

ANALISIS KUALITAS PEMISAHAN SKANDIUM-46 DAN TITANIUM MENGGUNAKAN KOLOM SILIKA GEL

Muhamad Basit Febrian, Yanuar Setiadi, Duyeh Setiawan, Titin Sri Mulyati, Nana Suherman

Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan – BATAN, Jalan Tamansari No. 71 Bandung
mbasitf@batan.go.id

ABSTRAK

ANALISIS KUALITAS PEMISAHAN SKANDIUM-46 DAN TITANIUM MENGGUNAKAN KOLOM SILIKA GEL. Pada penelitian ini telah dilakukan uji kualitas pemisahan campuran skandium dan titanium menggunakan sistem kolom silika gel. Sistem ini akan digunakan dalam pemisahan radioisotop medis ^{47}Sc dari target TiO_2 diperkaya. Sebanyak 20 mg TiO_2 dan 5 mg Sc_2O_3 dilarutkan menggunakan 0,5 mL pelarut HF 50% dengan pemanasan pada temperatur 60°C - 80°C selama 1 jam, kemudian ditambahkan 4,5 mL H_2O . Campuran Sc dan Ti dipisahkan dengan melewatkannya melalui kolom silika gel. Pada penentuan pelepasan skandium dari silika gel menggunakan radioperunut Sc-46, didapatkan data bahwa hanya $51,60 \pm 4,5\%$ dari 5 mg skandium yang dilewatkan dapat tertahan di dalam kolom silika gel. Dari 51,60% skandium yang terikat di dalam kolom, $99,8 \pm 0,3\%$ dapat dielusi dengan 5 mL eluen H_2O . Selama elusi skandium dari kolom silika gel tersebut, sekitar 2,81 gr dari 20 mg titanium target ikut terlepas. Pada penentuan pelepasan kembali titanium dari kolom, didapatkan data bahwa $55,47 \pm 3,5\%$ dari 20 mg Ti dapat dilepaskan dari kolom silika gel menggunakan eluen HCl 5M. Sementara sisa Ti dikeluarkan dengan 40 ml HCl 5M. Berdasarkan hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan masih terdapat sebagian titanium yang tidak terpisah dari skandium setelah pemisahan menggunakan kolom silika gel. Tahap pemurnian lebih lanjut menggunakan kolom silika gel yang baru, dapat memisahkan titanium yang ikut lolos bersama skandium.

Kata kunci : Pemisahan kolom, Skandium, Titanium, Silika Gel, Radioperunut Sc-46

ABSTRACT

ANALYSIS OF SEPARATION QUALITY OF SCANDIUM-46 AND TITANIUM USING SILICA GEL COLUMN. In this study, quality test of scandium and titanium mixture separation system using a silica gel column has been conducted. This system will be used in the separation of medical radioisotopes of ^{47}Sc from TiO_2 enriched targets. 20 mg of TiO_2 and 5 mg of Sc_2O_3 dissolved using 0.5 mL of 50% HF solvent with gentle heating at 60°C - 80°C for 1 hour then 4.5 mL H_2O was added. Sc and Ti mixture is separated by passing it through a column of silica gel. In the determination of scandium released from silica gel, Sc-46 radiotracer was used. Only $51.60 \pm 4.5\%$ of 5 mg of scandium could be retained in the silica gel column. From 51.60% of absorbed scandium in the column, $98.29 \pm 3.4\%$ were eluted with 5 mL of H_2O eluent. During elution of scandium from silica gel column, 2.81 grams of 20 mg of titanium came apart as breakthrough. In determination of recovery of titanium from silica gel, $51.76 \pm 5.5\%$ of the 20 mg Ti can be recovered from silica gel column using 5M HCl eluent, whereas remaining Ti were eluted using 40 ml of HCl 5M. Based on those result, it can be concluded that there are still titanium portion in scandium after the separation using a silica gel column. Further purification step using fresh silica gel column, can separate escaped titanium from scandium.

Keywords : Separation, Scandium, Titanium, Silica Gel, Radiotracer Sc-46

PENDAHULUAN

Endoradiotherapy atau *targeted radionuclide therapy* merupakan jenis terapi kanker dengan menggunakan biomolekul bertanda radioisotop dalam bentuk radiofarmaka yang secara selektif mengirimkan dosis terapi ke jaringan target sehingga tidak menyebar ke seluruh tubuh [1]. Radiofarmaka yang secara selektif masuk ke jaringan kanker ini merupakan salah satu cara terbaik untuk terapi kanker. Sementara itu *radiotheragnostic* merupakan

konsep *endoradiotherapy* menggunakan radiofarmaka yang identik secara kimia. Konsep *radiotheragnostic* dapat diwujudkan melalui (a) dua radionuklida dari unsur yang sama namun memiliki sifat pemancaran radiasi yang berbeda atau (b) satu radionuklida namun memancarkan dua jenis radiasi yang berbeda, seperti radiasi gamma untuk diagnostik dan radiasi beta untuk tujuan terapi [2].

Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan (PSTNT) BATAN memiliki salah satu tugas dan fungsi dalam pengembangan berbagai radionuklida

untuk berbagai aplikasi, termasuk radioterapi. Salah satu pengembangan terkini adalah pengembangan skandium-47 (^{47}Sc) dari hasil iradiasi target TiO_2 alam dan TiO_2 diperkaya isotop titanium-47. ^{47}Sc adalah radioisotop pemancar beta ($E_{\beta 1 \text{ max}} = 600 \text{ keV}$ dan $E_{\beta 2 \text{ max}} = 439 \text{ keV}$) dan pemancar gamma tunggal pada 159,38 keV serta memiliki waktu paro relatif singkat (3,35 hari). Radioisotop ^{47}Sc yang diproduksi dalam reaktor melalui reaksi inti (n,p) dari target titanium juga merupakan radioisotop bebas pengemban. Energi beta relatif rendah dimiliki oleh ^{47}Sc sehingga memiliki prospek untuk digunakan dalam terapi kanker yang mensyaratkan dosis radiasi rendah khususnya *radioimmunotherapy* dan *radiotheragnostic* dalam bentuk antibodi monoklonal dan antibodi bertanda radionuklida. Sedangkan energi gamma yang dimiliki ^{47}Sc yang mendekati E_γ dari $^{99\text{m}}\text{Tc}$ dapat dimanfaatkan sekaligus untuk diagnosis selama terapi berlangsung [3].

Radioisotop ^{47}Sc merupakan radioisotop *carrier free* yang dihasilkan melalui iradiasi target titanium baik alam maupun diperkaya Ti-47 melalui reaksi inti (n,p). Pada proses pembuatan radioisotop ^{47}Sc , radioisotop ^{47}Sc dapat dipisahkan melalui berbagai teknik pemisahan kimia, salah satunya adalah menggunakan teknik kromatografi kolom [4].

Berbeda dengan radioisotop ^{47}Sc , radioisotop ^{46}Sc yang merupakan analog dari radioisotop ^{47}Sc , merupakan radioisotop hasil aktivasi dari isotop alam Sc-45 melalui reaksi inti (n, γ) di reaktor nuklir. ^{46}Sc memiliki waktu waktu paro 83 hari dan merupakan pemancar γ dengan $E_\gamma = 889 \text{ KeV}$ dan 1121 keV. Berdasarkan sifat radiasinya, ^{46}Sc banyak digunakan sebagai radioperunut untuk mensimulasikan radioisotop ^{47}Sc [5,6]. Beberapa penelitian lain menggunakan ^{46}Sc sebagai radioperunut dalam penentuan perpindahan sedimen lautan [7].

Proses pemisahan ^{47}Sc dari target TiO_2 dilakukan dengan metode kromatografi kolom. Fasa diam yang digunakan adalah silika gel yang dimasukkan dalam kolom. Skandium dan titanium yang telah dilarutkan dalam HF akan tertahan bersamaan di dalam kolom kromatografi untuk selanjutnya ^{47}Sc dielusikan keluar dari kolom menggunakan eluen air. Setelah ^{47}Sc berhasil dipisahkan, titanium yang terikat di dalam kolom dikeluarkan menggunakan eluen HCl 5M [4].

Pada saat pelepasan ^{47}Sc menggunakan eluen air, Bokhari tidak mencantumkan titanium yang ikut terlepas. Adanya titanium yang ikut terlepas perlu diuji karena keberadaan titanium dalam sediaan radioisotop ^{47}Sc dapat mempengaruhi kualitas sediaan tersebut. Salah satu efek yang dapat terjadi akibat adanya pengotor dalam sediaan radionuklida adalah proses pembentukan kompleks yang akan terganggu. Terlebih lagi apabila pengotor dalam radionuklida tersebut adalah logam berat, maka harus

ada kajian toksikologi terhadap efek dari logam berat tersebut [8].

Dalam menentukan uji pelepasan titanium pada proses pemisahan radionuklida ^{47}Sc ini akan dilakukan secara uji dingin, dimana skandium dan titanium yang digunakan tidak diiradiasi. Titanium yang terlepas dari silika gel ditentukan menggunakan metode tidak langsung berdasarkan prinsip katalisasi dalam reduksi metilen blue yang dipantau menggunakan teknik spektrofotometri UV-Vis [9]. Sementara itu uji pelepasan skandium-47 dilakukan menggunakan analog dari radioisotop skandium-47 yaitu skandium-46.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat ukur dari bahan gelas merupakan alat ukur analitis *grade A* dan B. Spektrofotometer UV-Vis (Hitachi) merupakan spektrofotometer *double beam* dengan penunjuk absorptansi 3 angka di belakang koma. Pemanas dan pengaduk magnetik dari thermolyne®. Pencacah saluran tunggal (SCA) menggunakan dengan detektor Na(I)Tl, perangkat elektroforesis dan sumber tegangan buatan lokal dan *dose calibrator* dari Capintec. Boks proses tertutup dengan kecepatan alir udara 1 m³/detik yang merupakan fasilitas laboratorium Teknologi Proses Radioisotop PSTNT BATAN Bandung.

