

Pemisahan Th dan Ce dari konsentrat serium nitrat hasil olah monasit dengan cara ekstraksi bertingkat

MV Purwani¹, Prayitno¹

¹Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – BATAN
Jl. Babarsari Kotak Pos 6601 ykbb, Yogyakarta 55381
e-mail : purwanimv@gmail.com

Abstrak

Telah dilakukan pemisahan thorium (Th) dan serium (Ce) dari konsentrat $Ce(NO_3)_4$ hasil olah monasit dengan cara ekstraksi catu bertingkat menggunakan ekstraktan *TOPO*. Fasa air adalah konsentrat $Ce(NO_3)_4$ yang dilarutkan dalam HNO_3 dan sebagai ekstraktan atau fasa organik adalah campuran *TOPO* 50 gram dalam 1.000 mL kerosen. Waktu ekstraksi tiap tingkat 15 menit dengan kecepatan pengadukan 175 rpm. Waktu stripping setiap tingkat ekstraksi memakai air dan asam oksalat adalah 5 menit. Parameter yang diteliti adalah konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dan konsentrasi HNO_3 . Kondisi optimum dicapai pada konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ 100 g/L, konsentrasi HNO_3 dan jumlah tingkat ekstraksi = 3. Pada kondisi optimum diperoleh harga K_d Ce = 0,28, K_d Th = 0,0005. FP Ce–Th = 566,67 (pada tingkat ekstraksi I), FP Th–Ce = 85.4444 (pada tingkat ekstraksi II), dan FP Th–Ce = 35,1111 (pada tingkat ekstraksi III). Dengan demikian Th dan Ce dapat terpisah dengan baik pada tingkat ekstraksi II dan pada tingkat ekstraksi III.

Kata kunci: pemisahan, thorium, serium ekstraksi, tri oktil phosphine oxide (*TOPO*)

Abstract

The separation of thorium (Th) and Cerium (Ce) from $Ce(NO_3)_4$ concentrates resulted from the monazite sand's slurry has been carried out by extraction using *TOPO* extractant. The water phase is $Ce(NO_3)_4$ concentrate in HNO_3 and the organic phase is a mixture of *TOPO* 50 grams in 1000 ml of kerosene. Extraction time per level is 15 minutes with agitation rate at 175 rpm. The stripping time every level of extraction using water and oxalic acid is 5 minutes. The variables that being observed are concentration of $Ce(NO_3)_4$ concentrate, concentration of HNO_3 and stage number of extraction. The optimum condition is achieved at a concentration of $Ce(NO_3)_4$ at 100 g/L, the concentration of HNO_3 and stage number of extraction = 3. On this optimum conditions it is obtained that value of K_d Ce = 0.28, K_d Th = 0.0005. SF Ce - Th = 566.67 (at the extraction I), SF Th - Ce = 85.4444 (on the extraction II), and SF Th - Ce = 35.1111 (on the extraction III). Thus Th and Ce can be separated by extraction at the second stage extraction and the third stage extraction.

Keywords: separation, thorium, cerium extraction, tri-octyl phosphine oxide (*TOPO*)

1. Pendahuluan

Thorium (Th) dan Serium (Ce) merupakan unsur-unsur dalam logam tanah jarang (LTJ). yang banyak ditemukan dalam monasit. Rumus kimia monasit secara umum dituliskan $(LTJ.Th)PO_4$ [1]. Di Indonesia, monasit diperoleh dari hasil samping pengolahan timah dari penambangan timah oleh PT Timah di Bangka. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan logam tanah jarang hidroksida $((LTJ)(OH)_3)$ dari pasir monasit.

Setelah melalui beberapa tahapan proses pengambilan Ce dari $(LTJ)(OH)_3$, diperoleh konsentrat serium nitrat $Ce(NO_3)_4$, yang mengandung Th sebesar 5 – 7% [2].

Thorium merupakan bahan fertil, yang dapat diubah menjadi bahan fisil sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar reaktor daya. Selain itu, thorium juga digunakan sebagai bahan baku pembuatan kaos lampu, bahan keramik berderajat tinggi, bahan pembuat elektrode las dan bahan paduan Mg-Th. Sementara itu Serium digunakan sebagai bahan

katalisator pada penyulingan minyak bumi, logam paduan tahan suhu tinggi dan korosi, industri kaca/optik (CRT, kamera), kapasitor, keramik berwarna, cat dan sebagai bahan pemoles tangki pengemas[1,3]. Untuk memisahkan unsur Th dan Ce yang terkandung dalam monasit diperlukan beberapa tahapan proses, yaitu peleburan, pemisahan serta pemurnian. Untuk tahap pemisahan dapat dilakukan dengan beberapa metode, seperti ekstraksi, pengendapan, kristalisasi dan pertukaran ion.

Penelitian tentang pemisahan thorium dan serium pernah dilakukan Rofi [4], dengan pengompleks *TOPO* dalam kerosen menggunakan sel *ARMOLLEX*. Fasa air berupa campuran Th-Ce(IV) dalam bentuk $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$ dan $\text{Ce}(\text{NO}_3)_4$ sebanyak 1000 ppm yang dilarutkan dalam HNO_3 . Operasi dilakukan pada suhu 20°C dengan perbandingan konsentrasi fasa air dan fasa organik adalah 1 : 1. Dari penelitian ini diperoleh nilai optimum faktor pisah (FP) = $74,46 \pm 5,77$. Kondisi optimum parameter operasi yang diperoleh adalah konsentrasi *TOPO*-kerosen 10 %, konsentrasi HNO_3 2,5 M, kecepatan pengadukan 150 rpm dan waktu operasi 120 menit.

