

PENGARUH PENAMBAHAN URANIUM PADA ANALISIS THORIUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS DENGAN PENGOMPLEKS ARSENAZO(III)

Boybul⁽¹⁾ dan Yanlinastuti⁽¹⁾

1. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir(PTBN)-BATAN

Kawasan Puspptek Gd 20, Serpong, 15314

Email : boybul@yahoo.com

(Makalah diterima : 24-8-2010, disetujui : 20-9-2010)

ABSTRAK

PENGARUH PENAMBAHAN URANIUM PADA ANALISIS THORIUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS DENGAN PENGOMPLEKS ARSENAZO(III). Telah dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh uranium pada analisis thorium secara spektrofotometri UV-Vis dengan pengompleks arsenazo(III). Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh uranium pada analisis thorium secara spektrofotometri UV-Vis. Untuk mengetahui pengaruh penambahan uranium, ditambahkan uranium standar dengan konsentrasi bervariasi mulai dari 0 ppm; 0.05 ppm; 0.1 ppm, 0.3 ppm, 1.0 ppm, 2.0 ppm dan 3.0 ppm kedalam larutan sampel thorium 2 ppm. Kedalam larutan contoh ditambahkan asam oksalat 5% dan arsenazo(III) 0.2% untuk membentuk senyawa kompleks thorium-arsenazo(III) yang berwarna biru. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 665 nm.. Hasil analisis thorium dalam sampel yang mengandung uranium terdapat penyimpangan berturut-turut 2,37%; 4,55%; 5,64%; 8,24%; 19,69%; 34,85% dan 50,18%. Dari hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi uranium di dalam sampel maka akan menaikkan serapan dan panjang gelombang kompleks thorium-Arsenazo(III) akan bergeser ke arah panjang gelombang kompleks uranium arsenazo, yaitu bergeser dari 665 nm menjadi 654 nm. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa penambahan uranium mempengaruhi analisis thorium pada analisis dengan metoda spektrofotometri UV-Vis dengan pengomplek arsenazo(III) apabila dalam larutan sampel thorium mengandung uranium.

Kata Kunci : Uranium, thorium, dan spektrofotometri UV-Vis.

ABSTRACT

INFLUENCE OF URANIUM ADDITION ON THE ANALYSIS OF THORIUM BY SPECTROPHOTOMETRIC METHOD. Research was conducted to determine the effect of uranium on thorium analysis by UV-Vis spectrophotometry with Arsenazo(III) complexing agent. The purpose of this study was to determine the effect of uranium on thorium analysis of UV-Vis spectrophotometry. To determine the effect of uranium, added to the standard uranium with concentrations ranging from 0 ppm; 0.05 ppm, 0.1 ppm, 0.3 ppm, 1.0 ppm, 2.0 ppm and 3.0 ppm into the sample thorium solution 2 ppm. Into a solution of oxalic acid 5% added to the sample and Arsenazo (III) 0.2% to form complex compounds of thorium-Arsenazo (III) is blue. Measurements were taken at 665 nm wavelength. Results of analysis of thorium in samples containing uranium are deviations respectively 2.37%, 4.55%, 5.64%, 8.24%, 19.69%, 34.85% and 50.18%. The results show that the greater the concentration of uranium in the sample, so it would raise complex wavelength absorption and thorium-Arsenazo (III) will be shifting toward the wavelength of the complex Arsenazo uranium, which is shifted from 665 nm to 654 nm. It can be concluded that the addition of uranium influence on the analysis of thorium analysis by UV-Vis spectrophotometric method with Arsenazo pengomplek (III) if the sample solution containing uranium thorium.

Keywords: Uranium, thorium, and UV-Vis spectrophotometry.

