani kegiatan proses produksi selalu menghasilkan limbah nuklir yang berbentuk larutan. Limbah nuklir tersebut masih mengandung bahan yang bernilai ekonomis

tinggi dan masih dapat dipungut kembali, di antaranya adalah uranium, sehingga limbah nuklir tersebut belum bisa dibuang ke lingkungan karena masih mengandung uranium. Industri nuklir yang menangani proses larutan uranium juga menghasilkan efluen proses yang masih mengandung uranium. Kegiatan di Instalasi Elemen Bakar Eksperimental (IEBE) Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir menghasilkan efluen proses yang mengandung uranium dengan konsentrasi cukup tinggi melebihi 50 ppm<sup>[1]</sup>. Bahan tersebut merupakan efluen proses yang bersifat asam terutama asam nitrat dan asam sulfat.

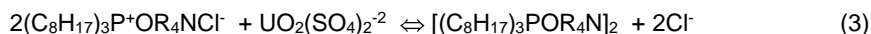
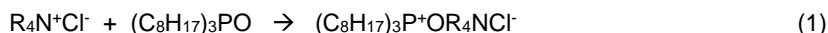
Salah satu proses yang dilakukan adalah konversi *yellow cake* menjadi  $UO_2$  dihasilkan efluen proses yang masih mengandung uranium sehingga perlu untuk dipungut kembali. Salah satu tahapan dari proses tersebut adalah ekstraksi menggunakan TBP-kerosen dan re-ekstraksi (*stripping*) dengan menggunakan  $HNO_3$  sehingga dihasilkan uranyl nitrat yang terpisah dari TBP-kerosene<sup>[2]</sup>. Dari proses ekstraksi-reekstraksi ini dihasilkan efluen proses yang masih mengandung uranium.

Berbagai metode yang dapat digunakan untuk pemungutan kembali uranium dari efluen proses adalah proses pengendapan, evaporasi, adsorpsi, penukar ion menggunakan resin, elektrolisis, atau gabungan dari beberapa proses dan lain-lain. Proses pemungutan uranium dengan teknik penukar ion menggunakan resin terus dikembangkan guna meningkatkan efisiensi pemungutan. Resin yang digunakan untuk pemungutan uranium adalah Amberlite IRA-400, DOWEX 1x8 atau DOWEX 21K<sup>[3]</sup>. Ketiga resin tersebut merupakan kopolimerisasi styrene dan divinilbenzen yang mengandung gugus fungsional amonium basa kuartener  $R_4N^+Cl^-$ , dengan R adalah gugus alkil ( $C_nH_{2n+1}$ ) dan ion  $Cl^-$  aktif untuk pertukaran dengan anion yang lain. *Chelating resin* atau resin termodifikasi (terkhelet) adalah salah satu metode penukar ion yang dibuat dengan menambahkan senyawa khelat seperti TOPO, D2EHPA atau TBP yang ditambahkan ke dalam resin dan dapat digunakan untuk pemungutan uranium dari suatu larutan misalnya dalam media asam fosfat<sup>[4]</sup>. Dalam panelitian ini dihipotesakan bahwa jumlah massa resin terkhelet dan pH mempengaruhi hasil efisiensi pemungutan uranium dalam efluen proses.

Resin terkhelet adalah suatu polimer padat dengan senyawa organik yang mengandung kelompok fungsional aktif, yang mampu berinteraksi dengan ion logam membentuk ikatan koordinat. Penyerapan ion logam pada resin terkhelet terutama karena formasi kompleks dalam resin, yang membedakannya dari pertukaran ion konvensional. Fleksibilitas dari polimer tersebut dicirikan dengan tiga fungsi yaitu pertukaran ion, formasi khelat, dan adsorpsi fisik. Resin terkhelet apabila dibandingkan dengan metode pemungutan lainnya menunjukkan selektifitas yang baik, faktor pengkayaan yang tinggi, stabilitas mekanik dan kimia yang lebih baik, serta fleksibilitas yang lebih besar untuk modifikasi kimia. Resin terkhelet digunakan secara luas di industri untuk menghilangkan ion logam<sup>[5]</sup>.

Resin DOWEX 21K dapat dikombinasikan dengan senyawa pengkhelet TOPO. Resin tersebut merupakan resin penukar anion yang digunakan untuk pemisahan anion. Selain itu, kation-kation juga dipisahkan dengan metode penukar anion, yaitu dengan cara mengubah kation-kation menjadi ion kompleks bermuatan negatif dengan menggunakan media asam tergantung dari kapasitas logam atau kation yang membentuk kompleks anion. Media yang digunakan untuk membentuk senyawa kompleks anion diantaranya adalah asam-asam klorida, nitrat, sulfat, fluorida, fosfat dan karbonat<sup>[6]</sup>.