Bahan utama yang digunakan antara lain TiO_2 (E.Merck), Sc_2O_3 (E.Merck), HF (Merck), akuabides (IPHA), silika gel 200-400 mesh (Merck), HCl 25% (Merck), NaOH (E.Merck), Metilen Blue (Fluka), asam askorbat (Merck), dan asam asetat (Aldrich). Skandium-46 diperoleh dalam bentuk larutan $^{46}\text{ScCl}_3$ dan merupakan hasil proses iradiasi pada fasilitas iradiasi RSG-GAS Serpong dari target Sc_2O_3 sebanyak 50 mg. Target Sc_2O_3 hasil iradiasi dilarutkan dalam 20 mL larutan HCl 3N sehingga konsentrasi Sc total dalam larutan radioisotop adalah 0,017 M. Aktivitas jenis larutan pada saat digunakan adalah 12,50 mCi/mL, kemurnian radionuklida dan radiokimia dari ^{46}Sc berada di atas 99%. Penentuan KRK dilakukan menggunakan metode kromatografi kertas menaik dengan fasa diam whatmann 3MM dan fasa gerak 10 mM DTPA dan 10% ammonium asetat : methanol (1:1) [5].

Pelarutan TiO_2 dan Sc_2O_3

Sebanyak 20 mg (300 μmol) TiO_2 dan 5 mg (32,6 μmol) Sc_2O_3 dilarutkan dalam 0,5 mL larutan HF 28,9 M dengan pengadukan dan pemanasan rendah selama 1,5 jam dalam wadah polietilen dan dalam boks proses tertutup. Setelah larut dengan sempurna, ditambahkan 4,5 mL akuabides sehingga konsentrasi asam menjadi lebih encer. Sebanyak 20

μL (0,34 μmol) radioperunut Sc-46 dalam bentuk $^{46}\text{ScCl}_3$ dengan aktivitas 224 μCi ditambahkan ke dalam 5 mL larutan campuran TiO_2 dan Sc_2O_3 yang telah dibuat sebelumnya.

Pemisahan Titanium dan Skandium dalam Kolom Penukar Ion

Campuran larutan titanium dan skandium dimasukkan secara perlahan ke dalam sebuah kolom berisi 4 gram silika gel yang telah direndam dalam HCl 5M selama semalam. Sebanyak 5 mL eluat dari campuran larutan ini ditampung untuk masing-masing fraksi dengan volume 1 mL (selanjutnya disebut sebagai eluat pra-kolom).

Skandium dielusi keluar dari kolom silika gel menggunakan eluen akuabides dan ditampung dalam 5 fraksi dengan masing-masing fraksi berisi 2 mL eluat (selanjutnya disebut sebagai eluat skandium).

Titanium dielusi keluar dari kolom silika gel menggunakan eluen HCl 5M dan ditampung dalam 5 fraksi dengan masing-masing fraksi berisi 2 mL eluat (disebut sebagai eluat titanium).

Penentuan Skandium dalam Fraksi Eluat

Penentuan skandium dalam eluat pra-kolom, eluat skandium dan eluat titanium dilakukan dengan pengukuran aktivitas menggunakan *dose calibrator* pada *channel* Sc-46.

Penentuan Titanium dalam Fraksi Eluat

Pada percobaan penentuan titanium dalam eluat, tidak dilakukan penambahan radioperunut Sc-46 ke dalam larutan campuran skandium dan titanium. Penentuan jumlah titanium dalam eluat pra-kolom, eluat skandium dan eluat titanium dilakukan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis dipadukan dengan reaksi terkatalisis degradasi metilen blue oleh asam askorbat.

Pembuatan Reagen

Larutan metilen blue 0,1 mM disiapkan dengan melarutkan 0,036 gr metilen blue dengan akuabides dalam labu 1000 mL. Larutan asam askorbat 0,02 M disiapkan dengan melarutkan 0,88 gram asam askorbat dalam labu ukur 250 mL dengan akuabides sampai tanda batas.

Larutan stok standard titanium 0,02 M (1668 ppm) disiapkan dengan melarutkan 0,417 gr TiO_2 dalam 2,5 mL HF dengan pengadukan dan pemanasan rendah selama 1,5 jam dalam wadah polietilen dan dalam boks proses dengan sistem *ducting* yang memadai. Diamkan satu malam, kemudian larutan dipindahkan dalam labu ukur 250 mL dan ditepatkan dengan akuabides sampai tanda batas. Dari larutan stok standar tersebut dibuat larutan stok 100 ppm dan

50 ppm dengan pengenceran menggunakan akuabides.

