

PENGARUH pH DAN TEGANGAN PADA PEMBUATAN SERBUK ITRIUM DARI KONSENTRAT ITRIUM HASIL PROSES PASIR SENOTIM DENGAN ELEKTROLISIS

KRIS TRI BASUKI*, MUHADI AW, SUDIBYO****

**STTN BATAN, Yogyakarta **PTAPB BATAN, Yogyakarta*

Abstrak

PENGARUH pH DAN TEGANGAN PADA PEMBUATAN SERBUK ITRIUM DARI KONSENTRAT ITRIUM HASIL PROSES PASIR SENOTIM DENGAN ELEKTROLISIS. Dilakukan proses elektrolisis untuk membuat serbuk Y dari larutan konsentrat Y hasil olah pasir senotim yang dibuat dari 90 gram konsentrat Y yang dilarutkan dalam HNO₃ pekat 300 ml dengan pH 3, 4, dan 5. Sebanyak 20 ml larutan umpan dielektrolisis dalam sel elektrolisis berukuran 5 x 4 x 3 cm yang terbuat dari fleksiglas dengan elektroda plat Zr sebagai anoda dan plat Pt sebagai katoda. Variabel yang diteliti adalah perubahan arus yang terjadi setiap menit pada tegangan proses 5 – 10 Volt DC dalam berbagai kondisi pH umpan. Endapan yang terbentuk dicuci, dikeringkan dan ditimbang, selanjutnya dianalisis dengan Spektrometer Pendar Sinar X. Dari hasil penelitian diperoleh kondisi optimal pada tegangan 8 Volt dan pH 5, factor pisah Y/Gd = 1,5 dan Y/Dy = 1,7.

Kata kunci : Yttrium, Senotim dan Elektrolisis

Abstract

THE pH AND VOLTAGE INFLUNCE TO CONCENTRATE OF YTTRIUM POWDER PRODUCTION FROM SENOTIME SAND WITH ELECTROLYSIS PROCESS. Electrolysis process is done to make the powder from yttrium concentrate solution product of xenotime sand made from 90 grams to concentrate yttrium dissolved by concentrated of hno₃ in 300 ml with ph 3, 4, 5 and 6. Feed solution of 20 ml dielektrolisis bait elektrolisis in cells measuring 5 x 4 x 3 cm made of fleksiglas with zr electrode plate and the plate as anoda pt as cathode. The variables measured changes in flow is going on every minute voltage process 5 - 10 volt dc in various ph conditions bait. Sediment that washed, dried and be pondered, then analyzed with the xrf. The optimale yield obtained at 8 volt and ph 5, and the separation factor of y/gd = 1,5 and y/dy = 1,7.

Keywords : Yttrium, Senotime and Electrolysis

PENDAHULUAN

Unsur itrium (Y) merupakan salah satu unsur tanah jarang yang mempunyai nilai ekonomis cukup tinggi, di antaranya dapat digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan magnet super dan atau digunakan sebagai bahan pembuatan superkonduktor^[1, 2].

Unsur Y ini dapat diperoleh dari dekomposisi pasir senotim hingga diperoleh konsentrat Y kemudian dapat diproses lebih lanjut dengan metode elektrokimia hingga diperoleh serbuk Y. Pemungutan unsur Y dari konsentratnya pada umumnya (penelitian hingga saat ini) dilakukan dengan metode pengendapan, ekstraksi, dan kolom penukar

ion. Dari metode tersebut, kolom penukar ion dapat menghasilkan kemurnian unsur hingga di atas 95%, sedang dengan metode ekstraksi kemurnian yang diperoleh belum dapat mencapai 90%^[3]. Penelitian Sudibyo^[4] mendapatkan konsentrat itrium masih mengandung unsur disprosium (Dy) dan gadolinium (Gd). Dari <http://www.lenntech.com/periodic/elements.ht> ml^[5] itrium mempunyai energi ionisasi 600, 1180 dan 1980 kJ/mol, nilai elektronegativitasnya 1,22 pada skala Pauling dan nilai potensial standarnya -2,42 Volt, Gd mempunyai energi ionisasinya 591 dan 1165 kJ/mol, nilai elektronegativitasnya 1,1 pada skala Pauling dan nilai potensial standarnya

-2,4 Volt dan Dy mempunyai energi ionisasinya 571 dan 1124 kJ/mol, nilai elektronegativitasnya 1,2 pada skala Pauling dan nilai potensial standarnya -2,35 Volt. Sehingga unsur-unsur ini berada di sebelah kiri unsur hidrogen pada deret Volta.

