

BAB 1

PENDAHULUAN

A. LATAR BELAKANG

Zirkonium (Zr) merupakan unsur golongan IVB bersama-sama dengan titanium (Ti) dan Hafnium (Hf). Zirkonium memiliki nomor atom 40 dengan berat atom 91,22 g/mol dan konfigurasi elektron $[Kr]4d^25s^2$. Sumber utama Zr adalah zircon ($ZrSiO_4$) yang umumnya ditemukan dalam pasir dengan mineral berat seperti ilmenite dan rutile yang merupakan mineral titanium (Gambogi, 2009). Hafnium memiliki nomor atom 72 dengan berat atom 178,49 g/mol dan konfigurasi elektron $[Xe]4f^{14}5d^26s^2$.

Zirkonium merupakan bahan yang baik untuk industri nuklir maupun non nuklir. Zirconium Carbide (ZrC) pada industri nuklir digunakan sebagai bahan pelapis kernel UO_2 untuk bahan bakar reaktor suhu tinggi (RST) sebagai pengganti SiC (Silicon Carbide) karenan selain lebih tahan suhu tinggi juga sifat tahan korosinya tinggi (M.Setyadji, 2010). Aplikasi Zr pada industri non nuklir diantaranya unbtuk penstabil warna cat atau tinta, bahan coating, katoda untuk fuel cell, katalis dan bahan konstruksi (US Patent, 1997).

Keberadaan Zr selalu bersama dengan hafnium (Hf) karena mempunyai kulit elektron terluar yang sama, sehingga untuk menghasilkan Zr murni harus dipisahkan dari Hf. Metode yang digunakan untuk memisahkan Zr dengan Hf dapat berupa ekstraksi pelarut maupun penukar ion. Namun metode ekstraksi memiliki kekurangan yaitu pelarut yang bersifat toksik dan mahal sehingga

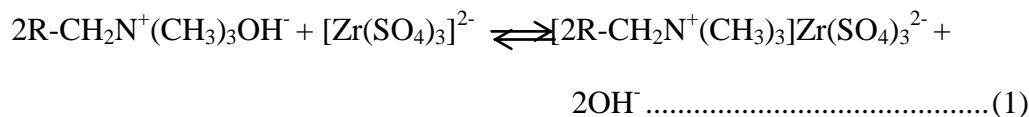
dipilih metode penukar ion (Endang Susiantini, dkk, 2011). Dalam metode penukar ion ini menggunakan alat *Continuous Annular Chromatography* (CAC).

Continuous Annular Chromatography (CAC) merupakan alat untuk pemisahan molekul berdasarkan pada perbedaan afinitas ke arah adsorben yang dipengaruhi oleh konsentrasi eluat, kecepatan alir umpan dan kecepatan putar alat sehingga komponen dapat ditampung dan dimurnikan pada posisi yang berbeda pada kolom keluaran. Dalam CAC terdapat fase diam berupa resin anion dan fase gerak berupa eluen. Mekanisme terjadinya pemisahan karena adanya perbedaan kecepatan gerakan komponen yang akan dipisahkan melewati fasa diam dengan aliran dari eluen yang disebabkan adanya siklus proses adsorpsi dan desorpsi yang berulang (Gde Pandhe Wisnu Suyantara, 2012).

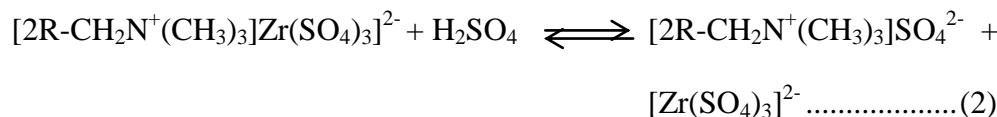
Pemisahan Zr-Hf menggunakan CAC didasarkan pada proses adsorpsi dan desorpsi ion Zr pada resin anion. Hal ini disebabkan pemisahan merupakan proses adsorpsi dan desorpsi secara berulang. Oleh sebab itu perlu dilakukan analisis pola adsorpsi dan desorpsi Zr pada resin anion dengan CAC untuk mengetahui pola pemisahan Zr-Hf pada resin anion dengan CAC. Berdasarkan pola adsorpsi-desorpsi ini diketahui konsentrasi H_2SO_4 serta kecepatan putar yang sesuai untuk melakukan pemisahan Zr-Hf.

Adsorpsi dalam alat CAC terjadi apabila ion bermuatan positif (kation) atau negatif (anion) pada larutan menggantikan ion pada resin yang bermuatan

sama. Adsorpsi Zr oleh resin anion dapat terjadi apabila terbentuk kompleks Zr-anion sebagai $[Zr(SO_4)_3]^{2-}$ dengan persamaan reaksi sebagai berikut:



Desorpsi terjadi ketika ion bermuatan dari larutan yang terikat pada resin digantikan oleh ion yang bermuatan sama dari eluen. Persamaan reaksi yang terjadi pada proses desorpsi adalah sebagai berikut:



Proses adsorpsi yang dilakukan ini digunakan untuk dasar pemisahan Zr-Hf sehingga dilakukan analisis pola adsorpsi dengan beberapa kondisi kecepatan putar dan konsentrasi H_2SO_4 . Kecepatan putar yang digunakan dalam penelitian ini adalah 40, 75 dan 100 rpm. Besarnya kecepatan ini dipilih berdasarkan hasil penelitian Gde Pandhe Wisnu Suyantara (2012) yang menyatakan bahwa kecepatan putar semakin besar maka pemisahan Zr-Hf kurang efektif, sehingga dipilih kecepatan di bawah 100 rpm. Konsentrasi eluen H_2SO_4 yang digunakan adalah 1, 2, 3 dan 4 M karena berdasarkan US Patent (1997) eluen H_2SO_4 1 dan 2 M digunakan untuk menyerap Zr dan mengeluarkan Hf sedangkan H_2SO_4 3 dan 4 M digunakan untuk mengeluarkan Zr.