Proses pengikatan uranium oleh resin terkhelet memberikan senyawa baru U-Resin terkhelet yang reaksinya dapat balik (*reversible*) sehingga dapat ditentukan konstanta kesetimbangannya<sup>[3]</sup>. Reaksi-reaksi yang terjadi antara resin, senyawa pengkhelet TOPO (tri-n-oktilphosphinoksid) dan efluen proses ( $UO_2(SO_4)_2 \cdot 2H_2O$ ) seperti pada persamaan reaksi (1-4).



atau disingkat :



Konstanta kesetimbangan K:

$$K = \frac{[(\text{TOPO}-\text{R})_2\text{UO}_2(\text{SO}_4)_2][\text{Cl}^-]^2}{[\text{TOPO}-\text{R}-\text{Cl}^-]^2[(\text{UO}_2(\text{SO}_4)_2)^{2-}]}$$
 (5)

Interaksi antara molekul dengan zat penyerap, kemungkinan disebabkan oleh mekanisme fisika dan kimia yang erat hubungannya dan sulit untuk didefinisikan secara terpisah. Beberapa pengaruh terhadap interaksi tersebut secara empiris dinyatakan dengan efisiensi pemungutan yang menunjukkan perbandingan konsentrasi uranium yang terserap ke dalam resin terhadap konsentrasi uranium di dalam umpan. Nilai efisiensi pemungutan (EP) ditentukan dengan menggunakan persamaan<sup>[7]</sup>:

$$EP = \frac{(C1 - C2) \times 100 \%}{C1}$$
 (6)

dengan:

EP = efisiensi pemungutan (%)

C1= konsentrasi U dalam umpan (ppm)

C2= konsentrasi U dalam filtrat (ppm)

Resin penukar ion mempunyai kapasitas yang dinyatakan oleh bilangan yang menunjukkan banyaknya ion yang dapat dipertukarkan untuk setiap 1 (satu) gram resin atau tiap mililiter. Dengan berjalannya waktu penggunaan resin penukar ion, kemampuan tukar resin penukar ion semakin menurun dan semakin lama tidak mampu lagi mempertukarkan ion-ion dalam larutan dari resin penukar ion, sehingga perlu dilakukan regenerasi. Kapasitas resin penukar anion didefinisikan sebagai banyaknya anion yang dapat diturunkan oleh setiap 1 gram resin. Jumlah logam yang terikat oleh resin dapat dihitung dengan menggunakan persamaan<sup>[8]</sup>:

$$w = \frac{(C1 - C2) V}{1000 CR}$$
 (7)

dengan:

W = jumlah anion yang terikat oleh resin terkhelat (mg/g)

C1 = konsentrasi anion sebelum lewat resin terkhelat (ppm)

C2 = konsentrasi anion setelah lewat resin terkhelat (ppm)

V = volume larutan yang digunakan (mL)

CR = berat resin terkhelat yang digunakan (g)

Setelah dilakukan berbagai variasi parameter, maka dilakukan optimasi guna mendapatkan kondisi proses yang optimal sehingga diperoleh data yang dapat dipertanggungjawabkan yang dilakukan dengan suatu metode tertentu. Metode yang digunakan untuk optimasi dalam pemungutan uranium dengan resin terkhelat adalah metode *factorial design* yaitu salah satu metode yang digunakan dalam desain eksperimen untuk banyak faktor. Adanya faktor yang berbeda menyebabkan hubungan sebab akibat antara respon dengan faktor-faktor dapat digambarkan dengan kurva<sup>[9]</sup>. Faktor yang digunakan dalam penelitian ini adalah jumlah resin terkhelat termodifikasi dan pH larutan.

Dalam penelitian ini dilakukan optimasi massa resin termodifikasi dan pH larutan umpan pada pemungutan uranium dalam efluen proses di IEBE dengan tujuan untuk menentukan kapasitas resin termodifikasi, jumlah massa resin terkhelat dan pH optimum pada proses pemungutan uranium dari efluen proses.

## TATA KERJA

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah efluen proses yang dihasilkan dari proses konversi *yellow cake* menjadi  $\text{UO}_2$  yang masih mengandung uranium dan belum bisa dilimbahkan. Resin yang digunakan adalah DOWEX 21K dan senyawa pengkhelat TOPO (tri-oktilfosfinoksid). Bahan pendukung lain adalah pereaksi untuk keperluan analisis uranium dan proses seperti larutan  $\text{U}_3\text{O}_8$  standar, asam perklorat, sulfamat, fosfat, ferro sulfat, ammonium heptamolybdat, vanadil sulfat, kalium dikromat, NaCl,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , larutan penyangga pH, TBP, heksan.

Peralatan yang digunakan yaitu pemanas, pengaduk magnet, titroprosesor Methrom, pH meter, *Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) Agilent Technologies 200 series AA*, oven, neraca analitik dan peralatan gelas lainnya.