2. Teori

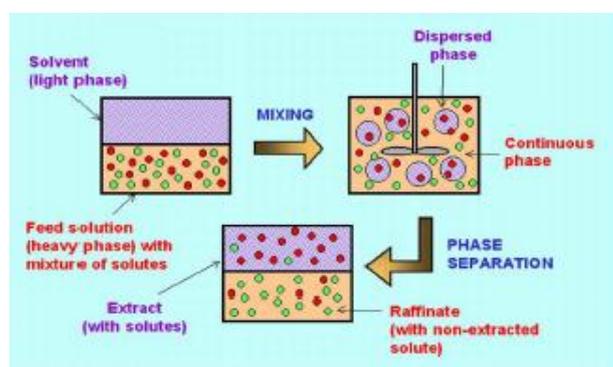
Dalam penelitian ini, metode pemisahan yang digunakan adalah ekstraksi. Teknik pemisahan ini sangat sederhana, cepat, mempunyai ruang lingkup yang luas, dapat dipakai untuk memisahkan logam-logam dari konsentrasi yang rendah sampai tinggi. Pemisahan unsur yang satu dengan unsur lainnya terjadi karena berpindahannya salah satu atau beberapa unsur dari fasa cair yang satu dengan fasa cair lainnya yang tidak saling melarutkan[5,6]. Unsur-unsur yang akan dipisahkan biasanya berada dalam larutan yang bersifat seperti air atau fasa anorganik sangat encer sehingga disebut fasa air. Salah satu atau beberapa unsur akan berpindah ke fasa cair lain yang biasanya berupa larutan organik yang disebut sebagai solven. Fasa organik ini mempunyai gugus ligan yang dapat bereaksi selektif terhadap salah satu atau beberapa unsur yang ada dalam fasa air. Reaksi yang terjadi dapat berbentuk reaksi pembentukan kompleks atau reaksi yang lainnya. Unsur-unsur dapat

dipisahkan karena adanya perbedaan reaktifitas setiap unsur.

Mekanisme perpindahan massa pada ekstraksi[7,8,9] :

1. Transfer massa ion logam dan pengotor lainnya dari badan fasa air melalui tahanan film ke antarmuka antara fasa air dan fasa organik.
2. Ion logam (A) bereaksi dengan pembawa atau ekstraktan (carrier) dalam fasa organik pada antar muka fasa air dan fasa organik.
3. Perpindahan massa hasil reaksi antara logam dengan ekstraktan dalam fasa organik dari antar muka fasa air – organik ke badan fasa organik.

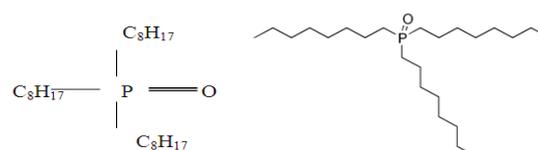
Prinsip proses ekstraksi dapat dilihat pada Gb. 1.



Gb. 1. Prinsip proses ekstraksi[7,8,9].

Dalam penelitian ini fasa organik yang digunakan adalah *TOPO* dalam kerosen. Alasan penggunaan *TOPO* sebagai pengompleks karena *TOPO* lebih reaktif dalam mengambil thorium dari serium nitrat dibandingkan TBP.

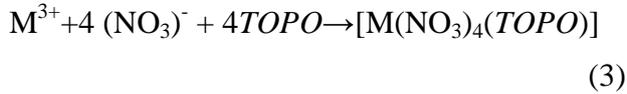
Tri-n-oktilfosfina oksida merupakan salah satu senyawa organo fosfor yang berfungsi sebagai zat pembentuk senyawa kompleks fasa organik dengan rumus kimia $(\text{C}_8\text{H}_{17})_3\text{PO}$. Struktur molekul *TOPO* disajikan pada Gb.3.



Gb.2. Struktur molekul *TOPO*.

Sebagai umpan adalah konsentrat $\text{Ce}(\text{NO}_3)_4$ hasil olah monasit dalam larutan HNO_3 atau sebagai fasa air. Reaksi yang terjadi antara logam

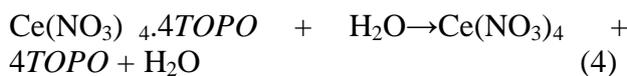
dengan *TOPO* pada keasaman rendah mengikuti reaksi pertukaran kation sebagai berikut[10,11]:



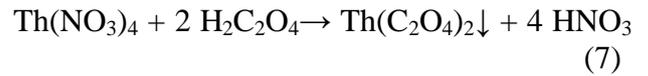
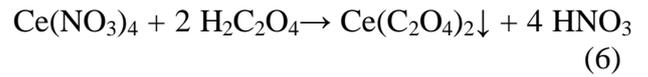
M = unsur Th, Ce dan La

Ekstraksi bertingkat dilakukan beberapa kali sampai ekstraksi dianggap tidak efisien lagi. Tujuan ekstraksi bertingkat untuk mengetahui pada tingkat ke berapa Th dapat terambil sebanyak-banyaknya dengan faktor pisah terhadap Ce sebesar-besarnya. Untuk memungut kembali Th, Ce dan La dari senyawa kompleks dilakukan reekstraksi atau *stripping* memakai air dan asam oksalat encer. Masing-masing tingkat ekstraksi dilakukan *stripping* tiga kali. *Stripping* pertama dengan air, *stripping* kedua dengan larutan asam oksalat 5 % dan *stripping* ketiga dengan air lagi. Pemakaian air sebagai fasa penstripping bertujuan untuk mengambil unsur yang senyawa kompleksnya paling mudah untuk dipecahkan sehingga akan mudah dipisahkan dengan unsur yang lain. Karena air merupakan agen penstripping yang sangat lemah memecah senyawa kompleks, sehingga akan terjadi kompetisi yang nyata antara unsur yang satu dengan unsur yang lain ketika bereaksi dengan fasa organik. *Stripping* memakai asam oksalat bertujuan mengambil semua unsur yang tertinggal dalam FO, karena asam oksalat merupakan agen pen-*stripping* yang sangat kuat untuk memecah senyawa kompleks dan sekaligus dapat untuk mengendapkan semua logam-logam, *stripping* ketiga dengan menggunakan air bertujuan untuk membersihkan sisa oksalat dan logam-logam yang masih terdapat dalam FO.