Preparasi Larutan Standard dan Sampel

Kurva kalibrasi konsentrasi dibuat dengan melakukan pengukuran konsentrasi terhadap larutan standard yang dibuat dengan langkah sebagai berikut

2 mL metilen blue 0,1 mM dipipet ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan 1 mL buffer asetat pH 4, selanjutnya 1 mL larutan Ti 50 ppm dimasukkan ke dalam labu tersebut. Larutan ini selanjutnya menjadi larutan standard Ti 5 ppm. Campuran larutan ini ditambahkan akuabides sampai volume total menjadi sekitar 8 mL. Langkah selanjutnya menjadi langkah paling krusial yakni penambahan 1 mL asam askorbat 0,02 M. Setelah tetes terakhir dari asam askorbat tersebut dimasukkan ke dalam labu, pencatatan waktu dimulai, kemudian larutan ditepatkan sampai tanda batas labu. Tepat setelah pencatatan waktu mencapai 5 menit, pengukuran absorbansi dari larutan standard dilakukan.

Pembuatan standard dengan konsentrasi lainnya dilakukan seperti langkah di atas dengan perbedaan jumlah larutan Ti 50 ppm yang ditambahkan, yakni 2 mL, 3 mL dan 5 mL masing-masing untuk standard 10 ppm, 15 ppm dan 25 ppm. Larutan blanko dibuat dengan cara yang sama tanpa menambahkan larutan standard Ti.

Larutan sampel dibuat dengan cara yang sama seperti larutan standard setelah sebelumnya dilakukan pengaturan pH pada larutan stok sampel. Jumlah larutan sampel yang ditambahkan ke dalam labu 10 mL maksimum adalah 5 mL. Penentuan jumlah Ti dalam tiap sampel dilakukan berulang sebanyak 2 atau 3 kali tiap sampel.

Pengukuran Absorbansi

Absorbansi dari metilen blue ditentukan pada panjang gelombang maksimum 665 nm pada daerah sinar tampak. Adapun pembacaan absorbansi dilakukan berulang sebanyak 5 kali dan salah satunya digunakan dalam pembuatan kurva kalibrasi.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Selisih absorbansi blanko (A_b) terhadap absorbansi standard atau sampel (A_s), dinotasikan sebagai ΔA merupakan sinyal analitis jumlah Ti yang terdapat dalam larutan.

$$\Delta A = A_b - A_s \quad (1)$$

Nilai dari ΔA ini diplotkan terhadap jumlah (ppm) Ti (C_{Ti}) dalam standard kemudian ditarik dan dihitung persamaan garis *least square*-nya. Persamaan ini nantinya menjadi persamaan kurva kalibrasi

$$\Delta A = mC_{Ti} + \text{intersept} \quad (2)$$

Adapun m adalah nilai dari gradient kemiringan kurva yang melambangkan sensitivitas kurva. Nilai ini berkisar antara 0,008 – 0,015 [9].

Dari persamaan (2), maka konsentrasi sampel (C_s) dapat ditentukan apabila ΔA dari sampel telah didapatkan

$$C_s = \frac{(\Delta A - \text{intersept})}{m} \quad (3)$$

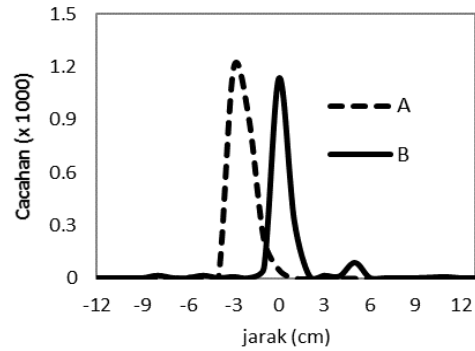
Penentuan Muatan Listrik Spesi Skandium-46 Menggunakan Elektroforesis Kertas

Muatan listrik spesi skandium-46 ditentukan menggunakan metode elektroforesis kertas. Sampel larutan skandium-46 ditetaskan tepat pada posisi nol pada kertas kromatografi kertas whatman 3 MM (2 cm x 38 cm) kemudian diletakkan dalam *chamber* elektroforesis dan dibasahi dengan larutan elektrolit HCl 0,02M. Elektroforesis dilakukan pada tegangan 350 V selama satu jam. Kertas elektroforesis kemudian dikeringkan dan dipotong setiap satu sentimeter kemudian dicacah menggunakan pencacah saluran tunggal (SCA) dengan detektor Na(I)TI [10].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Titanium dan skandium dilarutkan bersamaan menggunakan HF sebagai simulasi dari pealutan target titanium dan skandium-47 sebagai hasil dari reaksi inti (n,p) target titanium. Untuk mendeteksi keberadaan titanium dalam eluat pra-kolom, eluat skandium dan eluat titanium digunakan larutan $^{46}\text{ScCl}_3$ sebagai radioperunut dari skandium. larutan $^{46}\text{ScCl}_3$ yang digunakan memiliki kemurnian radiokimia memiliki kemurnian radiokimia 99%. Setelah dicampurkan ke dalam larutan campuran skandium non aktif dan titanium, terjadi perubahan persenyawaan dari $^{46}\text{ScCl}_3$ menjadi kompleks $^{46}\text{ScF}_3$ dan $^{46}\text{ScF}_4^-$. Perubahan persenyawaan ini terdeteksi melalui pemisahan elektroforesis kertas seperti ditunjukkan Gambar 1. Metode elektroforesis kertas adalah metode yang paling banyak digunakan untuk menentukan sifat fisiko kimia dari radioisotop terutama muatan dari spesi radioisotop walaupun telah banyak metode baru untuk menentukan muatan spesi tersebut [11].