Metode elektrolisis merupakan metode untuk mendapatkan serbuk logam dengan bantuan energi listrik DC. Jika elektroda yang dipilih tepat, maka unsur-unsur logam dapat dengan mudah direduksi. Hal ini mirip dengan metode elektroplating, perbedaannya pada elektroplating umumnya digunakan untuk melapisi logam yang mudah korosi dengan logam yang lebih kuat terhadap proses oksidasi. Karena unsur Y, Gd dan Dy berada di sebelah kiri hidrogen maka untuk dapat mereduksi unsur ini dipilih logam Zr sebagai anoda dan logam Pt sebagai katoda. Logam Zr mempunyai nilai potensial standar - 1,53 Volt sedang logam Pt nilai potensial standarnya 1,195 Volt^[5, 6].

Pada metode elektrokimia unsur logam yang akan direduksi berbentuk ion-ion dalam larutan elektrolit, dengan bantuan listrik DC maka elektron dari energi listrik akan mengalir melalui katoda menuju anoda sehingga pada katoda menjadi bermuatan negatif dan ion-ion logam yang berada pada larutan elektrolit akan ditarik pada katoda. Menurut Hukum Faraday, jumlah arus listrik yang mengalir dari muatan \oplus ke muatan \ominus berbanding lurus dengan massa yang terbentuk atau tereduksi, atau dapat ditulis dalam persamaan^[7]

$$M = \frac{eIt}{96500} \quad (1)$$

dengan M adalah massa yang terbentuk, e = berat ekuivalen zat, I = kuat arus dalam Ampere, t = lama waktu elektrolisis dalam detik dan 96500 adalah tetapan Faraday

Keberhasilan proses elektrolisis menurut Nurrohmah meliputi besarnya tegangan listrik DC, keasaman larutan, luas, jarak dan jenis elektroda, kerapatan arus listrik, dan waktu proses. Dalam penelitian ini akan ditentukan kondisi optimum pH larutan umpan dan tegangan proses elektrolisis. Larutan umpan dibuat dari konsentrat itrium hasil olah pasir senotim yang dikondisikan pada pH 3, 4 dan 5 dalam suasana HNO₃. Konsentrat itrium hasil proses pasir senotim yang dipakai sebagai

umpan pada penelitian ini mempunyai kadar pengotor Gd 3%, Dy 5,6% dan Y 70%. Sedang tegangan operasi dilakukan pada tegangan 5, 6, 7, 8, 9, dan 10 Volt DC, jarak antar elektroda ditetapkan sebesar 1 cm. Indikator pemilihan kondisi optimum adalah dengan menghitung kadar dan berat unsur itrium dalam serbuk hasil serta faktor pisah unsur itrium terhadap gadolinium dan disprosium dengan bantuan software EXCEL yang terinstall dalam OFFICE 2000.

METODOLOGI

Metode yang digunakan untuk memperoleh data dalam penelitian ini adalah metode eksperimen dengan subyek penelitian adalah unsur itrium dalam konsentrat itrium hasil proses pasir senotim. Sedang obyek penelitian adalah pengaruh pH umpan yang mengandung unsur itrium dan pengaruh tegangan DC sumber listrik terhadap kadar dan jumlah itrium yang dapat diendapkan.

Peralatan yang Digunakan

Sel elektrolisis dari fleksiglas, timbangan, almari asam, pengaduk pemanas buatan IKA, peralatan gelas, pHmeter buatan WTW, spektrofotometer XRF, adjustable regulator Bell BL1030A, multimeter digital Heles UX-33.

Bahan yang Digunakan

Konsentrat itrium hasil olah pasir senotim, Y₂O₃, Gd₂O₃, Dy₂O₃, buatan E-Merck, HNO₃ pekat teknis dan NH₄OH dari Brataco, serta akuades.

Cara Kerja

Pada tahap pelaksanaan diawali dengan membuat larutan induk untuk umpan. Larutan induk dibuat dari konsentrat Y sebanyak 90 gram yang dilarutkan dalam 300 ml HNO₃ pekat.

