batan

PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta,

KARAKTERISASI DAN PENGKONDISIAN RESIN DOWEX X1 CL UNTUK DUKUNG *CAC*

Sri Sukmajaya, Sri Widiyati, Tri Handini
PTAPB BATAN Yogyakarta
srisukmaj@gmail.com

ABSTRAK

***Karakterisasi dan Pengkondisian Resin Dowex X1 Cl untuk dukung CAC telah dilakukan**. Prosedur karakterisasi dipakai dari Rohm and Haas. Larutan standar titrasi HCl, NaOH dikalibrasi memakai campuran asam borat, boraks, dan gliserin. Diperoleh mol HCl 0,177 dan mol NaOH 0,042. Mol H2SO4 dikalibrasi memakai titrasi dengan pemanasan diperoleh mol H2SO4 245 mg/l. Kurva standar sulfat dibuat dengan pengukuran spektrometer UV pada panjang gelombang 420nm. Kapasitas Nitrat kolom resin OH 0,178 meq/ml dan kolom resin Cl 0,060 meq/ml. Ekivalen anion OH untuk resin Dowex X1 OH 16,071 eq/kg, dan ekivalen anion CO3 resin Dowex X1 OH 46,714 eq/kg. Untuk resin Dowex X1 Cl, yaitu 1,071 eq/kg dan 1,510 eq/kg. Kapasitas klorid resin Dowex X1 OH 21 eq/kg dan untuk resin Dowex X1 Cl -0,37 eq/kg. Densitas basah dan kering resin Dowex X1 OH 0,9326 gr/ml dan 0,7668 gr/ml. Densitas basah dan kering resin Dowex X1 Cl 0,9090 gr/ml dan 0,9074 gr/ml. Pengkondisian resin sebelum dan sesudah aplikasi proses memakai elusi NaOH 0,5 M.*

Kata kunci: resin Dowex X1Cl, karakterisasi,pengkondisian.

ABSTRACT

***Conditioning and Charactherization of Dowex X1 Cl resin for back up CAC had been done**. Charactherization procedure applicated from Rohm and Haas. Standard solution of NaOH and HCl titration was callibrated using mix borate acid, borax, and glycerine. The results of that 0,177 mol HCl, and 0,042 mol NaOH. H2SO4 molarity callibrated with heating titration, so that resulted 245 mg/l mol H2SO4. Sulfate standard curves made by UV Spectrometer measurrements in 420nm. The Nitrate Capacity of bed column resin OH 0,178 meq/ml, and bed column resin Cl 0,060 meq/ml. OH anion equivalent Dowex X1 OH resin 16,071 eq/kg, and CO3 anion equivalent Dowex X1 OH resin 46,714 eq/kg. For Dowex X1 Cl resin, is 1,071 eq/kg and 1,510 eq/kg. Chlorides capacity of Dowex X1 OH resin 21 eq/kg and for Dowex X1 Cl resin -0,37 eq/kg. Dry and wet density of Dowex X1 OH resin are 0,9326 gr/ml and 0,7668 gr/ml. Dry and wet density of Dowex X1 Cl resin 0,9090 gr/ml and 0,9074 gr/ml. The resin conditioning before and after process applicated in 0,5 M NaOH elution.*

Key words: resin Dowex X1Cl, charactherization,conditioning.

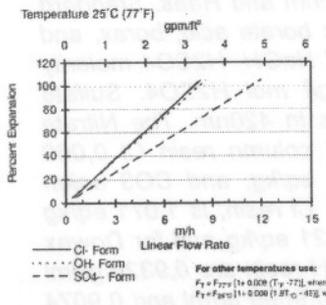
PENDAHULUAN

Selektifitas sulfat/nitrat menjadi faktor penting di dalam disain pertukaran ion karena sulfat diadsorpsi semua penukar ion dalam larutan encer. Selektivitas ion dalam larutan encer berurutan sebagai sulfat ¯ nitrat klorid bikarbonat. Untuk resin dengan selektip nitrat yang mempunyai respon ke sulfat ($\alpha_{S/\bar{N}\ 1,0}$) maka BVs (volume bed) ke nitrat dihitung dengan teori

