

ANALISIS KADAR THORIUM SECARA TITRIMETRI MENGUNAKAN TITRAN HEDTA DAN INDIKATOR SPADNS

Ngatijo, Lilis Windaryati, Pranjono, Torowati

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong, Banten Indonesia 15314
Email : ngatijo@batan.go.id

ABSTRAK

Telah dilakukan analisis kadar thorium dengan metoda titrimetri menggunakan titran HEDTA dan indikator SPADNS dengan tujuan untuk mengetahui nilai presisi dan akurasi hasil analisis thorium dalam konsentrasi rendah (mg/L). Larutan analit yang digunakan adalah larutan standar thorium dengan konsentrasi 1000 mg/L. Analisis dilakukan dengan mengatur pH larutan analit antara 2,0 – 3,0 dengan menambahkan larutan NaOH 1 M dan indikator *Dihydroxy-2-(4-sulfophenylazo)-naphthalene-3,6-disulfonic acid trisodium salt* (SPADNS). Selanjutnya dilakukan titrasi menggunakan larutan *N-(2-hydroxyethyl) ethylenediamine-N,N',N'-triacetic acid* (HEDTA) 0,01 M sampai titik akhir yang ditandai dengan perubahan warna larutan dari *violet* menjadi *scarlet*. Dari hasil analisis larutan standar thorium 1000 mg/L dengan volume analit 25 mL (25 mg Th) konsentrasi thorium terukur sebesar 955,177 mg/L dengan deviasi standar (SD) sebesar 20,124 mg/L, RSD sebesar 2,107% serta akurasi sebesar 4,482%. Sedangkan hasil analisis dengan volume analit 10 mL (10 mg Th) konsentrasi thorium terukur sebesar 976,720 mg/L, SD sebesar 7,458 mg/L, RSD sebesar 0,764% dan akurasi sebesar 2,286%. Hasil analisis thorium secara titrimetri dengan analit mengandung 10 mg Th lebih presisi dan mempunyai akurasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan analit mengandung 25 mg Th.

Kata Kunci : Kadar Thorium, titrimetri, presisi, akurasi

ABSTRACT

Thorium content was analyzed by titrimetric method using HEDTA as titrant and SPADNS indicator to know precision value and accuracy of thorium analysis result in low concentration (mg/L). Analytical solution used is thorium standard solution 1000 mg/L. The analysis was performed by adjusting the pH of the analytical solution between 2.0 - 3.0 by adding 1 M NaOH solution and the *Dihydroxy-2-(4-sulfophenylazo)-naphthalene-3,6-disulfonic acid trisodium salt* (SPADNS) indicator. The titration was then carried out using 0.01 M *ethylenediamine-N, N', N'-triacetic acid* (HEDTA) solution until the end point marked by the color change of the solution from *violet* to *scarlet*. From the analysis of standard thorium solution 1000 mg/L with the analytical solution volume of 25 mL (25 mg Th) measured thorium concentration of 955.177 mg/L with standard deviation (SD) of 20.124 mg/L, RSD of 2.107% and accuracy of 4.482%. While the result of analysis with 10 mL analytical solution volume (10 mg Th) thorium concentration measured equal to 976,720 mg/L, SD equal to 7,458 mg/L, RSD equal to 0,764% and accuracy equal to 2,286%. Thorium analysis results with titrimetric with analytical solution containing 10 mg Th more precision and has a higher accuracy than analytical containing 25 mg Th.

Keywords: Thorium content, titrimetric, precision, accuracy

I. PENDAHULUAN

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN) merupakan salah satu pusat di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) dengan tugas pokok melaksanakan perumusan dan pengendalian kebijakan teknis, pelaksanaan, pembinaan dan bimbingan di bidang pengembangan teknologi fabrikasi bahan bakar nuklir dan teknik uji radiometalurgi^[1].