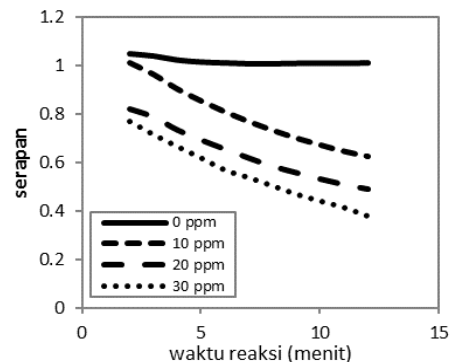
Pada Gambar 1, terlihat sebelum $^{46}\text{ScCl}_3$ ditambahkan ke dalam larutan campuran Sc dan Ti, puncak $^{46}\text{ScCl}_3$ berada pada jarak negatif 3 yang menandakan bahwa ^{46}Sc berada dalam bentuk spesi positif $^{46}\text{Sc}^{3+}$. Setelah $^{46}\text{ScCl}_3$ ditambahkan ke dalam campuran Sc dan Ti, maka $^{46}\text{ScCl}_3$ berubah menjadi spesi yang lebih negatif yakni ScF_3 yang ditandai dengan terdapatnya puncak pada 0 cm dan ScF_4^- ditandai dengan puncak pada 5 cm.



Gambar 1. Hasil pencacahan kertas elektroforesis (A) sampel $^{46}\text{ScCl}_3$ dan (B) sampel larutan campuran Sc dan Ti yang ditambahkan $^{46}\text{ScCl}_3$.

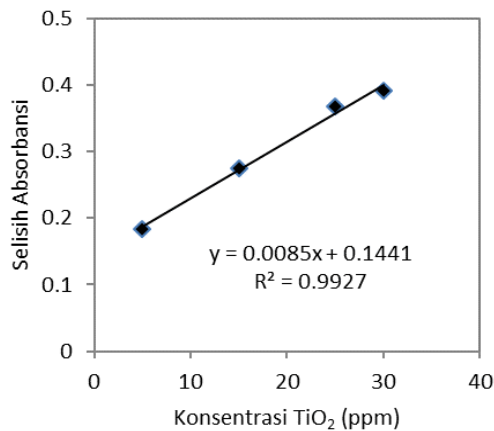
Penentuan Titanium menggunakan Spektrofotometri UV-Visible

Pada percobaan ini, seluruh eluen yang dihasilkan pada proses pemisahan Sc dan Ti, konsentrasi titanium diukur menggunakan teknik spektrofotometri UV-Vis melalui degradasi metilen blue. Teknik ini memanfaatkan reaksi degradasi metilen blue oleh asam askorbat yang secara spesifik dikatalisis oleh ion Ti. Semakin banyak ion Ti yang ditambahkan, degradasi metilen blue oleh asam askorbat akan semakin cepat ditandai dengan warna larutan metilen blue yang memudar dan serapan metilen blue pada panjang gelombang 665 nm semakin menurun. Hal ini dapat diamati pada Gambar 2 yang menunjukkan hasil pengukuran terhadap larutan metilen blue dan asam askorbat dengan variasi penambahan titanium, pengukuran absorbansi dilakukan tiap menit mulai menit ke-3 sampai menit ke-13.



Gambar 2. Pengaruh jumlah TiO_2 terhadap kecepatan degradasi metilen blue oleh asam askorbat.

Pada percobaan ini, penentuan titanium dalam larutan dilakukan sesuai prosedur yang dilakukan oleh Mousavi, yakni waktu reaksi selama 5 menit, pH sampel 4 dan penambahan buffer asetat pH 4 ke dalam sampel. Hubungan terbalik antara serapan larutan metilen blue pada panjang gelombang 665 nm terhadap jumlah Ti dalam larutan menjadi dasar analisis Ti dalam sampel menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pada percobaan ini diperoleh kurva kalibrasi pada rentang Ti 5 ppm sampai 25 ppm. Gambar 3 menunjukkan sumbu-y sebagai selisih antara absorbansi blanko dan absorbansi standar yang dipengaruhi oleh sumbu-x sebagai konsentrasi TiO_2 dalam standar.

