

EKSTRAKSI KONSENTRAT La DAN Nd HASIL OLAH PASIR MONASIT MEMAKAI D2EHPA

MV Purwani, Dwi Biyantoro, Trimo Hadi
P3TM – BATAN, Jl. Babarsari POBox 1008 Yogyakarta 55010

ABSTRAK

EKSTRAKSI KONSENTRAT La dan Nd HASIL OLAH PASIR MONASIT MEMAKAI D2EHPA. Telah dilakukan ekstraksi konsentrat La dan Nd hasil olah pasir monasit. Unsur mayoritas yang terkandung dalam pasir monasit adalah Ce, La dan Nd. Setelah pengambilan Ce, diperoleh konsentrat La dan Nd. Untuk memisahkan La dan Nd dilakukan ekstraksi memakai D2EHPA. Larutan umpan atau fasa air adalah konsentrat La dan Nd dalam suasana HNO₃. Parameter yang berpengaruh adalah waktu dan kecepatan pengadukan selama dilakukan ekstraksi, serta keasaman umpan dan konsentrasi D2EHPA dalam kerosen. Hasil terbaik diperoleh pada ekstraksi 10 ml larutan umpan dalam suasana HNO₃ 0,2 M, diekstraksi dengan 10% D2EHPA dalam Kerosen sebanyak 10 ml dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Pada keadaan ini diperoleh Kd La = 10,34, Kd Ce = 0,58, Kd Nd = 0,24 serta FP La-Ce = 27,21, FP La-Nd = 43,08 dan FP Ce-Nd = 2,42.

ABSTRACT

EXTRACTION OF La AND Nd CONCENTRATE PRODUCT OF MONAZITE SAND TREATMENT BY D2EHPA. Extraction of La and Nd concentrate product of monazite sand treatment by D2EHPA have done. The mayor element contained in monazite sand were Ce, La and Nd. After separation of Ce, was obtained La and Nd concentrate. The extraction process using D2EHPA to separate La and Nd. The extraction feed or aqueous phase was La and Nd concentrate in HNO₃. The parameter influence were time and rate of agitation, acidity of feed and concentration of D2EHPA in kerosene. The best yield was obtained at extraction of 10 ml of feed in HNO₃ 0.2M, was extracted by 10 ml of D2EHPA in kerosene along 10 minutes with the rate of agitation was 400 rpm. At this condition was obtained distribution coefficient (Kd) of La = 10.34, Kd Ce = 0.58, Kd Nd = 0.24 and separation factor of (FS) La –Ce = 27.21, FS of La-Nd = 43.08 and FS of Ce-Nd = 2.42.