#### Cara kerja:

1. Penentuan konsentrasi uranium awal dalam efluen proses.  
Untuk menentukan konsentrasi uranium dilakukan analisis dengan metode Davies-Gray menggunakan titroprosesor. Sebelumnya dilakukan penentuan konsentrasi uranium dalam larutan  $U_3O_8$  standar untuk menentukan faktor koreksi alat. Faktor koreksi ini digunakan untuk menentukan konsentrasi uranium teranalisis dalam larutan sampel dengan cara mengalikan faktor koreksi dengan konsentrasi hasil analisis. Konsentrasi uranium yang ditampilkan dalam hasil percobaan ini sudah terkoreksi
2. Preparasi resin terkhelat.  
Resin terkhelat diperoleh dengan cara mencampurkan resin DOWEX 21K dengan TOPO dalam gelas beker dan diaduk selama 15 menit sampai terbentuk resin terkhelat yang kemudian dipisahkan dari filtratnya lalu dikeringkan. Resin terkhelat kemudian dibersihkan dari kotoran dengan cara elusi menggunakan larutan NaCl 2 % sampai diperoleh filtrat yang berwarna bening. Resin terkhelat kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C selama 24 jam.
3. Penentuan kapasitas resin terkhelat  
Sebelum digunakan untuk pemungutan uranium dari efluen proses, kapasitas resin terkhelat ditentukan terlebih dahulu dengan cara mencampur 50 mL efluen proses dengan 1 gram resin terkhelat di dalam gelas beker lalu diaduk selama 15 menit kemudian dibiarkan selama 4 jam (waktu kontak) guna menyempurnakan proses penukaran anion. Setelah itu resin terkhelat disaring untuk dipisahkan dari filtratnya. Konsentrasi uranium dalam filtrat dianalisis dengan titroprosesor
4. Pemungutan uranium dengan variasi massa resin terkhelat.  
Disiapkan 5 buah gelas beker, kemudian masing-masing diisi dengan 50 mL efluen proses dan ditambahkan resin terkhelat 2; 4; 6; 8 dan 10 g. Campuran tersebut diaduk menggunakan pengaduk magnet pada kecepatan 200 rpm selama 15 menit, kemudian dibiarkan selama 4 jam. Setelah itu, resin terkhelat disaring guna memisahkan filtratnya. Konsentrasi U dalam filtrat diukur menggunakan titroprosesor, sedangkan resin terkhelat dielusi dengan larutan NaCl 4% dan filtrat hasil elusi diekstraksi dengan TBP-heksan untuk selanjutnya ditentukan unsur pengotornya menggunakan AAS.
5. Pemungutan uranium dengan variasi pH larutan  
Larutan efluen proses sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam gelas beker. Keasaman diatur hingga pH 1 dengan menambahkan  $NH_4OH$ . Kemudian ditambahkan 8 gram resin terkhelat, diaduk menggunakan pengaduk magnet pada kecepatan pengadukan 200 rpm selama 15 menit, lalu dibiarkan selama 4 jam. Resin terkhelat dipisahkan dari filtratnya secara filtrasi. Konsentrasi uranium dalam filtrat dianalisis dengan menggunakan titroprosesor, kemudian ditentukan jumlah uranium yang terikat pada resin terkhelat dengan mengurangkan konsentrasi U awal dengan konsentrasi U dalam filtrat. Percobaan diulangi sampai pH 4.
6. Optimasi jumlah massa resin terkhelat dan pH larutan  
Untuk menentukan optimasi jumlah massa resin terkhelat dan pH larutan dilakukan dengan penyerapan uranium dalam efluen proses dengan memasukkannya ke dalam gelas beker sebanyak 50 mL, ditambah dengan resin terkhelat antara 7,5-9 gram, pH diatur dari 1-4, lalu diaduk selama 15 menit pada kecepatan 200 rpm selanjutnya dibiarkan selama 4 jam. Resin terkhelat dipisahkan dari filtratnya dengan cara disaring, filtrat dianalisis kandungan uraniumnya dengan titroprosesor.
7. Penentuan impuritas  
Larutan efluen proses sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam gelas beker, kemudian diekstraksi dengan TBP:heksan (7:3). Larutan fasa organik dan fasa air dipisahkan. Larutan fasa air diekstraksi kembali sampai 3 kali, kemudian ditentukan kandungan pengotornya menggunakan AAS.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Penentuan konsentrasi uranium awal

Kandungan uranium dalam efluen proses sebagai konsentrasi U awal atau konsentrasi U dalam umpan ditentukan menggunakan titroprosesor. Hasil analisis dapat dilihat pada Tabel 1 dimana konsentrasi uranium rerata dalam efluen proses sebesar 0,49159 g/L atau 491,59 ppm.

**Tabel 1.** Konsentrasi U awal dalam efluen proses

No.	Konsentrasi U, g/L
1	0,598
2	0,578
3	0,458
4	0,520
5	0,450
6	0,482
7	0,517
8	0,495
Jumlah	4,098
Rerata	0,51225
Faktor koreksi	0,95967
Nilai terkoreksi	0,49159