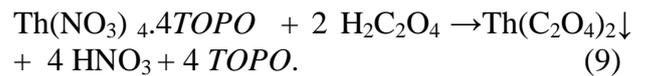
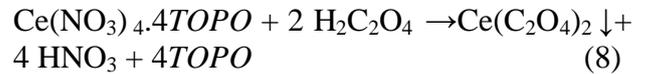
Reaksi yang terjadi pada *stripping* dengan air sebagai berikut :



Hasil *stripping* dengan air diendapkan dengan asam oksalat, reaksinya :



Reaksi yang terjadi pada *stripping* dengan asam oksalat adalah:



Berdasarkan reaksi di atas, maka dipelajari pengaruh *TOPO* terhadap konsentrasi cerium hidroksida dalam fasa air. Selain itu, juga dipelajari waktu pengadukan untuk meningkatkan efisiensi ekstraksi dilakukan ekstraksi bertingkat.

Keberhasilan proses diukur dengan melihat besarnya koefisien distribusi (*Kd*) yaitu perbandingan konsentrasi unsur di fasa organik $[M]_{org}$ dibanding konsentrasi unsur di dalam fasa air $[M]_{air}$ dan faktor pisah (*FP*) yaitu *Kd* yang satu dengan *Kd* unsur yang lain.

$$Kd = \frac{\text{Konsentrasi unsur dalam FO}}{\text{Konsentrasi unsur dalam FA}} \quad (10)$$

$$\text{Konsentrasi unsur dalam FA} = \frac{\text{Konsentrasi unsur dalam (Umpan - FO)}}{\quad} \quad (11)$$

$$Kd = \frac{\text{Berat unsur dalam FO}}{\text{Berat unsur dalam FA}} \quad (12)$$

$$\text{Berat unsur dalam FA} = \frac{\text{Berat unsur dalam (Umpan - FO)}}{\quad} \quad (13)$$

$$\text{Faktor Pisah Th - Ce} = \frac{Kd_{Th}}{Kd_{Ce}} \quad (14)$$

Antara Ce dan Th mempunyai perbedaan koefisien distribusi, sehingga jika faktor pisah Th - Ce lebih besar 1 maka th dan Ce bisa dipisahkan. Semakin besar harga faktor pisah, pemisahan Th dengan Ce semakin baik [11,12]. Parameter yang diteliti adalah :

1. Variasi konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dalam larutan HNO_3 sebagai fasa air
2. Variasi konsentrasi HNO_3 yang digunakan untuk melarutkan konsentrat $Ce(NO_3)_4$
3. Tingkat ekstraksi

Tujuan penelitian ini tentang pemisahan thorium dan serum pemisahaan Th dan Ce dari

konsentrat $Ce(NO_3)_4$ hasil olah monasit dengan cara ekstraksi catu bertingkat menggunakan ekstrak *TOPO*.

3. TATA KERJA

3.1. Bahan

Konsentrat $Ce(NO_3)_4$ hasil olah monasit dengan kadar 90% $Ce(NO_3)_4$, 7% $Th(NO_3)_4$, 2% $La(NO_3)_3$ dan 1% $Nd(NO_3)_3$, larutan HNO_3 teknis, larutan *TOPO*, larutan kerosen, akuades, HNO_3 teknis 65 %, asam oksalat teknis dan kertas saring.

3.2. Alat

Spektrometer pendar sinar X (Ortec 7010), pengaduk dan pemanas magnetik (Ika ® Werke), timbangan (Sartorius 2464), labu ukur berbagai ukuran, botol semprot, pipet konsentrasi, piropipet, botol kecil ukuran 10 mL vial, spex film, erlenmeyer, oven, almari asam.

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Variasi konsentrasi Konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dalam fasa air

Konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dilarutkan ke dalam 5,6 M HNO_3 sebagai fasa air hingga konsentrasinya mencapai 1000 mL. Konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dibuat bervariasi : 50 g/L, 60 g/L, 70 g/L, 80 g/L, 90 g/L, 100 g/L dan 110 g/L. Ke dalam fasa air (FA) ini kemudian ditambahkan campuran pelarut organik *TOPO* dalam kerosen sebagai fasa organik (FO) dengan komposisi 5 % *TOPO* dan 95 % kerosen sebagai pengencer. Konsentrasi FO yang ditambahkan ke dalam FA sebanyak 1000 mL. Selanjutnya dilakukan ekstraksi dengan kecepatan pengadukan 175 rpm selama 15 menit.

Setelah dilakukan ekstraksi, FO dipisahkan dari FA, sehingga akan diperoleh FO₁ dan FA₁, FO₁ kemudian diekstraksi atau distriping menggunakan 1000 mL $H_2C_2O_4$ selama 5 menit. Selanjutnya fasa striping tersebut dipisahkan dari FO₁ sehingga diperoleh FS₁. FS₁ diendapkan secara total dengan menggunakan $H_2C_2O_4$ jenuh dan kemudian dilakukan penyaringan. Endapan yang diperoleh dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-x.

