



PENENTUAN DIFUSIFITAS AKSIAL ZIRKONIUM PADA PROSES PERTUKARAN ION DENGAN RESIN DOWEX 50W-X8

Tri Handini, Suprihati, Sri Sukmajaya

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, BATAN Yogyakarta
handini@batan.go.id

ABSTRAK

PENENTUAN DIFUSIFITAS AKSIAL ZIRKONIUM PADA PROSES PERTUKARAN ION DENGAN RESIN DOWEX 50W-X8. Zirkonium (Zr) dan hafnium (Hf) dikatakan sebagai elemen kembar bervalensi IV karena banyak kemiripan dalam sifat kimianya, sehingga mereka sulit dipisahkan. Pemisahan Zr dan Hf dari mineral zirkon melalui beberapa tahapan proses, sedangkan proses pertukaran ion diperuntukan untuk mendapatkan kemurnian Zr berderajat nuklir. Dalam usulan ini akan dilakukan penentuan harga difusifitas aksial Zr menggunakan kolom penukar ion. Penentuan difusifitas dilakukan dengan kolom tegak, umpan dibuat dalam bentuk ZrO^{+2} diumpankan pada resin kation Dowex 50W-X8 dengan variasi kecepatan alir dibuat 0,1ml/menit, 0,2ml/menit dan 0,3ml/menit. Variasi ukuran butir resin adalah 50-100 mesh, 100-200 mesh dan 400 mesh. Diperoleh kecepatan alir hasil terbaik pada debit 0,00167 ml/detik sehingga kecepatan alir = 0,00175 cm/detik, harga densitas bulk (ρ) = 0,6013 gr/ml, diameter resin = 0,1125 mm = 0,01125 cm dan ϵ = 0,61660 sehingga diperoleh harga difusivitas aksial Zr = $9,05839 \times 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{detik}$.

ABSTRACT

DETERMINATION OF AXIAL DIFFUSIVITY OF ZIRCONIUM BY ION EXCHANGE PROCESS WITH DOWEX 50W-X8 RESIN. Zirconium (Zr) and hafnium (Hf) is said to be twin elements of valency IV because a lot of similarities in their chemical properties, making them difficult to separate. Zr and Hf separation of the mineral zircon through several stages of the process, while the ion exchange process is intended to obtain nuclear grade of purity Zr. In this proposal will be determined the diffusivity value Zr using ion exchange fixed bed column. Determination of the diffusivity was carried out by a fixed-bed column, the feed is made in the form of ZrO^{+2} cation resin is fed to a Dowex 50W-X8 with a variation of flow rate of 0.1 ml / min, 0.2 ml / min and 0.3 ml / min. The variation of resin grain size is 50-100 mesh, 100-200 mesh and 400 mesh. The flow rate obtained the best results in the debit of 0.00167 ml / sec as the flow rate = 0.00175 cm / sec, the values of bulk density (ρ) = 0.6013 g / ml, resin diameter = 0,1125 mm = 0.01125 cm and ϵ = 0.61660 so the value of the axial diffusivity Zr obtained = $9.05839 \times 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{detik}$.

PENDAHULUAN

Cadangan Zr dari pasir zirkon dengan kadar ZrO_2 32% di Indonesia utamanya di daerah Kalimantan yang cukup prospektif untuk ditambang dan dikembangkan potensinya sebagai bahan industri nuklir dan non-nuklir terus dikaji sampai saat ini. BATAN sebagai salah satu Instansi pemerintah dalam membantu untuk merealisasikan program diversifikasi energi yang sesuai dengan kompetensinya berintensitas untuk menyiapkan bahan