Dalam rangka mendukung kegiatan litbang khususnya pengembangan bahan bakar nuklir berbasis thorium yang memungkinkan untuk dikembangkan, mengingat bahan bakar thorium memiliki beberapa kelebihan dibanding uranium. Beberapa kelebihan tersebut antara lain kandungan thorium di kerak bumi kira-kira 3 sampai 4 kali lebih banyak dari uranium (10 ppm berbanding 2,5 ppm), menghasilkan lebih sedikit limbah umur panjang, optimal digunakan di reaktor termal dan lebih resisten *proliferas*^[2]. Sehubungan dengan kegiatan tersebut diperlukan upaya pengembangan metoda analisis khususnya dalam analisis kadar thorium.

Selama ini analisis kadar thorium dilakukan menggunakan metoda gravimetri^[3]. Secara umum metoda gravimetri menguntungkan digunakan untuk analisis pada konsentrasi tinggi (%), tetapi tidak cocok untuk melakukan analisis thorium dengan kadar rendah (ppm)^[4]. Dengan demikian untuk analisis thorium kadar rendah perlu dilakukan dengan metoda lain. Salah satu metoda yang dapat digunakan adalah analisis secara titrasi (titrimetri). Kelebihan metoda titrimetri adalah mudah dikerjakan, tidak banyak memerlukan bahan kimia dan hasil yang diperoleh mempunyai ketelitian cukup tinggi. Salah satu metode titrimetri untuk analisis thorium yang digunakan untuk melakukan analisis thorium dalam kadar rendah adalah menggunakan titran *N*-(2-hydroxyethyl) ethylenediamine-*N,N',N'*-triacetic acid (HEDTA) dengan indikator 1,8 Dihydroxy-2-(4-sulfophenylazo)-naphthalene-3,6-disulfonic acid trisodium salt (SPADNS)^[5]. Pada kegiatan ini dilakukan analisis kadar thorium dengan metoda titrimetri.

Analisis kadar Thorium secara titrimetri menggunakan titran HEDTA dan indikator SPADNS dilakukan dengan cara mengatur pH larutan analit yang mengandung thorium antara 2,0 - 3,0 menggunakan NaOH selanjutnya ditambah indikator SPADNS kemudian dilakukan titrasi dengan HEDTA sampai titik akhir yang ditandai dengan perubahan warna dari *violet* (ungu) menjadi *scarlet* (merah).

Kandungan thorium dalam larutan analit dihitung dengan persamaan :

$$Ca = \frac{Vt \times Mt \times Ar \times K}{Va} \dots\dots\dots (1)$$

dengan,

- Ca : Konsentrasi thorium analit, mg/L
- Vt : Volume titran, mL
- Mt : Molaritas titran, mmol/mL
- Va : Volume analit, mL
- Ar : Massa atom relatif thorium, mg/mmol
- K : Konversi satuan volume, mL/L

Kegiatan analisis thorium dilakukan untuk menentukan nilai standar deviasi (SD), presisi dan akurasi yang merupakan parameter untuk menilai dari suatu metoda analisis. Deviasi standar untuk mengetahui konsistensi dari pengulangan pengukuran/pengujian dihitung menggunakan persamaan :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (2)$$

dengan,

- s : deviasi standar (simpangan baku)
- x_i : nilai pengukuran
- \bar{x} : nilai rata-rata pengukuran
- n : banyaknya pengukuran

Selain penentuan SD, juga dilakukan perhitungan presisi (keseksamaan). Keseksamaan adalah kedekatan hasil uji, cara memperoleh dengan pengukuran dari beberapa kali contoh/sampel yang homogen dalam kondisi yang normal.^[6] Nilai keseksamaan dihitung sebagai *Relative Standard Deviation (RSD)*. Keseksamaan yang baik dinyatakan dengan semakin kecil persen RSD. Kriteria seksama juga diberikan jika metode memberikan $RSD \leq 2\%$. Makin kecil nilai standar deviasi yang diperoleh, maka makin kecil pula nilai standar deviasi relatifnya. Nilai persen standar deviasi relatif dapat dihitung dengan mengikuti persamaan :