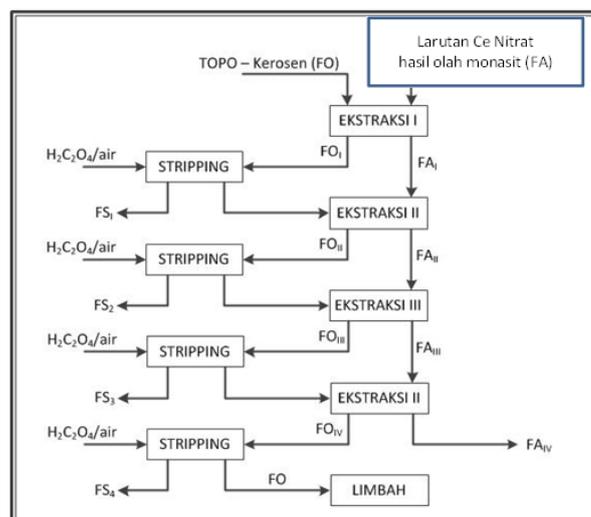
FA₁ dari ekstraksi I kemudian diekstraksi lagi dengan menggunakan 1000 mL fasa organik dan diperoleh FO₂ dan FA₂. FO₂ di reekstraksi menggunakan $H_2C_2O_4$ selama 5 menit. Selanjutnya fasa striping tersebut dipisahkan dari FO₂ sehingga diperoleh FS₂ dan FS₂ diendapkan secara total dengan menggunakan $H_2C_2O_4$ jenuh dan kemudian dilakukan penyaringan. Endapan yang diperoleh dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-x.

FA₂ diekstraksi lagi dengan cara yang sama seperti pada ekstraksi I dan II, sehingga akan diperoleh FA₃ dan endapan. Hal ini dilakukan lagi sampai ekstraksi V. Setelah ekstraksi dengan konsentrasi 50 g/L selesai, kemudian dilakukan ekstraksi dengan langkah yang sama untuk variasi konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ 60 g/L, 70 g/L, 80 g/L, 90 g/L, 100 g/L dan 110 g/L.

4. Variasi Konsentrasi HNO_3

Kondisi proses ekstraksi yang optimum dari variasi konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ digunakan untuk proses ekstraksi dengan variasi konsentrasi HNO_3 yang digunakan untuk melarutkan $Ce(NO_3)_4$. Langkah kerja seperti pada variasi konsentrasi umpan, tetapi dengan variasi konsentrasi HNO_3 , yaitu : 5,6 M, 7 M, 8,4 M, 9,8 M dan 11,2 M.

Gb.4 menunjukkan diagram alir cara proses ekstraksi bertingkat pemisahan Th dan Ce dari konsentrat $Ce(NO_3)_4$ hasil olah monasit.

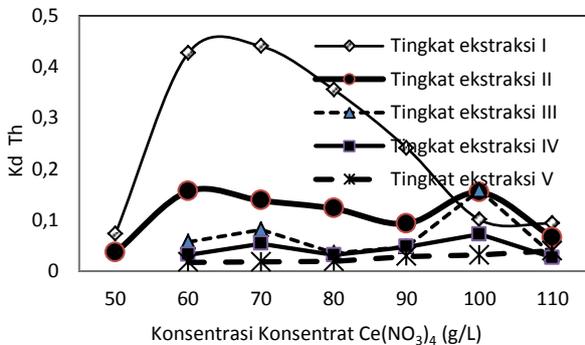


Gb.3. Diagram alir ekstraksi bertingkat.

5. Hasil dan pembahasan

5.1. Variasi Konsentrasi Konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dalam Fasa Air.

Variasi pertama yang dilakukan dalam penelitian ini adalah konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dalam larutan asam nitrat sebagai umpan. Kondisi proses ekstraksi sebagai berikut: volum FA : volume FO = 1 : 1, konsentrasi $HNO_3 = 5,6$ M, Komposisi FO = 50 gram *TOPO* dalam 1000 mL kerosen, waktu ekstraksi = 15 menit, Kecepatan pengadukan = 175 rpm. Variasi konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ sebagai umpan = 50, 60, 70, 80, 90, 100 dan 110 g/L.

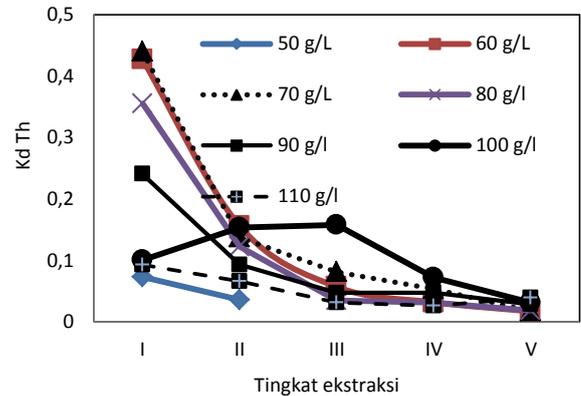


Gb. 4. Hubungan antara konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dengan K_d Th pada berbagai tingkat ekstraksi berbagai tingkat ekstraksi.

Hubungan antar konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dengan K_d Th dan Ce untuk tiap tingkat ekstraksi disajikan dalam Gb.4, 5, 6 dan 7. Pada Gb. 4, menunjukkan bahwa dengan bertambahnya konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dari 50 – 60 g/L, harga K_d Th semakin naik. Hal ini terjadi karena reaksi antara reaktan yaitu $Th(NO_3)_4$ dengan *TOPO* semakin sempurna dan pada konsentrasi ini belum terjadi hambatan kekentalan yang disebabkan konsentrasi umpan yang tinggi untuk transfer massa dari FA ke FO. Pada variasi konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ di atas 60 g/L, harga K_d Th menurun. Dengan bertambahnya konsentrasi $Ce(NO_3)_4$, jumlah $Ce(NO_3)_4$ semakin banyak sehingga *TOPO* juga mengekstrak Ce lebih kuat dan untuk mengekstrak Th hanya *TOPO* yang tersisa.