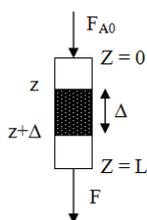
baku dan bahan dukung elemen bakar reaktor nuklir generasi terbaru yakni reaktor suhu tinggi (RST/HTR) berbahan bakar kernel dengan unsur zirkonium sebagai salah satu bahan dukungnya. Zirkonium dipilih karena ketahanan fisis & kimianya yang tinggi, sehingga berpotensi untuk menggantikan fungsi unsur silikon dalam SiC dari partikel pelapis (*coated particle*) kernel dari elemen bakar reaktor HTR. Permasalahannya ialah keberadaan zirkonium selalu diikuti oleh hafnium



selaku unsur kembarannya yang punya kemiripan dalam sifat kimianya. Keduanya mempunyai valensi sama yakni = 4, keberadaan hafnium dalam reaktor nuklir berpotensi menghambat berlangsungnya reaksi fisi, karena tampang lintang serapan neutron Hf cukup besar sekitar 115 barn dibandingkan dengan Zr sendiri yang bertampang lintang 0.18 barn, sehingga diperlukan tahapan pemisahan yang efisien dan efektif untuk mendapatkan kemurnian nuklir dari Zr dengan kandungan Hf tidak lebih dari 100 ppm. Proses pertukaran ion sebagai tahap akhir dari proses pemisahan (setelah proses ekstraksi, *stripping* dan *scrubbing*) diharapkan bisa dipakai sebagai teknologi alternatif untuk menghasilkan kemurnian nuklir Zr⁽¹⁾.

Pada proses pemisahan dengan pertukaran ion biasanya terdapat dua fasa yaitu fasa diam dan fasa gerak. Bahan yang digunakan untuk fasa diam harus dapat menyerap ion-ion yang dipisahkan dengan menukarkan ion-ion pada gugus fungsi yang terikat pada fasa diam. Mekanisme terjadinya reaksi pertukaran ion pada fasa diam berdasarkan afinitas ion yang dipertukarkan dan ekivalensi muatan. Fasa gerak atau eluen dalam proses pertukaran ion berfungsi mengambil kembali ion-ion yang terikat pada fasa diam dengan cara mengalirkan dari atas ke bawah dengan kecepatan tertentu melalui fasa diam⁽²⁾.

Penentuan difusivitas aksial zirkonium pada kolom penukar ion dapat digambarkan dengan Gambar 1. berikut :



Gambar 1. Proses perpindahan massa

Mekanisme peristiwa adsorpsi melalui tiga tahap yaitu pada lapisan film cairan, difusi pada butir padatan dan reaksi kimia. Difusi pada butir padatan terjadi pada pori-pori padatan tersebut kemudian terjadi reaksi kimia (pertukaran ion). Dalam peristiwa adsorpsi ini diambil anggapan sebagai berikut :

- ◇ Butiran resin seragam dan terdistribusi merata dalam kolom
- ◇ Proses isothermal (pada suhu kamar)
- ◇ Perpindahan massa dari cairan dalam pori ke dinding pori
- ◇ Difusi kearah aksial

Untuk menentukan koefisien difusivitas pada proses difusi dapat digunakan Hukum Fick. Difusi adalah peristiwa berpindahnya suatu zat

dalam suatu sistem dari konsentrasi tinggi ke konsentrasi rendah. pertama menjelaskan bahwa fluks berjalan dari daerah konsentrasi tinggi ke daerah konsentrasi rendah, dengan kekuatan yang sebanding dengan gradien konsentrasi. Menurut Hukum Fick, untuk difusi yang hanya pada arah z persamaan laju massa yang berpindah adalah ⁽³⁾ :

$$J = -D \frac{dC_A}{dz}$$

Dengan :

J = fluks difusi dalam dimensi [(jumlah zat) panjang⁻² waktu⁻¹], (mol/m²s)

D = koefisien difusi atau difusivitas dalam dimensi [panjang² waktu⁻¹], (m²/s)

C = konsentrasi dalam dimensi [(jumlah zat) panjang⁻³], (mol/m³)

z = posisi [panjang], (m)