#### Penentuan kapasitas resin terkhelat

Sebelum digunakan untuk memungut uranium dari efluen proses, resin terkhelat terlebih dahulu ditentukan kapasitasnya. Resin yang digunakan dalam penelitian ini adalah resin DOWEX 21K yang dicampurkan dengan senyawa khelat TOPO (*Trioctylphosphine Oxide*) dengan rumus molekul  $C_{24}H_{51}OP$ . Resin ini merupakan resin penukar anion yang sering digunakan dalam pemungutan uranium. Resin penukar anion dapat digunakan untuk memisahkan  $UO_2^{2+}$  dengan syarat ion tersebut berada dalam bentuk kompleksnya, seperti uranil nitrat atau uranil sulfat. Dalam penentuan kapasitas resin ini digunakan umpan 50 mL efluen proses dengan jumlah resin terkhelat 1 gram. Banyaknya uranium yang terikat oleh resin terkhelat ditunjukkan pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Kapasitas resin menyerap uranium

NO	RESIN	U TERSERAP (W)
1	DOWEX 21K	3,96 mg/g
2	Resin Terkhelat (DOWEX 21K–TOPO)	10,03 mg/g

Hasil percobaan menunjukkan kapasitas resin terkhelat sebesar 10,03 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa setiap gram resin terkhelat dapat menyerap uranil sulfat sebanyak 10,03 mg/g. Data ini menunjukkan daya serap resin terkhelat terhadap ion uranil sulfat cukup maksimal jika dibandingkan dengan daya serap resin DOWEX 21K murni yang memiliki kapasitas serap hanya sebesar 3,96 mg/g. Keberadaan senyawa pengkhelat memiliki peran yang besar dalam meningkatkan kapasitas serap, karena ligan berikatan dengan logam melalui lebih dari satu atom donor sehingga otomatis ikatan yang terbentuk akan lebih kuat.

Gaya dorong pada proses pertukaran ion merupakan proses difusi karena perbedaan konsentrasi suatu ion di dalam larutan dan di dalam resin. Pada penyerapan ion uranil sulfat, keberadaan ion tersebut dalam larutan lebih besar terhadap ion  $Cl^-$  di dalam resin, sehingga terjadi penyerapan oleh resin yang bermuatan positif. Pada jumlah yang sama, ion  $Cl^-$  dari resin akan berpindah ke dalam larutan. Jumlah ion uranil sulfat yang terserap oleh resin terkhelat dinyatakan dalam bentuk kapasitas resin terkhelat.

#### Pengaruh massa resin terkhelat terhadap efisiensi pemungutan

Percobaan ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh massa resin terkhelat terhadap hasil penentuan uranium yang terpungut dari efluen proses, kemudian ditentukan efisiensi pemungutannya yang diperlihatkan pada Tabel 3 dan Gambar 1. terlihat bahwa ion uranil sulfat paling besar terambil pada massa resin terkhelat 8 gram dengan nilai efisiensi pemungutan sebesar 76,57%. Penambahan resin terkhelat ke dalam larutan akan menambah jumlah ion aktif yang dapat dipertukarkan dengan anion uranil sulfat yang ada di dalam larutan.

Oleh karena itu, efisiensi pemungutan akan meningkat seiring dengan penambahan massa resin terkhelat. Berdasarkan Gambar 1, efisiensi pemungutan uranium bertambah dari 39,25% menjadi 76,57% pada massa resin terkhelat 8 gram. Akan tetapi pada massa 10 gram, efisiensi pemungutan mengalami penurunan. Hal ini disebabkan terjadinya penggumpalan (aglomerasi) dari resin terkhelat, sehingga semua permukaan resin terkhelat tidak mampu mengikat uranium secara

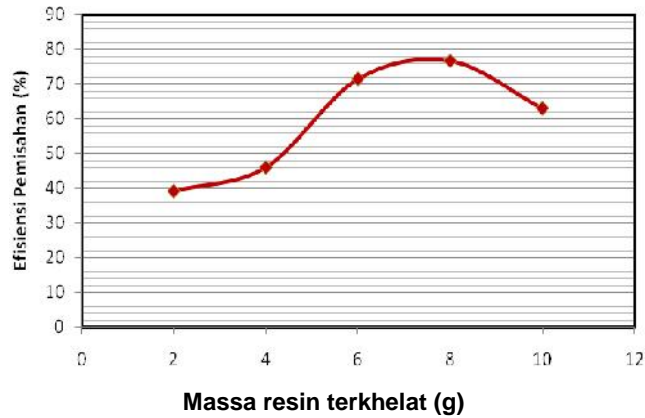
sempurna. Akan lebih jelas lagi apabila dilihat bentuk *crosslinked* dari resin terkhelat tersebut. Seperti telah dijelaskan di depan bahwa kapasitas penyerapan adalah sebesar 10,03 mg/g.