Gb.5 menunjukkan bahwa dengan bertambahnya tingkat ekstraksi, harga K_d Th semakin menurun. Hal ini terjadi pada semua variasi konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$, kecuali

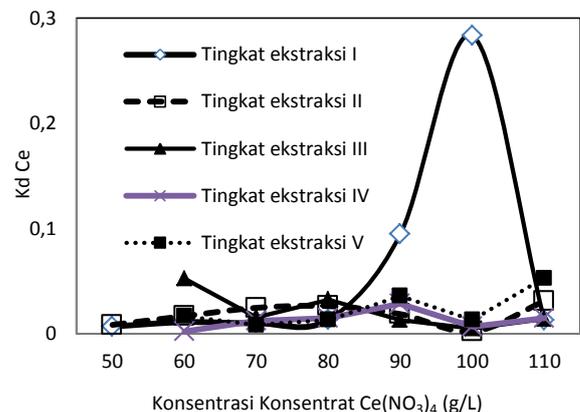
pada konsentrat $Ce(NO_3)_4$ 100 g/L. Penurunan harga K_d Th dengan semakin meningkatnya tingkat ekstraksi ini disebabkan kemampuan *TOPO* untuk mengekstrak semakin menurun karena sudah untuk ekstraksi pada tingkat sebelumnya, sehingga Th yang diekstrak semakin sedikit.



Gb. 5. Hubungan antara tingkat ekstraksi dengan K_d Th pada berbagai konsentrasi $Ce(NO_3)_4$.

Keterangan : pada konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ 50 g/L, ekstraksi hanya dilakukan sampai dengan tingkat kedua karena endapan yang dihasilkan dari proses stripping sangat sedikit.

Gb.6 menunjukkan bahwa dengan bertambahnya konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$, harga K_d Ce pada ekstraksi I meningkat, sebelum akhirnya menurun, pada konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ 110 g/L. Dengan bertambahnya konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$, jumlah $Ce(NO_3)_4$ semakin banyak sehingga *TOPO* juga mengekstrak Ce semakin sempurna, tetapi pada konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ 110 g/L sudah sedemikian pekatnya sehingga menghambat transfer massa Ce dari FA ke FO.



Gb. 6. Hubungan antara konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ dengan K_d Ce pada berbagai tingkat ekstraksi.

Gb.4, 5, 6 dan 7 dengan jelas menunjukkan kompetisi antar Th dan Ce untuk dapat berpindah dari FA ke FO. Untuk konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ dibawah 100 g/L, harga K_d Th jauh lebih besar daripada harga K_d Ce. Hal ini menunjukkan bahwa ekstraktan *TOPO* lebih reaktif terhadap Th dari pada Ce. Pada kondisi ini, Th dalam bentuk $Th(NO_3)_4$ lebih banyak membentuk kompleks dengan *TOPO* dari pada Ce dengan *TOPO*, berdasarkan persamaan (8) dan (9). Namun pada konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ 100 g/L harga K_d Ce jauh lebih besar dari pada harga K_d Th, karena Ce yang bereaksi dengan *TOPO* lebih banyak dibanding pada variasi konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ dibawah 100 g/L sehingga K_d Ce menjadi besar.

Dalam proses ekstraksi tidak hanya terjadi reaksi kimia saja, tetapi juga terjadi reaksi difusi (perpindahan massa antar fasa). Pada konsentrasi 100 g/L, kadar Ce secara dominan dapat mendorong transfer massa dari fasa air ke fasa organik, sehingga harga K_d ekstraksi Ce menjadi jauh lebih besar. Hal ini dapat dijelaskan berdasarkan hukum Fick sebagai berikut :

$$N = -D \frac{dC}{dz} \quad (15)$$

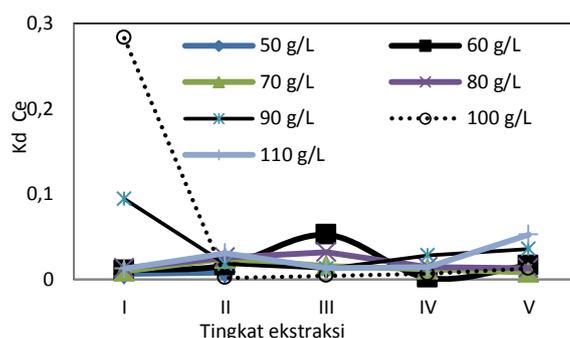
N = kecepatan transfer massa ($g \cdot cm^{-3} \cdot s^{-1}$),

D = difusivitas ($cm^2 \cdot s^{-1}$),

C = konsentrasi ($g \cdot cm^{-3}$),

Z = Lebar lapisan antar fasa (cm)

Dari persamaan tersebut dapat diketahui bahwa variabel konsentrasi berbanding lurus dengan kecepatan transfer massa, sehingga semakin besar konsentrasi semakin besar juga kecepatan perpindahan massa.



Gb. 7. Hubungan antara tingkat ekstraksi dengan K_d Ce pada berbagai konzentrat $Ce(NO_3)_4$.

Hubungan antara konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ dengan FP Th – Ce (Th terhadap Ce) dan dan FP - Th Ce (Ce terhadap Th) untuk berbagai tingkat ekstraksi ditunjukkan pada Tabel 1 dan Tabel 2.

Dengan membandingkan Tabel 1 dan Tabel 2 terlihat pada konsentrasi kurang dari atau sama dengan 90 g/L, harga FP Th – Ce lebih besar daripada harga FP Ce - Th. Hal ini terjadi karena pada konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ di bawah 90 g/L, faktor kimia lebih dominan dari pada faktor fisis. Telah dikemukakan di muka bahwa ketika reaksi kimia dominan daripada reaksi difusi alam ekstraksi ini, ekstraktan *TOPO* lebih banyak mengikat Th dari pada mengikat Ce yang mengakibatkan perbedaan antar K_d Th dengan K_d Ce menjadi besar.