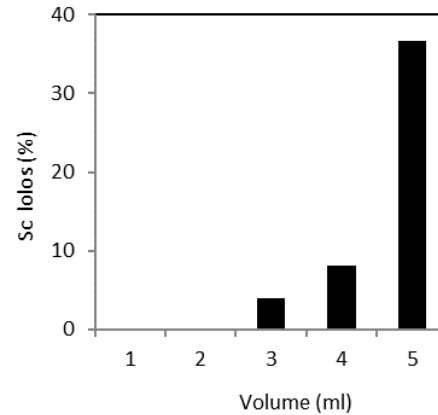


Gambar 3. Kurva kalibrasi selisih absorbansi dengan konsentrasi TiO_2 dalam deret standard.

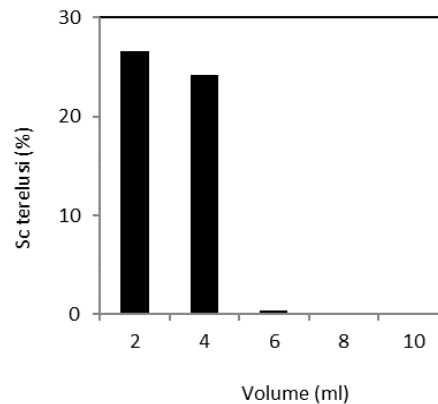
Pemisahan Skandium dan Titanium Menggunakan Kolom Silika Gel

Proses pemisahan skandium dan titanium diawali dengan penjeratan larutan campuran Sc dan Ti ke dalam kolom silika gel sembari dilakukan penampungan terhadap eluat sebanyak volume campuran yang dimasukkan (eluat pra-kolom). Dari 5 mL larutan campuran skandium dan titanium yang dimasukkan ke dalam kolom, tidak terdeteksi adanya Ti yang lolos, namun terdapat pelepasan dari skandium sebanyak $48 \pm 4,5\%$ dari total skandium yang dicampurkan seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.

Sebanyak 51,60 % atau 2,6 mg dari seluruh skandium yang ditambahkan dapat tertahan dalam kolom silika gel. Jumlah ini sudah melebihi perhitungan total berat dari skandium-47 yang mungkin terbentuk secara teoritis saat terjadi reaksi (n,p) terhadap 20 mg target Ti-47 diperkaya 95,7%. Secara perhitungan berat skandium-47 yang mungkin terbentuk berada dalam orde μg .



Gambar 4. Skandium yang lolos pada saat proses penjeratan dalam kolom silika gel, dideteksi sebagai radioperunut Sc-46 (replikasi 3x percobaan).

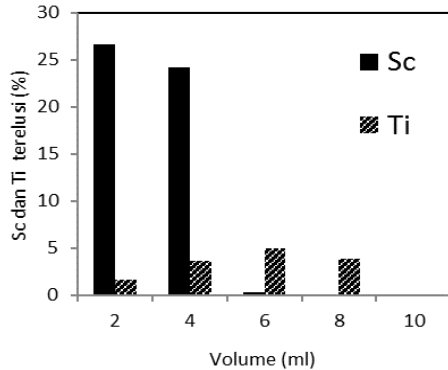


Gambar 5. Profil elusi skandium menggunakan eluen akuabides melalui kolom silika gel.

Gambar 5 menjelaskan profil elusi skandium dari kolom silika gel. Tahapan elusi pertama dilakukan menggunakan akuabides dengan tujuan untuk memisahkan skandium sedangkan titanium diharapkan tertahan dalam kolom silika gel. Profil elusi skandium dari kolom silika gel menggunakan eluen akuabides cenderung besar di fraksi awal dan terus menurun pada fraksi selanjutnya. Sifat kimia dan ukuran dari spesi skandium fluor menyebabkan skandium tidak terikat kuat dalam kolom dan mudah terelusi.

Dalam pemisahan skandium dan titanium yang ideal, diharapkan tidak ada titanium yang ikut terlepas saat skandium dikeluarkan dari kolom silika gel. Pada pengukuran yang dilakukan terhadap fraksi

eluat skandium, terdapat 2,81 mg (14,07 %) titanium yang ikut lolos sebagai TiO_2 . Keberadaan pengotor titanium ini menyebabkan larutan menjadi agak keruh karena titanium yang berikatan dengan oksigen membentuk TiO_2 yang sukar larut. Gambar 6 menunjukkan profil titanium yang lolos bersama skandium.



Gambar 6. Profil titanium yang ikut lolos bersama skandium pada elusi dengan akuabides.

