# SINTESIS DAN KARAKTERISASI RADIOISOTOP METIL BROMIDA-82 (CH<sub>3</sub> 82Br)

Duyeh Setiawan Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – Batan Jalan Tamansari No 71 Bandung, Telp. 022-2503997, E-mail: ayah@batan-bdg.go.id

#### **ABSTRAK**

Pada umumnya letak jaringan pipa penyalur di industri tersimpan di dalam tanah untuk keselamatan pipa maupun keindahan dan keserasian lingkungan. Namun masalah yang sering timbul yaitu adanya kebocoran dari dalam pipa yang sangat merugikan bahkan dapat terjadi pencemaran lingkungan apabila zat yang dialirkan dalam pipa tersebut merupakan zat yang berbahaya. Untuk mengetahui asal-usul dari kebocoran secara konvensional umumnya memerlukan waktu yang cukup lama bahkan kadang-kadang tidak mungkin dilakukan. Seiring berkembangnya aplikasi teknik nuklir dengan menggunakan radioisotop, maka beberapa masalah kebocoran secara tepat dapat diketahui. Radioisotop metil bromida-82 disintesis melalui reaksi dimetil sulfat (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan kalium bromida (K<sup>82</sup>Br) dalam lingkungan asam sulfat. Kondisi optimum sintesis senyawa CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br pada suhu reaksi pemanasan 80 °C selama satu jam, diperoleh perbandingan mol (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: KBr = 1 : 2 dengan rendemen 81,08% dan persen penandaan sebesar 33,96 %. Karakterisasi kromatografi gas-spektrometer massa menunjukkan senyawa metil bromida hasil sintesis mempunyai pola spektrum yang mirip dengan standar. Senyawa metil bromida yang diperoleh berbentuk cair yang jernih mempunyai titik didih 3,5 °C sesuai literatur.

Kata kunci: sintesis, radioisotop, metilbromida-82, industri, minyak

# SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION RADIOISOTOPE OF METHYL BROMIDE-82 (CH. 82 Br)

### **ABSTRACT**

General pipe networking in industry is placed under ground for the safety reason of pipe and also beauty of environment compatibility. Problem often arisen the existence of leakage from the pipe which very harmed even happened contamination of environment if substances which conducted in the pipe is dangerous substances. In order to detect the leakage conventionally need sufficient time even sometime not possible to be done. Expanded nuclear technique application using radioisotope, hence some leakage problems in knowable precise. Radioisotope of methyl bromide-82 can be synthesized through bromination reaction of dimethyl sulfate  $(CH_3)_2SO_4$  with potassium bromide  $(K^{\$2}Br)$  in sulfuric acid. Optimal condition of synthesize methyl bromide-82 at warm-up temperature 80°C in one hour, which is obtained by ratio of  $(CH_3)_2SO_4$ : KBr = 1:2 with yield 81.08 % and percentage of labelled activity is 33.96 %. Characterization of gas chromatography - mass spectroscopy showed that methyl bromide compound result of synthesis has spectrum looking like standard. Methyl bromide compound obtained is in form of clear liquid has boiling point is 3.5°C according to literature.

Key words: Synthesis, radioisotope, methylbromide-82, industry, oil

## **PENDAHULUAN**

Bagi sementara golongan masyarakat, radioisotop dan reaktor nuklir dianggap sebagai benda berbahaya yang kehadirannya harus dihindari. Radioisotop sebagai unsur yang mempunyai sifat memancarkan radiasi memang berpotensi berbahaya bagi manusia apabila penanganannya tidak mengikuti aturan dan ketentuan tentang proteksi radiasi (Anjar, 2008). Namun apabila radioisotop ini didayagunakan dengan memperhatikan aturan dan ketentuan tentang proteksi radiasi, maka manfaatnya bagi manusia, masyarakat, dan pembangunan negara

adalah sangat besar (Razak, 1999). Teknik dengan mendayagunakan radioisotop merupakan teknik alternatif terhadap teknik konvensional yang sudah digunakan dalam berbagai bidang (Israil, *et al*, 2006; Nair, 1986).