Pada konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ 90 g/L, faktor fisis mulai berpengaruh dan faktor kimia mulai menurun. Hal ini dapat dilihat dengan jelas pada Gb. 5 dan Gb. 6 terlihat bahwa pada konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ 90 g/L, K_d Th mengalami penurunan dan ini diikuti oleh peningkatan harga K_d Ce pada Gb. 7 dan 8. Penurunan K_d Th dan peningkatan Ce ini mengakibatkan perbandingan antara K_d Th dan K_d Ce menjadi kecil, dan merupakan harga terkecil untuk variasi konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ sampai dengan 90 g/L.

Pada tingkat ekstraksi I pada konsentrasi konzentrat $Ce(NO_3)_4$ 100 g/L, harga FP Th – Ce sangat kecil dan sebaliknya harga FP Ce – Th sangat besar. Hal ini menunjukkan bahwa pada kondisi tersebut faktor fisis sangat dominan daripada faktor kimia. Sedangkan untuk tingkat ekstraksi II dan seterusnya, faktor kimia menjadi lebih dominan dari pada faktor fisis karena kadar Ce dalam fasa air berkurang banyak akibat terjadi transfer massa pada tingkat ekstraksi I.

Dari data-data dan Gb. 4,5, 6 dan 7, dengan mendasarkan bahwa kondisi optimum ditentukan dari kondisi yang memberikan harga faktor pisah terbesar, maka dapat diketahui bahwa kondisi optimum pemisahan Th dan Ce dari konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dengan cara ekstraksi bertingkat menggunakan ekstraktan *TOPO*, dengan variasi

konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$, terjadi pada konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ 100 g/L. Pada konsentrasi ini diperoleh harga faktor pisah terbesar, yaitu FP Ce – Th yang terjadi pada tingkat ekstraksi I, dengan harga sebesar 566,67.

Tabel 1. Hubungan antara konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dengan FP Th – Ce berbagai tingkat ekstraksi.

Tingkat Ekstraksi	Konsentrasi Konsentrat $Ce(NO_3)_4$ (g/L)						
	50	60	70	80	90	100	110
FP Th - Ce							
I	11,0758	39,5463	44,9286	26,9015	2,5455	0,0020	7,4480
II	4,3780	9,4543	5,6516	4,7038	5,0543	85,4444	2,1433
III		1,0899	5,2581	1,0867	3,7619	35,1111	2,3382
IV		16,7368	4,3740	2,1149	1,6940	10,7015	1,8069
V		10,2410	2,1341	1,4385	0,7955	2,4341	0,7476

Tabel 2. Hubungan antara konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dengan FP Ce-Th berbagai tingkat ekstraksi.

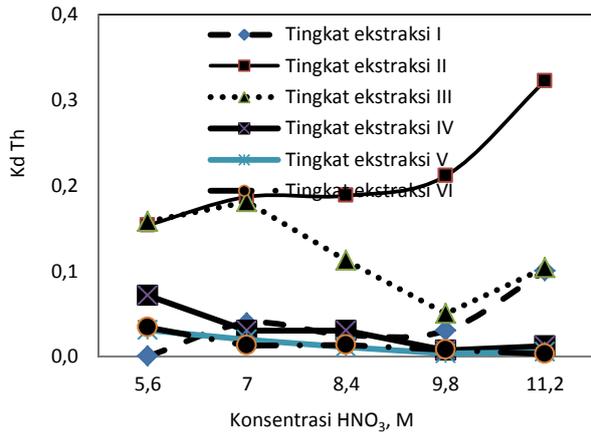
Ekstraksi	Konsentrasi Konsentrat $Ce(NO_3)_4$ (g/L)						
	50	60	70	80	90	100	110
FP Ce - Th							
I	0,0903	0,0253	0,0223	0,0372	0,3929	566,6000	0,1343
II	0,2284	0,1058	0,1769	0,2126	0,1978	0,0117	0,4666
III		0,9175	0,1902	0,9202	0,2658	0,0285	0,4277
IV		0,0597	0,2286	0,4728	0,5903	0,0934	0,5534
V		0,0976	0,4686	0,6952	1,2570	0,4108	1,3376

5.2. Variasi Konsentrasi HNO_3

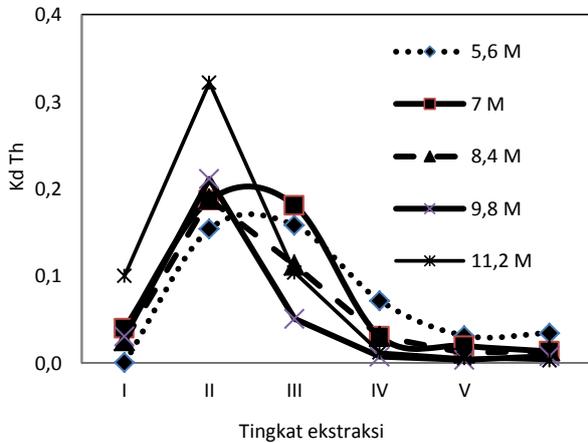
Kondisi optimum dari variasi konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ digunakan untuk menentukan kondisi optimum dari variasi konsentrasi HNO_3 . Kondisi proses ekstraksi untuk variasi ini adalah sebagai berikut : Kondisi proses ekstraksi sebagai berikut : Konsentrasi FA : Konsentrasi FO = 1 : 1, konsentrasi konsentrat $Ce(NO_3)_4$ dalam umpan = 100 g/L, komposisi FO = 50 gram *TOPO* dalam 1000 mL kerosen, waktu ekstraksi = 15 menit, kecepatan pengadukan = 175 rpm, variasi konsentrasi HNO_3 = 5,6; 7; 8,4; 9,8; 11,2 M.