keseimbangan kromatograpi multi komponen yang meningkat sampai resin menjadi tidak selektip terhadap sulfat. Untuk resin yang selektip sulfat ($\alpha_{S/N\ 1,0}$) panjang lintasan bertambah, pada kondisi ini selektivitas nitrat/klorid menjadi penentu panjang lintasan. Selektivitas sulfat/klorid adalah faktor penting proses desulfasi air laut, yang mempunyai tegangan ionik 0,6M. Sehingga selektivitas ion valensi dua/valensi satu bertukar tempat, dimana klorid digantikan sulfat. Resin grup amina yang menukar sulfat mengikuti sekuen berikut: primer sekunder tertier quarternary. Teoritis sekuen ini menjelaskan basisitas yang ditentukan dengan karakter pelepasan elektron dari grup alkyl ke atom N, maka amina sekunder lebih basis dari amina primer. Sedang amina tertier kurang basis dari sekunder, salah satunya karena kelarutan air rendah dan menghalangi protonasi. *Boari,dkk* menyimpulkan bahwa matrik resin kelihatan selektip terhadap sulfat tetapi operasionalnya tidak teliti.

Ekspansi *bed* resin kolom (*swelling*)

Resin ukuran partikel seragam dibutuhkan aliran pencucian untuk mengembangkan tinggi resin dalam kolom sama sebagai resin konvensional polidispersi dari ukuran partikel seragam. Resin Dowex X1 Cl mempunyai ukuran partikel kecil, maka reduksi aliran pencucian diperlukan lebih jauh. Aliran dilakukan dari atas kolom yang akan mengembangkan resin, seperti gambar 1.



Gambar 1.Ekspansi resin mengembalikan klasifikasi semula dengan menghilangkan partikel debu didalam *bed* kolom.

Aliran pencucian mencegah munculnya saluran tipis diluar *bed* kolom resin selama siklus operasi. Waktu aliran ekspansi dibutuhkan selama 1jam untuk menghilangkan partikel tidak terdefinisi (bukan materi quarternary amine). Pengkondisian resin Dowex X1 Cl memakai NaOH menyebabkan terjadinya ekspansi resin kolom. Kelebihan NaOH didalam *bed* kolom digantikan air, selanjutnya *bed* resin dialiri HCl. Aliran Cl^- dan air tidak mengembalikan tinggi volume resin pada posisi standar. Untuk itu resin perlu dialiri sodium nitrat pH netral sampai *bed* kolom resin menyusut kembali (20%-30%).Selanjutnya *bed* kolom resin distabilkan dengan aliran air suling untuk memposisikan tinggi normal resin didalam kolom. Reaksi pengkondisian resin Dowex X1 Cl

$R^+Cl^- + NaOH <=> R^+OH^- + NaCl$ (1)

$R^+OH^- + HCl <=> R^+Cl^- + H_2O$ (2)

$R^+Cl^- + NaNO_3 <=> R^+NO_3^- + NaCl$ (3)

$R^+NO_3^- + H_2O <=> R^+OH^- + HNO_3$ (4)

$R^+OH^- + NaCl <=> R^+Cl^- + NaOH$ (5)

$2R^+OH^- + H_2SO_4 <=> R_2^+SO_4^{2-} + 2H_2O$ (6)

(R adalah resin Dowex X1 quarternary amine)

Penentuan asam borat.

Asam borat berperan sebagai asam monoprotik lemah($Ka=6,4x10^{-10}$), yang tidak dapat langsung dititrasi akurat dengan standar alkali. Dengan menambahkan senyawa organik polyhydroxy, misalnya gliserin, maka asam borat beraksi sebagai monobasik kuat dan dapat langsung dititrasi dengan NaOH memakai indikator pp.

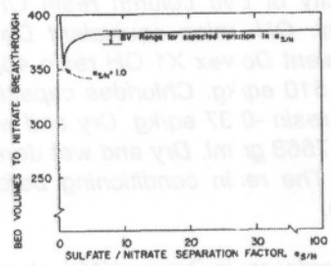
$NaOH + H_3BO_3 <=> NaBO_2 + 2H_2O$ (7)

Efek dari senyawa polyhydroxy terletak pada basis pembentukan rasio mol komplek 1:1 dan 1:2 diantara ion borat terhidrasi dan 1,2 atau 1,3 diols.