PENDAHULUAN

Thorium termasuk dalam unsur aktinida dengan nomor atom 90 dan nomor masa 232 serta merupakan elemen ke dua pada rangkaian actinida (5f) dalam tabel sistem periodik. Dalam keadaan murni thorium adalah suatu logam berwarna putih keabu-abuan, sedangkan uranium juga termasuk dalam unsur aktinida dengan nomor atom 92 dan nomor masa 238. Dengan nomor atom yang berdekatan maka sifat kimia dari kedua unsur ini hampir sama yaitu : (1) mudah membentuk senyawa kompleks ionik atau netral, (2) mempunyai panjang gelombang yang berdekatan (uranium 651.0 nm dan thorium 665.0), (3) U^{+4} terhidrolisis pada pH rendah dan uranium stabil pada bilangan oksidasi (VI) dengan membentuk UO_2^{+2} sedangkan thorium stabil pada bilangan oksidasi (IV), dan (4) uranium nitrat dan thorium nitrat mempunyai kelarutan yang tinggi dalam beberapa pelarut organik^[1]. Fakta ini menimbulkan dugaan bahwa kedua unsur ini akan saling mempengaruhi dalam menganalisis salah satu unsur tersebut menggunakan metoda spektrofotometri UV-Vis. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh uranium pada analisis thorium secara spektrofotometri UV-Vis. Untuk mengetahui pengaruh uranium tersebut ke dalam larutan sampel standar thorium ditambahkan larutan standar uranium dengan berbagai konsentasi, kemudian dilihat pengaruhnya terhadap panjang gelombang kompleks thorium-arsenazo(III) maupun konsentrasi hasil analisis thorium.

Metoda spektrofotometri UV-Vis adalah salah satu metoda analisis kimia untuk menentukan unsur logam, baik secara kualitatif maupun secara kuantitatif. Analisis secara kualitatif berdasarkan pada panjang gelombang yang ditunjukkan oleh puncak spektrum sinar ultra violet dan sinar tampak (190 nm s/d 800 nm), sedangkan analisis secara kuantitatif

berdasarkan pada penyerapan intensitas cahaya yang diserap oleh larutan kompleks unsur yang dianalisis. Intensitas ini sangat tergantung pada tebal tipisnya media dan konsentrasi unsur yang ada pada larutan kompleks tersebut. Pembentukan warna dilakukan dengan cara menambahkan bahan pengompleks yang selektif terhadap unsur yang ditentukan^[2]. Pada penentuan thorium dengan metoda spektrofotometri UV-Vis digunakan pengompleks arsenazo (III) 0,2%^[3], dimana thorium dalam senyawa nitrat bereaksi dengan Arsenazo(III) membentuk senyawa kompleks thorium-arsenazo yang berwarna biru kemerahan dengan panjang gelombang senyawa kompleks thorium-arsenazo 665,0 nm. Pembentukan senyawa kompleks terjadi pada pH 2,0 a/d 3,0 dengan penambahan asam oksalat.

Pengukuran konsentrasi cuplikan didasarkan pada hukum *Lambert-Beer*, yang menyatakan hubungan antara banyaknya sinar yang diserap sebanding dengan konsentrasi unsur dalam cuplikan, dengan rumus sebagai berikut^[4] :

$$A = \log I/I_0 \text{ atau } A = a.b.c$$

A = absorbansi

a = koefisien serapan molar

b = tebal media cuplikan yang dilewati sinar

c = konsentrasi unsur dalam larutan cuplikan

I_0 = intensitas sinar mula-mula

I = intensitas sinar yang diteruskan

Aplikasi rumus tersebut dalam pengukuran kuantitatif dilaksanakan dengan cara komparatif menggunakan kurva kalibrasi dari hubungan konsentrasi deret larutan standar dengan nilai absorbansinya. Konsentrasi cuplikan ditentukan dengan substitusi nilai absorbansi cuplikan ke dalam persamaan regresi dari kurva kalibrasi.

TATA KERJA

Bahan dan pereaksi

Bahan dan pereaksi yang digunakan adalah : air bebas mineral, larutan standar uranium 25 ppm, larutan standar thorium 25 ppm, larutan arsenazo(III), [0-(8-dihydroxy-3,6-disulfonaphthylene-2,7-bisazo)-bisbenzene-arsonic acid, disodium salt], 2 g/L: dilarutkan 0,2 g arsenazo(III) dalam air bebas mineral tambah 1 mL larutan sodium karbonat (Na_2CO_3 , 5 g/L), dalam labu takar 100 mL serta larutan larutan asam oksalat (50 g/L) yang dilarutkan dengan 5 g asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) dalam volumen labu takar 100 mL.

Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah : spektrofotometer UV-Vis lamda 15, alat-alat gelas kimia, pipet eppendorf, dan timbangan analitik.

Cara kerja

1. Pembuatan larutan kurva kalibrasi thorium

Larutan standar thorium 25 dipipet masing-masing ke dalam labu ukur 25 mL ppm sebanyak : 0 mL, 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL, dan 6 mL kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam oksalat dan 2 ml larutan arsenazo (III) 0.2% ke dalam masing-masing labu ukur dan tepatkan sampai batas, larutan dikocok dan didiamkan selama 15 menit sehingga pembentukan senyawa kompleks sempurna. Kemudian larutan dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665,0 nm^[1,4].

2. Pembuatan larutan sampel thorium

Larutan standar thorium 25 ppm sebanyak 2 mL dipipet masukkan kedalam labu ukur 25 mL sebanyak 7 buah, tambahkan larutan standar uranium 25 ppm masing-masing 0 mL, 0,05 mL, 0,1 mL, 0,3 mL, 1 mL, 2 mL, dan 3 mL, lalu ditambahkan 1 mL larutan asam oksalat dan 2 ml larutan

arsenazo (III) 0.2% ke dalam masing-masing labu ukur. Ditepatkan dengan air bebas mineral, larutan didiamkan selama 15 menit sehingga pembentukan senyawa kompleks sempurna. Larutan siap diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665,0 nm^[1,3].

3. Penentuan panjang gelombang optimum.

Alat diseting pada posisi nol dengan cara larutan blanko dimasukkan ke dalam dua buah cuvet lalu ditekan tombol *back corect* dan tombol *run*, setelah alat pada kondisi nol salah satu blanko tersebut di keluarkan, kemudian masukkan larutan standar thorium-arsenazo(III) 2 ppm pada posisi metoda *scan* maka *display* akan menampilkan spektrum panjang gelombang optimum untuk uranium dengan pengomplek arsenaz (III).

4. Pengukuran standard dan sampel.

Analisis larutan standar dengan variasi konsentrasi diukur untuk membuat kurva kalibrasi yaitu hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi, dan analisis kandungan sampel ditentukan dari nilai absorbansi yang diukur dan disubstitusikan ke dalam persamaan regresi yang dihasilkan dari kurva kalibrasi.

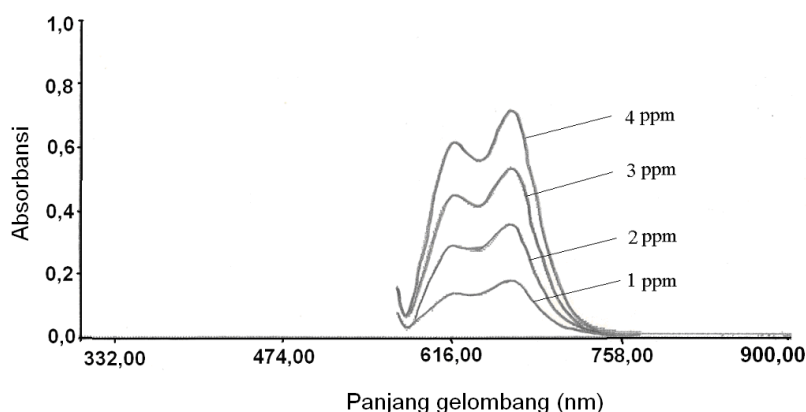
HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Penentuan panjang gelombang optimum.

Analisis penentuan panjang gelombang menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Hasil analisis dapat dilihat pada Gambar 1 dan Tabel 1. Hasil *scanning* larutan kompleks thorium-arsenazo(III) pada konsentrasi thorium 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm dan 4 ppm didapatkan bahwa panjang gelombang larutan tersebut ada perbedaan sedikit untuk masing-masing konsentrasi. Namun perbedaan tersebut tidak terlalu jauh, sehingga apabila diambil nilai rata-ratanya maka didapatkan panjang gelombang 664,9 nm, nilai panjang

gelombang ini hampir sama dengan yang direkomendasikan untuk larutan kompleks thorium-arsenazo(III) yaitu sebesar 665 nm⁽¹⁾.