Negara-negara maju telah mengembangkan teknik radioisotop sejak 50 tahun yang lampau. Nuklir dapat dimanfaatkan untuk kesejahteraan umat seperti di bidang industri minyak bumi (Pandev, et al, 2001). Peranan teknik nuklir dalam memecahkan permasalahan kebocoran dari dalam pipa yang sangat merugikan bahkan dapat terjadi pencemaran lingkungan apabila zat yang dialirkan dalam pipa tersebut merupakan zat yang berbahaya.

87 Duyeh Setiawan

Untuk mengetahui asal-usul dari kebocoran secara konvensional umumnya memerlukan waktu yang cukup lama bahkan kadang-kadang tidak mungkin dilakukan. Dengan berkembangnya aplikasi teknik nuklir dengan menggunakan radioisotop sebagai perunut, maka beberapa masalah kebocoran dengan mudah dapat terdeteksi bahkan letak dari kebocoran secara tepat dapat diketahui. Hal ini dimungkinkan karena pemanfaatan radioisotop yang memancarkan radiasi dapat bersenyawa dengan materi yang mengalir dalam pipa, dimana pancaran radiasi tersebut dapat menembus dan dideteksi sehingga kebocoran dapat diketahui. Pemilihan radioisotop untuk menentukan kebocoran pipa minyak harus disesuaikan dengan materi yang mengalir di dalam pipa atau tanah. Oleh karena yang mengalir dalam pipa adalah minyak (zat cair) maka radioisotop harus dipilih dalam bentuk senyawa yang dapat menyatu atau larut dalam minyak. Salah satu contoh radioisotop sebagai perunut radioaktif yang digunakan untuk mengetahui kebocoran pipa minyak adalah radioisotop dalam bentuk senyawa metil bromida-82 (CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br).

Keuntungan pemakaian perunut radioaktif adalah dapat dideteksi dengan mudah pada konsentrasi rendah, sangat kecil diabsorpsi oleh bahan matriks reservoir, mudah larut dalam minyak dan biaya relatif murah (Setiawan, 2007). Pembuatan perunut radioaktif dapat dikerjakan dengan mudah, sederhana, ekonomis dan handal. Teknik penentuan sumber kebocoran dilakukan dengan menginjeksikan perunut radioaktif ke dalam pipa minyak, kemudian memantau keradioaktifannya memakai alat pencacah yang dilengkapi dengan detektor, maka dapat diketahui sumber kebocoran.

Selama ini perunut radioaktif yang digunakan adalah senyawa CH<sub>3</sub><sup>131</sup>I dan <sup>58</sup>Co-EDTA (Setiawan, 2005). Terbatasnya senyawa tersebut untuk kebutuhan perunut radioaktif dalam bidang industri, maka harus dicari cara alternatif seperti sintesis dan karakterisasi radioisotop CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br. Oleh karena itu perlu adanya suatu penelitian untuk sintesis dan karakterisasi CH382Br yang dapat diproduksi di dalam negeri sehingga akan menghemat devisa negara. Dalam penelitian ini dilakukan percobaan melalui parameter perbandingan stoikiometri dan suhu reaksi optimum dari sintesis senyawa metil bromida-82 (CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br). Perolehan rendemen dan persentase penandaan akan dijadikan prosedur tetap untuk sintesis radioisotop CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br sebagai perunut radioaktif untuk pelayanan di bidang industri.

## **BAHAN DAN METODE**

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini semuanya buatan *E.merck* dalam tingkat analisis yaitu kalium bromida (KBr), dimetil sulfat

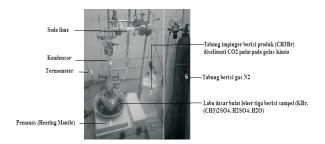
((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), parafin, sodalime, gas nitrogen (N<sub>2</sub>), karbon dioksida (CO<sub>2</sub>)<sub>(s)</sub>, air (H<sub>2</sub>O), dan radioisotop brom-82 (K<sup>82</sup>Br) buatan PTNBR-BATAN Bandung. Sedangkan alat yang digunakan yaitu neraca analitis, pemanas (*Thermolyne*) merek Nuova II, pengukur tekanan gas, *pengaduk magnetik*, perangkat pembuat karbondioksida padat merek SCA Thermosafe-475 *polyfoam packers*, reaktor nuklir BATAN, kromatogrfi Gas-Spektroskopi Massa merek Shimadzu QP 5050 A, dan *dose calibrator* merek Deluxe Isotope Calibrator II. Alat gelas yang digunakan yaitu labu dasar bulat leher tiga, gelas kimia, gelas ukur, tabung *impinger*, *adapter*, pipet volum, botol vial, pipet tetes dan termometer.

