

ANALISIS NEODIMIUM MENGGUNAKAN METODA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Noviarty, Dian Angraini
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir BATAN
Email: artynov@yahoo.co.id

ABSTRAK

ANALISIS NEODIMIUM MENGGUNAKAN METODA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS. Neodimium adalah jenis isotop yang dapat digunakan sebagai monitor penentuan derajat bakar (*burn up*), selain itu neodimium adalah unsur-unsur yang sering terdapat dalam logam tanah jarang sehingga mempelajari metoda analisis untuk penentuan unsur ini adalah cukup penting. Salah satu metoda yang dapat digunakan untuk menentukan unsur tersebut adalah metoda spektrofotometri UV-Vis. Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan penelitian tentang bagaimana melakukan analisis unsur neodimium menggunakan metoda Spektrofotometri UV-Vis dan parameter yang mempengaruhi hasil analisis. Hasil pengujian akan diterapkan pada analisis unsur Nd yang terdapat dalam logam tanah jarang dan pada analisis *fission product* untuk penentuan *burn up*. Telah diperoleh parameter analisis untuk menganalisis neodimium dengan konsentrasi sampel berkisar dari 1 ppm hingga 7 ppm dengan tingkat keasaman larutan pada pH 3,5 dan konsentrasi pengomplek 0, 1 % serta waktu analisis kurang dari 30 menit. Analisis dapat diterima dengan persen akurasi berkisar antara 96,73% sampai 99,86% dengan tingkat kepercayaan 95%.

Kata kunci : Spektrofotometri UV-Vis, Neodimium, Arsenazo III

PENDAHULUAN

Instalasi Radiometalurgi (IRM) terintegrasi dengan Bidang Pengembangan Radiometalurgi. Instalasi ini dalam SK Kepala BATAN mempunyai tugas untuk melaksanakan pengembangan radiometalurgi, analisis fisikokimia dan teknik uji pasca iradiasi (*Post Irradiation Examination Program, PIE Program*) terhadap bahan bakar reaktor riset maupun bahan bakar reaktor daya beserta komponennya. Program uji pasca iradiasi meliputi pemeriksaan dan pengujian merusak dan tidak merusak. Salah satu pengujian merusak pasca iradiasi elemen bakar yang dilakukan adalah penentuan derajat bakar (*burn up*) bahan bakar reaktor riset melalui analisis *fission product* yang dihasilkan.^[1]

Neodimium adalah jenis isotop yang dapat digunakan sebagai monitor penentuan derajat bakar (*burn up*), selain itu neodimium adalah unsur-unsur yang sering terdapat dalam logam tanah jarang sehingga mempelajari metoda analisis untuk penentuan unsur ini adalah cukup penting. Salah satu metoda yang dapat digunakan untuk menentukan unsur tersebut adalah spektrofotometri UV-Vis. Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan kegiatan tentang analisis unsur neodimium

menggunakan metoda Spektrofotometri UV-Vis serta parameter-parameter yang mempengaruhi hasil analisis. Hasil pengujian ini akan diterapkan pada analisis unsur Nd yang terdapat dalam logam tanah jarang dan *fision product* untuk penentuan *burn up*.^[2,3]

Spektrofotometer UV-Vis adalah salah satu alat ukur untuk analisa unsur-unsur berkadar rendah secara kuantitatif maupun secara kualitatif. Penentuan secara kualitatif berdasarkan puncak-puncak yang dihasilkan pada spektrum suatu unsur tertentu pada panjang gelombang tertentu, sedangkan penentuan secara kuantitatif berdasarkan nilai absorbansi yang dihasilkan dari spektrum senyawa kompleks unsur yang dianalisa dengan pengompleks yang sesuai. Pembentukan warna dilakukan dengan cara menambahkan bahan pengompleks yang selektif terhadap unsur yang ditentukan. Pada penentuan neodimium dengan metoda spektrofotometri UV-Vis digunakan pengkomplek arsenazo III ($C_{22}H_{16}As_2N_4Na_2O_{14}S_{24}H_2O$), sehingga terbentuk senyawa kompleks neodimium-arsenazo III. Pada metoda ini dilakukan pengujian parameter analisis Nd terhadap penentuan konfirmasi identitas, kestabilan waktu pembentukan kompleks, dan penentuan keasaman, pengaruh pengkomplek dan pengaruh konsentrasi larutan. Pengujian parameter dilakukan dengan menggunakan bahan standar bersertifikat CRM (*Certificate Reference Material*) dari Spex.^[3]

METODA

Bahan:

Dalam kegiatan ini sebagai sampel digunakan larutan standar neodimium bersertifikat dari Spex, arsenazo III 0.1% sebagai bahan pengkomplek dan HCl 2N sebagai media pengkomplek arsenazo III. Sedangkan sebagai pelarut digunakan air bebas mineral.