Penentuan boraks

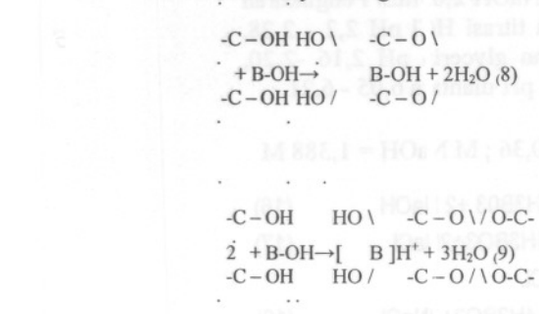
Bila boraks dilarutkan dalam air maka akan terhidrolisis membentuk:

$Na2B4O7 + 7H2O <—> 4H3BO3 + 2NaOH$ (10)



Gambar 2. Titik kritis penukaran ion nitrat yang dipengaruhi karakteristik resin untuk rasio anion sulfat/nitrat selama operasional. Resin adalah Dowex X1Cl quarternary amine $(C_2H_5)_4N^+OH^-$.

Reaksinya sebagai berikut:



Larutan yang dititrasi HCl memakai indikator mo, reaksi sesungguhnya adalah NaOH, sehingga asam borat tidak berpengaruh pada indikator.

Na2B4O7.5H2O+ 2HCl <=> 4H3BO3+2NaCl (11)

Maka $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ekivalen dengan 2HCl.
Kemudian residu larutan dititrasi untuk H_3BO_3 yang tersisa dengan NaOH setelah penambahan gliserin memakai indikator pp.

Na2B4O7+5H2O+ 2HCl<=>4H3BO3+2NaCl (12)

Maka $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ekivalen dengan 4NaOH.
Bila boraks tidak mengandung asam bebas yang dititrasi, maka volume standar alkali yang dipakai menjadi 2x volume standar asam. Titrasi boraks memakai gliserin dan NaOH reaksi dapat dihubungkan sebagai asam borat yang dinetralkan separuhnya.

Na2B4O7+5H2O+gliserin—>2NaH2BO3+2H3BO3 (13)

Maka Na2B4O7.10H2O ekivalen dengan 2NaOH.

Penentuan campuran asam borat dan boraks.

Larutan alkali borat dititrasi dengan standar asam, misalnya HCl, memakai indikator mo. Maka larutan dan indikator akan bereaksi seperti larutan alkali hidroksid (NaOH), sehingga fungsinya menjadi basa dinormal ketika dititrasi dengan asam.

Na2B4O7.10H2O+2HCl<=>4H3BO3+2NaCl+5H2O (14).

Pembebasan asam borat mengkonsumsi 4mol NaOH pada titrasi alkali, dengan indikator pp dan gliserin.

TATA KERJA

Alat-alat yang digunakan

- Erlenmeyer, Buret, pH meter, Neraca digital, Labu takar, Oven, Pengaduk Magnet, Pemanas, Shaker Haver EML 200 digital, Gelas beker.

Bahan yang digunakan

- Resin Dowex X1Cl dan OH 100 mesh, serta resin Dowex Marathon MR3 mix 50 mesh.
- Indikator pp; mo; mm; kalium kromat.
- Larutan NaOH 0,5N; HCl 0,06N, 0,1N, dan 6N; NaCl 0,01N; KCl; HNO_3 8N; $AgNO_3$ 0,01N; Glycerin 1:1; $NaNO_3$ 0,5N pH netral; larutan sulfat standar 100mg/l; $BaCl_2.2H_2O$; air suling.

Cara Kerja

Prosedur pengkondisian resin adalah pencucian dua kali aliran asam/basa memakai HCl 2N dan NaOH 1,5N dialiri air suling, selama 1 jam, lalu dialiri nitrat 0,5M. Diambil eluat nitrat 10mL sebanyak 3kali dititrasi HCl sampai titik akhir ganda pada titk pertama PP pH≈9 ,sedang pada titik akhir kedua MO pH ≈ 4.

Dilakukan elusi nitrat kolom DowexX1OH dan Cl

Ditimbang 10 gram sisa resin Dowex X1 OH maupun Cl, dimasukkan gelas beker yang berisi air suling 75 mL ditambahkan 8mL HNO_3 diaduk 30 menit dan ditambah 1mL NaCl 0,585 g/l. Diendapkan sebentar,diambil filtratnya 10mL dititrasi dengan $AgNO_3$ standar indikator K_2CrO_4 1mL.