Larutan umpan dibuat dengan mengambil larutan induk masing-masing sebanyak 125 ml kemudian diatur pH-nya dengan larutan NH₄OH yang telah diatur keasamannya pada pH 3, 4, 5 dan 6 kemudian ditepatkan menjadi 250 ml dengan menggunakan akuades yang telah diatur pH-nya menjadi 3.

Sebelum dilakukan uji elektrolisis, terlebih dahulu dilakukan pembuatan kurva standar cair dan padat campuran unsur itrium, disprosium dan gadolinium dengan spektrofotometer XRF untuk mengetahui hubungan antara intensitas standar dengan konsentrasi Y, Gd dan Dy. Pembuatan kurva standar cair dilakukan dengan membuat seri larutan campuran seperti ditunjukkan pada tabel 1. Masing-masing unsur tiap kolom pada Tabel 1 dicampur dan ditepatkan menjadi 5 ml dengan aquades kemudian dimasukkan wadah dan dianalisis dengan XRF selama 5 menit. Hasil cacah yang diperoleh pada masing-masing seri standar dihitung intensitasnya dan dibuat persamaan standarnya antara intensitas terhadap kadar dengan bantuan program Excel yang berbentuk $y = ax+b$ dengan $y =$ konsentrasi unsur dan $x =$ intensitas unsur. Harga R^2 pada kurva standar yang diterima adalah $\geq 0,95$ atau $\geq 95\%$.

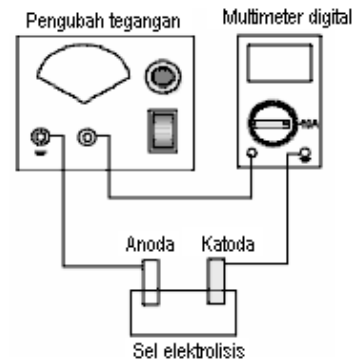
Tabel 1. Kadar unsur standar cair dalam ppm untuk analisis dengan XRF

Unsur	Kadar standar (ppm)				
	1	2	3	4	5
Y	30000	20000	12500	10000	5000
Gd	600	700	800	900	1000
Dy	600	700	800	900	1000

Untuk mengetahui pengaruh pH umpan dan besarnya tegangan sumber listrik DC, mula-mula dibuat rangkaian elektrolisis seperti pada gambar 1, kemudian dimasukkan sebanyak 20 ml larutan umpan masing-masing pH, kemudian saklar pada regulator di-onkan serta tegangan diatur pada 5; 6, 7, 8; 9, dan 10 Volt. Tiap terjadi perubahan arus pada multimeter dicatat waktunya serta proses elektrolisis dihentikan setelah tidak timbul gelembung gas pada sel. Endapan yang terbentuk dikeringkan dan ditimbang.

Semua endapan yang diperoleh dari masing-masing variabel yang diteliti dilarutkan dengan HNO_3 . Sebanyak 5 ml HNO_3 pekat dalam gelas beker dipanaskan, cuplikan endapan dimasukkan sedikit demi sedikit sampai larut kemudian ditambahkan akuadest hingga volume total menjadi 15 ml, larutan dipanaskan hingga volume kembali menjadi 5 ml kemudian dimasukkan wadah dan dianalisis

dengan XRF selama 5 menit. Hasil cacah yang diperoleh dimasukkan pada persamaan standar dan dihitung konsentrasinya.



Gambar 1. Rangkaian pada proses elektrolisis

Dari perhitungan konsentrasi masing-masing unsur kemudian dikalikan dengan 5 (volume sampel yang dianalisis) sehingga diperoleh berat masing-masing unsur. Faktor pisah dihitung dengan membandingkan berat unsur Y dengan unsur Gd dan Dy yang diperoleh pada masing-masing hasil endapan.