Peralatan:

Dalam penyiapan cuplikan digunakan peralatan gelas labu takar, corong, gelas beaker, pipet *effendof*, batang pengaduk, dan timbangan analitis. Untuk pengukuran digunakan alat Spektrofotometer UV-Vis Lamda 15.

Cara Kerja:

A. Penyiapan larutan

1. Pembuatan larutan sampel simulasi neodimium

Pembuatan larutan sampel Nd dilakukan dengan mengencerkan 1 mL larutan standar Spex Neodimium 10.000 ppm ke dalam labu ukur 100 mL, dan ditepatkan

hingga tanda batas dengan air bebas mineral, diperoleh konsentrasi larutan standar induk Nd sebesar 100 ppm.

2. Pembuatan larutan Arsenazo III 0,1 %

Pembuatan larutan pengomplek arsenazo 0.1 % dilakukan dengan melarutkan 0,01 gram arsenazo III dengan air bebas mineral hingga larut di dalam gelas piala. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL ditambahkan natrium karbonat 0.1 mL dan ditepatkan hingga tanda batas menggunakan air bebas mineral. Larutan arsenazo III disimpan di dalam botol plastic.

3. Pembuatan larutan HCl 2 N

Pembuatan larutan HCl 2 N dilakukan dengan mengencerkan 15.3 mL HCl pekat 12 N dengan air bebas mineral dalam gelas ukur 100 mL.

4. Pembuatan larutan blanko

Pembuatan larutan blanko dilakukan dengan memipet larutan pengomplek arsenazo III 0,1 % sebanyak 0.8 mL kedalam labu ukur 10 mL, larutan ditepatkan hingga tanda batas menggunakan HCl 2 N.

B. Analisis Unsur Neodimium ^[4]

1. Penentuan konfirmasi identitas

Penentuan konfirmasi identitas dari neodimium dilakukan dengan cara melakukan penyapuan panjang gelombang dari 190 nm hingga 900 nm. Dari penyapuan ini akan diperoleh panjang gelombang yang memberikan spektrum optimum. Spektrum yang diberikan merupakan karakteristik dari unsur yang dianalisis. Penentuan konfirmasi identitas dilakukan setelah melakukan *back corr* terhadap larutan blanko.

2. Penentuan parameter pengujian untuk analisis Neodimium

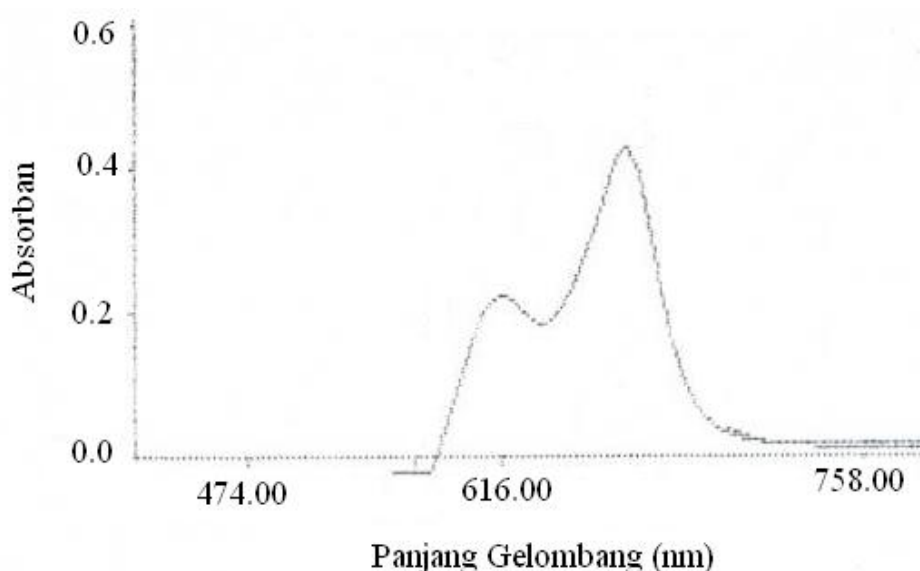
Penentuan parameter pengujian dilakukan masing-masing terhadap kestabilan waktu pembentukan kompleks, pengaruh keasaman larutan, pengaruh konsentrasi pengomplek dan pengaruh konsentrasi larutan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan daerah panjang gelombang Neodimium:

Pada penentuan daerah panjang gelombang neodimium yang dilakukan terhadap konsentrasi neodimium 4 ppm, dengan penyapuan panjang gelombang dari 190 nm sampai dengan 900 nm, diperoleh daerah panjang gelombang yang memberikan

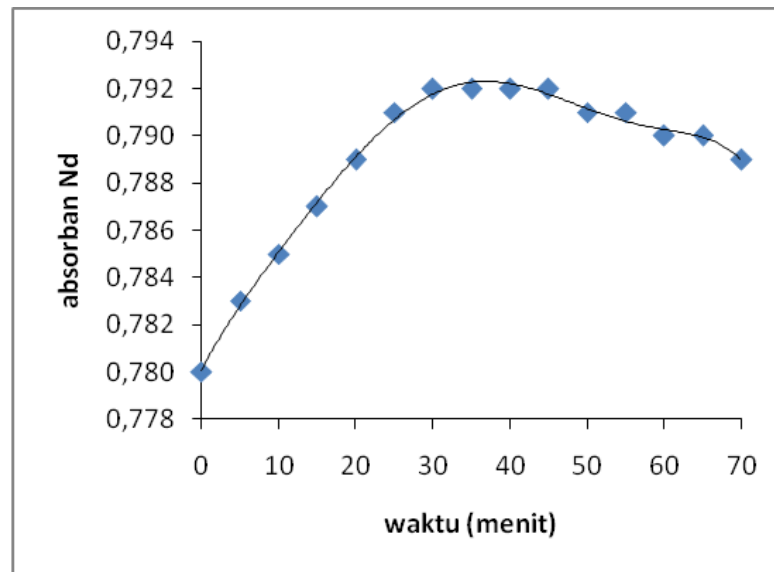
puncak spektrum neodimium pada panjang gelombang 654.9 nm dengan besar serapan 0.423, seperti ditunjukkan dalam gambar 1. Panjang gelombang yang diperoleh merupakan karakteristik dari senyawa kompleks. Analisis senyawa neodimium-arsenazo III akan memberikan kepekaan analisis maksimum pada panjang gelombang serapan optimum karena pada keadaan tersebut hukum Lambert- Beer akan terpenuhi. Daerah panjang gelombang serapan optimum terjadi pada panjang gelombang 654.9 nm. Panjang gelombang yang diperoleh digunakan untuk pengukuran absorban pada analisis neodimium lebih lanjut.



Gambar 1. Hasil Penyapuan Panjang Gelombang Nd-Arsenazo

Penentuan waktu kestabilan kompleks :

Waktu kestabilan kompleks dilakukan dengan melihat perubahan serapan sinar x dari senyawa kompleks Nd-arsenazo yang terbentuk terhadap waktu pengomplekan. Waktu kestabilan pembentukan kompleks diamati dari 0 menit sampai 70 menit. Dari pengamatan tersebut terlihat bahwa intensitas serap Nd-arsenazo akan terus meningkat hingga waktu pengomplekan selama 30 menit dan mengalami penurunan intensitas serap hingga waktu kompleks 70 menit seperti ditunjukkan dalam gambar 2. Pada tabel 1 terlihat bahwa waktu mempengaruhi intensitas sinar yang diserap (besar absorban). Pengaruh waktu ini digunakan untuk lama proses pembentukan waktu kompleks pada analisis neodimium lebih lanjut.



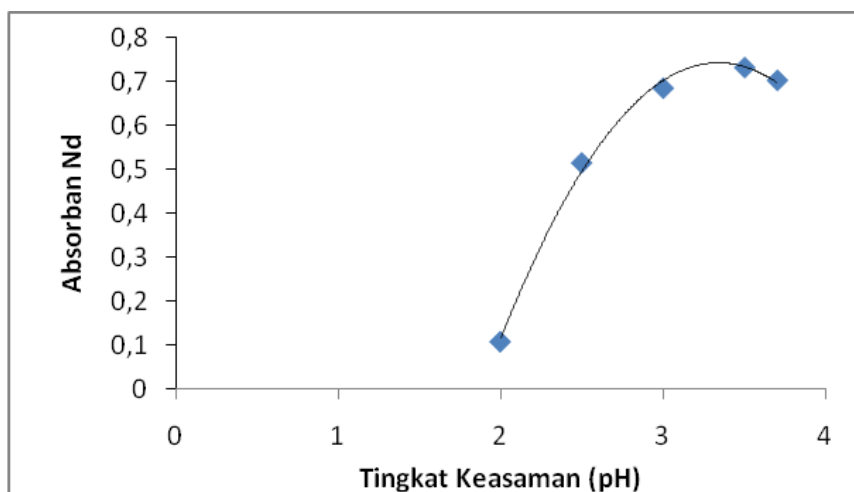
Gambar 2. Pengaruh waktu kestabilan kompleks terhadap intensitas serap Nd-Arsenazo III.