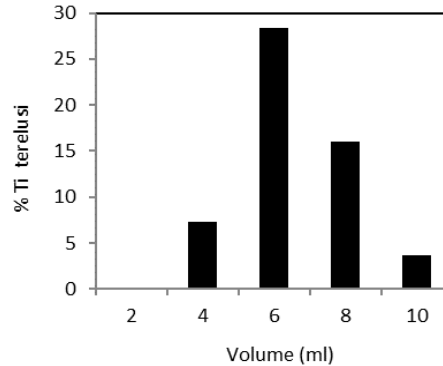
Penyebab lolosnya titanium bersamaan dengan skandium dapat disebabkan oleh pemilihan ukuran silika gel yang kurang tepat. Prinsip pemisahan menggunakan kromatografi kolom silika gel adalah prinsip kromatografi eksklusi, dimana komponen dengan ukuran lebih kecil akan teretensi lebih lama dalam kolom dibanding komponen yang berukuran lebih besar [12]. Skandium ($Z = 45$) memiliki jari-jari atom ataupun ion lebih besar dari pada titanium ($Z = 48$). Skandium akan terelusi lebih dahulu dibanding titanium, namun perbedaan ukuran ion keduanya tidak cukup besar sehingga dibutuhkan silika gel dengan ukuran partikel lebih kecil untuk memisahkan keduanya secara sempurna. Solusi lain supaya pemisahan skandium dan titanium lebih sempurna adalah melewati eluat skandium yang masih mengandung titanium melalui kolom silika gel baru, seperti yang dilakukan saat memisahkan ion-ion logam berat dengan kolom silika gel [13].

Penentuan Rekoveri Titanium Dari Kolom

Setelah seluruh skandium berhasil dielus dari kolom, tahapan selanjutnya adalah mendapatkan kembali (rekoveri) Ti yang tersisa di dalam kolom silika gel menggunakan eluen HCl 5M. Dengan perbedaan eluen ini diharapkan Sc dan Ti dapat dikeluarkan dari kolom secara terpisah.

Setelah penambahan eluen akuabides sebanyak 10 mL ke dalam kolom, total seluruh skandium yang dapat dikeluarkan sebesar $99,8 \pm 0,3$ %. Sementara itu titanium yang masih terikat dalam kolom adalah

sebesar 17,19 mg setelah 2,81 mg ikut terelusi dalam eluat skandium. Eluen HCl 5M ditambahkan ke dalam kolom silika gel untuk mengeluarkan Ti yang masih terikat di dalam kolom. Dari hasil analisis per fraksi eluat HCl 5M ini diperoleh karakteristik pelepasan Ti seperti Gambar 7.



Gambar 7. Profil elusi dalam upaya rekoveri Ti dari kolom silika gel menggunakan eluen HCl 5M.

Total Ti sebagai TiO_2 yang berhasil dikeluarkan menggunakan eluen HCl 5M adalah $11,09 \pm 0,7$ mg atau $55,47 \pm 3,5$ % dari total 20 mg Ti yang ditambahkan. Jika dijumlahkan dengan Ti *breakthrough* yang keluar bersama eluat skandium, maka total Ti sebagai TiO_2 yang keluar dari kolom silika gel adalah 13,90 mg atau 69,5 % dari 20 mg TiO_2 yang ditambahkan pada larutan campuran Sc dan Ti. Untuk mengeluarkan 6,1 mg Ti yang tersisa diperlukan eluen HCl 5M sejumlah 40 ml dengan jumlah Ti yang terdapat dalam tiap 1 ml fraksi berkisar antara 0,1 – 0,2 mg.

Tujuan dari rekoveri titanium yang terikat dalam kolom silika gel adalah mendapatkan kembali titanium yang tidak bereaksi dengan neutron saat aktivasi di dalam reaktor. Apabila target titanium yang digunakan berupa titanium diperkaya Ti-47, maka proses rekoveri sangat bermanfaat mengingat harga titanium diperkaya yang cukup tinggi.

KESIMPULAN

Pada percobaan ini berhasil diperoleh profil pelepasan skandium dan titanium dari kolom silika gel. Sebanyak $48 \pm 4,5$ % dari 5 mg skandium yang ditambahkan, lolos saat larutan campuran titanium dan skandium dilewatkan melalui kolom sehingga skandium yang tertahan dalam silika gel sebesar 51,60%. Hal ini menandakan kapasitas serap skandium dalam 4 gram silika gel adalah 2,6 mg. Adanya titanium yang ikut lolos (14,07% dari 20 mg) menandakan sistem kolom silika gel kurang sempurna dalam memisahkan Sc dan Ti. Pemurnian

skandium dari titanium yang masih lolos dapat dilakukan menggunakan kolom silika gel baru. Lebih dari separuh ($55,47 \pm 3,5\%$) titanium yang terikat dalam kolom dapat dikeluarkan kembali menggunakan 10 ml HCl 5M, sedangkan untuk melepaskan titanium yang tersisa memerlukan 40 ml HCl 5M. Sistem dan prosedur ini nantinya akan digunakan dalam pemisahan radioisotop medis ^{47}Sc dari target TiO_2 diperkaya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian ini antara lain Bp. Hambali dan Bp. Abidin dari PTRR BATAN, PRSG BATAN, siswa PKL SMK Al Falah Biru Garut dan siswa PKL SMK Bina Putra Nusantara Tasikmalaya.