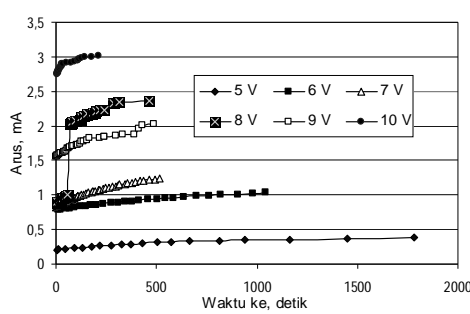
HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil analisis standar cair dengan spektrometer XRF diperoleh persamaan garis standar yang dihitung menggunakan bantuan perangkat lunak (*software*) EXCEL yang terpasang (terinstall) pada software MSOFFICE versi 2000, hasilnya ditunjukkan pada tabel 2. Tabel 3 menunjukkan kadar unsur Y, Gd dan Dy di dalam larutan umpan, dan hasil perhitungan kadar dan berat unsur dalam serbuk hasil pada variabel tegangan maupun pH umpan.

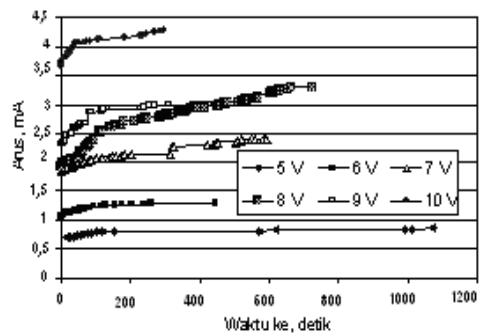
Tabel 2. Persamaan garis standar hasil analisis dengan XRF, $Y = AX + B$. Y = kadar, %, A = slope, B = intersep

Ket	Y	Gd	Dy
Slope	16.521,81	7.086,261	11.511,82
Intersep	-3.771,88	261,031	144,102
linieritas	0,9995	0,9989	0,9999

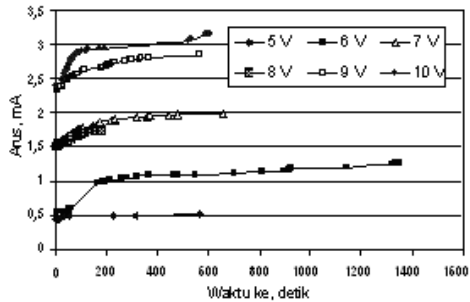
Dari gambar 2, 3 dan 4 terlihat arus yang mengalir semakin naik seiring dengan besarnya tegangan yang diberikan.



Gambar 2. Kurva hubungan antara kuat arus dengan lama waktu elektrolisis pada pH umpan 3



Gambar 4. Kurva hubungan antara kuat arus dengan lama waktu elektrolisis pada pH umpan 5



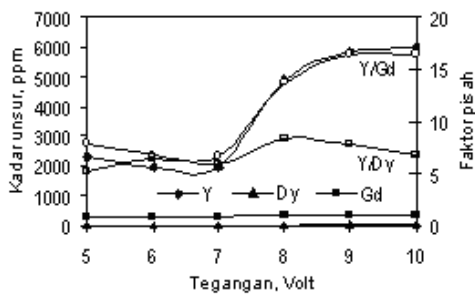
Gambar 3. Kurva hubungan antara kuat arus dengan lama waktu elektrolisis pada pH umpan 4

Pada umpan pH 3 (Gambar 5) terlihat pada tegangan 7 Volt mulai terjadi kenaikan unsur Y dalam hasil yang sangat tajam, sedangkan untuk unsur Gd dan Dy terlihat relatif sama hasilnya pada semua tegangan. Kondisi ini juga diikuti oleh bentuk kurva dari faktor pisahnya. Faktor pisah efektif diperoleh pada tegangan 9 Volt untuk Y/Gd sebesar 16,44 dan Y/Dy sebesar 6,88. Pada posisi tegangan 9 dan 10 kadar unsur Y, Gd dan Dy dalam hasil relatif sama.

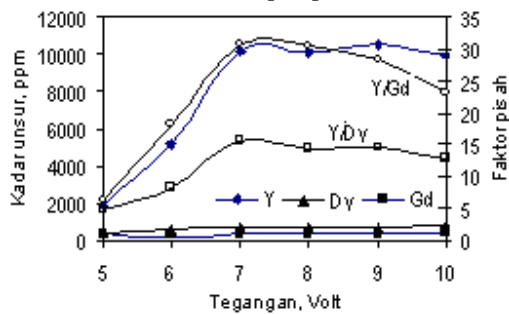
Tabel 3. Hasil perhitungan kadar, berat unsur dalam hasil, faktor pisah dan berat endapan. Jumlah umpan 20 ml, waktu elektrolisis 20 menit

