

PENINGKATAN KADAR NEODIMIUM SECARA PROSES PENGENDAPAN BERTINGKAT MEMAKAI AMONIA

SUYANTI, MV PURWANI, MUHADI AW.

*Bidang Kimia dan Teknologi Proses Bahan
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN
Jl. Babarsari Kotak Pos 1008, DIY 55010
Telp. 0274.488435, Faks 487824*

Abstrak

PENINGKATAN KADAR NOEDIMIUM SECARA PROSES PENGENDAPAN BERTINGKAT MEMAKAI AMONIA. Telah dilakukan optimasi pH pengendapan dan proses pengendapan bertingkat untuk pemisahan dan pengkayaan Nd (Neodimium) dari Y (Itrium), La (Lantanum) dan Ce (Serium) dalam konsentrat neodimium hasil olah pasir monasit. Umpan untuk optimasi pH adalah logam tanah jarang hidroksida. Konsentrat logam tanah jarang hidroksida sebanyak 25 gram dilarutkan dalam 50 ml HNO_3 dan diendapkan dengan NH_4OH . Parameter yang diteliti adalah pH pengendapan. Dari data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa pada optimasi pH pengendapan, Neodimium akan terpisah dengan Y, La, Ce dan Nd pada pH 8. Untuk peningkatan kadar Nd, dilakukan proses pengendapan bertingkat dengan umpan konsentrat Nd. Parameter yang diteliti adalah jumlah tingkat pengendapan dan perbandingan volume HNO_3 / berat umpan. Hasil terbaik diperoleh pada tingkat pengendapan XI, perbandingan volume HNO_3 / berat umpan = 25 / 35. Pada kondisi ini diperoleh efisiensi pengendapan Nd = 59,60%. Sebelum proses kadar Nd = 21,75% dan setelah proses kadar Nd menjadi 38,60% dengan pengotor Y = 9,89%, La = 7,62% dan Ce = 0,08%. Faktor pisah Nd – Y = 2,4916, faktor pisah Nd – La = 2,7500, faktor pisah Nd – Ce = 66,00. Hasil yang telah diperoleh diharapkan dapat ditingkatkan lagi kemurniannya dengan cara pertukaran ion

Kata kunci: Neudinium, Pengendapan bertingkat, amonia

Abstract

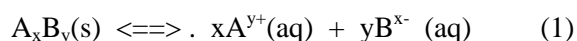
THE ENRICHMENT OF NEODYMIUM CONTENT BY MULTI STAGE PRECIPITATION PROCESS USED AMMONIA. The optimization of precipitation pH and multi stage precipitation process for enrichment and separation of Nd (Neodymium) from Y (Yttrium), La (Lanthanum), Ce (Cerium) in rare earth hydroxide concentrate have been done. The feed for optimization of precipitation pH was rare earth hydroxide concentrate treatment product of monazite sand. The rare earth hydroxide concentrate 25 gram was diluted in 50 ml HNO_3 and was precipitated with NH_4OH . The parameter was observed was pH of precipitation. From the optimization of pH, Nd would be separated from La, Ce at pH 8. The feed of multi stage precipitation process for enrichment and separation of Nd was Nd concentrate. The parameters were the degree of precipitation process and ratio of volume of HNO_3 / weight of feed. The best yield was obtained at the degree of precipitation was XI, ratio of volume of HNO_3 / weight of feed was 25 / 35. At this condition were achieved, the precipitation efficiency of Nd was 59,60 %. Before the process, the content of Nd = 21,75 % and after process the content to be 38,60% with pengotor impurities Y = 9,89%, La = 7,62% and Ce = 0,08%. Separation Factor of Nd – Y = 2,4916, separation Factor of Nd – La = 2,7500, separation Factor of Nd – Ce = 66,00.

Keywords: Neudinium, multistage precipitation, ammonia

PENDAHULUAN

Konsentrat neodimium hidroksida merupakan salah satu hasil olah pasir monasit yang diperoleh pada penelitian sebelumnya. Neodimium ditemukan oleh Welsbach pada tahun 1885. Unsur tersebut mempunyai nomor atom 60, massa atom $144,2 \text{ g mol}^{-1}$, densitas $7,0 \text{ g cm}^{-3}$, titik leleh $1024 \text{ }^{\circ}\text{C}$, dan titik didih 3047°C ⁽¹⁾. Neodimium termasuk unsur logam tanah jarang yang keberadaannya berlimpah setelah serium, dapat ditemukan dalam pasir monasit, termasuk dalam golongan lantanida. Neodimium merupakan logam kuning keperakan yang berkilauan serta sangat reaktif, merupakan salah satu unsur tanah jarang yang dapat ditemukan pada peralatan-peralatan rumah seperti televisi berwarna, lampu pijar, dan lampu hemat energi. Campuran logam Nd, besi, dan boron digunakan dalam pembuatan magnet permanen. Magnet ini adalah bagian dari komponen kendaraan, selain itu digunakan untuk penyimpanan data pada komputer dan digunakan pada *loudspeaker* ^(2,3)

Pada penelitian sebelumnya telah dibuat konsentrat $\text{Nd}(\text{OH})_3$ dengan kadar Nd sekitar 21,75%. Untuk meningkatkan kadar Nd dilakukan pengendapan bertingkat. ⁽²⁾ Proses pengendapan dapat dipakai untuk peningkatan kadar unsur dan juga untuk pemisahan unsur dengan unsur yang lain. Proses pengendapan merupakan proses pemisahan yang mudah, cepat dan murah. Pada prinsipnya pemisahan unsur - unsur dengan cara pengendapan karena perbedaan besarnya harga hasil kali kelarutan (*solubility product constant*/ K_{Sp}). Proses pengendapan adalah proses terjadinya padatan karena melewati besarnya K_{Sp} , yang harganya tertentu dan dalam keadaan jenuh. Untuk memudahkan, K_{Sp} diganti dengan $\text{p}K_{\text{Sp}} = \text{fungsi logaritma} = -\log K_{\text{Sp}}$ merupakan besaran yang harganya positif dan lebih besar dari nol, sehingga mudah untuk dimengerti. ⁽¹⁾



$$K_{\text{Sp}} = [A^{y+}]^x [B^{x-}]^y \quad (2)$$

Jika harga K_{Sp} kecil atau $\text{p}K_{\text{Sp}}$ besar, unsur atau senyawa mudah mengendap. Jika

harga K_{Sp} besar atau $\text{p}K_{\text{Sp}}$ kecil, unsur atau senyawa sulit mengendap. ⁽²⁾

Berdasarkan perbedaan hasil kali kelarutan masing - masing unsur dalam bentuk senyawanya (Th, La, Ce, Sm dan Nd), masing-masing unsur dapat dipisahkan satu dengan lainnya.