Menurut Shohreh (2007), harga difusivitas aksial dapat dihitung menggunakan rumus :

$$\frac{U_L d_p}{\varepsilon D_L} = \left(\frac{0,2}{\varepsilon}\right) + \left(\frac{0,011}{\varepsilon}\right) \left(\frac{\rho d_p U_L}{\mu \varepsilon}\right)^{0,48}$$

Dengan :

U_L = laju alir umpan

d_p = diameter resin Dowex 50W-X8

D_L = koefisien difusi (difusivitas) Zr

ε = porositas resin

ρ = densitas resin

μ = viskositas larutan umpan

Dalam penelitian ini akan dicoba mencari harga koefisien difusivitas aksial Zr dengan kolom penukar ion. Analisis hasil dilakukan menggunakan XRF.

TATA KERJA

Peralatan yang digunakan antara lain

Peralatan gelas laboratorium, Perangkaian kolom penukar ion, Stop watch, Timbangan

Bahan yang digunakan

Zr OCl₂ Merck, H₂SO₄. Resin Dowex 50W-X8 (H) 100-200 mesh, Glass wool, Aquades

Cara kerja

1. Dibuat larutan umpan ZrO⁺² dari zirkon oksidklorid merk dengan konsentrasi 1000 ppm dilarutkan dalam H₂SO₄ yang divariasikan keasamannya yaitu 0,1; 0,5; 1; 1,5; 1,7 N.
2. Masing-masing sebanyak 10 ml larutan umpan ZrO⁺² dimasukkan dalam beker gelas yang telah diisi 0,2 gram resin kation Dowex 50W-X8 ukuran 100-200 mesh. Larutan diaduk selama 1 jam kemudian disaring. Hasil dianalisis dengan XRF.
3. **Variasi ukuran butir resin.** Kolom dengan diameter 11 mm diisi 10 gram resin Dowex 50W-X8 dengan variasi ukuran butir 50-100



**PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012**

mesh, 100-200 mesh dan 400 mesh kemudian dimasukkan 10 ml umpan ZrO^{+2} dengan keasaman 0,5 N. Dilakukan elusi dengan H_2SO_4 1 N. Eluat ditampung tiap 5 ml dan dianalisis dengan XRF.

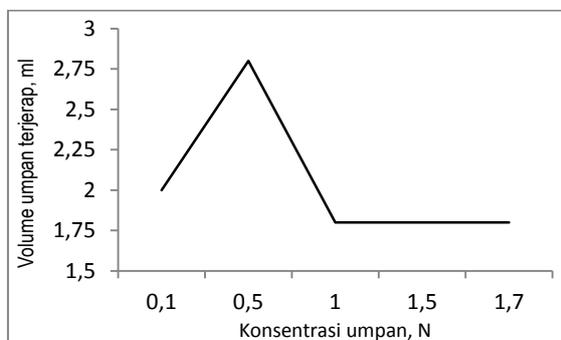
4. **Variasi kecepatan alir.** Kolom dengan diameter 11 mm diisi 10 gram resin Dowex 50W-X8 dengan ukuran butir 100-200 mesh kemudian dialirkan 10 ml umpan ZrO^{+2} dengan keasaman 0,5 N dengan kecepatan aliran 0,1, 0,2 dan 0,3 ml/menit. Eluat ditampung tiap 5 ml dan dianalisis dengan XRF.
5. **Penentuan porositas.** Ditimbang sejumlah resin Dowex 50W-X8 dimasukkan dalam kolom, diukur tinggi resin dalam kolom. Masukkan umpan kedalam resin, ukur tingginya.
6. **Penentuan densitas bulk (pb).** Ditimbang sejumlah resin Dowex 50W-X8 dimasukkan dalam kolom, diukur tinggi resin dalam kolom.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dilakukan proses penjerapan dengan resin kation Dowex 50W-X8 untuk membuktikan bahwa umpan yang dibuat dalam bentuk kation. Dari hasil penjerapan resin terhadap larutan umpan ZrO^{+2} dengan keasaman umpan 0,1; 0,5; 1; 1,5; 1,7 N diperoleh hasil terbaik pada keasaman umpan konsentrasi 0,5 N, sehingga untuk selanjutnya umpan yang digunakan adalah pada keasaman umpan 0,5 N.