# Sintesis Metil Bromida non radioaktif, CH<sub>3</sub>Br Variasi dimetil sulfat (CH<sub>3</sub>),SO<sub>4</sub>

Sebanyak 62,8876 gram KBr dilarutkan dengan 100 mL H<sub>2</sub>O, kemudian larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga (pekerjaan diulang sebanyak 8 kali). Kemudian ditambahkan (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang divariasikan mulai 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 mL, lalu masing-masing ditambahkan 6 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Selanjutnya labu yang berisi larutan, dipasang dengan alat distilasi (Gambar 1). Gas N<sub>2</sub> dialirkan melalui sistem secara kontinu dengan kecepatan sedikit gelembung per menit. Sistem dalam keadaan tertutup, tabung impinger penampung produk diselimuti atau direndam dengan CO<sub>2</sub> padat (-25 °C). Kemudian labu ditempatkan dalam penangas yang berisi parafin untuk mengatur suhu pemanasan sampai suhu 80 °C sambil reaksi tetap teraduk dengan magnetic stirrer selama satu jam. Selanjutnya pemanasan dan aliran gas N, dihentikan. Lalu katup masuk dan katup keluar pada tabung impinger ditutup, filtrat hasil sintesis dipindahkan ke botol vial dan ditimbang untuk dihitung rendemennya (dibandingkan dengan perhitungan stoikiometri).

#### Variasi Suhu

Sebanyak 23,8 gram (0,2 mol) KBr dilarutkan dengan 46 mL H<sub>2</sub>O dan dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang diikuti dengan penambahan 10 mL (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 6 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (pekerjaan diulang sebanyak 5 kali). Selanjutnya labu yang berisi larutan, dipasang dengan alat distilasi (Gambar 1). Gas N<sub>2</sub> dialirkan melalui sistem secara kontinu dengan kecepatan sedikit gelembung per menit. Sistem dalam keadaan tertutup, tabung *impinger* penampung produk diselimuti atau direndam dengan CO<sub>2</sub> padat (-25 °C).



Gambar 1. Peralatan sintesis metil bromide

# Sintesis Metil Bromida radioaktif, CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br

Senyawa K<sup>81</sup>Br sebanyak 10 gram diiradiasi dalam fasilitas CIP Reaktor Serba Guna BATAN dengan fluks neutron lebih dari 10<sup>14</sup> n/cm<sup>2</sup>detik selama 5 hari. Radioaktif K82Br yang terbentuk dilarutkan dengan air sebanyak 25 mL, kemudian K<sup>82</sup>Br hasil iradiasi diukur aktifitasnya dengan *dose* calibrator dan mempunyai aktivitas 675 mCi. Kemudian K<sup>81</sup>Br non-radioaktif sebanyak 23.8 gram (0,2 mol) dicampur dengan K<sup>82</sup>Br radioaktif sebanyak 1mL dilarutkan pada 46 mL H<sub>2</sub>O dan dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang diikuti dengan penambahan 10 mL (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 6 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, dan 10 mL H<sub>2</sub>O. Gas N<sub>2</sub> melewati sistem secara kontinu dengan kecepatan 20 gelembung per menit. Sistem dalam keadaan tertutup, botol vial penampung produk diselimuti dengan CO, padat. Penangas yang berisi parafin dipanaskan sampai suhu 80 °C sambil reaksi tetap teraduk dengan magnetic stirrer selama satu jam. Pemanasan dan aliran gas N, dihentikan. Botol vial ditutup rapat lalu CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br yang terbentuk diukur aktifitasnya dengan dose calibrator.

#### Karakterisasi Metil Bromida non radioaktif

Karakterisasi Metil Bromida non radioaktif menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa

Alat kromatografi gas (Gambar 2) dikondisikan pada tekanan kolom 100 kPa, suhu kolom 40 °C, suhu detektor 100 °C, dan suhu injektor 60°C. Sampel gas sebanyak 10  $\mu$ L dimasukkan ke dalam gerbang suntik. Lalu didapat kromatogram dengan waktu analisa 8 menit.