Pada bentuk hidroksida harga $\text{p}K_{\text{Sp}}$ La $(\text{OH})_3 = 22,3$, harga $\text{p}K_{\text{Sp}}$ $\text{Ce}(\text{OH})_3 = 19,82$, $\text{p}K_{\text{Sp}}$ $\text{Sm}(\text{OH})_3 = 25$ dan $\text{p}K_{\text{Sp}}$ $\text{Nd}(\text{OH})_3 = 23,3$. Sedangkan harga $\text{p}K_{\text{Sp}}$ $\text{Th}(\text{OH})_4 = 44,6$ dan dalam bentuk $\text{Ce}(\text{OH})_4$ mempunyai $\text{p}K_{\text{Sp}}$ $\text{Ce}(\text{OH})_4 = 50,4$. Supaya terjadi pemisahan senyawa dibuat dalam bentuk hidroksida. Dengan mengetahui harga $\text{p}K_{\text{Sp}}$ dapat diperkirakan pH terjadinya endapan. Semakin besar $\text{p}K_{\text{Sp}}$ atau semakin kecil harga K_{Sp} , konsentrasi OH^- semakin kecil dan nilai $\text{pOH} (= -\log \text{OH}^-)$ semakin besar. Dengan demikian harga pH ($= 14 - \text{pOH}$) menjadi semakin besar.

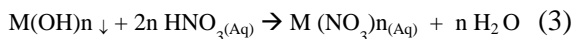
Menurut Geankoplis tahun 1983, proses terbentuknya endapan melalui 2 tahap proses yaitu :

1. Tahap pembentukan inti atau nukleasi.
Ion-ion dari molekul yang akan diendapkan mulai membentuk inti, yaitu pasangan ion menjadi butir-butir sangat kecil yang berisi beberapa molekul. Inti ini masih terlalu kecil untuk mengendap.
2. Tahap pertumbuhan inti.
Pada tahap ini, inti tumbuh menjadi butiran yang lebih besar. Inti tersebut menarik molekul-molekul lain membentuk butiran yang lebih besar, sehingga terbentuk endapan.

Untuk memisahkan Nd dengan unsur lain terutama Ce, Y dan La, berdasarkan perbedaan besarnya $\text{p}K_{\text{Sp}}$, maka larutan dibentuk menjadi hidroksida. Ke dalam larutan yang berbentuk nitrat ditambahkan NH_4OH pada pH tertentu sehingga terbentuk endapan.

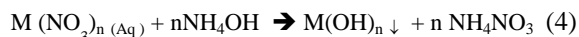
Pada pH rendah Ce valensi IV akan mengendap, sedangkan La, Nd dan unsur-unsur lainnya sukar mengendap atau dengan kata lain masih berbentuk larutan. Pada pH tinggi, Nd hampir semuanya sudah mengendap, sedangkan sebagian La akan mengendap dan sebagian ada yang belum mengendap. Oleh karena untuk memisahkan Nd, larutan diendapkan dengan ammonia pada pH 8.

Sebelum dilakukan optimasi pH pengendapan, LTJOH dilarutkan ke dalam larutan HNO₃



M = unsur LTJ.

Untuk membuat endapan hidroksida, ditambah dengan NH₄OH.(amonia) yang reaksinya sebagai berikut :



Amonia dipilih karena merupakan basa yang sangat mudah untuk direaksikan dengan larutan nitrat dan ion NH₄⁺ tidak akan mengotori endapan yang terbentuk.

Faktor yang sangat berpengaruh adalah jumlah HNO₃ dan tingkat pengendapan. Atau tingkat fraksinasi.

Perhitungan efisiensi pengambilan unsur:

$$\text{Efisiensi pengendapan unsur} = \frac{\text{kadar unsur dalam konsentrat} \times \text{berat konsentrat}}{\text{kadar unsur dalam LTJOH} \times 25} \times 100 \% \quad (5)$$

$$\text{Faktor Pisah A - B} = \frac{\text{efisiensi pengendapan unsur A}}{\text{efisiensi pengendapan unsur B}} \quad (6)$$

Endapan yang terbentuk berwarna agak merah jambu yang menunjukkan warna Nd. Setelah Nd dipisahkan, ke dalam larutan dimasukkan asam oksalat sampai tidak terbentuk endapan lagi. Endapan putih yang terbentuk adalah konsentrat La oksalat.



Lantanum oksalat yang diperoleh hanya sedikit. Untuk memperoleh jumlah yang banyak dilakukan beberapa kali pengulangan proses atau dilakukan beberapa kali tingkat pengendapan agar lantanum sebagai campuran terbesar dalam konsentrat Nd(OH)₃ dan LTJ yang lain semakin berkurang dan kadar Nd semakin meningkat.

Faktor yang sangat berpengaruh adalah jumlah HNO₃ dan tingkat pengendapan atau tingkat fraksinasi.