PENDAHULUAN

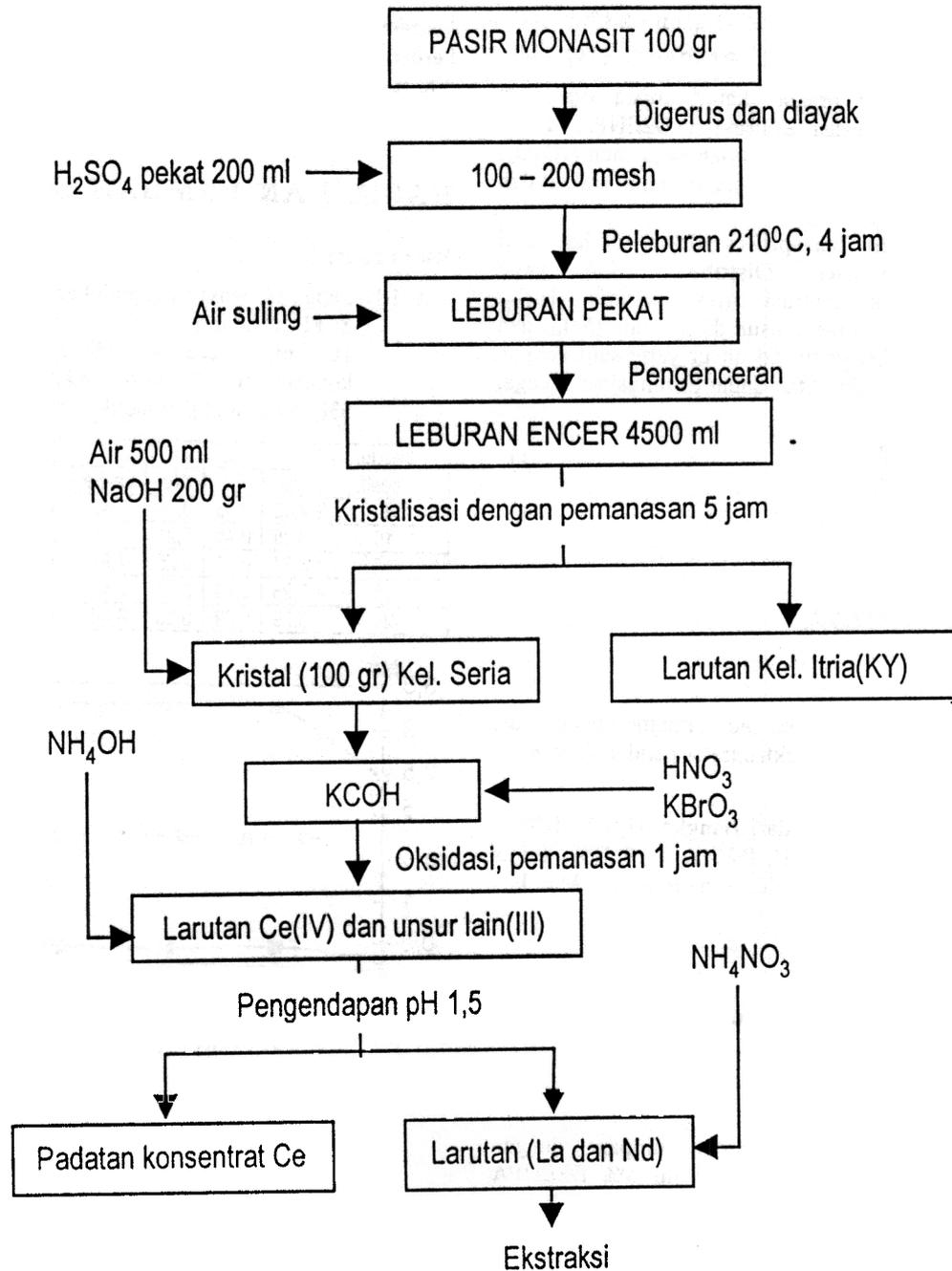
Pasir Monasit merupakan bahan buangan penambangan timah oleh PT Timah yang diperoleh di laut sekitar P.Bangka, Belitung dan Singkep. Pasir Monasit ini mengandung unsur logam tanah jarang. Kadar tertinggi unsur logam tanah jarang dalam pasir monasit adalah Serium (Ce) = ± 16 – 20 %, La (Lantanum) = ± 7-10 % dan Nd (Neodimium) = ± 5-7%, sedang unsur-unsur logam tanah jarang yang lain lebih sedikit. Dari ketiga unsur tersebut yang paling mahal harganya adalah Nd. Nd juga merupakan unsur logam tanah jarang yang mempunyai kegunaan yang sangat luas dalam berbagai industri, antara lain Nd dapat dipakai sebagai bahan baku pembuatan magnet, optik, superkonduktor dll. Purwani dkk⁽¹⁾ telah melakukan penelitian proses pemungutan Ce dari pasir monasit. Setelah pengambilan Ce, sisanya adalah konsentrat Nd dan La. Oleh karena

mengingat kegunaan dan harga Nd yang mahal, maka sangat layak untuk dilakukan penelitian pemisahan Nd dari konsentratnya sebelum dilakukan pemurnian.