Panjang gelombang tersebut dipakai untuk pengukuran konsentrasi thorium dalam larutan standar dan sampel.



Gambar 1. Gambar hasil *scanning* panjang gelombang optimum larutan kompleks thorium-arsenazo(III) pada berbagai konsentrasi

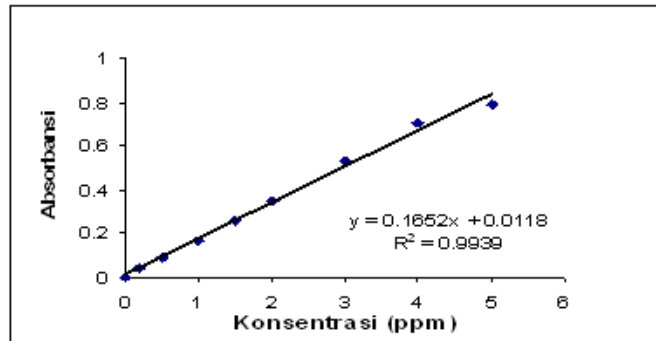
Tabel 1. Hasil *scanning* panjang gelombang optimum

Konsentrasi Th	Scanning λ (nm)	Absorbansi
1 ppm	664.5	0.178
2 ppm	664.9	0.355
3 ppm	665.2	0.534
4 ppm	665.2	0.715
Rata-rata	664.9	

2. Kurva kalibrasi thorium

Pada Tabel 1 di Lampiran 1 dan Gambar 2 tercantum data dari masing-masing larutan standar, nilai standar deviasi, presisi pengukuran cukup baik yang diperoleh dari nilai RSD secara keseluruhan berada dibawah 5%. Kurva kalibrasi dibuat dari hubungan antara konsentrasi masing-masing larutan deret standar dengan nilai absorbansinya dan

diperoleh seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. Persamaan dan koefisien regresi kurva kalibrasi ditentukan menggunakan metoda "*Least square*" dan didapatkan $y = 0,1652 x + 0,0118$ $R^2 = 0,9939$. Dengan menggunakan persamaan tersebut maka konsentrasi thorium dalam larutan sampel yang mengandung uranium dapat dihitung.

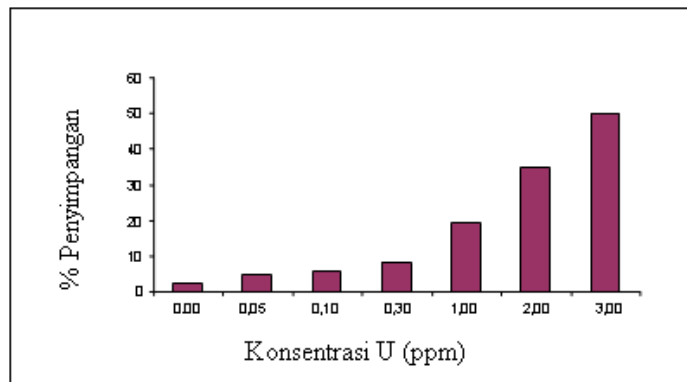


Gambar 2. Kurva kalibrasi thorium

3. Pengaruh uranium terhadap pengukuran thorium

Pengaruh uranium terhadap pengukuran thorium dengan metode spektrofotometri UV-Vis ditunjukkan pada Tabel 2 di Lampiran. Pada Tabe2 di Lampiran terlihat bahwa hasil pengukuran thorium dalam sampel tanpa keberadaan unsur uranium menghasilkan akurasi yang baik yaitu 97.633% atau dengan penyimpangan 2,367%. Bila dalam sampel yang ditambahkan uranium dengan