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

dimana,

RSD : *Relative Standard Deviation*

s : standar deviasi /SD/simpangan baku

\bar{x} : nilai rata-rata

keeksamaan dinyatakan dengan *presentase Relative Standard Deviasion* (%RSD) dengan batas-batas yang masih dapat diterima berdasarkan ketelitiannya.^[6] Tingkat ketelitiannya terdiri dari :

RSD ≤1% = sangat teliti

1% < RSD ≤ 2% = teliti

2% < RSD < 5% = ketelitian sedang

RSD > 5% = ketelitian rendah

Sedangkan akurasi (kecermatan) adalah kedekatan hasil uji antara hasil yang diperoleh dengan nilai sebenarnya (*true value*) atau dengan nilai referensinya^[6] yang dihitung dengan persamaan:

$$\text{Akurasi (\%)} = \frac{X_h - X_s}{X_s} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

dimana,

X_h : Nilai hasil yang diperoleh

X_s : Nilai sebenarnya

II. TATA KERJA

Bahan dan Alat

- a. Bahan yang digunakan adalah larutan standar thorium 1000 mg/L (SPEX) sebagai larutan analit, *N-(2-hydroxyethyl) ethylenediamine-N,N',N'-triacetic acid (HEDTA)* sebagai larutan titran; *1,8 Dihydroxy-2-(4-sulfophenylazo)-naphthalene-3,6-disulfonic acid trisodium salt (SPADNS)* sebagai indikator dan *sodium hydroxide (NaOH)* untuk mengatur pH larutan analit dan *aquadest* untuk pelarutan dan pengenceran.
- b. Alat yang digunakan adalah neraca analitik digital, pH meter digital, multi dosimat, spatula, pipet gondok, gelas piala, labu takar.

Cara kerja :**Pembuatan larutan HEDTA 0,01 M**

Serbuk HEDTA ditimbang sebanyak 2,8 g menggunakan neraca analitik digital, kemudian dilarutkan dalam gelas piala menggunakan *aquadest* dan diaduk hingga larut sempurna. Larutan dipindahkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditepatkan volumenya menggunakan *aquadest* sampai tanda batas.

Pembuatan larutan NaOH 1 M

Pelet NaOH ditimbang sebanyak 10 g menggunakan neraca analitik digital, kemudian dilarutkan dalam gelas piala menggunakan *aquadest* dan diaduk hingga larut sempurna. Larutan dipindahkan ke dalam labu takar 250 mL dan ditepatkan volumenya menggunakan *aquadest* sampai tanda batas.

Pembuatan Indikator SPADNS 0,02%

Serbuk SPADNS ditimbang sebanyak 0,02 g menggunakan neraca analitik digital, kemudian dilarutkan dalam gelas piala menggunakan *aquadest* dan diaduk hingga larut sempurna. Larutan dipindahkan ke dalam labu takar 250 mL dan ditepatkan volumenya menggunakan *aquadest* sampai tanda batas.

Titrasi standar thorium 1000 mg/L dengan HEDTA

Larutan standar thorium 1000 mg/L dipipet sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam gelas piala 100 mL. Kemudian pH larutan tersebut diatur dengan menambahkan larutan NaOH 1 M sampai pH 2,0 – 3,0 dikontrol menggunakan pH meter digital. Selanjutnya ditambahkan indikator SPADNS 2 – 3 tetes dan dititrasi menggunakan larutan titran HEDTA 0,01 M sampai titik akhir yang ditandai dengan perubahan warna larutan dari *violet* (ungu) menjadi *scarlet* (merah). Dengan cara yang sama dilakukan untuk volume analit sebanyak 10 mL.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis terhadap larutan standar thorium 1000 mg/L dengan volume 25 mL dapat dilihat pada Tabel 1 di bawah.