Salah satu teknik pemisahan yang sering dipakai adalah ekstraksi pelarut atau ekstraksi cair-cair. Teknik pemisahan ini sangat sederhana, cepat, mempunyai ruang lingkup yang luas, dapat dipakai untuk memisahkan logam-logam dari kadar rendah sampai kadar tinggi. Terjadinya pemisahan unsur satu dengan lainnya karena berpindahannya salah satu atau beberapa unsur dari fasa cair yang satu ke fasa cair yang lainnya yang tidak saling melarutkan. Unsur-unsur yang akan dipisahkan biasanya berada pada larutan yang bersifat seperti air atau larutan anorganik yang sangat encer sehingga disebut fasa air. Salah satu atau beberapa unsur akan berpindah ke fasa cair yang lain yang biasanya berupa larutan organik yang disebut sebagai fasa organik. Fasa organik ini mempunyai gugus ligan yang dapat

bereaksi selektif terhadap salah satu atau beberapa unsur logam yang akan dipisahkan. Reaksi yang terjadi bisa berbentuk reaksi pembentukan kompleks maupun reaksi yang lainnya. Terpisahnya unsur-unsur ini karena perbedaan reaktifitas setiap unsur terhadap gugus ligan dan perbedaan difusifitas masing-masing unsur terhadap fasa organik⁽²⁾. Larutan organik yang dipakai sebagai ekstraktan untuk memisahkan logam-logam kebanyakan organofosfor.

Kris Tri Basuki dkk.⁽³⁾, telah memisahkan Ce dari La dan Nd hasil olah pasir monasit dengan Tributylfosfat(TBP). Dalam penelitian tersebut, setelah pemakaian 75% TBP dalam kerosen baru diperoleh faktor pisah yang relatif baik. Dari buku *Data of Inorganic Solvent Extraction*⁽⁴⁾ yang diterbitkan oleh JAERI, La akan terekstrak dengan sangat baik oleh D2EHPA pada keasaman rendah, sedang Nd hanya sedikit terekstrak, oleh karena itu kedua unsur tersebut dapat dipisahkan. Pada

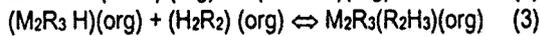
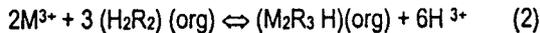


Gambar 1. Diagram blok pembuatan konsentrat La dan Nd

penelitian ini akan dilakukan ekstraksi konsentrat Nd dalam larutan nitrat memakai D2EHPA (Di-2-Ethylhexyl phosphoric acid). Menurut Kosinski, F.G dkk⁽⁵⁾, reaksi yang terjadi antara logam dengan D2EHPA (HR) pada keasaman rendah mengikuti reaksi pertukaran kation sebagai berikut :



Sedang menurut Ting Chi Huang⁽⁶⁾ reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Berdasar reaksi diatas, maka dipelajari pengaruh konsentrasi ekstrak D2EHPA dalam kerosen (sebagai pengencer) dan keasaman (HNO₃) fasa air, disamping itu dipelajari pula waktu dan kecepatan pengadukan.

Keberhasilan proses dapat dilihat dari besarnya Koefisien Distribusi (Kd) yaitu perbandingan konsentrasi difasa organik [M]_{org} dibanding konsentrasi unsur di fasa air [M]_{air} dan faktor pisah (FP) yaitu Kd unsur yang satu dengan Kd unsur yang lain. Atau dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$Kd = \frac{(M)_{org}}{(M)_{air}} \quad (4)$$

$$FP = \frac{Kd_1}{Kd_2} \quad (5)$$

TATA KERJA

Alat

Pemanas dan pengaduk magnet, penggerus, alat gelas, pHmeter, Spektrometer pendar sinar X

Bahan

Pasir Monasit dari Bangka, H₂SO₄, HNO₃, Na₂SO₄, NH₄OH, NaOH, KBrO₃, D2EHPA, kertas saring, Ce oksida, La oksida dan Nd oksida Merck.

Cara kerja

Pembuatan konsentrat La dan Nd

Diagram pembuatan konsentrat La dan Nd dapat dilihat pada Gambar 1.