pH	Tegangan, Volt	Kadar unsur, ppm			Berat unsur, mgr			Berat oksida, gr			Berat hasil, gr		Faktor pisah	
		Y	Gd	Dy	Y	Gd	Dy	Y ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Dy ₂ O ₃	Hitungan Hasil	Y/Gd	Y/Dy	
Umpan		4260,91	126,85	288,48	85,218	2,537	5,770					33.590	14.770	
3	5	2321,86	294,77	444,77	11,609	1,474	2,224	0.015	0.002	0.003	0.019	0.027	7.880	5.220
	6	1980,61	291,12	303,40	9,903	1,456	1,517	0.013	0.002	0.002	0.016	0.097	6.800	6.530
	7	1966,06	295,42	331,79	9,830	1,477	1,659	0.013	0.002	0.002	0.016	0.098	6.650	5.920
	8	4909,89	358,74	591,71	24,550	1,794	2,959	0.031	0.002	0.003	0.037	0.141	13.690	8.300
	9	5849,52	355,80	750,06	29,248	1,779	3,750	0.037	0.002	0.004	0.044	0.127	16.440	7.800
	10	6001,96	365,16	879,28	30,010	1,826	4,396	0.038	0.002	0.005	0.045	0.260	16.440	6.830
4	5	1928,57	309,81	412,39	9,643	1,549	2,062	0.012	0.002	0.002	0.016	0.282	6.220	4.670
	6	5140,52	284,49	619,04	25,703	1,423	3,095	0.033	0.002	0.004	0.038	0.253	18.070	8.300
	7	10201,32	331,56	651,36	51,007	1,658	3,257	0.065	0.002	0.004	0.070	0.179	30.770	15.660
	8	10141,42	334,03	701,46	50,707	1,670	3,507	0.064	0.002	0.004	0.070	0.261	30.360	14.460
	9	10534,49	373,09	716,91	52,673	1,865	3,585	0.067	0.002	0.004	0.073	0.290	28.240	14.690
	10	9958,41	432,03	775,01	49,792	2,160	3,875	0.063	0.003	0.004	0.070	0.361	23.050	12.850
5	5	7928,53	302,15	736,68	39,643	1,511	3,683	0.050	0.002	0.004	0.056	0.068	26.240	10.760
	6	16414,28	369,22	772,77	82,071	1,846	3,864	0.104	0.002	0.004	0.111	0.294	44.460	21.240
	7	16881,90	379,25	681,62	84,410	1,896	3,408	0.107	0.002	0.004	0.113	0.306	44.510	24.770
	8	17227,26	340,28	681,54	86,136	1,701	3,408	0.109	0.002	0.004	0.115	0.253	50.630	25.280
	9	16895,97	435,50	757,19	84,480	2,178	3,786	0.107	0.003	0.004	0.114	0.271	38.800	22.310
	10	17239,56	346,27	707,49	86,198	1,731	3,538	0.110	0.002	0.004	0.116	0.312	49.790	24.370

Pada umpan pH 4 (Gambar 6) terlihat pada tegangan 5 – 7 Volt unsur Y yang tereduksi naik secara linier, pada kenaikan tegangan selanjutnya hasilnya tidak berbeda nyata. Sedangkan untuk unsur Gd dan Dy hasilnya mirip dengan umpan pH 3, kadar hasil yang diperoleh relatif sama. Sehingga untuk umpan dengan pH 4 efektifitas diperoleh pada tegangan 7 Volt dengan faktor pisah Y/Gd sebesar 30,77 dan Y/Dy sebesar 15,66.