Tabel 1. Hasil analisis standar thorium 1000 mg/L volume 25 mL (25 mg Th)

No.	Volume larutan standar (mL)	Volume HEDTA 0,01 M (mL)	Konsentrasi Th (mg/L)
1	25	10,65	988,320
2	25	10,00	928,000
3	25	10,20	946,560
4	25	10,10	937,280
5	25	10,40	965,120
6	25	10,30	955,840
7	25	10,40	965,120
Rata-rata			955,177

Dari data hasil analisis pada Tabel 1 dihitung nilai standar deviasinya dengan menggunakan persamaan (2) diperoleh nilai SD sebesar 20,124 mg/L dan dihitung nilai simpangan baku relatif menggunakan persamaan (3) diperoleh RSD sebesar 2,107%. Batasan keberterimaan untuk RSD, metode analisis mempunyai ketelitian sedang apabila nilai RSD adalah $2\% < RSD, 5\%$. Dengan demikian maka metode analisis thorium dengan jumlah thorium yang dianalisis sebesar 25 mg cukup teliti. Selanjutnya dihitung nilai akurasi dengan menggunakan persamaan (4) diperoleh nilai akurasi sebesar 4,482%.

Hasil analisis terhadap larutan standar thorium 1000 mg/L dengan volume 10 mL dapat dilihat pada Tabel 2 di bawah.

Tabel 2. Hasil analisis standar thorium 1000 mg/L volume 10 mL (10 mg Th)

No	Volume larutan standar (mL)	Volume HEDTA 0,01 M (mL)	Konsentrasi Th (mg/L)
1	10	4,15	962,800
2	10	4,25	986,000
3	10	4,20	974,400
4	10	4,23	981,360
5	10	4,23	981,360
6	10	4,21	976,720
7	10	4,20	974,400
Rata-rata			976,720

Dari data hasil analisis pada Tabel 2 dihitung nilai standar deviasinya dengan menggunakan persamaan (2) diperoleh nilai SD sebesar 7,458 mg/L dan dihitung nilai simpangan baku relatif menggunakan persamaan (3) diperoleh RSD sebesar 0,764%. Batas keberterimaan metode analisis dikatakan sangat teliti apabila $RSD \leq 1\%$, dengan demikian analisis thorium dengan kandungan yang dianalisis 10 mg mempunyai hasil dengan ketelitian yang tinggi. Sedangkan nilai akurasi dihitung menggunakan persamaan (4) diperoleh nilai akurasi sebesar 2,286%.

Dengan melihat hasil analisis thorium secara titrimetri, ternyata dengan membandingkan banyaknya thorium dalam analit, maka hasil analisis dengan analit mengandung 10 mg Th lebih presisi dan akurat dibandingkan dengan analit mengandung 25 mg Th. Berikutnya perlu dilakukan analisis dengan parameter jumlah thorium dalam analit yang berbeda-beda, sehingga dapat menentukan jumlah thorium optimum dalam analit yang dapat memberikan hasil analisis dengan presisi dan akurasi yang tinggi.

IV. KESIMPULAN

Hasil analisis thorium secara titrimetri dengan analit mengandung 10 mg Th diperoleh nilai presisi: 0,764% dan akurasi: 2,286% sedangkan hasil analisis dengan analit mengandung 25 mg Th diperoleh nilai presisi: 2,107% dan akurasi: 4,482%.

Dengan melihat hasil tersebut maka metode analisis thorium dengan analit mengandung 10 mg Th lebih presisi dan mempunyai akurasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan analit mengandung 25 mg Th.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Peraturan Kepala BATAN No. 14 Tahun 2013
- [2] <https://warstek.com/2018/02/15/thorium/>
- [3] Syamsul Fatimah, Rahmiati, Yoskasih, Verifikasi Metoda Gravimetri untuk Penentuan Thorium, Majalah PIN No. 03 Tahun II, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, April 2009.
- [4] <https://kimia-analitik.blogspot.co.id/2016/05/analisis-gravimetri.html>

- [5] U.C. Maiwal and K. Srinivasulu, *Titrimetric Determination of Thorium with N-(2-Hydroxyethyl) ethylenediaminetriacetic Acid as Titrant and SPADNS as Indicator*, School of Studies in Chemistry, Vikram University, Ujjain, India, 1983
- [6] <https://dokumen.tips/documents/validasi-metode-analisis-vitamin-b12.html>