Ekstraksi

a. Variasi waktu

Sepuluh ml larutan umpan dengan keasaman 0,1 M ditambah 10 ml 5% D2EHPA dalam kerosen, diaduk dengan kecepatan 400 rpm. Waktu divariasi 5, 10, 15, 20 dan 25 menit

b. Variasi kecepatan pengadukan

Sepuluh ml larutan umpan dengan keasaman 0,1 M ditambah 10 ml 5% D2EHPA

dalam kerosen, diaduk selama 10 menit. Kecepatan pengadukan divariasi 200, 400, 600 dan 800 rpm.

c. Variasi D2EHPA

Sepuluh ml larutan umpan dengan keasaman 0,1 M ditambah 10 ml D2EHPA dalam kerosen, yang divariasi konsentrasinya diaduk selama 10 menit pada kecepatan 400 rpm. Konsentrasi D2EHPA divariasi 1, 3, 5, 10, 15 %

d. Variasi keasaman HNO₃

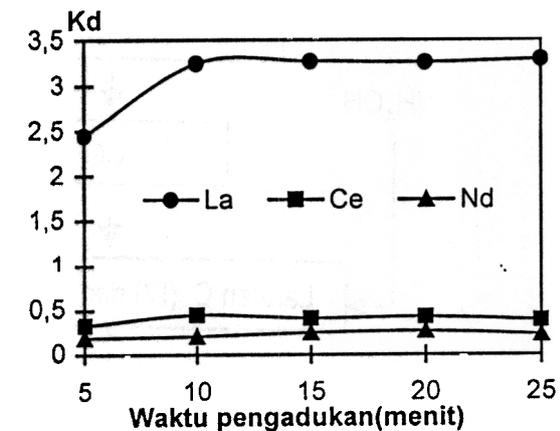
Sepuluh ml larutan umpan dengan variasi keasaman ditambah 10 ml 5% D2EHPA dalam kerosen, diaduk selama 10 menit pada kecepatan 400 rpm. Keasaman divariasi 0,1; 0,5; 1; 2; 3 dan 5 M

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi

Tabel 1. Pengaruh waktu pengadukan terhadap Kd & FP. (Volume fasa air = fasa organik = 10 ml, keasaman HNO₃ = 1 M, konsentrasi D2EHPA dalam kerosen = 5%, kecepatan pengadukan = 400 rpm)

Waktu, menit	Kd			FP		
	La	Ce	Nd	La-Ce	La-Nd	Ce-Nd
5	2,45	0,33	0,19	7,42	12,89	1,74
10	3,25	0,45	0,21	7,18	15,48	2,14
15	3,27	0,41	0,25	7,97	13,08	1,64
20	3,26	0,43	0,27	7,58	12,07	1,50
25	3,29	0,39	0,23	8,45	14,30	1,69



Gambar 2. Hubungan variasi waktu pengadukan Vs Kd La, Ce dan Nd

Dari Tabel 1 dan Gambar 2 dapat dilihat bahwa harga Kd La, Ce dan Nd akan naik dengan bertambahnya waktu ekstraksi atau waktu pengadukan. Dengan bertambahnya waktu pengadukan, reaksi akan semakin sempurna sehingga La, Ce dan Nd yang berpindah ke fasa

organik semakin banyak. Tetapi pada waktu ekstraksi 15 menit, harga Kd hampir konstan. Pada saat ini telah terjadi kesetimbangan, sehingga tidak terjadi perubahan reaktan dan hasil reaksi. Dari harga Kd yang diperoleh, dapat dilihat bahwa unsur yang paling mudah diekstraksi adalah La, disusul Ce dan Nd. Pengambilan kondisi yang baik berdasarkan besarnya faktor pisah antara Nd dengan La dan Ce. Hasil terbaik diperoleh pada waktu ekstraksi 19 menit.

pengadukan, karena intensitas terjadinya tumbukan antara reaktan semakin banyak dan semakin cepat. Dengan pengadukan yang semakin cepat, tebal lapisan yang menghambat terjadinya perpindahan massa karena difusi semakin kecil, Tetapi kalau intensitas pengadukan semakin ditingkatkan, tebal lapisan yang menghambat terjadinya difusi sudah sangat tipis dan hampir tidak punya hambatan lagi, oleh karena sudah tidak mempengaruhi perpindahan massa lagi. Disamping itu dengan pengadukan akan