Penentuan tingkat keasaman media kompleks:

Pengamatan pengaruh keasaman (pH) terhadap intensitas serap dari Nd-arsenazo, dengan cara mengatur pH secara bervariasi 2.0; 2.5; 3.0; 3.5; dan 3.7 untuk Nd-arsenazo 5 ppm. Dari pengamatan pengaruh pH tersebut terlihat bahwa tingkat keasaman dari media kompleks sangat mempengaruhi intensitas serap kompleks Nd-arsenazo yang terbentuk. Semakin tinggi tingkat keasaman makin rendah intensitas serap yang diberikan. Intensitas serap optimal terjadi pada tingkat keasaman dengan pH 3.5 seperti ditunjukkan dalam tabel 1 dan Gambar 3. Pada pengamatan pengaruh pH ini terlihat bahwa absorban dari Nd-Arsenazo optimal terjadi pada tingkat keasaman 3.5 dan pada pH di atas 3.5 terjadi penurunan intensitas serap dari Nd-Arsenazo.

Tabel 1. Pengaruh Keasaman terhadap Komplek Nd-Arsenazo

No.	Keasaman (pH)	Absorban (Nd)
1.	1,5	0,109
2.	2,0	0,516
3.	2,5	0,686
4.	3,0	0,733
5.	3,5	0,704



Gambar 3. Pengaruh tingkat keasaman terhadap intensitas serap Nd-Arsenazo III

Pengaruh jumlah pengomplek:

Kemudian dilakukan pengamatan pengaruh jumlah pengomplek terhadap intensitas serap dari Nd-arsenazo, dengan cara mengatur volume arsenazo yang ditambahkan sebagai pengomplek pada Nd-arsenazo konsentrasi 5 ppm, Jumlah arsenazo yang ditambahkan yaitu 0.25; 0.50; 0.75; 1.0; 1.5 dan 2 mL. Dari pengamatan pengaruh arsenazo tersebut diperoleh intensitas serap optimal pada volume arsenazo 1 mL (kandungan arsenazo 0.01%) seperti ditunjukkan dalam Tabel 2.

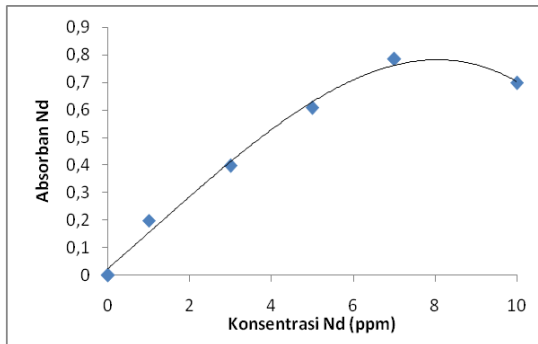
Tabel 2. Hasil Pengamatan pengaruh intensitas serap Nd-arsenazo terhadap volume Arsenazo

No.	Volume Arsenazo (mL)	Intensitas serap (Absorban) Nd
1	0,25	0,135
2	0,50	0,351
3	0,75	0,590
4	1,00	0,858
5	1,50	0,855
6	2,00	0,854

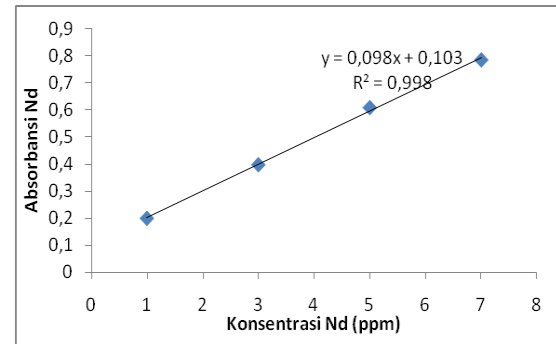
Penentuan daerah kerja:

Penentuan daerah kerja dilakukan dengan mengamati pengukuran larutan standar sampel dari konsentrasi bervariasi dari 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 dan 10 ppm. Dari hasil

tersebut diperoleh bahwa daerah kerja optimal terjadi pada konsentrasi 1 ppm hingga konsentrasi 7 ppm dengan besar absorban 0,199 hingga 0,784 seperti ditunjukkan Gambar 4. Hal ini sesuai dengan spesifikasi dalam analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis, yang menyatakan bahwa daerah kerja yang optimal adalah apabila absorban berkisar antara 0,2 – 0,8.