**Tabel 3.** Efisiensi pemungutan untuk variasi massa resin terkhelat

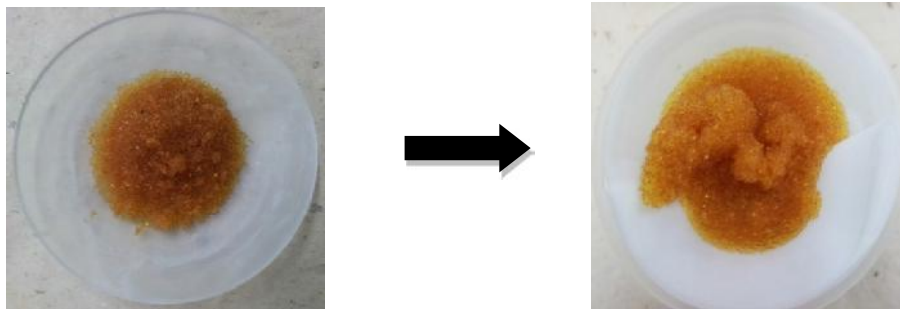
Massa Resin Terkhelat (g)	Kons. U awal, C <sub>1</sub> (ppm)	Kons. U dalam filtrat, C <sub>2</sub> (ppm)	Efisiensi Pemungutan (%)
2,0036	491,59	298,649	39,25
4,0062	491,59	265,060	46,08
6,0070	491,59	140,496	71,42
8,0072	491,59	115,160	76,57
10,0042	491,59	181,953	62,99

Adanya anion-anion lain di dalam efluen proses akan menimbulkan kompetisi diantara anion uranil sulfat dengan anion-anion lainnya. Keadaan ini memiliki kecenderungan untuk memperbesar kemungkinan tertutupnya permukaan resin. Akibatnya, uranil sulfat akan terlepas dan persaingan diantara anion-anion ini akan semakin lemah karena permukaan resin tertutup oleh anion-anion selain uranil sulfat yang berkonsentrasi tinggi. Mengingat efluen merupakan hasil samping proses konversi *yellow cake* menjadi UO<sub>2</sub> dan berada dalam kondisi asam, kemungkinan anion-anion pengganggu tersebut adalah NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, dan PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> yang berasal dari proses pelarutan *yellow cake*.

Mekanisme pengikatan uranium pada resin terkhelat ditampilkan pada Gambar 2 dimana tampak perubahan warna pada resin terkhelat. Warna resin terkhelat yang pada awalnya berwarna *orange* gelap menjadi *orange* terang mendekati kuning, ini bisa menjadi indikator terpungutnya uranium dari efluen proses.



**Gambar 1.** Efisiensi Pemungutan pada berbagai variasi massa resin terkhelat



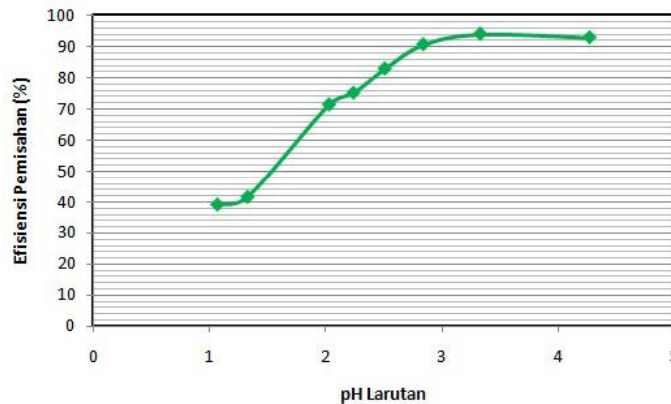
(a) Sebelum  
(b) Sesudah  
**Gambar 2.** Resin terkhelat sebelum dan sesudah proses pertukaran ion

### Pengaruh pH larutan umpan terhadap efisiensi pemungutan

Penentuan kondisi optimum umpan perlu dilakukan karena setiap resin memiliki sifat berbeda dalam proses pertukaran ion, sehingga kondisi yang dibutuhkan berbeda pula. Salah satu parameter penting yang ikut andil menentukan kemampuan resin terkhelat dalam proses penyerapan uranium adalah pH. Oleh karena itu, kondisi pH harus dijaga kestabilannya selama proses pertukaran ion berlangsung karena pada pH tinggi akan terbentuk endapan amonium diuranat (ADU) yang tidak diinginkan. Selain itu pH sekitar 3-4 dikondisikan untuk proses selanjutnya misalnya ekstraksi pelarut. Pengaruh pH larutan umpan terhadap efisiensi pemungutan dapat dilihat dalam Tabel 4 dan Gambar 3. Tampak bahwa ion uranil sulfat paling banyak terserap pada saat larutan umpan berada dalam kondisi asam yaitu pada pH 3,33 dengan efisiensi pemungutan sebesar 93,85%. Setelah pH tersebut, efisiensi relatif sama yang disebabkan terserapnya uranium pada resin menjadi jenuh. Resin DOWEX 21K yang digunakan dalam keadaan murninya memiliki *range* pH yang cukup luas, yaitu dari asam sampai basa, dengan tingkat keefektifan penyerapan paling besar pada pH mendekati netral sampai dengan kondisi basa. Namun, pada resin terkhelat penyerapan uranium paling efektif justru pada larutan asam<sup>[10]</sup>.