Gambar 2. Peralatan kromatografi gas-spektroskopi massa

## Pengukuran Titik Didih Metil Bromida

Metil bromida non radioaktif hasil sintesis dalam bentuk cair dimasukkan ke dalam gelas kimia, lalu diukur titik didihnya menggunakan termometer, pada keadaan suhu konstan merupakan titik didih senyawa metil bromida.

# Pengukuran Aktifitas Yield Metil Bromida radioaktif, CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br

Pengukuran konsentrasi atau aktivitas radioaktif metil bromida-82 dengan cara diukur menggunakan *dose calibrator*; pada keadaan sebelum reaksi (K<sup>82</sup>Br) dan setelah reaksi (CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br). Lalu selisih aktivitas brom-82 hasil reaksi sebelum dan sesudah reaksi, merupakan aktifitas *yield* metil bromida-82.

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

# Sintesis dan Karakterisasi Metil Bromida Non Radioaktif

Pembuatan metil bromida dapat dilakukan melalui dua cara sintesis, pertama dapat melalui jalan substitusi metanol dan yang kedua dapat melalui brominasi dimetil sulfat dengan bantuan katalis asam. Penelitian sintesis metil bromida yang dilakukan dengan cara proses brominasi dimetil sulfat yang mengacu pada prosedur yang telah dilakukan sebelumnya (Nair, 1986), namun dilakukan variasi suhu dan variasi perbandingan mol dimetil sulfat terhadap kalium bromida untuk mendapatkan kondisi optimum. Alat yang digunakan untuk pembuatan metil bromida merupakan modifikasi dari alat sebelumnya untuk mendapatkan hasil yang optimum. Metil bromida yang telah disintesis kemudian diukur titik didihnya dan dikarakterisasi menggunakan instrumen Gas *Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS).

Untuk mendapatkan kondisi optimum pada sintesis senyawa metil bromida, dilakukan variasi perbandingan mol dimetil sulfat terhadap kalium bromida dan diperoleh data seperti yang dirangkum dalam Tabel 1.

Tabel 1. Variasi mol dimetil sulfat terhadap kalium bromida pada proses sintesis metil bromida

(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (mmol)	KBr (mmol)	CH <sub>3</sub> Br (mmol) percobaan	CH <sub>3</sub> Br (mmol) teoritis	Rendemen (%)
52,5	527,2	15,64	527,2	3,00
105,0	527,2	29,54	527,2	5,60
157,5	527,2	59,08	527,2	11,20
210,0	527,2	207,15	527,2	39,30
262,5	527,2	292,66	527,2	55,51
315,0	527,2	164,06	527,2	31,12
367,5	527,2	159,88	527,2	30,32
420,0	527,2	74,03	527,2	14,04

89 Duyeh Setiawan

Tabel 1 menunjukkan bahwa hasil variasi mol dimetil sulfat didapat rendemen metil bromida terbanyak sebesar 55,51% pada perbandingan mol dimetil sulfat terhadap kalium bromida yaitu 1:2, sebagai perbandingan mol optimum (menurut Nair, 1986 diperoleh rendemen 45 %). Persentase rendemen didapat dari perbandingan antara jumlah mol metil bromida hasil percobaan dengan jumlah mol metil bromida secara teoretis dikalikan 100%. Reaksi yang berlangsung pada sintesis metil bromida yaitu,

 $2KBr + (CH_3)_2SO_4 \xrightarrow{H_2SO_4} 2CH_3Br + K_2SO_4$ 

Variasi suhu dilakukan untuk mendapatkan suhu optimum, hasilnya dapat dilihat pada Tabel 2

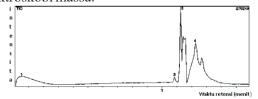
Tabel 2. Variasi suhu pada proses sintesis metil bromida

Suhu (°C)	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> S O <sub>4</sub> (mmol)	KBr (mmol)	CH <sub>3</sub> Br (mmol) percoba an	CH <sub>3</sub> Br (mmol ) teoriti	Rende men (%)
5 0	105,6	211,4	3 8,6	21 <sup>8</sup> 1,4	1 8,2 6
60	105,6	211,4	46,2	211,4	21,88
70	1 05 ,6	211,4	70,9	211,4	3 3,5 5
80	1 05 ,6	211,4	171,35	211,4	8 1,0 8
90	1 05 ,6	211,4	49,3	211,4	23,36

Tabel 2 menunjukkan hasil rendemen metil bromida pada variasi suhu, rendemen produk terbanyak sebesar 81,08 % pada reaksi dengan suhu 80 °C. Suhu < 80 °C reaksi brominasi dengan dimetil sulfat dalam suasana asam sulfat belum menunjukkan rendemen optimum disebabkan reaksi kesetimbangan yang belum tercapai, sedangkan pada suhu > 80 °C terbentuk senyawa lain seperti alkena yang akan mengakibatkan menurunnya rendemen yang terjadi (Idris, 1990).