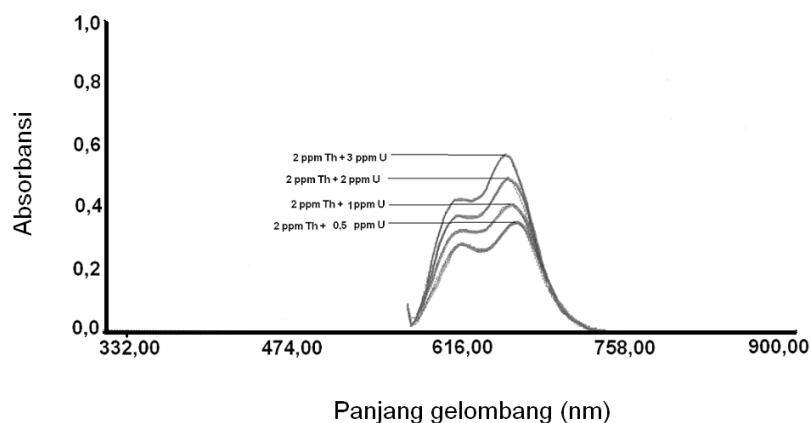
konsentrasi sebesar 0,05 ppm maka didapat penyimpangan hasil pengukuran thorium dalam sampel sebesar 4,545 %, sedangkan apabila ditambahkan uranium dengan konsentrasi 0.1 ppm dalam larutan sampel ternyata memberikan pengaruh yang cukup signifikan terhadap penyimpangan hasil pengukuran. Hal ini disebabkan bahwa semakin besar kandungan uranium yang ditambahkan ke dalam larutan sampel maka penyimpangan hasil pengukuran semakin besar.



Gambar 3. Pengaruh uranium pada analisis thorium

Pada Gambar 3 terlihat pengaruh berbagai variasi konsentrasi uranium dalam sampel thorium terhadap persentase penyimpangan hasil pengukuran, semakin tinggi konsentrasi uranium di dalam sampel akan menaikkan konsentrasi hasil analisis thorium sehingga mengakibatkan penyimpangan hasil analisis thorium semakin besar. Penyimpangan hasil analisis yang semakin besar tersebut

dikarenakan panjang gelombang yang dipakai untuk analisis adalah panjang larutan kompleks uranium-arsenazo(III) tanpa melihat pengaruh uranium dalam larutan kompleks tersebut. Pada kenyataannya adanya uranium dalam larutan sampel akan mempengaruhi panjang gelombang analisis dan juga akan menaikkan absorbansi hasil pengukuran.



Gambar 4. Hasil *scanning* panjang gelombang terhadap larutan 2 ppm Th dengan penambahan berbagai variasi uranium

Pada Gambar 4 terlihat puncak thorium 2 ppm dengan penambahan berbagai variasi konsentrasi uranium akan menaikkan tinggi puncak thorium atau menaikkan absorbansi larutan kompleks uranium-rasenazo(III), dimana semakin tinggi konsentrasi uranium di dalam sampel thorium semakin tinggi pula puncak yang didapatkan atau absorbansi semakin tinggi. Selain menaikkan absorbansi adanya uranium dalam larutan sampel thorium juga akan mempengaruhi panjang gelombang kompleks thorium arsenazo(III).

Pada Tabel 3 di Lampiran tercantum data hasil *scanning* panjang gelombang dan absorbansi dari masing-masing sampel campuran larutan kompleks thorium-arsenazo(III) yang mengandung uranium dengan berbagai konsentrasi. Adanya uranium didalam sampel mempengaruhi panjang gelombang thorium, dimana semakin banyaknya keberadaan uranium didalam sampel, panjang gelombang thorium akan bergeser ke arah panjang gelombang uranium. Hal ini disebabkan karena sifat kimia uranium dan thorium hampir sama dan termasuk dalam unsur aktinida