Umpam yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari proses pengendapan $ZrOCl_2$ dengan H_2SO_4 6 M yang disertai pemanasan pada suhu $100^{\circ}C$ sampai terbentuk endapan putih Zr-sulfat. Endapan tersebut diambil dan dicuci dengan alkohol teknis sampai warna putih bersih. Setelah itu

dikeringkan dalam oven pada suhu 65°C selama 2 jam. Endapan yang kering dilarutkan dalam H₂SO₄ 2 M untuk memperoleh spesies Zr(SO₄)₃²⁻ (Latifa Khoiruni Nisa, 2011).

Umpam dari hasil proses dibawa ke dalam kolom pemisahan yang berputar dengan fasa gerak (eluen) berupa larutan H₂SO₄ 1, 2, 3 dan 4 M. Dalam anulus terjadi pertukaran ion antara fasa diam yang berupa resin penukar anion dengan anion fasa gerak. Resin penukar anion yang digunakan adalah Dowex1-X8 karena memiliki struktur dasar yang kuat dengan 2-12% ikatan silang antara polimer *backbone* dari *styrene* dan *divenyl benzene* (US Patent, 1997).

Setiap zirkonium yang tidak membentuk komplek anion tidak akan berinteraksi dengan gugus aktif resin anion sehingga akan terelusi bersama-sama dengan pengotor. Eluen hasil proses ini dianalisis dengan XRF untuk menganalisis kadar zirkonium yang tertangkap dalam eluen sehingga diketahui kadar Zr dalam larutan. Kadar Zr ini kemudian dibuat grafik hubungan dengan nomor fraksi sehingga diketahui pola adsorpsi dari Zr-sulfat pada rresin Dowex 1-X8.

Hasil proses adsorpsi ini dilihat dari besarnya kadar Zr pada setiap nomor fraksi. Adsorpsi terjadi apabila kadar Zr pada nomor fraksi rendah dan desorpsi terjadi bila kadar Zr pada nomor fraksi tinggi. Hal ini disebabkan apabila kadar Zr tinggi maka banyak Zr yang keluar sehingga disebut desorspsi sedangkan bila kadar Zr rendah maka banyak Zr yang diserap oleh resin sehingga disebut adsorpsi.

B. IDENTIFIKASI MASALAH

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, dapat diidentifikasi beberapa permasalahan yaitu:

1. Jenis alat yang digunakan untuk adsorpsi
2. Jenis umpan yang digunakan
3. Jenis dan konsentrasi eluen yang digunakan
4. Jenis resin yang digunakan
5. Kecepatan putar CAC
6. Metode analisis untuk hasil proses yang digunakan
7. Sudut pandang proses adsorpsi yang digunakan

C. PEMBATASAN MASALAH

Untuk menghindari penafsiran lain yang mungkin timbul mengenai penelitian ini, maka perlu diberikan batasan-batasan sebagai berikut:

1. Jenis alat yang digunakan untuk adsorpsi adalah CAC
2. Jenis umpan yang digunakan adalah $[Zr(SO_4)_2] \cdot H_2O$ hasil proses yang dilarutkan dalam H_2SO_4 2 M untuk membentuk spesies $[Zr(SO_4)_3]^{2-}$
3. Jenis eluen yang digunakan H_2SO_4 dengan konsentrasi 1, 2, 3 dan 4 M
4. Jenis resin yang digunakan adalah Dowex 1-X8
5. Kecepatan putar kolom CAC sebesar 40, 75, 100 rpm
6. Metode analisis yang digunakan adalah XRF untuk menganalisis kadar Zr dalam sampel

7. Sudut pandang proses adsorpsi yang digunakan adalah kadar Zr hasil proses adsorpsi pada setiap nomor fraksi, kadar Zr rendah disebut adsorpsi dan kadar Zr tinggi disebut desorpsi

D. PERUMUSAN MASALAH

Berdasarkan pembatasan masalah di atas, rumusan permasalahan yang akan diteliti adalah:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap proses adsorpsi dan desorpsi Zr-sulfat pada resin penukar anion dengan menggunakan alat CAC?
2. Bagaimana pengaruh kecepatan putar terhadap proses adsorpsi dan desorpsi Zr-sulfat pada resin penukar anion dengan menggunakan alat CAC?

E. TUJUAN PENELITIAN

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap proses adsorpsi dan desorpsi Zr-sulfat pada resin penukar anion dengan menggunakan CAC.
2. Mengetahui pengaruh kecepatan putar terhadap proses adsorpsi dan desorpsi Zr-sulfat pada resin penukar anion dengan menggunakan CAC.

F. MANFAAT PENELITIAN

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Bagi PTAPB-BATAN

Memperoleh data proses adsorpsi dan desorpsi Zr-sulfat pada resin penukar anion dengan menggunakan alat CAC. Data ini berguna merancang kinerja alat pemisahan Zr-Hf sehingga dapat menghasilkan Zr dan Hf murni dalam skala besar.

2. Bagi Mahasiswa

Mendapatkan ilmu yang lebih mendalam mengenai adsorpsi desorpsi Zr yang pada proses selanjutnya akan digunakan untuk pemisahan Zr-Hf dengan CAC.