Oleh karena senyawa metil bromida berbentuk gas pada suhu ruang (27 °C), maka untuk menjaga supaya tetap dalam keadaan bentuk cair digunakan karbondioksida padat (-25 °C). Karbondioksida cair pada suhu ruang (27 °C) dan tekanan diatas ~1000 atm, maka diperoleh karbondioksida berbentuk padat.

Metil bromida hasil percobaan pada suhu optimum dan perbandingan mol optimum dikarakterisasi menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS), hasil kromatogram seperti ditunjukkan pada Gambar 3 dan Gambar 4 adalah spektra hasil spektroskopi massa.

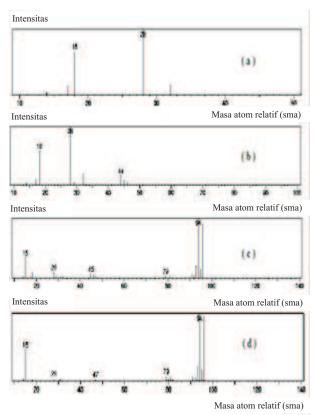


Gambar 3. Kromatogram metil bromida dengan teknik GC-MS (Kondisi alat: suhu kolom 40 °C, gas pembawanya nitrogen, dan waktu retensi delapan menit).

Kuantitas relatif (% area) kromatogram GC merupakan perbandingan luas puncak suatu komponen tertentu dengan jumlah luas seluruh puncak yang muncul pada kromatogram dalam persen. Gambar 3 menunjukkan empat puncak yang terpisah dan masing-masing diuraikan menurut hasil spektroskopi massa sebagai berikut:

Gambar 4 (a) mempunyai kuantitas relatif sebanyak 11,48%, menunjukkan dua puncak dengan intensitas yang tinggi, yaitu dengan harga m/z 28 dan m/z 18. Kemungkinan kedua ion ini adalah gas pembawa pada proses sintesis metil bromida. Pada m/z 28 merupakan nitrogen (N<sub>2</sub>) dan m/z 18 merupakan air (H<sub>2</sub>O).

Gambar 4 (b) mempunyai kuantitas relatif sebanyak 1,61 %, menunjukkan dua puncak yang sama seperti Gambar 4 (a). Gas nitrogen ini merupakan gas pembawa yang terbawa oleh sampel sehingga memiliki waktu retensi yang lebih lama, yaitu pada waktu retensi 1,1 menit dibandingkan gas pembawa yang teridentifikasi pada puncak satu di kromatogram yaitu 0,5 menit.



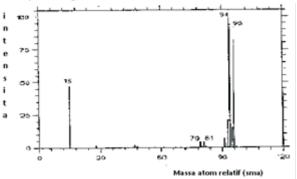
Gambar 4. Spektra hasil spektroskopi massa dari kromatogram Gambar 3: (a) puncak satu; (b) puncak dua; (c) puncak tiga dan (d) puncak

Gambar 4 (c) mempunyai kuantitas relatif sebanyak 36,17 %, menunjukkan lima puncak dengan intensitas yang berbeda-beda. Hasil spektra massa dari senyawa ini tidak menunjukkan satu puncak ion molekul pada m/z = 94,9 karena terurai menjadi fragmen berupa ion, sebagai gantinya diamati dua puncak, satu puncak pada m/z = 94 ( $^{79}$ Br)