Tabel 1. Data penjerapan resin

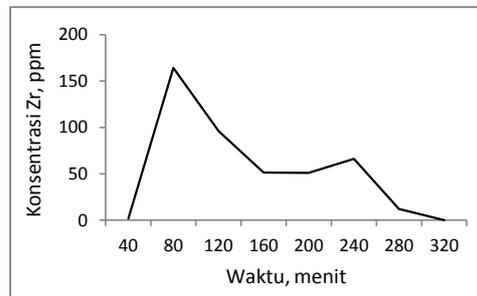
Keasaman umpan, N	Berat resin, gr	Volume, ml		Δ , ml
		umpan	setelah dijerap	
0,1	0,2	10	8,0	2,0
0,5	0,2	10	7,2	2,8
1,0	0,2	10	8,2	1,8
1,5	0,2	10	8,2	1,8
1,7	0,2	10	8,2	1,8



Gambar 2. Kurva hubungan antara konsentrasi umpan (N) dengan volume umpan terjerap, ml.

Tabel 2. Hubungan antara resin Dowex 50W-X8 dengan konsentrasi Zr keluar dari kolom. (Ukuran butir resin 50-100 mesh).

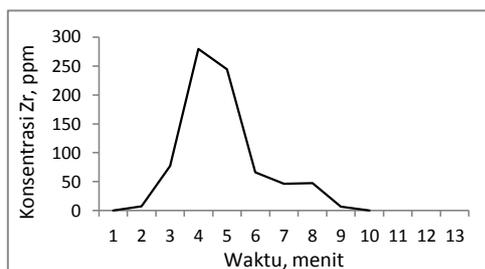
No.	Waktu, menit	Konsentrasi Zr, ppm
1.	40	17,90
2.	80	164,40
3.	120	96,10
4.	160	51,50
5.	200	50,90
6.	240	66,30
7.	280	12,11
8.	320	0



Gambar 3. Hubungan antara waktu dengan konsentrasi Zr (ukuran butir resin 50-100 mesh)

Tabel 3. Hubungan antara resin Dowex 50W-X8 dengan konsentrasi Zr keluar dari kolom. (Ukuran butir resin 100-200 mesh).

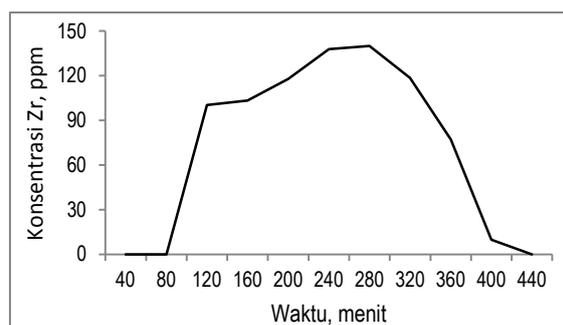
No.	Waktu, menit	Konsentrasi Zr, ppm
1.	40	0
2.	80	7,20
3.	120	77,30
4.	160	279,40
5.	200	244,30
6.	240	66,30
7.	280	46,20
8.	320	47,40
9.	360	7,10
10.	400	0



Gambar 4. Hubungan antara waktu dengan konsentrasi Zr (ukuran butir resin 100 - 200 mesh)

Tabel 4. Hubungan antara resin Dowex 50W-X8 dengan konsentrasi Zr keluar dari kolom. (Ukuran butir resin 400 mesh).