BAHAN DAN BAHAN

Bahan

Konsentrat logam tanah jarang hidroksida hasil olah pasir monasit yang mempunyai komposisi : Th = 5,84%, La = 12,58%, Ce = 29,64% dan Nd = 12,82%, konsentrat Nd dengan komposisi: Y=15,21%, La=11,81%, Ce=3,14%, Nd=21,75%, HNO₃ teknis untuk melarutkan LTJOH, NH₄OH teknis untuk mengatur pH dan untuk mengendapkan unsur – unsur LTJ, H₂C₂O₄ teknis untuk mengendapkan La setelah proses, air suling

untuk pengencer H₂C₂O₄ teknis, mencuci hasil leburan. Unsur LTJ Merck untuk standar analisis.

Alat

Pengaduk pemanas Ika MAG, pH meter, alat gelas, kertas saring, spektrometer pendar sinar X, oven dan timbangan Satorius.

TATA KERJA

Optimasi pH Pengendapan

Logam Tanah Jarang Hidroksida sebanyak 25 gram dilarutkan dengan 50 ml HNO₃ teknis dalam beker gelas sambil diaduk dan dipanaskan dengan pengaduk pemanas IKA MAG selama 10 menit. Sesudah dingin ditambah NH₄OH teknis sampai pH 0,5. Endapan yang terbentuk disaring dengan kertas saring, dikeringkan dalam oven, ditimbang dengan timbangan Satorius dan dianalisis dengan Spektrometer pendar sinar X. Larutan sisa ditambah NH₄OH teknis sampai pH 1, endapan yang terbentuk disaring Filtrat ditambah asam oksalat sampai tidak terbentuk endapan lagi. Endapan disaring, dikeringkan dan dianalisis. Demikian seterusnya, pekerjaan diulangi sampai pH 10.

Variasi Tingkat Pengendapan

Endapan pH 8 yang terbentuk dilarutkan lagi dengan HNO₃ teknis yang divariasi volumenya dalam beker gelas sambil diaduk

dan dipanaskan dengan pengaduk pemanas Ika MAG selama 10 menit. Sesudah dingin ditambah NH_4OH teknis sampai pH 8. Endapan yang terbentuk disaring dengan kertas saring.

Filtrat ditambah asam oksalat sampai tidak terbentuk endapan lagi. Endapan disaring, dikeringkan dan dianalisis dengan Spektrometer pendar sinar X. Endapan yang terbentuk ini adalah endapan La Oksalat.

Pekerjaan diulangi sampai endapan La Oksalat yang terbentuk sudah sangat sedikit, sehingga tidak efisien lagi. Pada pengendapan yang terakhir sebelum diendapkan pada pH 8, larutan diendapkan pada pH 6, endapan disaring dan filtratnya baru diendapkan dengan asam oksalat. Seluruh endapan yang terbentuk dikeringkan dan dianalisis dengan Spektrometer pendar sinar X. Endapan pH 8 terakhir yang terbentuk adalah endapan hidroksida yang kaya Nd.

Variasi Volume HNO_3

Neodimium hidroksida sebanyak 25 gram dilarutkan dengan HNO_3 teknis yang divariasi volumenya dalam beker gelas sambil diaduk dan dipanaskan dengan pengaduk pemanas Ika MAG selama 10 menit. Sesudah dingin ditambah NH_4OH teknis sampai pH 1. Endapan yang terbentuk disaring dengan kertas saring, dikeringkan dalam oven, ditimbang dengan timbangan Satorius dan dianalisis dengan Spektrometer pendar sinar X. Endapan yang terbentuk adalah Ce (IV) hidroksida

Larutan sisa pemisahan Ce ditambah NH_4OH teknis sampai pH 8, endapan yang terbentuk disaring. Filtrat ditambah asam oksalat sampai tidak terbentuk endapan lagi. Endapan disaring, dikeringkan dan dianalisis. Endapan yang terbentuk ini adalah endapan La Oksalat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

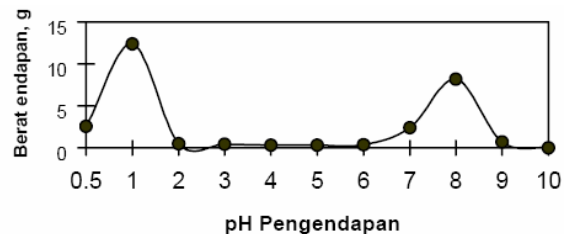
Optimasi pH Pengendapan Nd

Untuk mengetahui pada pH berapa Nd mengendap, maka dilakukan pengendapan larutan Nd dari konsentrasi Nd hidroksida mulai dari pH yang paling rendah sampai pH yang paling tinggi. Pada penelitian ini pH terendah 0,5 dan ternyata pH yang tertinggi dicapai pH 10 dimana pada pH 10 sudah tidak ada endapan yang terbentuk. Umpan yang dipakai

adalah Nd hidroksida sebanyak 25 gram yang dilarutkan dalam HNO_3 14,4 M sebanyak 50 ml.

Pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa pada pH 0,5 endapan yang terbentuk masih sedikit kira-kira 2,6 gram, menunjukkan bahwa gerombolan molekul yang terbentuk adalah gerombolan molekul yang mempunyai pKsp paling besar yaitu Th

Dilihat unsur yang terkandung didalamnya pada Gambar 2, unsur dominan Th sekitar 10% disusul Ce sekitar 3%, sedang La dan Nd mendekati 0. Meskipun kadar Th dalam umpan kecil, $\text{Th}(\text{OH})_4$ mempunyai sifat kebasaaan yang sangat kuat dan sangat mudah mengendap, sehingga kadarnya dalam endapan besar. Harga pKsp $\text{Th}(\text{OH})_4 = 44,6$ paling besar dibanding unsur lain.