dan puncak lainnya pada m/z = 96 (81 Br). Hal ini disebabkan karena atom bromida mempunyai dua isotop di alam (<sup>79</sup>Br dan <sup>81</sup>Br). Brom yang terdapat di alam terdiri atas campuran 55,5% <sup>79</sup>Br dan 45,5% 81Br dengan demikian akan memberikan dua puncak kembar yang berjarak dua satuan massa atom pada spektrum massanya dengan perbandingan 1:1 untuk intensitasnya. Partikel yang mengandung isotop bermassa rendah (<sup>79</sup>Br) dianggap sebagai ion molekulnya, sedangkan puncak yang lain (81Br) disebut M+2 (ion molekul ditambah dua satuan massa atom). Metil bromida yang ditabrak oleh elektron berenergi tinggi, salah satu elektron valensinya akan lepas. Hasilnya adalah suatu radikal ion, suatu spesi dengan satu elektron tidak berpasangan dan muatan +1. Radikal ion yang terbentuk berharga m/z = 15 merupakan radikal metil karena lepas dari brom.

Gambar 4 (d) mempunyai kuantitas relatif sebanyak 50,75 %, menunjukkan puncak yang serupa dengan Gambar 4 (c). Pola fragmentasinya seperti di diuraikan dibawah ini (Silverstein, *et al.*, 1999, Supratman, 2007):

Hasil kromatogram diperkuat dengan data spektra massa dari komponen-komponen yang terdapat pada puncak dan dibandingkan dengan *library* (*database* spektra massa di komputer). Spektra dari sampel dapat dibandingkan dengan spektra pada standar metil bromida, yang menunjukan pola puncak yang sama. Spektra standar acuan seperti ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektrum massa metil bromida standar (Eide, 2009).

Penentuan kemurnian metil bromida hasil percobaan dengan cara mengukur titik didih, karena metil bromida mempunyai titik didih yang sangat rendah, yaitu 3,56 °C pada tekanan ruang (1 atm, 25 °C), maka dilakukan cara penambahan air di sekeliling botol vial berisi metil bromida. Oleh karena itu, metil bromida dapat menguap secara perlahan. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 3 dan Tabel 4.

Tabel 3. Titik didih metil bromida hasil percobaan pada variasi mol

(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (mmol)	KBr (mmol)	CH <sub>3</sub> Br (mmol) percobaan	CH <sub>3</sub> Br (mmol) teoritis	Titik didih (°C)
52,5	5 2 7,2	15,64	5 27 ,2	3,5
1 0 5,0	5 2 7,2	29,54	5 27 ,2	3,5
1 5 7,5	5 2 7,2	59,08	5 27 ,2	3,5
2 1 0,0	5 2 7,2	207,15	5 27 ,2	3,5
262,5	5 2 7,2	292,66	5, 27, 2	3,5
3 1 5,0	5 2 7,2	1 6 4,0 6	5 27 ,2	3,5
3 6 7,5	5 2 7,2	159,88	5 27 ,2	3,5
4 2 0,0	5 2 7,2	74,03	5 27 ,2	3,5

Tabel 4. Titik didih metil bromida hasil percobaan pada variasi suhu

Suhu (°C)	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (mmol)	KBr (mmol)	CH <sub>3</sub> Br (mmol) percobaan	CH <sub>3</sub> Br (mmol) teoritis	Titik didih (°C)
50	105,6	211,4	38,6	211,4	3,5
60	105,6	211,4	46,2	211,4	3,5
70	105,6	211,4	70,9	211,4	3,5
80	105,6	211,4	171,35	211,4	3,5
90	105,6	211,4	49,3	211,4	3,5

Tabel 3 dan Tabel 4 menunjukkan titik didih metil bromida hasil percobaan variasi mol dan variasi suhu sebesar 3.5 °C.

# Sintesis Metil Bromida radioaktif, CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br

Sifat radioisotop Bromida-82 mempunyai waktu paruh 35,35 jam, memancarkan partikel beta (β) dan sinar gamma (γ). Pembuatan radioisotop Bromida-82 diperoleh dari hasil iradiasi sasaran kalium bromida dengan penampang lintang (σ) sebesar 2,43 barn dalam fasilitas CIP Reaktor Serba Guna BATAN pada fluks neutron lebih dari 10<sup>14</sup> n/cm<sup>2</sup> detik selama 5 hari. Bromida-82 mempunyai energi beta (β') yang dihasilkan sebesar 0,444 MeV (~100%) dan 0,263 MeV (lemah), sedangkan energi gamma yang dihasilkan sebesar 0,094 MeV (0,43%), 0,138 MeV (0,11%), 0,222 MeV (2,8%), 0,274 MeV (0,71%), 0,554 MeV (81%), 0,618 MeV (55%), 0,698 MeV (29%), 0,776 MeV (100%), 0,826 MeV (27%), 0,951MeV (0,5%), 1,008 MeV (1,6%), 1,043 MeV (38%), 1,317 MeV (38%), 0,473 MeV (24%), 0,649 MeV (1%), 0,778 MeV (0,2%), 0,868 MeV (0,05%), 0,953 MeV (0,07%), dan 2,057 MeV (0,03%) (IAEA., 1971; Ghoshal, 2005; Hooshyar, et al, 2005).