Analisis Effluent Nitrat

Diambil 5mL sulfat standar 245mg/mL, ditambah 100mL effluent nitrat dari kolom Cl atau OH, ditambah 1 tetes indikator pp. Warna rose larutan dinetralkan dengan 2mL HCl 6M. Larutan ditambah 5mL HCl 0,06M dan 10mL Gliserin 1:1 dan 0,3gr $BaCl_2.2H_2O$. Larutan diaduk 15 menit, didiamkan 30 menit, diukur memakai UV 420nm.

Pengukuran kapasitas penukaran anion

Diambil 50mL resin Dowex X1 Cl diaduk dalam 50mL NaOH 1M 1jam, dibiarkan 24jam. Resin dicuci air suling 100mL diaduk. Kelebihan OH diuji memakai indikator mo. Kemudian resin direndam air suling 50mL 30menit. Bagian atas beker ditutup untuk mencegah adsorpsi CO_2. Lalu resin disaring tertutup dan ditiriskan di dalam eksikator. Resin kering ditimbang ±15gr, dicatat berat resin sebagai $W_{moist,OH}$. Resin dalam bentuk *slurry* dipindahkan ke kolom gelas 50mL yang berisi air suling, bagian atas ditutup dan dikocok untuk mengusir intrusi udara. Setelah mengendap distabilkan aliran air suling 5jam, dicatat volume resin sebagai $V_{moist\ OH}$. Kedalam kolom dilewatkan 1L larutan $NaNO_3$ 0,5N pH netral dan dikumpulkan effluen nitrat didalam beker. Kolom resin dicuci aliran air suling 1L, lalu resin dipindahkan ke gelas arloji untuk dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C 5jam, ditimbang sebagai $W_{dry\ NO3}$. Dipipet 100ml effluen nitrat

kedalam beker dititrasi HCl 0,1N sampai titik akhir ganda. Titik akhir titrasi pertama memakai pp (pH 9), dan titik akhir titrasi kedua memakai mo (pH 4). Dicatat volume titrasi sebagai V_{1HCl}, V_{2HCl}.

Untuk penentuan anion Cl level rendah, ditimbang ±10gr resin kering, dan dicatat beratnya sebagai $W_{moist,2OH}$. Resin dimasukkan ke beker, ditambah 75mL air suling dan 8mL HNO_3 8N. *Slurry*diaduk30menit.Kedalamlarutan ditambahkan 1mL NaCl 0,01N. *D*iambil filtratnya, dititrasi dengan $AgNO_3$ 0,01N. Dicatat volume titrasi sebagai V_{AgNO3}. Untuk penentuan sulfat level rendah, maka dipipet 100mL effluen nitrat dimasukkan dalam beker. Ditambahkan 5mL standar sulfat 245mg/L, dan 1 tetes pp. Warna merah larutan dijernihkan memakai HCl 6N, lalu ditambahkan 5mL HCl 0,06N. Larutan diaduk ditambah gliserin 1:1 10mL, dan 0,3gr $BaCl_2$. $2H_2O$.Diukur absorbansinya memakai spektrometer UV pada panjang gelombang 420nm.

Pengukuran densitas basah.

Diambil 5gr resin ditambahkan air suling sampai tercelup lalu dibiarkan 24jam. Slurry ini dipindahkan ke piknometer 25ml yang sudah dikalibrasi dengan air suling dan air suling panas. Lalu pikno ditempatkan dalam desikator.

Pengukuran densitas kering.

Seperti prosedur diatas tetapi air suling diganti dengan Toluene. Sebelumnya resin dikeringkan dalam oven pada suhu 115°C sampai berat konstan.

Pengukuran % volume kosong (%void volum).

% volume kososng = (1 – Densitas Kering/Densitas Basah) X 100%.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan NaOH dengan asam borat.

Rata rata titrasi 10 mL H_3BO_3 dibutuhkan NaOH 2,03 mL,dengan perubahan warna dari jernih ke ungu muda. Maka molar NaOH = 0,241M.

Reaksi: $NaOH + H_3BO_3 \rightarrow NaBO_2 + 2\ H_2O$ (15)

RASIO 1 : 1→mol NaOH = 0,241M, maka rasio 1 : 2 →mol NaOH = $\frac{1}{2}$ x0,241 = 0,120 M. Rasio diols:NaOH=1:1 maka total ekuivalen diols dan NaOH = $\frac{1}{3}$; Rasio diols=NaOH = 1: 2.