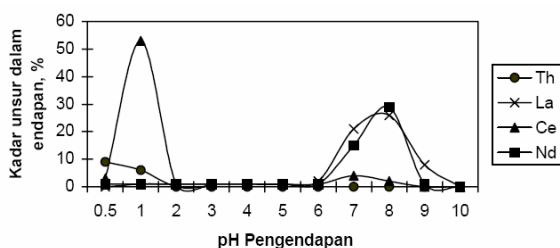
Gambar 1. Hubungan pH Pengendapan dengan Berat Endapan

Pada pH 1, berat endapan yang terbentuk mencapai puncaknya sekitar 12,4 gram dan dari analisis memakai spektrometer pendar sinar X, unsur yang terkandung didalamnya mayoritas adalah Ce dengan kadar sekitar 53%, kadar Th tinggal 6% sedang La dan Nd kadarnya mendekati 0 atau belum mengendap. Setelah dilakukan oksidasi sebagian besar Ce berubah menjadi Ce(IV). Dengan menambah NH_4OH akan terbentuk endapan yang kemungkinan besar berbentuk endapan hidroksida sesuai dengan sifat fisis endapan yang terbentuk yaitu endapan gelatin berwarna putih kekuningan. Dalam bentuk $\text{Ce}(\text{OH})_4$ mempunyai pKsp $\text{Ce}(\text{OH})_4 = 50,4$ sehingga akan mudah mengendap. Kedua unsur Ce(IV) dan Th mempunyai pKsp yang hampir sama besarnya, sehingga Ce(IV) dan Th akan sangat mudah mengendap bersama. Dengan melihat kadar Ce yang tinggi dalam endapan, menunjukkan bahwa oksidasi Ce(III) menjadi Ce(IV) terjadi dengan sangat baik.

Pada pH 2 sampai pH 6 tidak ada endapan yang terbentuk, hal ini disebabkan karena perbedaan harga pKsp $\text{Ce}(\text{OH})_4$ dan

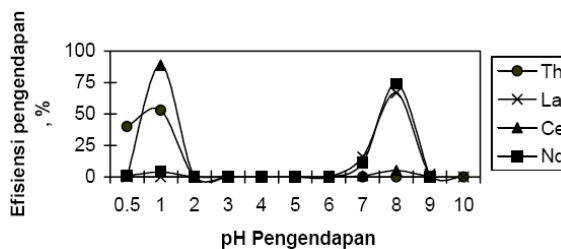
$pK_{sp}Th(OH)_4$ dengan $pK_{sp}Ce(OH)_3$ dan $pK_{sp}La(OH)_3$ dan $pK_{sp}Nd(OH)_3$ sangat jauh.. Harga $pK_{sp}Ce(OH)_3 = 19,82$, sangat jauh berbeda dengan $pK_{sp}Ce(OH)_4$. Harga $pK_{sp}La(OH)_3 = 22,3$ dan $pK_{sp}Nd(OH)_3 = 23,3$, oleh karena itu $Ce(OH)_3$, $La(OH)_3$ dan $Nd(OH)_3$ tidak mudah mengendap.

Pada pH di atas 6 atau pH 7 mulai terbentuk endapan lagi yaitu endapan yang mempunyai kadar La dan Nd paling besar. Menurut Prakash, S dan dari data pK_{sp} dalam bentuk hidroksida Nd akan mengendap lebih dahulu dibanding La dan Ce(III). Tetapi karena jumlah La dalam umpan lebih besar dibanding Nd, maka La mengendap sedikit lebih banyak dibanding Nd. Perbedaan $pK_{sp}La(OH)_3$ dan $Nd(OH)_3$ sangat kecil tidak bisa mengalahkan akumulasi reaksi pengendapannya. Pada pH 7 berat endapan 2,4 gram. kadar La = 21% dan kadar Nd = 15%, kadar Ce = 4% sedang kadar Th = 0%. Ce yang ada dalam endapan adalah sisa Ce(III) yang tidak ikut teroksidasi sempurna dan Th sudah mengendap semua pada pH di bawah 7.



Gambar 2. Hubungan pH Pengendapan dengan Kadar Unsur Dalam Endapan

Pada pH 8, berat endapan yang terbentuk lebih besar dibanding pada pH 7 yaitu sekitar 8.12 gram. Pada pH 8 hampir semua Ce, La dan Nd yang tersisa mengendap semua. Kadar La = 25%, kadar Ce = 2%, kadar Nd = 30% dan kadar Th = 0%. Pada pH 9, endapan yang terbentuk hanya 0,8 gram dengan kadar La = 8%, kadar Ce = 0,4 %, kadar Nd = 0,9% dan kadar Th = 0%. Semua yang tidak mengendap pada pH 8 akan terendapkan pada pH 9, karena pada pH 10 sudah tidak terbentuk endapan lagi.

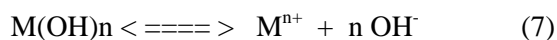


Gambar 3. Hubungan pH Pengendapan dengan Efisiensi Pengendapan

Pada Gambar 3 dapat dilihat distribusi setiap unsur dalam endapan yang terbentuk dengan melihat efisiensi pengendapannya dalam setiap pH pengendapan. Ce paling banyak berada pada pH 1, efisiensi pengendapannya sekitar 90%, pada pH 2 sampai pH 8 jumlahnya 8% dan pada pH 9 mendekati 0%. Pada 0,5 sampai pH 6, jumlah efisiensi pengendapan La sekitar 2%, pada pH 7 efisiensi pengendapan La sekitar 20% dan La terdistribusi paling banyak pada pH 8 yaitu sekitar 70% dan sisanya ada pada pH 9. Nd terdistribusi sekitar 5% pada pH 0,5 sampai pH 6, pada pH 7 Nd terdistribusi sekitar 15% dan paling banyak berada pada pH 8 sekitar 75% dan sisanya ada pada pH 9. Th hanya terdistribusi pada pH 0,5 sekitar 40% dan pada pH 1 sekitar 60%.