Tabel 2. Analisis pasir monasit dan hasil olahannya

Unsur	Kadar					
	Pasir monasit (%)	Leburan pasir monasit (bpj)	Garam rangkap sulfat KC (%)	KCOH (%)	Filtrat setelah Ce diambil (bpj)	Konsentrat Nd (bpj)
Th	5,21	1086	3,89	6,23	776	683
Y	2,34	512	0,59	2,57	570	522
La	7,65	1712	6,56	12,96	16308	5145
Ce	16,23	4505	12,97	30,45	772	753
Nd	6,87	1164	5,92	11,28	6126	5908
Gd	2,31	492	0,52	3,42	1278	1242
Sm	2,82	624	2,77	5,72	826	824
Dy	2,27	178	0,03	0,42	0	0

Tabel 3. Perbandingan unsur Ce, La dan Nd dalam pasir monasit dan hasil olahannya

Perbandingan unsur	Pasir monasit	Leburan pasir monasit	Garam rangkap sulfat KC	KCOH	Filtrat setelah pengambilan Ce	*Konsentrat Nd (bpj)
Ce/La		2,6314	1,9771	2,3495	0,0749	0,1464
Nd/La		0,6799		0,8704		1,1483
Nd/Ce		0,2584	0,4564	0,3704	8,1943	

a. Variasi kecepatan pengadukan

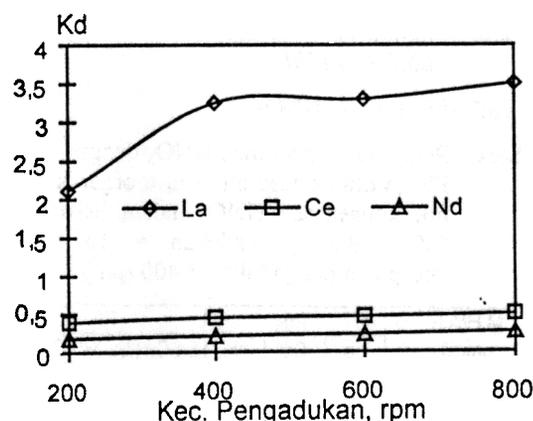
Terjadinya perpindahan massa dari fasa air ke fasa organik disebabkan karena reaksi kimia dan difusi. Antara fasa air dan fasa organik terjadi lapisan antar muka dengan ketebalan imajiner tertentu yang merupakan hambatan laju perpindahan massa dari fasa air ke fasa organik atau sebaliknya. Besarnya tebal lapisan tipis antar muka ini tergantung kecepatan pengadukan.

Tabel 4. Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap Kd & FP. (Volume fasa air = fasa organik = 10 ml, keasaman HNO₃ = 1 M, konsentrasi D2EHPA dalam kerosen = 5%, waktu pengadukan = 10 menit)

kecepatan pengadukan(rpm)	Kd			FP		
	La	Ce	Nd	La-Ce	La-Nd	Ce-Nd
200	2,11	0,39	0,18	5,41	11,72	2,17
400	3,25	0,45	0,21	7,18	15,48	2,14
600	3,30	0,46	0,23	7,17	15,38	2,14
800	3,51	0,49	0,26	7,16	14,34	1,88

Semakin cepat pengadukan tebal lapisan untuk terjadinya perpindahan massa semakin tipis. Ketebalan lapisan ini dapat diperkecil dengan bertambahnya intensitas pengadukan. Harga Kd akan bertambah besar dengan kenaikan kecepatan

terjadi emulsi antara fasa air dan fasa organik, semakin cepat intensitas pengadukan emulsi yang terjadi semakin banyak, sehingga menyulitkan terjadinya pemisahan antara fasa air dan fasa organik. Dengan demikian pada kecepatan diatas 400 rpm sudah tidak ada kenaikan harga Kd. Kondisi optimum yang dipilih berdasarkan harga faktor pisah terbesar yaitu pada kecepatan 400 rpm.