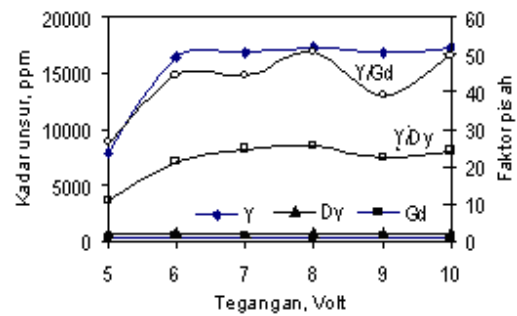


Gambar 5. Kurva kadar unsur dan faktor pisah pada larutan umpan pH 3



Gambar 6. Kurva kadar unsur dan faktor pisah pada larutan umpan pH 4

Terlihat pada umpan larutan konsentrat itrium pH 5 (Gambar 7), mulai tegangan 6 – 10 Volt kadar unsur Y, Gd dan Dy dalam endapan reduksi relatif sama. Dari hasil perhitungan faktor pisah, kondisi efektif diperoleh pada tagngan 8 Volt dengan nilai faktor pisah Y/Gd = 50,63 dan Y/Dy = 25,28 dengan berat hasil endapan sebesar 0,2534 gr. Dari hasil perhitungan berat total oksida diperoleh sebesar 0,1153 gr. Adanya perbedaan nilai antara perhitungan dengan hasil pelaksanaan dengan selisih sebesar 0,1381 gr ini dimungkinkan bentuk endapan yang terjadi tidak berbentuk oksida ideal (Y_2O_3 , Gd_2O_3 , Dy_2O_3) tetapi berbentuk (X_nO_m dengan X adalah unsur lantanida, n dan m adalah jumlah koefisien).



Gambar 7. Kurva kadar unsur dan faktor pisah pada larutan umpan pH 5

Pada pH umpan 5 unsur itrium mirip dengan bentuk pada umpan pH 4 tetapi kenaikannya terjadi sama dengan umpan pH 3 yaitu pada tegangan 7. Sedangkan untuk unsur Gd dan Dy juga mirip dengan umpan pH 4. Berdasarkan Tabel 4 kadar unsur yang dihasilkan dari tegangan 5 Volt juga mengalami kenaikan yang cukup drastis, hal ini disebabkan karena kuat arus yang ditimbulkan pada tegangan 6 Volt lebih besar daripada tegangan 5 Volt tetapi waktu untuk berlangsungnya proses elektrolisis pada tegangan 6 Volt lebih singkat. Pada tegangan 5 Volt arus yang ditimbulkan kecil sehingga proses elektrolisis berlangsung kurang baik karena arus yang dibutuhkan untuk proses elektrolisis masih kurang walaupun pada tegangan 5 Volt proses elektrolisis bisa berlangsung meskipun lambat. Endapan paling banyak dihasilkan pada tegangan 9 Volt sebesar 0,2898 gram.

KESIMPULAN

Dari hasil yang diperoleh, kondisi operasi yang paling baik untuk mereduksi Y dari larutan umpan konsentrat itrium hasil olah pasir senotim adalah pada tegangan 8 Volt DC dan pH umpan 5. Pada kondisi ini dapat diperoleh endapan sebanyak 0,2534 gram dengan perhitungan berat total unsur dalam bentuk oksida sebesar 0,1153 gram dan faktor pisah Y/Gd meningkat 1,5 kali dari 33,59 menjadi 50,63 dan faktor pisah Y/Dy meningkat 1,7 kali dari 14,77 menjadi 25,28.

UCAPAN TERIMA KASIH

Diucapkan terima kasih kepada Sdri. Agustina Wulansari, Siswa SMK N3 Madiun yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini sampai selesai.

DAFTAR PUSTAKA

1. PRAKASH S., “ Advance Chemistry of Rare Earth Element “., 4 ed, S., Chand. Co. Ltd., New Delhi (1975)
2. BASUKI., K. T., 1995., RISTEK., Laporan Akhir RUT II “
3. BAMBANG EHB, KRIS TRI BASUKI., “Pengkayaan Itrium dengan Pengendapan Hidroksida “ ., Prosiding PPI – P – PNY., Yogyakarta (1992)
4. SUDIBYO DKK, 26-27 November 1998., “ Dijesti pasir xenotim dengan asam sulfat “., Prosiding PPI Pranata Nuklir., ISSN 1410 – 8178 , Yogyakarta
5. <http://www.lenntech.com/periodic/elements.html>, diakses tanggal 15 Oktober 2007
6. <http://www.chemicool.com/element/lanthanide.html#general>, diakses tanggal 17 Oktober 2007
7. http://id.wikipedia.org/wiki/elektroda#anode_dan_cathode_dalam_sel_elektrokimia, diakses tanggal 15 Oktober 2007