Semua pernyataan di atas dapat diterangkan bahwa endapan yang terbentuk berdasarkan besarnya pK_{sp} : Hubungan antara pK_{sp} dengan pH adalah sebagai berikut :

Persamaan kesetimbangan larutan hidroksida sebagai berikut :



$$s \text{ mol/l} \qquad \qquad \qquad s \text{ mol/l} \quad n s \text{ mol/l} \quad (8)$$

$$K_{sp} = [M^{n+}] [OH^-]^n \quad (9)$$

$$K_{sp} = (s) (ns)^n \quad (10)$$

n harganya tertentu tergantung besarnya valensi unsur.

$$pK_{sp} = - \log K_{sp} \quad (11)$$

Jika harga pK_{sp} diketahui, maka harga K_{sp} dapat dihitung. Kalau harga K_{sp} sudah

dihitung dapat untuk menghitung harga s atau [OH].

$$pOH = -\log [OH] \quad (12)$$

$$pH = 14 - pOH \quad (13)$$

Contoh:

untuk $Ce(OH)_4$ mempunyai $pK_{sp} = 55,4$

$$K_{sp} = (s)(4s)^4 = 256s^5 = 10^{-55,4}$$

$$s^5 = 1,56 \times 10^{-58} = 10^{0,19} \times 10^{-58} = 10^{-57,81}$$

$$s = 10^{-11,52}$$

$$[OH] = s = 10^{-11,52}$$

$$pOH = -\log[OH] = 11,52$$

$$pH = 14 - 11,52 = 2,48$$

$$pK_{sp} Nd(OH)_3 = 23,3$$

$$K_{sp} = 10^{-23,3}$$

$$(s)(3s)^3 = 27s^4 = 10^{-23,3}$$

$$s^4 = 10^{-1,43} \times 10^{-23,3} = 10^{-24,73}$$

$$s = 10^{-6,18} = [OH]$$

$$pOH = -\log[OH] = 6,18$$

$$pH = 14 - 6,18 = 7,82$$

Menurut perhitungan pH pengendapan untuk $Ce(OH)_4$ adalah 2,48. Pada penelitian yang dilakukan pH pengendapan optimum untuk $Ce(OH)_4$ adalah 1. Dalam larutan yang akan diendapkan terdapat unsur – unsur logam tanah jarang yang lain, yang menyebabkan penurunan kelarutan Ce dalam endapan. Besarnya kelarutan berbanding langsung dengan besarnya hasil kali kelarutan atau K_{sp} . Karena adanya unsur – unsur lain dalam larutan maka akan terjadi percepatan terbentuknya endapan, sehingga pH larutan masih rendah di bawah pH hasil perhitungan. Cero hidroksida atau $Ce(OH)_3$ mempunyai $pK_{sp} = 19,82$ akan mengendap pada pH 9. Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa Ce yang mengendap pada pH 1 adalah $Ce(OH)_4$ dan Ce yang mengendap pada pH 9 adalah $Ce(OH)_3$.

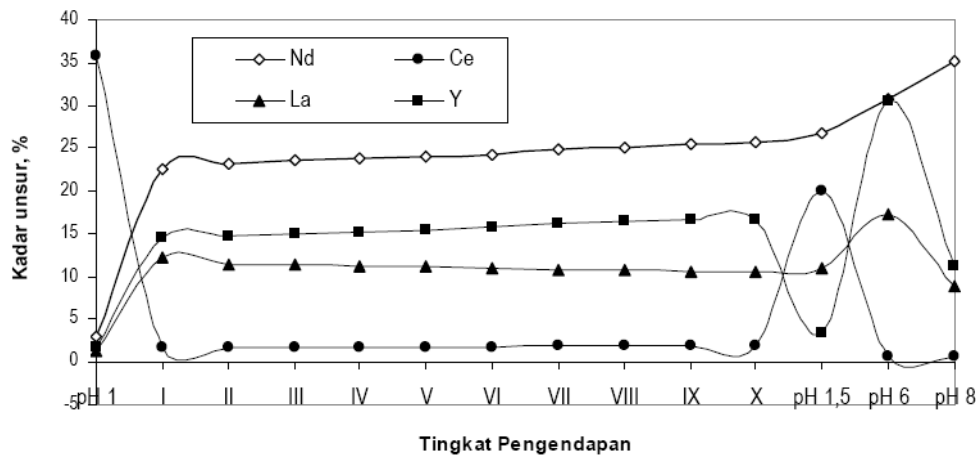
Harga $pK_{sp} Nd(OH)_3 = 23,3$, menurut perhitungan akan mengendap pada pH 7,82. Pada penelitian ini, Nd sudah mengendap pada

pH 6 dan Nd mengendap paling banyak pada pH 8. Seperti pada Ce, karena pengaruh unsur lainnya yang akan mengendap bersama dengan Nd, maka akan terjadi pengendapan bersama dan mengendap lebih awal. Sedang $La(OH)_3$ dan $Nd(OH)_3$ mempunyai pK_{sp} yang hampir sama besarnya yaitu harga $pK_{sp} La(OH)_3 = 22,3$, dan $pK_{sp} Nd(OH)_3 = 23,3$ akan saling mempengaruhi pada pH 8.

Variasi Tingkat Pengendapan

Setelah dilakukan optimasi pH pengendapan dicoba untuk meningkatkan kadar Nd dalam konsentrat Nd. Berat umpan Nd hidroksida 25 gram dengan komposisi umpan : La = 11,81%, Nd = 21,75%, Ce = 3,14 dilarutkan dalam HNO_3 14,4 M sebanyak 20ml