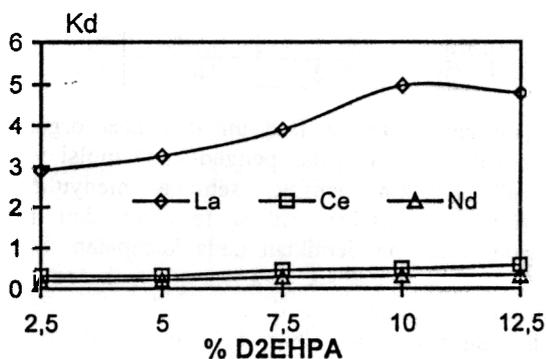
Gambar 3. Grafik hubungan kecepatan pengadukan Vs Kd La, Ce dan Nd.

b. Variasi konsentrasi D2EHPA dalam Kerosen

Tabel 5. Pengaruh % D2EHPA dengan Kd & FP. (Volume fasa air = fasa organik = 10 ml, keasaman HNO₃ = 1 M, waktu pengadukan = 10 menit, kecepatan pengadukan = 400 rpm)

D2EHPA, %	Kd			FP		
	La	Ce	Nd	La-Ce	La-Nd	Ce-Nd
2,5	2,90	0,31	0,19	9,35	15,26	1,63
5,0	3,25	0,45	0,21	7,18	15,48	2,14
7,5	3,89	0,49	0,28	2,93	12,10	1,75
10,0	4,97	0,51	0,32	9,74	15,34	1,59
12,5	4,79	0,57	0,33	8,40	14,52	1,72

Dari Tabel 5 dan Gambar 4 dapat dilihat, bahwa semakin besar konsentrasi D2EHPA, harga Kd semakin meningkat. Tentu saja hal ini disebabkan oleh karena terjadinya kesempurnaan reaksi. Dilihat dari terjadinya reaksi (1), (2) dan (3), maka dengan semakin banyak D2EHPA yang dipakai reaksi akan bergeser kekanan. Tetapi dengan semakin banyaknya D2EHPA, Ce dan Nd juga akan semakin mudah bereaksi. Dengan demikian akan menurunkan faktor pisah. Harga faktor pisah terbedar diperoleh pada pemakaian 10% D2EHPA

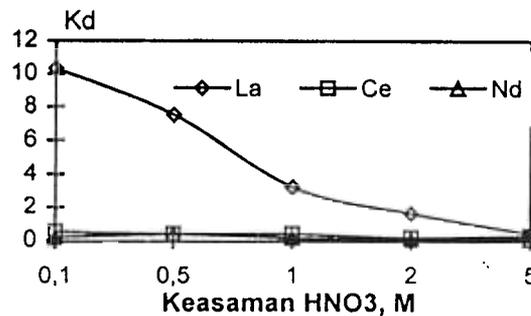


Gambar 4. Pengaruh %D2EHPA terhadap Kd La, Ce dan Nd.

c. Variasi keasaman HNO₃

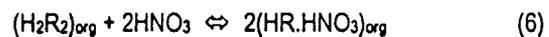
Tabel 6. Pengaruh konsentrasi HNO₃ dengan Kd & FP. (Volume fasa air = fasa organik = 10 ml, konsentrasi HNO₃ dalam kerosen = 5%, waktu pengadukan = 10 menit, kecepatan pengadukan = 400 rpm)

M HNO ₃ gmol/l	Kd			FP		
	La	Ce	Nd	La-Ce	La-Nd	Ce-Nd
0,1	10,34	0,58	0,24	27,21	43,08	2,42
0,5	7,53	0,44	0,43	17,11	17,51	1,02
1,0	3,25	0,45	0,21	7,18	15,48	2,14
2,0	1,66	0,23	0,13	7,22	12,76	1,77
5,0	0,47	0,35	0,13	1,34	0,35	2,69



Gambar 6. Pengaruh konsentrasi HNO₃ dengan Kd La, Ce dan Nd.

Reaksi yang terjadi antara logam dan D2EHPA adalah reaksi pertukaran kation. Dilihat dari reaksinya dengan bertambahnya keasaman HNO₃, akan semakin bertambah terbentuknya H⁺, sehingga reaksi akan bergeser kekanan. Disamping itu adanya HNO₃ berlebihan akan mensolvasi D2EHPA dan menyebabkan penurunan jumlah D2EHPA untuk bereaksi dengan Ce, La dan Nd. Reaksi yang terjadi:



Dengan demikian akan menurunkan laju perpindahan unsur ke fasa organik dan menyebabkan penurunan harga Kd. Karena Ce dan Nd hanya sedikit terekstrak ke fasa organik, maka akan diperoleh harga FP yang maksimum pada keasaman terendah, yaitu pada 0,1 M.