Ekivalen mol NaOH =$\frac{1}{3}$ x 0,241= 0,08 M

Penentuan HCl dan NaOH dengan boraks +gliserin

Titrasi 10mL $Na_2B_4O_7$ dengan HCl dibutuhkan 9,9mL, dan memakai NaOH 2,03mL. Pengukuran pH awal 8,45, selama titrasi HCl pH 2,2 - 2,28, ditambah indikator dan glycerin pH 2,16 -2,20, dan pada titrasi NaOH pH diantara 6,05 - 6,21.

Penentuan NaOH

0,05 . 10 = M NaOH .0,36 ; M NaOH = 1,388 M

Na2B4O7+7H2O ◄► 4H3B03 +2 NaOH (16)

Na2B4O7.5H2O+2HCl=4H3BO3+2NaCl (17)

Na2B4O7. 10H2O = 2 HCl.

Na2B4O7+5H2O+2HCl= 4H3BO3+2NaCl (18)

Na2B4O7+5H2O+gliserin=2NaH2BO3+2H3BO3 (19)

$Na_2B_4O_7.10H_2O$=4NaOH;1mol borax=4molNaOH. Mol NaOH = $\frac{1}{4}$ x 1,388 = 0,347 M.

Penentuan HCl

0,05.10 = M HCl.5,53;M HCl=0,09M;1mol borax = 2mol HCl. Mol HCl = $\frac{1}{2}$ x 0.09= 0,045 M

Jumlah mol riil = $\frac{(0,347 + 0,045)}{2}$ M = 0,196 M

Titrasi NaOH + HCl: 1mol borax =4mol NaOH = 2mol HCl; 0,05.10= MNaOH (0,36 + 5,53); mol NaOH = 0,05 ÷5,89 = 0,084 M.

Penentuan NaOH dan HCl dengan campuran borat dan borax + gliserin.

Titrasi campuran H_3BO_3 dan $Na_2B_4O_7$ 10mL dibutuhkan 0,33mL NaOH, dan HCl 5,63mL, perubahan warna dari jernih ke kuning, lalu jingga dan berubah ke kuning lagi.

$Na_3B_4O_7.10H2O+2HCl=4H_3BO+2NaCl+5H_2O$ (20)

DititrasiNaOH:0,05.20=MNaOH.0,33. MolNaOH=$\frac{1}{4}$x0,303=0,075M.Dititrasi dengan HCl: 0,05.20=M HCl.5,63; mol HCl=0,177;Teori:$\frac{1}{2}$x 0,177=0,088. Jumlah molNaOH riil=(0,075+0,088) ÷ 20 = 0.081M. 1 Mol borax = 4 mol NaOH = 2 mol HCl; 0,05 . 10 = M NaOH (0,33 + 5,63), maka mol NaOH = 0,084

Total mol ekuivalen reaksi = $\frac{4}{2}$ = 2 ; sehingga mol NaOH = 0,084 ÷ 2 = 0,042 M.

Penentuan H_2SO_4 dengan Na_2CO_3 + indikator metil merah.

Titrasi estafet dari I ke VI sampai diperoleh titik ekivalen dimana warna larutan tetap merah, meskipun dipanaskan. Volume H_2SO_4 dibutuhkan 4,6; 2,5; 2,7; 3,1; 2,2; 2,9 mL. Perubahan pH larutan 7,18-5,83; 6,68-5,96; 6,92-6,15; 6,05-5,32; 7,4-6,85; dan 7,02-6,2.

Setiap titrasi digunakan 4,4gram Na_2CO_3

Rumus :A=$\frac{B}{0,053\ X\ C} = \frac{4,4}{0,053\ X17,77}$ = 0,005 gr/ml

H_2SO_4 0,005 N = 245 mg/ml.

Penentuan larutan $NaNO_3$ dengan HCl memakai indikator pp dan mo.

Titrasi pertama $NaNO_3$ 10ml dibutuhkan HCl 4,67ml, dan titrasi kedua dipakai HCl 8,67ml. HCl distandarisasi dengan NaOH = 0,096 M. HCl distandarisasi dengan Na_2CO_3 = 0,075 N. Pengukuran pH 9,4 ; setelah penambahan indikator pp pH 9,48, lalu di titrasi pH 7,59, kemudian ditambah mo pH 7,85 dan titrasi kedua pH 4,11. Perubahan warna : jernih→ungu(+PP) → jernih (titrasi I HCl) →kuning (+ MO) →merah orange (titrasi ke II HCl).