Sintesis metil bromida-82 (radioaktif) dilakukan dengan prosedur kondisi optimum sintesis metil bromida non-radioaktif. Awal dan akhir proses sintesis dilakukan uji aktivitas radioaktif brom-82 menggunakan alat *dose calibrator*. Hasil pengukuran aktivitas radioaktif brom-82 dapat dilihat pada Tabel 5.

91 Duyeh Setiawan

Tabel 5 Hasil pengukuran aktivitas radioaktif pada proses sintesis metil bromida-82.

Perco baan	Aktivitas awal K <sup>82</sup> Br (mCi)	Aktivitas akhir CH <sub>3</sub> <sup>82</sup> Br (mCi)	Persentas e penandaan CH <sub>3</sub> <sup>82</sup> Br (%)
1	12,63	4,26	33,76
2	11,62	3,79	32,61
3	11,39	4,04	35,51

Tabel 5 menunjukkan persentase penandaan dalam sintesis CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br, diperoleh rata-rata 33,96%. Perhitungan persen penandaan diperoleh berdasarkan persamaan, Persentase penandaan

 $CH_3^{82}Br = \underline{Aktivitas akhir} \times 100\%$ Aktivitas awal

## **SIMPULAN**

Pembuatan metil bromida bertanda <sup>82</sup>Br dapat dilakukan melalui brominasi dimetil sulfat dari kalium bromida-82 dengan katalis asam sulfat pekat pada suhu 80°C dengan aliran gas nitrogen selama satu jam. Pada kondisi optimum perbandingan mol (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: KBr = 1:2 diperoleh rendemen metil bromida (CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br) sebesar 81,08%, persentase penandaan CH<sub>3</sub><sup>82</sup>Br sebesar 33,96%. Hasil karakterisasi menggunakan metode GC-MS diperoleh kromatogram CH<sub>3</sub>Br hasil sintesis identik dengan pola kromatogram CH<sub>3</sub>Br standar. Produk akhir CH<sub>3</sub>Br yang diperoleh berbentuk cair jernih dengan titik didih 3,5°C sesuai literatur.

### **UCAPAN TERIMA KASIH**

Ucapan terima kasih disampaikan kepada saudara Dipo Rumansyah mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Padjadjaran yang telah membantu penelitian ini.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- Anjar, W. 2008. *Radioisotope*. http://en.wikipedia.org/wiki/radioisotope.pdf.
- Israil, M., Singhal, D.C., Rao, M.S., Verma, S.K. 2006. Groundwater resources evaluation in the Piedmont zone of Himalaya, India, using Isotope and GIS techniques. Journal of Spatial Hydrology, 6:1
- Nair, V.C. 1986. Procedure Finalized for The Preparation of Radioisotope Labelled Compounds at Research Centre for Nuclear Techniques. PPTN-BATAN. Bandung.
- Pandey, U., A. Shukla, P.R. Choudhary *et al.* 2001. *Application Radiation Isotope*, **55:**471-475.
- Razak, I. 1999. Manfaat Teknik Nuklir Bagi Manusia. Makalah disampaikan pada Pelatihan Aplikasi Teknik Nuklir Dalam Bidang Pertanian dan Peternakan bagi Penyuluh Lapangan untuk Majelis Keluarga Petani Mandiri Indonesia. Bandung. 9-13 Agustus.
- Setiawan, D. 2007. *Metode Pembuatan Radioisotop Kobal 50 (\*oCo) Melalui Reaksi \*sNi(n,p)\*sCo*. Bandung: Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri-BATAN.
- Setiawan, D. 2005. Pembuatan radioisotop lutesium-177 dari Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alam menggunakan Reaktor TRIGA 2000. *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesi*, **6:2.**