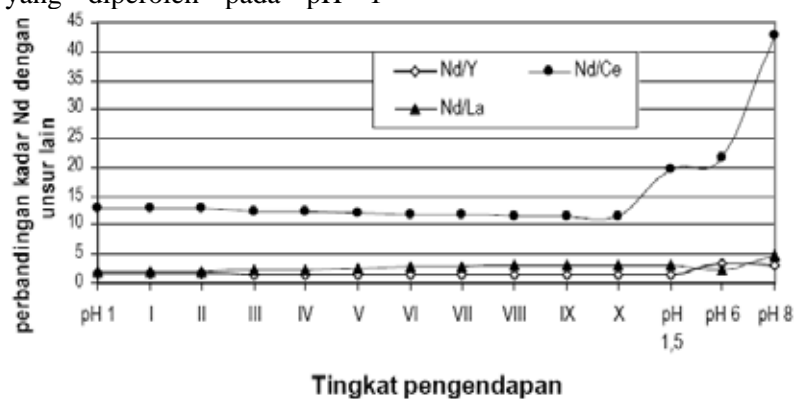
Untuk mengetahui kadar unsur dalam endapan yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 4, hubungan antara volume HNO_3 /berat umpan dengan kadar unsur. Untuk meningkatkan kadar Nd, konsentrat Nd setelah dilarutkan dalam asam nitrat kemudian diendapkan pH 1 untuk mengambil Ce. Pada pH 1 ini diperoleh efisiensi pengendapan Ce dan kadar Ce yang paling tinggi, sedangkan unsur-unsur yang lain efisiensinya masih di bawah 1% Selanjutnya filtrat pengendapan pH 1 diendapkan sampai pH 6 maka diperoleh endapan konsentrat Nd dengan kadar Nd yang semakin meningkat. Endapan pH 8 dilarutkan lagi dan diendapkan pada pH 8 (pengambilan La secara fraksinasi). Proses ini dilakukan berulang-ulang. Fraksinasi La diteruskan sampai tidak diperoleh endapan lagi. Ternyata pada tingkat yang ke X fraksinasi sudah tidak efisien lagi karena endapan dari hasil pengendapan filtrat pH 8 yang diperoleh sudah sedikit sekali mengandung Nd. Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa kadar Nd, selalu meningkat dengan bertambahnya tingkat pengendapan, sedang kadar La menurun.



Gambar 4. Hubungan Tingkat Pengendapan Dengan Kadar Nd, Y, Ce dan La

Perlakuan setelah tingkat fraksinasi X agak berbeda yaitu endapan pH 8 yang diperoleh setelah fraksinasi tingkat X atau setelah diambil La nya dilarutkan kembali dalam HNO₃, kemudian ditambah amonia sampai pH 1 untuk memisahkan Ce, karena Ce yang terkandung dalam endapan masih ada. Ternyata Ce yang diperoleh pada pH 1

mempunyai kadar yang tinggi yaitu 70,95%. Kemudian diteruskan ke pH 6 atau tingkat XI, endapan pH 6 ini diperoleh endapan dengan kadar Y yang paling besar sekitar 30%, kemudian disusul Nd yaitu sekita 10%. Dan selanjutnya filtrat diendapkan pH 8 sehingga diperoleh endapan yang kaya Nd.

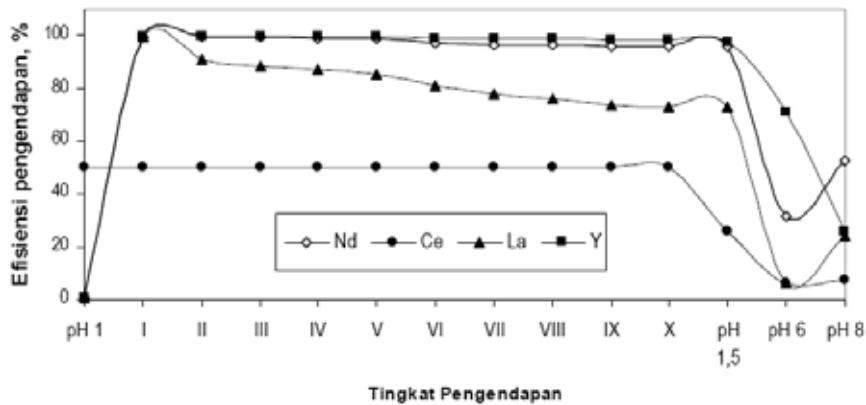


Gambar 5. Hubungan Tingkat Pengendapan Dengan Perbandingan Nd Dengan Y, La dan Nd

Gambar 5 menyajikan hubungan tingkat pengendapan dengan efisiensi pengendapan Pada pH 1, efisiensi pengendapan Ce paling besar, sedang unsur lain hampir tidak ikut mengendap.

Pada pH 1, endapan yang terbentuk adalah konsentrat Ce, sedang Y, La, Ce hampir tidak ikut mengendap, $FP_{Nd - Ce} = 0.0122$, $FP_{Nd - Y}$ dan, $FP_{Nd - La}$ mendekati 1 (satu),

sama-sama tidak mengendap, sehingga tidak ada pemisahan. Harga faktor pisah sama dengan satu, berarti tidak ada pemisahan. Faktor pisah antara Nd dengan Y ($FP_{Nd - Y}$) pada tingkat pengendapan I sampai X, pH 1,5 hampir konstan karena Nd dan Y mempunyai pK_{sp} yang hampir sama, sehingga faktor pisahnya mendekati satu.

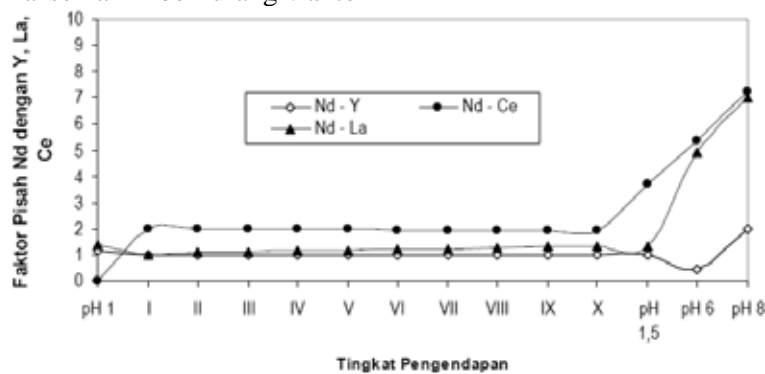


Gambar 6. Hubungan Tingkat Pengendapan Dengan Efisiensi Pengendapan.