Penentuan OH dan CO_3 resin Dowex X1 OH

Diket : W moist OH (gram) = 13,62 gram ; Volume Nitrat = 10mL ;Volume HCl I = 4,6mL, dan Volume HCl II = 8,9mL

EqOH(eq/kg)=

$$\frac{10\ x\ (2\ x\ (4,6) - (8,9) x\ 0,075\ (eq/liter)}{0,014\ kg}$$

=16,071 eq/kg

$EqCO_3$(eq/kg)=

$$\frac{10\ x\ 2\ x\ (8,9-4,6)\ x\ 0,075\ (eq/liter)}{0,014\ kg}$$

=46,714 eq/kg

Penentuan Cl level rendah Dowex X1 OH

EqCl(eq/kg)=

$$\frac{\{(V, AgNO3) - V\ Blanko\ AgNO3)\ xN\ AgNO3\}}{\text{WMoist2OH(gr)}}\ \text{eq/liter}$$

=21 eq/kg

Data eluen kolom Dowex X1 OH: pH awal ketiga cuplikan 0,20; ditambah indikator pH 0,23; dan sesudah dititrasi pH 0,26. Titrasi eluen kolom volume 10ml dibutuhkan AgNO3 = 1,43ml. Perubahan warna : jernih→kuning (+indi K2CrO4) → dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ kuning keruh.

Pengukuran effluen Nitrat dengan HCl

Titrasi pertama eluen Nitrat dari kolom Dowex X1 Cl dibutuhkan HCl 0,0167ml, dan titrasi kedua dipakai HCl 0,3ml. Pengukuran pH: 8,62 ; setelah ditambah pp pH 8,28 ; titrasi I HCl pH 3,23 ; dan penambahan mo pH 8,26 ; titrasi II HCl pH 2,46. Perubahan warna: jernih→ungu(+pp dan NH_4OH) → jernih (titrasi I HCl) →kuning (+ mo dan NH_4OH) →merah orange (titrasi ke II HCl).

Data efluen nitrat 10 ml dari kolom Dowex X1 Cl

Pengukuran pH: 0,01, penambahan indikator pH 0,05 ; dititrasi pH 0,14. Titrasi dengan $AgNO_3$ + K_2CrO_4 dibutuhkan AgNO3 0,86ml. Perubahan warna : jernih→kuning (+indi K_2CrO_4) → dititrasi dengan $AgNO_3$ kuning keruh.

Penentuan OH dan CO_3 resin Dowex X1 Cl

Diket : W moist Cl (gram) = 11,83 gram. Volume Nitrat = 10mL. Volume HCl I = 0,16mL. Volume HCl II = 0,3mL

EqOH(eq/kg)=$\frac{10\ x\ (2\ x\ (0,16) - (0,3) x\ 0,075\ (eq/liter)}{0,014\ kg}$

=1,0714 eq/kg

$EqCO_3$(eq/kg)=

$$\frac{10\ x\ 2\ x\ (0,3-0,16)\ x\ 0,075\ (eq/liter)}{0,014\ kg} = 1,5105\ \text{eq/kg}$$

Analisis Ukuran Butir: Hasil ayakan resin Dowex X1 Cl sebagai berikut: Berat resin awal 30,07 gr, ukuran 100 mesh (500 µm) 27,95 gr, ukuran 300 µm = 1,19 gr, ukuran 75 µm = 0,45 gr, dan ukuran dibawah 75 µm = 0 gr. Hasil ayakan resin Dowex X1 OH sebagai berikut:

Berat resin awal 30,07 gr, ukuran 100 mesh (500 µm) 25,65 gr, ukuran 300 µm = 1,95 gr, ukuran 75 µm = 1,35 gr, dan ukuran dibawah 75 µm = 0 gr.

Penentuan Cl level rendah Dowex X1 Cl

EqCl(eq/kg)=

$$\frac{\{(V, AgNO3) - V\ Blanko\ AgNO3)\ xN\ AgNO3\}}{\text{WMoist2OH(gr)}}\ \text{(eq/l)}$$

$$= \frac{\{(0,86\ mL - 1,23 mL)\ x\ 0,01N\}}{0,01\ \text{kg}} = -0,37\ \text{eq/kg.}$$

Tabel 1. Data standar SO_4^{2-} 245 mg/l pada spektrometer UV 420nm volume 5 ml dengan blanko air suling. (Influen nitrat).