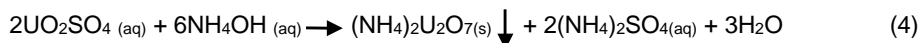
**Tabel 4.** Efisiensi pemungutan untuk variasi pH larutan

pH larutan	Kons. U awal, C <sub>1</sub> (ppm)	Kons. U dalam filtrat, C <sub>2</sub> (ppm)	Efisiensi Pemungutan (%)
1,07	491,59	298,46	39,29
1,33	491,59	286,46	41,73
1,56	491,59	158,35	67,79
2,03	491,59	140,59	71,40
2,24	491,59	122,36	75,11
2,51	491,59	84,45	82,82
2,84	491,59	46,54	90,53
3,33	491,59	30,23	93,85
4,27	491,59	35,51	92,78



**Gambar 3.** Efisiensi pemungutan pada berbagai variasi pH larutan

Apabila proses pertukaran ion dilakukan pada pH tinggi, uranium cenderung membentuk endapan kuning ammonium diuranat seperti diperlihatkan pada reaksi (4).



Semakin banyak U yang terendapkan maka akan mengganggu proses pertukaran ion, karena endapan yang terbentuk dapat menutupi resin terkhelat itu sendiri sehingga mengurangi kontak antara resin terkhelat dengan uranium<sup>[10]</sup>.

### Penentuan impuritas pada uranium terpungut

Dari proses pertukaran ion diperoleh hasil uranil sulfat yang memungkinkan untuk dikonversikan kembali sebagai uranium oksida. Salah satu persyaratan yang harus dipenuhi agar dapat dinyatakan sebagai bahan bakar adalah uranium oksida yang mempunyai derajat nuklir (*nuclear grade*), artinya bebas dari pengotor yang dapat mengganggu proses fisi di dalam reaktor. Batas maksimum konsentrasi masing-masing pengotor yang masih diizinkan berada di dalam uranil nitrat yang akan dikonversi menjadi uranium oksida tercantum di dalam *Annual Book of ASTM Standards 2003 Section 12 C 788-98*. Berdasarkan hasil analisis, konsentrasi pengotor di dalam efluen proses maupun di dalam uranium yang terambil dicantumkan dalam Tabel 5.

**Tabel 5.** Data konsentrasi pengotor di dalam efluen proses dan uranium terpungut

No.	Unsur	Kandungan impuritas maksimum (ppm)	Efluen proses	
			Awal (ppm)	Akhir (ppm)
1.	Cd	0,2	0,208	0,158
2.	Cr	150	15,3	0,314
3.	Co	80	2,95	1,100
4.	Cu	200	1,35	0,268
5.	Fe	200	19,0	0,552
6.	Ni	150	32,6	0,296
7.	Mg	150	1,85	0,530
8.	Mn	200	16,9	0,225
9.	Pb	200	0,33	0,070

Tabel 5 memperlihatkan konsentrasi unsur pengotor setelah proses pemungutan yang ternyata lebih kecil dibandingkan dengan unsur pengotor di dalam umpan. Dari hasil tersebut terlihat adanya kelebihan penggunaan resin anion daripada resin kation dalam pemungutan uranium dalam efluen proses. Konsentrasi pengotor dalam uranil sulfat setelah dilakukan proses pertukaran ion menjadi lebih kecil, hal ini karena pengotor-pengotor yang sebagian besar bermuatan positif tidak ikut terambil oleh resin terkhelat yang merupakan penukar anion.

### Optimasi massa resin terkhelat dan pH larutan umpan

Hasil percobaan menunjukkan adanya pengaruh dari masing-masing parameter, baik massa resin terkhelat maupun pH larutan umpan. Selanjutnya dilakukan optimasi untuk mengetahui nilai optimum dari parameter-parameter tersebut terhadap uranium terpungut dalam 50 mL larutan dengan konsentrasi 491,59 ppm. Hasil optimasi massa resin terkhelat dan pH larutan umpan dapat dilihat dalam Tabel 6 dan Gambar 4.

**Tabel 6.** Data optimasi massa resin terkhelat dan pH larutan umpan

No.	Massa CR (g)	pH larutan	C1 (ppm)	C2 (ppm)	EP (%)
1	7,5079	1,05	491,59	88,93	81,91
2	8,0031	1,18	491,59	85,41	82,63
3	8,0035	1,95	491,59	71,02	85,55
4	8,0034	2,23	491,59	68,50	86,07
5	8,0014	2,59	491,59	46,30	90,58
6	8,0041	3,41	491,59	32,63	93,36
7	8,5035	3,13	491,59	35,03	92,87
8	9,0031	3,05	491,59	47,67	90,30

Dari Tabel 7 dapat dilihat bahwa massa optimum resin terkhelat yang digunakan untuk pemungutan uranium dalam 50 mL efluen proses berkonsentrasi 491,59 ppm adalah sebanyak 8,0041 gram dengan pH optimum 3,41 dan nilai efisiensi pemungutan sebesar 93,36%. Massa resin terkhelat 8 gram adalah jumlah uranium maksimum yang dapat diambil oleh resin terkhelat. Untuk selanjutnya dapat dihitung konstanta keseimbangan pada saat tercapai keseimbangan reaksi dan