No.	Waktu, menit	Konsentrasi Zr, ppm
1.	40	0
2.	80	0
3.	120	100,40
4.	160	103,20
5.	200	117,90
6.	240	137,80
7.	280	140,00
8.	320	118,50
9.	360	77,10
10.	400	9,80
11.	440	0



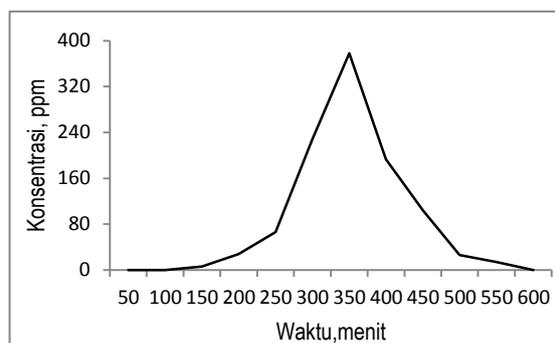
Gambar 5. Hubungan antara waktu dengan konsentrasi Zr (ukuran butir resin 400 mesh)

Dari variasi ukuran butir resin dipilih ukuran butir 100-200 mesh karena pada ukuran butir ini memberikan hasil relatif baik. Umpan dapat terganti oleh resin dengan banyak dan waktu elusi tidak terlalu lama.

Untuk variasi kecepatan digunakan ukuran butir resin 100-200 mesh, diameter kolom 11 mm, kecepatan dibuat 0,1 ml/menit; 0,2 ml/menit dan 0,3 ml/menit. Diperoleh hasil sebagai berikut.

Tabel 5. Hubungan antara kecepatan alir = 0,1 ml/menit dengan konsentrasi Zr keluar dari kolom.

No.	Waktu, menit	Konsentrasi Zr, ppm
1.	50	0
2.	100	0
3.	150	6,19
4.	200	27,63
5.	250	66,04
6.	300	227,94
7.	350	378,26
8.	400	193,28
9.	450	104,01
10.	500	26,13
11.	550	13,78
12.	600	0



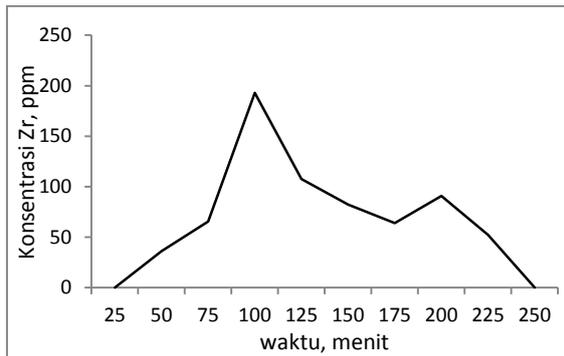
Gambar 6. Hubungan antara waktu dengan konsentrasi Zr (kecepatan = 0,1ml/menit)

Tabel 6. Hubungan antara kecepatan alir = 0,2 ml/menit dengan konsentrasi Zr keluar dari kolom.

No.	Waktu, menit	Konsentrasi Zr, ppm
1.	25	0
2.	50	65,41
3.	75	36,14
4.	100	192,85
5.	125	107,67
6.	150	82,18
7.	175	63,96
8.	200	90,92
9.	225	52,19
10.	250	0



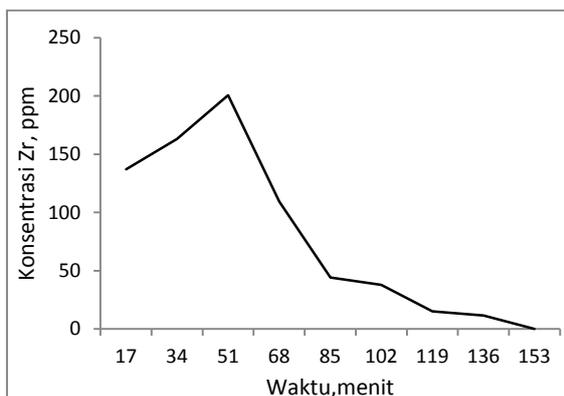
**PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012**



Gambar 7. Hubungan antara waktu dengan konsentrasi Zr (kecepatan = 0,2ml/menit)

Tabel 7. Hubungan antara kecepatan alir = 0,3 ml/menit dengan konsentrasi Zr keluar dari kolom.