SO_4	A I	AII	A III	Rata	Kor
Blan	0,009	0,010	0,010	0,009	-
0,5	0,016	0,016	0,016	0,016	**0,007**
1,0	0,009	0,008	0,006	0,008	-
1,5	0,042	0,040	0,039	0,040	**0,031**
2,0	0,028	0,026	0,026	0,027	0,018
2,5	0,027	0,022	0,020	0,023	0,014
3,0	0,117	0,118	0,117	0,117	0,108
3,5	0,070	0,065	0,067	0,067	**0,058**
4,0	0,094	0,093	0,093	0,093	**0,084**
4,5	0,112	0,105	0,108	0,108	**0,099**
5,0	0,118	0,118	0,118	0,118	**0,109**

Tabel 2. Absorbansi SO_4 standar pada effluent NO_3 resin Cl.

SO_4	A I	A II	A III	Rata	Kor
Blan	0,019	0,018	0,018	0,018	-
0,5	0,083	0,081	0,102	0,089	0,071
1,0	0,016	0,031	0,051	0,028	**0,010**

1,5	0,046	0,043	0,039	0,041	0,023
2,0	0,008	0,010	0,078	0,031	**0,012**
2,5	0,007	0,008	0,055	0,023	0,005
3,0	0,007	0,046	0,040	0,020	0,002
3,5	0,045	0,067	0,064	0,052	**0,034**
4,0	0,034	0,033	0,077	0,048	0,030
4,5	0,012	0,011	0,068	0,030	0,012
5,0	0,051	0,049	0,134	0,077	**0,059**
5,5	0,003	0,045	0,045	0,017	-
6,0	0,120	0,056	0,056	0,077	0,059

Data pengukuran densitas:

a.Resin Cl: densitas basah = 5/5,36 gr/ml = 0,9328 gr/ml. Densitas kering = 5/6,52 gr/ml = 0,7668 gr/ml. % volume kosong = (1 – 0,7668/0,9328) X 100 % = 17,80 %.

b.Resin OH: densitas basah = 0,9090 gr/ml. Densitas kering = 0,9074 gr/ml. % volume kosong = (1 – 0,9074/0,9090) X 100 % = 0,18 %.

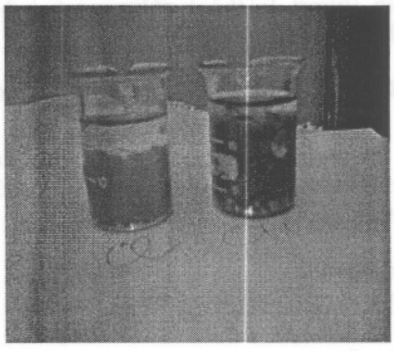
c.Resin Dowex Marathon OH/H: Densitas basah = 0,9041 gr/ml. Densitas kering = 0,9287 gr/ml. % volume kosong = 2,72 %. Analisis Kadar Air
Resin Cl: 47,20 %; Resin OH: 66,20 %.
Resin OH/H: 41,20 %.

PEMBAHASAN

Resin Dowex X1 OH menyusut bila dielusi Sodium Nitrat, dan kembali mengembang (*swelling*) dengan eluen air dan NaOH, tetapi pada resin Dowex X1 Cl penyusutan tidak hanya disebabkan elusi nitrat, tetapi juga oleh NaOH. Meskipun demikian kolom resin ini akan kembali mengembang dengan elusi air. Rata rata prosen penyusutan dan pengembangan kedua resin diantara 18-20%. Perhitungan ekivalen OH, CO_3, dan Cl jelas menunjukkan kapasitas resin bentuk OH jauh melebihi resin Cl. Demikian pula pada prosen volume kosong resin yang tidak terisi fungsional quarternary amine, ternyata resin bentuk Cl jauh lebih besar. Resin OH bila dipakai sebagai langkah kondisioning mempunyai afinitas Nitrat lebih besar dari pada kolom resin Cl, dan mampu menggantikannya dengan SO_4^{2-}. Pengamatan in-situ perubahan fisik resin selama perlakuan: Kolom Dowex X1 OH : Warna resin bed didalam kolom coklat tua, setelah dialiri Sodium Nitrat dan NaOH warna tetap. Tinggi resin setelah dielusi Sodium Nitrat turun perlahan, lalu dielusi NaOH naik cepat (*swelling*). Kolom Dowex X1 Cl. Warna resin bed didalam kolom kuning, setelah dialiri Sodium Nitrat dan NaOH warna coklat tua. Tinggi resin setelah dielusi Sodium Nitrat turun dengan cepat (resin menyusut), lalu dielusi NaOH naik perlahan.