KESIMPULAN

Ekstraksi dengan D2EHPA baik untuk mengekstrak La ke fasa organik dan mengekstrak seikit La dan Nd, sehingga Nd dan Ce lebih banyak tertinggal di fasa air. Harga Kd akan naik dengan bertambahnya waktu dan kecepatan pengadukan serta konsentrasi ekstrak. Tetapi pada waktu pengadukan 10 menit, kecepatan pengadukan 400 rpm dan konsentrasi D2EHPA dalam kerosen 10%, harga Kd hampir konstan. Sedang dengan semakin besarnya keasaman, harga Kd akan semakin menurun. Hasil terbaik diperoleh pada ekstraksi 10 ml larutan umpan dalam suasana HNO₃ 0,1 M, diekstraksi dengan 10% D2EHPA dalam Kerosen selama 10 menit dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Pada keadaan ini diperoleh Kd La = 10,34, Kd Ce = 0,58, Kd Nd = 0,24 serta FP La-Ce = 27,21, FP La-Nd = 43,08 dan FP Ce-Nd = 2,42.

DAFTAR PUSTAKA

1. PURWANI, DKK” Pemisahan Ce dari Ce hidroksida Hasil Olah Pasir Monasit dengan Cara Oksidasi Fraksional $KBrO_3$ ”, Prosiding PPI PPNY-Batan, (1994).
2. LADDA, G.S., dan DEGALLESAN, T.N., *Transport Phenomena in Liquid Extraction*, McGraw Hill Publishing, Co., Ltd., New York, (1976)
3. KRIS TRI BASUKI, dkk,”Pembuatan dan Pengembangan Logam Jarang Dalam Industri “, Laporan RUT II, (1995)
4. ISHIMORI T. dan NAKAMOTO, E., “ Data of Inorganic Solvent Extractions”, JAERI, 1047 (1963)
5. KOSINSKI, F.E., dan BOSTIAN H., “Lanthanum Solvent extraction mekanisme using Di-(Ethyl Hexyl Phosphoric Acid)”, J. In.Org. Nuc. Chem., 31, 3623-3631, (1969)
6. TING CHIA HUA, dkk” Kinetic of the extraction Of U(VI) from Nitric Acid Solution With Bis(2-Ethyl Hexyl Phosphoric Acid)”, Ind. Eng. Chem. Pres (1998)
7. PRAKASH, S., *Advanced Chemestri of Rare Earth.*, S.Chand and Co., (PVT), New Delhi, (1975).

TANYA JAWAB**Isman Mulyadi**

- Bagaimana penanganan D2EHPA setelah reekstraksi

MV Purwani

- ✧ *Sampai saat ini setelah dilakukan reekstraksi D2EHPA bekas tidak diregenerasi. Efisiensi pemakaian D2EHPA bisa dilakukan dengan proses sinambung dan ekstraksi membran emulsi. Dari segi limbah radioaktif D2EHPA relatif aman, karena tidak mengandung unsur radioaktif.*

Fathurrachman

- Bagaimana proses ekstraksi La dan Nd dibanding dngan proses pertukaran ion dan bagaimana dengan kemurniannya ?

MV Purwani

- ✧ *Proses pemisahan dengan cara ekstraksi lebih cepat dan sederhana dibanding dengan pertukaran ion. Proses pemisahan dengan cara pertukaran ion memerlukan waktu yang sangat lama. Tetapi hasil kemurnian yang diperoleh pada pertukaran ion lebih murni dibanding ekstraksi (meskipun sudah multi stage). Oleh karena pada pemurnian La dan Nd hasilolah pasir monasit, dipakai gabungan kedua proses tersebut, untuk efisiensi waktu dan biaya. Hasil ekstraksi La dan Nd dimasukkan ke dalam kolom penukar ion resin Dowex 50W-X8 yang dielusi dengan EDTA.*