No.	Waktu, menit	Konsentrasi Zr, ppm
1.	17	137,08
2.	34	162,96
3.	51	200,51
4.	68	109,24
5.	85	44,23
6.	102	37,89
7.	119	14,96
8.	136	11,51
9.	153	0



Gambar 8. Hubungan antara waktu dengan konsentrasi Zr (kecepatan = 0,3ml/menit)

Dari variasi kecepatan alir dipilih kecepatan 0,1 ml/menit hal ini karena pada kecepatan ini konsentrasi Zr yang diperoleh relatif lebih besar.

Dari variasi kecepatan alir yang dilakukan diperoleh hasil terbaik pada debit 0,00167 ml/detik sehingga kecepatan = 0,00175 cm/detik. Harga densitas bulk (ρ) = 0,6013 gr/ml, diameter resin =

0,1125 mm = 0,01125 cm dan $\epsilon = 0,61660$. Difusivitas aksial Zr dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\frac{U_L d_p}{\epsilon D_L} = \left(\frac{0,2}{\epsilon}\right) + \left(\frac{0,011}{\epsilon}\right) \left(\frac{\rho d_p U_L}{\mu \epsilon}\right)^{0,48}$$

$$\epsilon D_L = \frac{\left(\frac{0,2}{\epsilon}\right) + \left(\frac{0,011}{\epsilon}\right) \left(\frac{\rho d_p U_L}{\mu \epsilon}\right)^{0,48}}{U_L d_p}$$

$$D_L = 9,05839 \times 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{detik}$$

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian diperoleh harga difusi aksial (D_L) Zr = $9,05839 \times 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{detik}$ untuk diameter kolom 11 mm, kecepatan = 0,00175 cm/detik, densitas bulk (ρ) = 0,6013 gr/ml, diameter resin = 0,1125 mm = 0,01125 cm dan $\epsilon = 0,61660$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada Bapak Ir. Ign. Djoko Sardjono, MSc, Ir. R. Subagiono dan Ir. Muhadi AW, MEng yang telah membantu dalam pembuatan laporan ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. DJOKO SARDJONO, dkk, 2010, "Kajian Pemisahan Zirkonium Dan Hafnium Dengan Proses Pertukaran Ion", Yogyakarta, PTAPB.
2. DORFNER, K dan KARTOMO, 1995, "Iptek Penukar Ion", Yogyakarta, Andi Offset.
3. BENEICT, M. and PIGFORD, 1981, "Nuclear Chemical Engineering", McGraw-Hill book Company, New York.
4. TREYBAL, R. E., 1985, "Mass Transfer Operation", third edition, Singapore, Mc. Grow-Hill Book Company.
5. ATKINS, P.W., 1990, "Kimia Fisika", Jilid 2 Edisi keempat, Jakarta, Penerbit Erlangga.
6. PERRY, R.H. and GREEN, D., 1999, "Perry's Chemical Engineers" Handbook Seventh Edition Bab 16 Adsorbition and Ion Exchange, New York, Mc Graw Hill International Edition.
7. SETYADJI, M., 1994, "Model Matematik Pada Proses Adsorpsi Secara Fixed Bed", Yogyakarta, PTAPB
8. SHOHREH, F., HAMID, FS., MASOUD, K, and ZEYNAB, S., 2007, "Ion Exchange Column Performance Model for Separation of Zr (IV) And Hf (IV) in Elution Process", Tehran, Iran, Departement of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, University of Tehran.



TANYA JAWAB

Maskur

- Mengapa pengaruh kec. Alir 0,1 ml/menit lebih bagus dibandingkan yang lain?
- Apa aplikasi selanjutnya dari hasil penelitian ini?

Tri Handini

- ✧ Karena pada kecepatan itu U kontak resin dengan ion yang dipertukarkan semakin lama,

sehingga dapat terjadi pertukaran dengan lebih sempurna

- ✧ *Harga D_L digunakan pada pemodelan kolom penukar ion*