Pada tingkat pH 6, $FP Nd - Y = 0.4434 < 1$, karena Y hampir mengendap semua sedang Nd hanya mengendap antara 90 – 99%.

Faktor pisah antara Nd dengan La ($FP Nd - La$) pada tingkat pengendapan I sampai X, semakin meningkat karena kadar Nd semakin besar dan kadar La semakin berkurang .faktor

pisah Nd– La dari tingkat pengendapan I sampai X berkisar antara 1,2 – 1,5. Pada pengendapan pH 1,5 , $FP Nd - La$ mendekati 1, karena sama – sama tidak mengendap. Pada pH 6 dan pH 8, $FP Nd - La$ meningkat tajam menjadi 6 – 7.



Gambar 7. Hubungan Tingkat Pengendapan Dengan Faktor Pisah Nd Dengan Y, La dan Nd

Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa setelah X tingkat pengendapan dan sisa Ce diambil lagi pada pH 1 dan Y pada pH 6 akan diperoleh konsentrat Nd kadarnya sudah meningkat dari 21% menjadi 38%.

Variasi Volume HNO₃ Dibanding Berat Umpan

Dengan pola proses yang sama dilakukan pengendapan bertingkat dengan variasi perbandingan volume HNO₃ (ml)/berat umpan (gram). Dari Gambar 4 sampai Gambar 7, dapat disimpulkan bahwa pada pemisahan dan peningkatan kadar Nd, hasil atau produk yang dipilih adalah tingkat pengendapan XI atau pada pH 8. Data yang disajikan pada Tabel 1

dan Tabel 2, hanya pengendapan pada pH 8 (atau tingkat pengendapan XI)

Pada pemakaian perbandingan berat umpan/volume HNO₃ = 25/25 sampai pemakaian perbandingan/berat umpan volume HNO₃ = 25/40, baik berat endapan maupun kadar unsur hampir sama. menunjukkan bahwa pelarutan dan pemisahan sudah cukup baik Kadar Nd dan Y sangat besar peningkatannya dibanding umpan. Kadar Y meningkat menjadi sekitar 30%, kadar La terus menurun menjadi sekitar 9,13% dan kadar Nd menjadi turun sedikit sekitar 37,4%. Sedang kadar Ce mendekati nol. Pada pemakaian berat umpan/volume HNO₃ = 20/35, kadar Nd yang diperoleh paling besar yaitu 38,6%.

Tabel 1. Pengaruh Volume HNO₃ Terhadap Berat Endapan dan Kadar Unsur dan Perbandingan Kadar Nd Dengan Unsur T, La dan Ce

pH	Berat umpan(g)/ vol.HNO ₃ (ml)	Berat endapan (g)	Kadar unsur, %				Perbandingan kadar		
			Y	La	Ce	Nd	Nd/Y	Nd/La	Nd/Ce
1	25/20	1,0902	1,65	1,22	35,7	3,05	1,565	0,532	13,771
	25/25	1,0588	1,65	1,19	34,4	2,89	1,565	0,532	12,953
	25/30	0,9036	0,95	0,60	60,0	2,55	1,563	0,530	22,554
	25/35	1,0925	1,47	0,83	62,1	2,55	1,565	0,53	52,372
	25/40	0,6886	0,50	0,47	70,9	1,55	5,427	1,567	18,406
6	25/20	8,0895	30,4	2,34	0,57	21,1	3,821	1,949	12,297
	25/25	8,0101	29,7	2,00	1,24	21,0	3,318	2,379	16,481
	25/30	8,5433	28,8	4,57	0,05	24,4	3,381	2,608	17,292
	25/35	8,2787	31,0	1,85	0,00	23,6	3,928	2,571	179,53
	25/40	8,7352	30,2	3,80	0,10	20,2	3,127	4,025	202,00
8	25/20	8,1482	11,1	8,80	0,70	35,1	8,80	3,162	50,143
	25/25	8,1940	11,2	7,56	0,83	35,5	7,56	3,170	42,77
	25/30	8,1456	10,3	8,65	1,60	38,2	8,65	3,709	23,86
	25/35	8,3676	9,89	7,62	0,08	38,6	7,62	3,903	482,50
	25/40	8,3746	9,13	6,63	0,00	37,4	6,63	4,097	mendekati ∞

(Berat umpan = 25 gram, komposisi umpan Y = 15,21%, La = 11,81%, Nd = 21,75%, Ce = 3,14%, perbandingan kadar Nd/Y = 1,4299, Nd/La = 1,8416, Nd/Ce = 6,9267, pH untuk memisahkan Ce = 1 dan 1,5, pH pemisahan Nd = 8)

Pada Tabel 1 dapat dilihat pengaruh volume HNO₃ terhadap berat endapan dan kadar unsur dalam endapan. Pada pemakaian HNO₃ mulai dari 20 ml telah terjadi pelarutan yang sempurna. Pada berbagai volume pemakaian HNO₃ pada pH 1 diperoleh endapan hampir sama yaitu sekitar 1 gram, dengan kandungan Ce yang paling dominan. Semakin banyak HNO₃ yang dipakai untuk melarutkan konsentrat Nd hidroksida maka kandungan Ce dalam endapan pH 1 tersebut semakin besar, hal ini disebabkan karena asam nitrat selain sebagai pelarut juga berfungsi sebagai oksidator

maka Ce yang masih dalam valensi III dengan bertambahnya asam nitrat akan semakin sempurna berubah menjadi valensi IV.

Tabel 2 menyajikan pengaruh perbandingan berat umpan/volume HNO₃ terhadap efisiensi pengendapan dan faktor pisah setelah proses. Efisiensi pengendapan Y sekitar 26%, efisiensi La sekitar 25 %, efisiensi Nd 50%, sedangkan efisiensi Ce 9% Oleh karena itu FP Nd – Ce paling besar hampir mendekati tak terhingga dan FP Nd - Y paling kecil di bawah 1.