DAFTAR PUSTAKA

1. M. Sathegke, *Targeted Radionuclide Therapy*, CME, 31: 289–294, 2013.
2. C. Müller, M. Bunka, S. Haller, U. Köster, V. Groehn, P. Bernhardt, N. Van Der Meulen, A. Türler, R. Schibli, dan T. Andreas, *Application of ^{47}Sc for Radionuclide Tumor Therapy in Mice*, J. Nucl. Med., 55:1658–1664, 2014.
3. M. Połosak dan A. Piotrowska, *Stability of ^{47}Sc -complexes with Acyclic Polyamino-Polycarboxylate Ligands*, J. Radioanal. Nucl. Chem., 295:1867–1872, 2013.
4. D. Pawlak, J.L. Parus dan R. Mikolajczak, *Evaluation of Possibilities for ^{47}Sc Production by Neutron Irradiation of ^{47}Ti and Consecutive Solid Phase Extraction Chromatography*, Institute of Atomic Energy POLATOM, 2010.
5. B. Onghena dan K. Binnemas, *Recovery of Scandium (III) from Aqueous Solutions by Solvent Extraction with the Functionalized Ionic Liquid Betainium Bis(tri fluoromethyl-sulfonyl)imide*, I&EC Research, 54:1887-1898, 2015.
6. T. H. Bokhari, A. Mushtaq, dan I. U. Khan, *Separation of No-carrier-added Radioactive Scandium from Neutron Irradiated Titanium*, J. Radioanal. Nucl. Chem., 2:389–393, Dec. 2009.
7. L. Moghaddam-Banaem, A. R. Jalilian, M. Pourjavid, A. Bahrami-Samani, M. Mazidi, dan M. Ghannadi-Maragheh, *Preparation and Quality Control of Scandium-46 Bleomycin*, Iran J Nucl Med, 20:19–24, 2012.
8. H. P. Aly dan M. A. Ei-Haggan, *Production of Carrier-free Scandium Radioisotopes from A Neutron-irradiated Potassium Titanium Oxalate Target*, Mikrochim. Acta, 4–8, 1971.
9. V.K. Sharma, H.J. Pant, H.B. Jagadeesh, A.S. Chalawadi, B. Kgirish dan Gursharan Singh, *Radiotracer Investigation for Bed-load Movement at New Mangalore Port*, Mangalore, India, Indian Journal Marine Sciences, 39:49-56, 2010.
10. S. Goswami, V. K. Sharma, J. S. Samantray, dan H. J. Pant, *Sediment Transport Investigation Near Sagar Island in Hooghly Estuary*, Kolkata Port, Kolkata, J. Radioanal. Nucl. Chem., 300:107–113, 2014.
11. R. Chakravarty, S. Chakraborty, A. Dash, dan M. R. A. Pillai, *Detailed Evaluation on the Effect of Metal Ion Impurities on Complexation of Generator Eluted ^{68}Ga with Different Bifunctional Chelators*, Nucl. Med. Biol., 40:197–205, 2013.
12. H. Z. Mousavi dan N. Pourreza, *Catalytic Spectrophotometric Determination of Titanium (IV) using Methylene Blue-Ascorbic Acid Redox Reaction*, J. Chinese Chem. Soc., 4: 750–754, 2008.
13. N. Zainuddin dan M. E. Sriyani, *Karakteristik Radiofarmaka ^{99m}Tc -Glutation*, J. Sains dan Teknol. Nukl. Indones., 13: 1–12, 2012.
14. S. L. Pentoney, R. N. Zare, dan F. Quint, *On-Line Radioisotope Detection for Capillary Electrophoresis*, Anal. Chem., 61:1642–1647, 1989.
15. H. G. Barth, B. E. Boyes, dan C. Jackson, *Size Exclusion Chromatography and Related Separation Techniques*, Anal. Chem., 70:251–278, 1998.
16. S. M. Wanjari, L. Deshmukh, dan L. J. Paliwal, *Chromatographic Separation of Heavy Metal Cations on a Silica gel-G*, Der Pharma Chem., 3:425–431, 2011.

TANYA JAWAB

Suyanti

- Pemisahan menggunakan kolom penukar ion banyak variable yang berpengaruh terhadap hasil pemisahan misalnya diameter kolom (panjang isian kolom), kecepatan elusi, dll. Tetapi dalam makalah/penelitian ini tidak dilakukan/tidak dipelajari hal-hal tersebut. Apa alasannya, padahal hasil pemisahannya relative belum baik.

Titin Sri Mulyati

- Tujuan penelitian ini adalah untuk memisahkan Sc dari Ti serta rekanan Ti dari kolom tersebut dan tidak menentukan efisiensi pemisahannya.