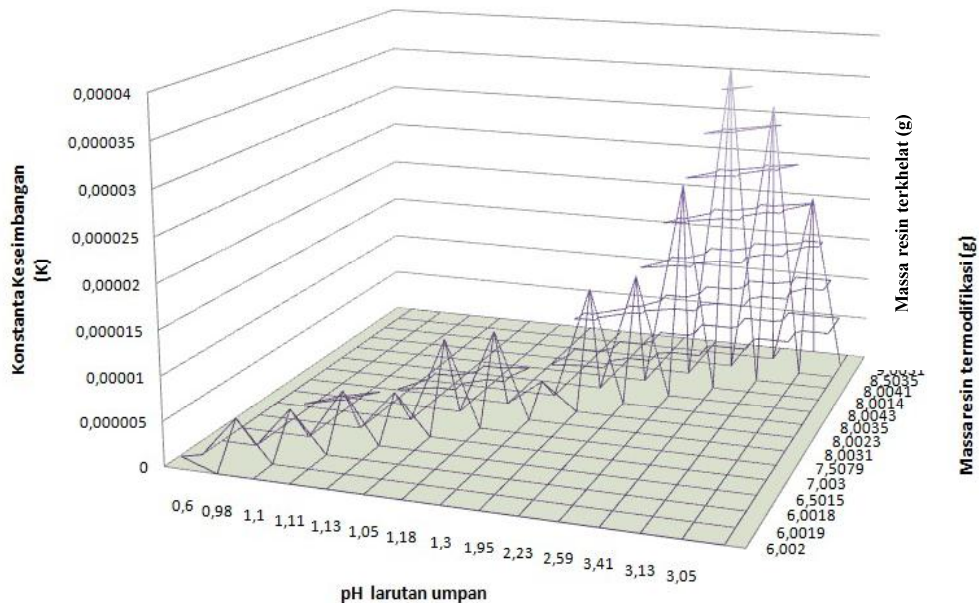


melihat pengaruh massa resin termodifikasi dan pH larutan terhadap konstanta tersebut. Konstanta keseimbangan dapat ditentukan dengan memperhatikan persamaan (5).

Data pengaruh massa resin terkelat dan pH larutan terhadap konstanta keseimbangan dapat dilihat dalam Tabel 7 dan Gambar 4.

**Tabel 7.** Data pengaruh massa resin terkelat dan ph larutan terhadap konstanta keseimbangan

Massa CR (g)	pH larutan	$2[\text{TOPO-R-Cl}]$ (M)	$[(\text{UO}_2(\text{SO}_4)_2)^{2-}]$ (M)	$[(\text{TOPO-R})_2\text{UO}_2(\text{SO}_4)_2]$ (M)	$[2\text{Cl}^-]$ (M)	K
7,5079	1,05	3,14617	$1,92 \times 10^{-4}$	0,0062	0,001735	$9,91 \times 10^{-6}$
8,0031	1,18	3,14684	$1,84 \times 10^{-4}$	0,0059	0,001751	$9,93 \times 10^{-6}$
8,0023	1,30	3,14885	$3,33 \times 10^{-4}$	0,0049	0,001453	$3,13 \times 10^{-6}$
8,0035	1,95	3,14643	$1,53 \times 10^{-4}$	0,0061	0,001812	$1,33 \times 10^{-5}$
8,0034	2,23	3,14635	$1,48 \times 10^{-4}$	0,0061	0,001823	$1,39 \times 10^{-5}$
8,0014	2,59	3,14570	$9,98 \times 10^{-5}$	0,0065	0,001919	$2,42 \times 10^{-5}$
8,0041	3,41	3,14531	$7,03 \times 10^{-5}$	0,0067	0,001978	$3,75 \times 10^{-5}$
8,5035	3,13	3,14616	$7,55 \times 10^{-5}$	0,0063	0,001968	$3,24 \times 10^{-5}$
9,0031	3,05	3,14718	$1,03 \times 10^{-4}$	0,0057	0,001914	$2,07 \times 10^{-5}$



**Gambar 4.** Pengaruh massa resin terkelat dan pH larutan terhadap konstanta keseimbangan

Melihat reaksi pertukaran ion yang terjadi antara resin terkelat dan efluen proses yang merupakan reaksi dapat balik (*reversible*) maka nilai konstanta keseimbangan dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan (5). Berdasarkan reaksi (4), pada saat keseimbangan tercapai, larutan akan berubah menjadi asam akibat terbentuknya  $\text{Cl}^-$ . Penambahan basa ke dalam larutan sebelum tercapai pH 3 berfungsi untuk menetralkan keberadaan  $\text{Cl}^-$  sehingga reaksi akan bergeser ke kanan (jumlah uranil sulfat yang terambil semakin banyak). Selain itu, penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk pengkondisian pH juga menambah jumlah ion  $\text{NH}_4^+$  yang ada di dalam larutan yang akan membantu menarik  $\text{Cl}^-$  dari resin karena perbedaan jenis ion sehingga anion uranil sulfat dapat masuk ke dalam resin. Namun, saat pH diatas 3, penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  menyebabkan terbentuknya endapan seperti yang ditunjukkan pada reaksi (4) sehingga  $\text{UO}_2$  dalam larutan tidak lagi berada dalam bentuk kompleksnya yang berupa kompleks anion sehingga tidak dapat terambil oleh resin terkelat yang merupakan penukar anion. Hal ini mengakibatkan jumlah uranium yang terpungut semakin

berkurang. Oleh karena itu proses pertukaran ion harus dijaga dalam kondisi asam dimana  $UO_2$  berada dalam bentuk kompleksnya sebagai anion uranil sulfat dan resin terkhelat juga merupakan penukar anion.