Tabel 2. Pengaruh Volume HNO₃ Terhadap Efisiensi Pengendapan dan Perbandingan Kadar Unsur Nd Dengan Y, La dan Ce.

pH	Berat umpan(g)/ vol.HNO ₃ (ml)	Efisiensi Pengendapan (%)				Faktor Pisah		
		Y	La	Ce	Nd	Nd - Y	Nd - La	Nd - Ce
1	25/20	0,52	0,40	49,85	0,60	1,1538	1,50	0,0120
	25/25	0,50	0,43	46,65	0,54	1,0800	1,2558	0,0077
	25/30	0,25	0,18	69,32	0,42	1,6800	2,3333	0,0060
	25/35	0,46	0,31	86,8	0,51	1,1086	1,6451	0,0058
	25/40	0,10	0,11	63,43	0,20	2,00	1,8181	0,0031

Tabel 2. Pengaruh Volume HNO₃ Terhadap Efisiensi Pengendapan dan Perbandingan Kadar Unsur Nd Dengan Y, La dan Ce. (lanjutan)

pH	Berat umpan(g)/vol.HNO ₃ (ml)	Efisiensi Pengendapan (%)				Faktor Pisah		
		Y	La	Ce	Nd	Nd - Y	Nd - La	Nd - Ce
6	25/20	66,28	66,42	20,25	56,74	0,8560	0,9728	3,1911
	25/25	67,26	47,24	18,45	57,74	0,8584	1,2222	3,1295
	25/30	66,53	43,90	19,28	57,28	0,8609	1,3047	2,9709
	25/35	63,87	51,75	18,30	59,87	0,9373	1,1569	3,2715
	25/40	62,38	24,42	27,55	57,51	0,9212	2,3550	2,0874
8	25/20	26,22	24,29	7,29	52,66	2,0083	2,1679	7,2235
	25/25	26,65	20,98	8,69	53,51	2,0078	2,5505	6,1576
	25/30	24,36	23,86	16,70	57,27	2,3509	2,4002	3,4293
	25/35	23,84	21,60	0,900	59,40	2,4916	2,7500	66,000
	25/40	22,03	18,81	0,000	57,69	2,6187	3,0669	mendekati ∞

Tabel 2 menunjukkan pengaruh volume HNO₃ terhadap efisiensi pengendapan, dan faktor pisah unsur Nd dalam endapan dengan unsur yang lain. Pada pH La, Y dan Nd pada berbagai pemakaian HNO₃ efisiensi pengendapannya masih kecil, sedangkan untuk Ce dengan bertambahnya asam nitrat efisiensi pengendapannya semakin besar. Pada berbagai pH pengendapan perbandingan unsur Nd dengan unsur yang lain jauh lebih besar dibanding sebelum proses, hal ini menunjukkan bahwa pengotor dalam konsentrat Nd hasil pengendapan bertingkat ini semakin berkurang dan kadar Nd semakin meningkat.

Kondisi optimum dipilih perbandingan volume HNO₃/berat umpan = 25/35. Pada kondisi ini diperoleh efisiensi pengendapan Nd = 59,40%. FP Nd - Y = 2,4916, FP Nd - La = 2,7500, FP Nd - Ce = 66,00. Perbandingan kadar Nd/Y meningkat dari 1,4299 menjadi 7,62, kadar Nd/La meningkat dari 1,8416 menjadi 3,903 dan kadar Nd/Ce dari 6,9267 menjadi 482,50.

KESIMPULAN

Hasil terbaik peningkatan kadar Nd diperoleh pada pelarutan umpan 25 gram Nd hidroksida hasil olah pasir monasit dalam 35 ml HNO₃ 14,4 M. Untuk memperoleh Nd, larutan diendapkan pada pH 8 dan filtratnya diendapkan dengan oksalat yang merupakan konsentrat La. Jumlah tingkat pengendapan yang efisien X. Efisiensi total seluruh proses = 100%. Perbandingan Nd/Y, Nd/La dan Nd/Ce sangat meningkat dibanding sebelum proses. Sebelum proses perbandingan kadar Nd/Y =

1,4299, sesudah proses meningkat menjadi 7,62. Sebelum proses perbandingan kadar Nd/La = 1,8416, sesudah proses meningkat menjadi 3,903. Sebelum proses perbandingan kadar Nd/Ce = 6,9267, sesudah proses meningkat menjadi 482,50. Kadar Nd sebelum proses 21,75% dan setelah proses menjadi 38,60% dengan pengotor Y = 9,89%, La = 7,62% dan Ce = 0,08%. Efisiensi pengendapan Nd = 59,40%. FP Nd - La = 2,7500, FP Nd - Ce = 66,00, FP Nd - Y = 2,4916.

DAFTAR PUSTAKA

1. PRAKASH, S., 1975, "Advanced Chemistry of Rare Earth Elements, S.Chamc. & Co (PVT) (TI)", Ram Nagar, New Delhi, 110055, 4 th.
2. BARGHUSEN, J.J., and SMUTZ, M., 1958, "Processing of Monazite Sand", Ames Laboratory, Iowa States College Ames, Iowa.
3. SINTON. C.W., "Study of The Rare Earth Resorces and Markets for the Mt. Weld Complex", For Lynas Corporation Ltd. BCC, Researc, 40 Washington St, www. Beersearch. Com.
4. TIPTON, CR., 1967, *Reactor Hand Book*, vol.1, 2 nd, Betelle Memorial Institute.
5. VOGEL, 1978, *Textbook Of Quantitative Inorganic Analysis*, Longman Group UK Limited, London.
6. LOURIE, Y., 1975, *Aide Memorie de Chemic Analyiqui*, edition MIR , Moscow.
7. GEANKOPLIS, C.J., 1983, *Transport Processes And Operation*, 2nd, Allyn and Bacon, Inc., Boston, London, Sydney, Toronto.