SIMPULAN

Dari hasil penelitian analisis mengenai pengaruh uranium terhadap analisis thorium

menggunakan metoda spektrofotometri uv-vis dengan pengomplek arsenazo(III), terbukti bahwa uranium berpengaruh terhadap analisis thorium, dimana semakin tinggi konsentrasi uranium didalam sampel akan menaikkan absorbansi sehingga konsentrasi thorium seolah-olah akan semakin tinggi dan panjang gelombang dari thorium akan bergeser mendekati panjang gelombang uranium. Persen kesalahan dari masing-masing campuran dengan konsentrasi uranium 0,05 ppm; 0,1 ppm; 0,3 ppm 1,0 ppm; 2,0 ppm; dan 3 ppm yang terdapat dalam larutan sampel adalah sebesar 4,545 %, 5,636 %, 8,242 %, 19,697 %, 34,848 % dan 50,182 %. Panjang gelombang untuk thorium arsenazo adalah 664,9 nm, dengan adanya penambahan variasi uranium didalam sampel maka panjang gelombang akan bergeser ke panjang gelombang uranium (651.0 nm), yaitu 664,5nm; 664,4 nm; 659,3nm; 655,9nm, dan 654,4nm. Berdasarkan hal tersebut maka untuk melakukan analisis thorium dalam sampel yang mengandung uranium dengan konsentrasi lebih besar dari 0,05 ppm menggunakan metoda spektrofotometri UV-Vis dengan pengomplek arsenazo(III), perlu terlebih dahulu dilakukan proses pemisahan thorium dan uranium.

DAFTAR PUSTAKA

1. ANONIM, ANNUAL BOOKS OF ASTM STANDARDS, (1992) . Standard Method for Chemical, Mass Spectrometric, Spectrochemical, Nuclear, and Radiochemical Analysis of Nuclear-Grade Uranyl Nitrate Solutions. Volume 12.01, Designation: C 799, YUSUF NAMPIRA (2009). Diktat coaching spektrofotometer UV-Vis. Maret Tahun 2009
2. ANONIM, PERKIN ELMER & Co Gmbh, (1992). Manual Operation UV-Vis Spentrometer", Lamda 15, April 1992.
3. A.I. VOGEL AND G.H. JEFFRY. (1989). Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis, First Edition, , page 469, 645.

LAMPIRAN

Tabel 1. Hasil pengukuran absorbansi standar thorium (λ 664.9 nm)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi					Rerata	SD	RSD%
	1	2	3	4	5			
0,0	0,000	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,000	0
0,2	0,041	0,041	0,041	0,041	0,041	0,041	0,000	0
0,5	0,091	0,090	0,090	0,090	0,090	0,0902	0,00045	0,496
1,0	0,171	0,172	0,171	0,171	0,171	0,1712	0,00045	0,261
1,5	0,262	0,261	0,261	0,261	0,261	0,2612	0,00045	0,171
2,0	0,351	0,351	0,351	0,351	0,351	0,351	0,000	0
3,0	0,530	0,530	0,530	0,530	0,530	0,530	0,000	0
4,0	0,709	0,709	0,709	0,709	0,709	0,709	0,000	0
5,0	0,793	0,792	0,793	0,793	0,793	0,7928	0,00045	0,056
6,0	0,558	0,557	0,556	0,556	0,556	0,557	0,00135	0,081

Tabel 2. Pengaruh uranium pada analisis thorium 2 ppm

Konsentrasi U, ppm	Absorbansi Rata-rata	Konsentrasi Thorium ppm	Penyimpangan %	Akurasi Uranium 2 ppm (%)
0,0	0,349	2,048	2,367	97,633
0,05	0,356	2,091	4,545	95,455
0,1	0,359	2,113	5,636	94,364
0,3	0,368	2,165	8,242	91,758
1,0	0,406	2,394	19,697	80,303
2,0	0,456	2,697	34,848	65,153
3,0	0,507	2,004	50,182	49,818

Tabel 3. Pengaruh uranium terhadap panjang gelombang thorium 2 ppm

Konsentrasi uranium (ppm)	Panjang gelombang uranium (nm)	Absorbansi maksimum thorium
0,0	664.9	0.349
0,05	664.5	0.353
0,1	664.4	0.358
0,3	659,3	0.416
1,0	655.9	0.492
2,0	654.6	0.573
3,0	654.4	0.574