Nilai konstanta keseimbangan pada saat tercapai titik optimum adalah sebesar  $3,75 \times 10^{-5}$  yang diperoleh pada kondisi pH larutan 3,41. Konstanta keseimbangan merupakan suatu konstanta yang menyatakan bahwa suatu reaksi telah mencapai keadaan seimbang, yaitu konsentrasi zat yang bereaksi dalam satuan waktu sama dengan konsentrasi zat yang terbentuk kembali.

## KESIMPULAN

Dari percobaan optimasi massa resin terkhelat dan pH larutan pada pemungutan uranium dalam efluen proses dapat disimpulkan bahwa resin terkhelat Dowex 21K-TOPO mempunyai kapasitas penyerapan yang cukup besar yaitu 10,03 mg/g. Adapun kondisi optimum yang diperoleh untuk efluen proses 50 mL dan konsentrasi U awal 491,59 ppm yaitu massa resin terkhelat sebanyak 8 gram dan pH 3,41. Pada kondisi tersebut efisiensi pemungutan dan konstanta keseimbangan masing-masing adalah 93,36% dan  $3,75 \times 10^{-5}$ . Kemampuan resin terkhelat untuk memungut uranium dapat ditingkatkan pada kondisi optimum tersebut.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Saudara/i Rahmiati, Mujinem, Hendro Wahyono, Sunardi, Ni Kadek Y.S. yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian hingga selesai.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Wahyono, H. dan Widodo, G., Beragam Penanganan Efluen Cair Berkadar Uranium Rendah, URANIA, No. 23-24/Thn.VI/Juli-Oktober, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, ISSN 0852-4777, Serpong, (2000).
- [2]. Torowati, Ngatijo, Lilis Windaryati, dan Banawa Sri Galuh, Analisis Kadar Uranium Dalam Yellow Cake Dengan Titrasi Secara Potensiometri, Majalah Ilmiah PIN, No. 03/ Tahun II, hal. 1 – 6, ISSN 1979-2409, Serpong, (2009).
- [3]. Widodo, G. dan Basuki, K.T., Pengaruh pH Larutan Umpan, Waktu Kontak, Dan Konsentrasi Eluan Pada Pemisahan Uranium Oleh Resin Terkhelat, J.Tek. Bhn. Nukl., Vol. 8, No. 1, hal 39-48, ISSN 1907-2635, Serpong, (2012).
- [4]. [N. Kabay](#), [M. Demircioglu](#), [S. Yayh](#), [E. Guenay](#), [M. Yueksel](#), [M. Saglam](#), and [M. Streat](#), Recovery Of Uranium From Phosphoric Acid Solutions Using Chelating Ion-Exchange Resins, [Industrial & Engineering Chemistry Research](#) (Impact Factor: 2.21), 05/1998; 37(5), DOI:10.1021/ie970518k
- [5]. Asouhidou, D.D., Lazaridis, N.K., and Matis, K.A., Sorbent Materials For Metal Ions Removal From Aqueous Solutions, Section of Chem. Tech. and Inds. Chem., School of Chemistry, Aristotle Univ., Thessaloniki, Greece, (2004) diakses tanggal 4 Februari 2014 dari <http://www.srcosmos.gr/srcosmos/showpub.aspx?aa=4373>
- [6]. Haryati, I., dan Boybul, Studi Pemungutan Uranium Dari Larutan Uranil Nitrat Dengan Resin Penukar Anion, Prosiding Seminar Nasional VIII SDM Teknologi Nuklir, STTN-BATAN, Yogyakarta, (2012).
- [7]. Ngasifudin dan Sukosrono, Penentuan Efisiensi Pemungutan Sianida Pada Pengolahan Umbi Gadung (*Dioscorea Hispida*), Prosiding Seminar Nasional II SDM Teknologi Nuklir, STTN-BATAN, Yogyakarta, (2006).
- [8]. Antara, I.K.G, Suyasa, I.W.B., dan Putra, A.A.B., Kajian Kapasitas Dan Efektifitas Resin Penukar Anion Untuk Mengikat Klor Dan Aplikasinya Pada Air, Jurnal Kimia, 2, 87-92, (2008).
- [9]. <http://www.statsoft.com/Textbook/Experimental-Design #2>, Fractional Factorial Designs, diakses 6 Februari 2014
- [10]. Wardiyati, S., Lubis, W.Z., Karo-Karo, A., Rukihati, Penyerapan Uranium Dengan Resin Khelat IRA 410-4-(2-Pyridilazo) Recorsinol Monosodium, Lokakarya Nasional pada Jaringan Nasional Kimia Yogyakarta, (1999).