KESIMPULAN

Resin Dowex X1 Cl harus dikondisikan dengan NaOH pada konsentrasi 0,5 M, sebelum dan sesudah aplikasi proses penukar ion. Kapasitas ion OH, CO_3, dan Cl untuk resin Dowex X1 Cl adalah 1,0714eq/kg; 1,5105 eq/kg;dan-0,37eq/kg. Sedang untuk resin Dowex X1 OH adalah 16,071eq/kg ; 46, 714eq/kg; 21eq/kg. Persen volume kosong resin Dowex X1 Cl adalah 17,80% sedang pada resin Dowex X1 OH 2,72%. Sementara kadar air resin Dowex X1 Cl 47,20% ; dan pada resin Dowex X1 OH 66,20%. Ukuran butir resin 100 mesh untuk Dowex X1 Cl mencapai 92,95%, dan untuk resin Dowex X1 OH mencapai 85,30%.



Gambar 3. Secara visual warna dan homogenitas kedua resin berbeda, termasuk kecepatan mengendap. Resin Dowex X1 Cl dan OH didalam Toluene.

DAFTAR PUSTAKA

1. **Boari,G; Liberty,L; Merli,C; and Passino,R.**,"Exchange Equilibria on anion resins, Desalination,15,1974,145.
2. **Aveni,A; Boari,G; Liberty,L; Santori,M and Monopoli,B.**,"Sulfate removal and Dealkalization on weak resin of the feed water for evaporation desalting plants, Desalination, 16,1975,135.
3. **Hellferich,F.G; and Klein,G.**,"Multi component Chromatography:Theory of Interferrence", Xerox Univ. Microfilms, Ann Arbor, MI, Marcel Dekker, 1970.
4. **Gutter,G.A;.**,"Removal of Nitrates from contaminated water supplies for public use", US EPA, Cincinnati, OH, 1982.
5. **Alchin,D;.**"Ion Exchange Resin", .XIII-water-D-Ion Exchange Resin-1, Service Chemist, Drew New Zealand, 2000
6. **Ana Maria,SO.**," Descrimination Among Several Kinetic Models for OH - / Cl –Ion Exchangebin a strong Base Anion Exchanger,

Dept.of Inorganic Chemistry,Univ.of Polytechnica Bucharest,Rumania,2003

7. **ROHM AND HAAS COMPANY,.**" Ion Exchange Resins, Master Test Methods, Total Anion Exchange Cap.,Moist.Hold.Cap.,and % Regeneration: OH forms resins", MTM0220, 1998.

Tanya Jawab

Sriyono

➢ Bagaimanakah penjelasan dari proses penukaran anion yang secara visual bed kolom menyusut dan mengembang?

Sri Sukmajaya

✧ *Bed kolom resin Cl menyusut disebabkan terelusi oleh anion nitrat, sampai mencapai 20-30 % kapasitas oksidasi nitrat terhadap gugus fungsional quartenary amina resin lebih besar dari pada Cl sehingga resin menyusut*

Noor Hardjono

➢ Apa bedanya Dowex X1 Cl dengan Amberlite IRA 402 Cl yang dipakai pada pesawat demin air reaktor?

Sri Sukmajaya

✧ *Pada prinsipnya hampir sama. Resin anion adalah proses aminasi ikatan styrene divinil benzene yang menukar gugus fungsional trimetil amina dan quartenary amina. Koefisien selektifitas anion Cl sama. Yang membedakan adalah kapasitas tukar anion kuat dari garam logam lebih aplikatif untuk resin Dowex X1 CL*

Sigit Pramana

➢ Bagaimana mengatasi saluran tipis terpisah (channel) pada bed kolom resin

Sri Sukmajaya

✧ *Channel disebabkan oleh intrusi udara atau perubahan produk reaksi samping yang menghasilkan endapan di dalam bed kolom resin. Cara mengatasi dengan dilakukan siklus regenerasi ke dalam kolom memakai NaOH, Hcl, $NaNO_3$.*