Hasil perhitungan data berupa hubungan antara konsentrasi HNO_3 dengan Kd Th dan Ce untuk tiap tingkat ekstraksi disajikan dalam Gb.8, 9, 10 dan 11. Untuk tingkat ekstraksi I, harga Kd Ce jauh lebih besar dari pada harga Kd Th. Tetapi untuk tingkat ekstraksi II berlaku sebaliknya harga Kd Th jauh lebih besar daripada harga Kd Ce. Hal ini berlaku pula untuk tingkat ekstraksi III. Pada ekstraksi I, yang berpengaruh secara dominan dalam proses ekstraksi adalah faktor fisis (reaksi difusi).

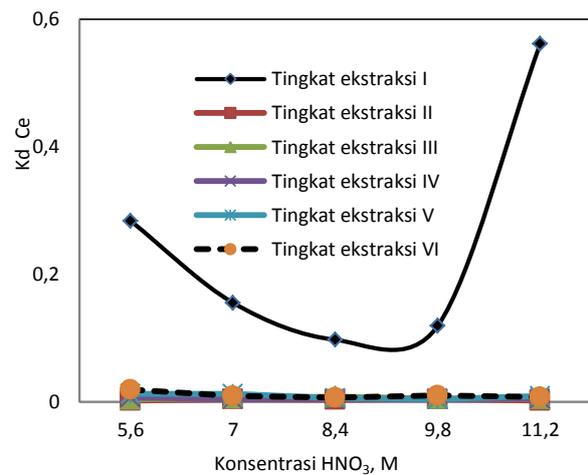
Pada peristiwa ini konsentrasi Ce dalam FA mampu mendorong transfer massa dari FA ke dalam FO. Sedangkan pada tingkat ekstraksi II dan III, konsentrasi Ce sudah berkurang banyak, maka konsentrasi Ce yang tersisa dalam FA tidak mampu lagi mendorong transfer massa dari FA ke FO. Sehingga faktor kimia lah yang berpengaruh secara dominan pada tingkat ekstraksi II dan III ini. Pada reaksi kimia ini, ekstraktan *TOPO* lebih banyak mengikat Th daripada mengikat Ce, berdasarkan persamaan reaksi (1) dan (2).



Gb. 8. Hubungan antara konsentrasi HNO₃ dengan Kd Th pada berbagai tingkat ekstraksi.



Gb.9. Hubungan antara tingkat ekstraksi dengan Kd Th pada berbagai konsentrasi HNO₃.

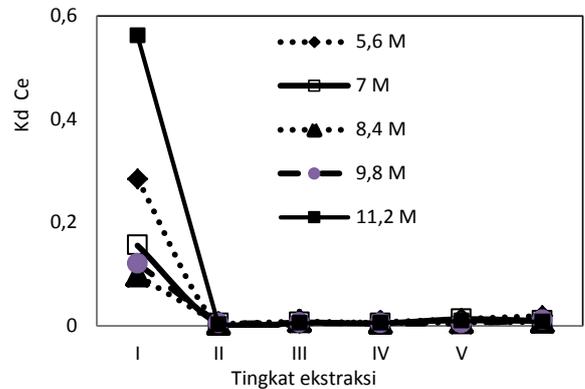


Gb. 10. Hubungan antara konsentrasi HNO₃ dengan Kd Ce pada berbagai tingkat ekstraksi.

Hubungan antara konsentrasi HNO₃, faktor pisah dan tingkat ekstraksi ditampilkan dalam Tabel 3 dan Tabel 4. Pada Tabel 3, menunjukkan

harga FP Th – Ce yang besar, terutama untuk tingkat ekstraksi II dan III. Keadaan ini menunjukkan bahwa pada ekstraksi II dan III sangat bagus untuk mengambil Th. Tabel 4., menunjukkan harga FP Ce - Th yang terbesar, pada variasi konsentrasi HNO₃ 5,6 M pada tingkat ekstraksi I.

Harga FP Ce - Th untuk variasi konsentrasi HNO₃ 5,6 M terlihat menurun sangat tajam dari tingkat ekstraksi I ke tingkat ekstraksi II. Hal ini terjadi karena mulai tingkat ekstraksi II harga faktor pisah Ce terhadap Th sangat kecil dibanding dengan harga faktor pisah pada tingkat ekstraksi I. Untuk tingkat ekstraksi III dan seterusnya juga diperoleh harga faktor pisah yang sangat kecil.



Gb. 11. Hubungan antara tingkat ekstraksi dengan Kd Ce pada berbagai konsentrasi HNO₃.

Untuk menentukan kondisi optimum dari variasi konsentrasi HNO₃ ini, dipilih konsentrasi HNO₃ 5,6 M, dengan pertimbangan pada kondisi ini diperoleh harga FP Ce - Th terbesar pada tingkat ekstraksi I. Disamping itu juga diperoleh harga FP Th - Ce yang cukup besar pada tingkat ekstraksi II dan III, yang menunjukkan pengambilan Th terjadi pada ekstraksi II dan III.

Untuk menentukan besarnya tingkat ekstraksi yang optimum, ditentukan dengan melihat Kd Ce, Kd Th, dan FP Ce - Th. Dari Tabel 3. dapat diketahui bahwa setelah tingkat ekstraksi III, kenaikan harga FP relatif tidak berarti. Pada tingkat ekstraksi I, yang berarti bahwa Ce relatif hanya diambil pada tingkat ekstraksi I. Dengan demikian dapat ditentukan kondisi optimum untuk variasi konsentrasi HNO₃ ini yaitu pada konsentrasi HNO₃ 5,6 M dengan banyaknya tingkat ekstraksi adalah 3. Ekstraksi IV dan

seterusnya sudah tidak efisien lagi untuk faktor pisah yang sangat kecil. dilakukan, mengingat harga Kd ekstraksi dan