Gambar 4. Pengaruh Konsentrasi Nd-Aresenazo III terhadap intensitas serap



Gambar 5. Hasil penentuan linieritas Nd

Pada gambar 5 terlihat bahwa hubungan yang linier terjadi pada konsentrasi sampel dibawah 7 ppm, kemudian dibuat uji linieritas dengan pembuatan kurva kalibrasi. Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan garis lurus $y = 0,098x + 0,103$ dengan koefisien regresi sebesar 0,998. Nilai koefisien regresi yang diperoleh lebih besar dari 0,98, hal ini menunjukkan ketepatan terhadap data ukur yang mendekati nilai benar, karena hasil linieritas yang baik ditunjukkan dengan nilai koefisien regresi mendekati angka 1. Data hasil pengukuran untuk penentuan daerah kerja dituangkan dalam Tabel 3.

Penentuan nilai akurasi ^[5]:

Selanjutnya parameter uji yang telah ditetapkan diterapkan pada analisis sampel dari larutan standar neodimium. Dari pengukuran larutan standar yang dijadikan larutan sampel dilakukan perhitungan nilai akurasi. Dari perhitungan tersebut diperoleh nilai akurasi sebesar 96,73% untuk konsentrasi standar sampel 1 ppm, dan 99,86% untuk konsentrasi 3 ppm.

Tabel 3. Data hasil pengukuran blanko dan larutan standar Neodimium

Konsentrasi (ppm)	Absorban					Absorban rerata	SD
0	0,004	0,005	0,006	0,007	0,008	0,0060	0,0016
1.0	0,199	0,198	0,197	0,199	0,196	0,1978	0,0013
3.0	0,397	0,395	0,396	0,398	0,397	0,3966	0,0011
5.0	0,608	0,609	0,608	0,607	0,608	0,608	0,0007
7.0	0,784	0,782	0,785	0,783	0,784	0,7836	0,0011
10.0	0,696	0,698	0,697	0,698	0,699	0,6976	0,0011
Persamaan regresi		$y = 0,098x + 0,103$					
Koefisien regresi		0.998					

Besar nilai akurasi yang baik dalam Tabel 4 adalah apabila nilai akurasi tersebut menuju 100 %. Nilai akurasi yang diperoleh untuk konsentrasi 1 ppm dan 3 ppm memenuhi kriteria tersebut, sehingga besaran akurasi yang diperoleh dari analisis neodimium menggunakan metoda spektrometri UV Vis dapat diterima dengan tingkat kepercayaan 95%.

Tabel 4. Data hasil pengukuran sampel larutan standar Neodimium

Konsentrasi Terhitung (ppm)	Absorban rerata	SD	Konsentrasi terukur (ppm)	Akurasi
1.0	0,1978	0,0013	0,9673	96,73
3.0	0,3966	0,0011	2,9959	99,86

KESIMPULAN

Dari kegiatan analisis neodimium (Nd) menggunakan metoda spektrofotometri UV-Vis dapat disimpulkan bahwa untuk analisis neodimium konsentrasi sampel berkisar dari 1 ppm hingga 7 ppm dengan tingkat keasaman larutan pada pH 3,5 dan dengan konsentrasi pengomplek 0,01 %. Analisis dapat diterima dengan persen akurasi berkisar antara 96,73% sampai 99,86% dengan tingkat kepercayaan 95%.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] JUNG SUK KIM dkk, "*Dissolution and Burnup Determination Of Irradiated U-Zr Alloy Nuclear Fuel By Chemical Methods*", Nuclear Engineering And Technology Vol. 38 No.3, April 2006.
- [2] NOVIARTY, Dian A, Yusuf Nampira " Analisis Thorium Menggunakan Spektrophotometer UV-VIS", Copy Prosiding Seminar Nasional SDM Teknologi Nuklir 2011 ISSN 1978-0176, 2011
- [3] R.A. DAY, JR. and A.L. UNDERWOOD. "*Analisa Kimia Kuantitatif* " edisi Ke Penterjemah Drs. R. SOENDORO, Universitas Airlangga-Surabaya, Penerbit Erlangga, Jakarta 1983.
- [4] PERKIN ELMER & Co Gmbh, "*Manual Operation UV-Vis Spektrofotometer*", Lambda 15, April 1992.
- [5] ROBERT L. ANDERSON, "*Practical statistics for Analytical chemists* ", Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1987.