Tabel 3. Hubungan antara konsentrasi HNO₃ dengan FP Th – Ce (Th terhadap Ce) pada berbagai tingkat ekstraksi

Tingkat Ekstraksi	Konsentrasi HNO ₃ (M)				
	5,6	7	8,4	9,8	11,2
	FP Th - Ce				
I	0,0020	0,2547	0,2613	0,2550	0,1780
II	85,4444	45,5854	55,3529	50,3333	179,0000
III	35,1111	29,1774	14,0375	9,8253	20,7800
IV	10,7015	7,0000	6,6957	1,9000	2,4118
V	2,4341	1,5887	1,9322	0,9302	0,6477
VI	1,8351	1,4457	2,0896	0,8020	0,4211

Tabel 4. Hubungan antara konsentrasi HNO₃ dengan FP Ce - Th (Ce terhadap Th) pada berbagai tingkat ekstraksi

Tingkat Ekstraksi	Konsentrasi HNO ₃ (mL)				
	5,6	7	8,4	9,8	11,2
	FP Ce - Th				
I	566,6000	3,266	3,8268	3,9213	5,6170
II	0,0117	0,0219	0,0181	0,0199	0,0056
III	0,0285	0,0343	0,0712	0,1050	0,0481
IV	0,0934	0,1429	0,1494	0,5263	0,4146
V	0,4108	0,6294	0,5175	1,0750	1,5439
VI	0,5449	0,6917	0,4786	1,2469	2,3750

6. Kesimpulan

Pada pemisahan Th dan Ce dari konsentrat Ce(NO₃)₄ hasil olah monasit secara ekstraksi bertingkat menggunakan ekstrak *TOPO* dengan konsentrasi 50 g / 1000 mL dalam kerosen, waktu ekstraksi tiap tingkat masing-masing 15 menit dan kecepatan pengadukan 175 rpm, Parameter yang diteliti konsentrasi konsentrat Ce(NO₃)₄ dan konsentrasi HNO₃. Kondisi optimum dicapai pada konsentrasi konsentrat Ce(NO₃)₄ 100 g/L, konsentrasi HNO₃ dan jumlah tingkat ekstraksi = 3. Pada kondisi optimum diperoleh harga Kd Ce = 0,28, Kd Th = 0,0005. FP Ce – Th = 566,67 (pada tingkat ekstraksi I), FP Th - Ce = 85.4444 (pada tingkat ekstraksi II) , dan FP Th - Ce = 35,1111 (pada tingkat ekstraksi III). Dengan demikian Th dan Ce dapat terpisah dengan baik pada tingkat ekstraksi II dan pada tingkat ekstraksi III.

Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih disampaikan pada Sdr. Sigit Waskito Adi, Fakultas Teknik UGM, Jurusan Teknik Fisika, Program Studi Teknik Nuklir dan Staf Kelompok Teknologi Pemisahan BKTPB, yang telah banyak

membantu sampai penelitian ini dapat diselesaikan.

Daftar pustaka

- [1]. C.K. Gupta, dan N. Krishnamurthy “*Extactive Metallurgy of Rare Earths*”, CRC Press, ISBN 0-415-33340-7, 2005.
- [2]. Anonymous, <http://energitoday.com/2012/10/03/indonesia-punya-cadangan-mineral-langka/>. Retrieved 12-10-2013.
- [3]. B.Moris, Rare Earths. PIRSA Minerals-Mineral Resource Potential-Rare Earth Elements.htm ,2006.
- [4]. M. Rofi, “Studi Pemisahan Thorium-Cerium (IV) dengan Pengompleks *TOPO* Menggunakan Sel Armollex”, Skripsi Jurusan Teknik Nuklir, Fakultas Teknik UGM, Yogyakarta, 1997.
- [5]. O.A.E. Desouky, ”Liquid – Liquid Extraction Of Rare Earth Elements From Sulfuric Acid Solutions”, Submitted in accordance with the requirements of the degree of ph.D, Department of Chemistry, University of Leed, (2006).
- [6]. S. Nishihama, T. Hirai and I. Komasaawa, “Advanced Liquid-Liquid Extraction System for the Separation of Rare Earh

- ions by Combination of Conversion of Metal Species With Chemical reaction”, *J. Solid State Chem.*, 171(2003)101-108.
- [7]. R. J. Welty, E. Wicks, C. Wilson, E. Robert, R. Gregory. “*Dasar-Dasar Fenomena Transport*”. Konsentrasi 3. Edisi Ke-4. Terjemahan Gunawan Prasetio. Jakarta: Erlangga, 2004.
- [8]. C. Koncsag and A. Barbulescu, “Liquid-liquid Extraction With and without Chemical Reaction”, in Elamin, Mohan, Mass transfer in multi system and its applications, ISBN 971913, (2013) 207-232.
- [9]. G. Edes, “Recording rapid reaction in real time”, Department of Process Engineering, Stellenbosch University, September 28, 2013.
- [10]. N. Satish, A.S. Patkar, R.J. Burungale, “Separation and Liquid – Liquid Extraction of Thorium (IV) as Sulphate Complex With Synergistic Mixture Of N-n-Octylaniline And TriOctylamine as Extractant”, *RASAYAN, J.Chem.*, 2(4)(2009)825-832.
- [11]. G. Zhijun, N. Yanning, Z. Weiguang, T. Minyu, “Liquid – Liquid Extraction Of Thorium(IV) and Uranium(VI) with three ether-amide type tripodands”, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, 262(2004)331-337.
- [12]. B.N. Kokare, A.M. Mandhare, M.A. Anuse, “Liquid – Liquid Extraction of Cerium (IV) From Salicylate Media Using N-7V-Octylaniline in Xylene as an Extractant”, *J. Chill.Chem.Soc.*, 55(4)(2010). <http://dx.doi.org/10.4067/S0717-97072010000400004>. Retrieved 25-10-13