



Indo. J. Chem. Sci. 11 (1) (2022)

Indonesian Journal of Chemical Science

<http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>

Separation of Cerium, Neodymium, and Lanthanum from Rare Metal Concentrates by Calcining and Leaching Using Chloric Acid

Abdul Fattah Alfawwazi ^{1,✉}, Moch. Setyadji ², Jumaeri ¹

¹ Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang Gedung D6 Lantai 1, Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang, Semarang 50229, Indonesia

² Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA-BATAN), Gedung 06 Lantai 2, Kotak Pos 6101, Yogyakarta 55281, Indonesia

Info Artikel

Diterima Maret 2022

Disetujui April 2022

Dipublikasikan Mei 2022

Keywords:

Logam tanah jarang
Logam Ce, La dan Nd
Kalsinasi
Leaching

Abstrak

Pemisahan unsur Ce, La dan Nd dari konsentrat logam tanah jarang (REOH) h pengolahan pasir monasit perlu dilakukan dikarenakan kegunaan La dan Nd da industri sangat banyak. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui optimasi *leaching* da pemisahan Ce, La dan Nd. Metode yang digunakan untuk memisahkan unsur Ce, La Nd dari konsentrat logam tanah jarang adalah melalui kalsinasi pada suhu 600°, 8 1000° C selama 2 jam dan tanpa kalsinasi, dilanjutkan proses *leaching* menggunakan peli HCl 0,9 M dengan suhu 75° C. Variasi yang dilakukan adalah perbandingan *solid and li ratio* dan variasi waktu (5, 10, 15, 20 dan 25 menit) serta kecepatan pengadukan dit tetap yaitu 150 rpm. Dari hasil analisis FT-IR dan XRD diketahui bahwa kalsinasi d mengkonversi konsentrat REOH menjadi REO. Analisis residu hasil *leaching* den menggunakan XRF menunjukkan bahwa kenaikan suhu kalsinasi dengan perbandin *solid and liquid ratio* dan waktu *leaching* dapat mempengaruhi hasil efisiensi *leach* Efisiensi *leaching* tertinggi untuk unsur La diperoleh pada suhu kalsinasi 1000° C den waktu 10 menit yaitu sebesar 73,20%. Sedangkan kondisi optimum proses *leaching* terl untuk unsur Nd adalah pada suhu kalsinasi 1000° C dengan waktu kontak 5 menit den efisiensi *leaching* 49,68%.

Abstract

The separation of Ce, La, and Nd elements from rare earth metal (REOH) concentr from monazite sand processing needs to be done because the uses of La and Nd in industry are very large. This research was conducted to determine the optimization *leaching* in the separation of Ce, La, and Nd. The method used to separate the elem Ce, La, and Nd from the rare earth metal concentrate is through calcination a temperature of 600°, 800°, 1000°C for 2 hours and without calcination, followed t *leaching* process using 0.9 M HCl solvent at a temperature of 75°C. Variations made the ratio of solid and liquid ratio and variations in time (5, 10, 15, 20, and 25 minutes), the stirring speed is fixed at 150 rpm. From the results of FT-IR and XRD analysis, known that calcination can convert REOH concentrate into REO. Residual analysi *leaching* results using XRF showed that the increase in calcination temperature with a s and liquid ratio and *leaching* time could affect the *leaching* efficiency results. The high *leaching* efficiency for the element La was obtained at a calcination temperature of 100 with a time of 10 minutes, which was 73.20%. Meanwhile, the optimum condition for best *leaching* process for Nd is at a calcination temperature of 1000°C with a contact t of 5 minutes with a *leaching* efficiency of 49.68%.

© 2022 Universitas Negeri Semara

✉ Alamat korespondensi:

Gedung D6 Lantai 2, Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229, Indonesia

E-mail: fawazifatah789@gmail.com

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Logam Tanah Jarang (LTJ) atau *rare earths elements* (REE) adalah kelompok logam unik yang dianggap sebagai elemen paling kritis dan sangat berharga untuk aplikasi khusus di banyak teknologi modern. Dalam beberapa tahun terakhir, REE telah menjadi topik penting yang menarik dalam industri logam karena pasokan global berkurang, sementara permintaan semakin banyak. Aplikasi REE di berbagai bidang berhubungan dengan modernisasi, seperti *green energy*, magnet kinerja tinggi, konsumsi pencahayaan dan peralatan medis, serta industri tradisional, termasuk kaca, keramik, dan katalis. Hal ini menyebabkan banyak perusahaan mengembangkan teknik pengolahan untuk mengekstraksi REE dari deposit mineral tanah jarang (Trinopiawan *et al.*, 2019).

Pasir monasit yang merupakan salah satu sumber REE terdapat melimpah di Bangka-Belitung, Kalimantan, dan daerah lain di Indonesia. Isu strategis keberadaan sumber daya mineral pembawa REE ini, baik pemetaan, penambangan, pengolahan, dan pemurnian sejalan dengan UU No. 3 Tahun 2014 dan Permen ESDM No. 25 Tahun 2018. Oksida tanah jarang (REO) dan Logam hidroksida tanah jarang (REOH) dengan kadar > 99% yang merupakan hasil pengolahan dan pemurnian sumber daya mineral merupakan batasan produk minimum untuk dijual ke luar negeri. Dalam rangka peningkatan nilai tambah sumber daya alam serta mendukung implementasi UU No. 3 Tahun 2014 khususnya pasal 31, maka pemerintah mendorong pengembangan industri pengolahan dan pemurnian dalam negeri. Langkah awal industrialisasi LTJ dimulai dengan berdirinya pilot plant. Pengolahan pasir monasit menjadi REO. Data-data yang di peroleh dari pengoperasian pilot plant sangat dibutuhkan pada tahapan berikutnya yaitu Process Engineering untuk pabrik skala komersial (Setyadji *et al.*, 2017).

Rare Earths Elements (REE) terdiri dari 15 unsur kelompok lantanida dari lantanum ke lutetium, ditambah itrium dan skandium yang jarang. Unsur ini dibagimenjadi tiga sub-kelompok: *Light Rare Earths Elements* (LREE (La, Ce, Pr dan Nd)), unsur SEG (Sm, Eu, Gd), dan kemudian *Heavy Rare Earths Elements* (HREE (Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sc dan Y)) (Silva *et al.*, 2019). Monasit merupakan mineral fosfat tanah jarang (RE(PO₄)), yang mengandung kebanyakan LREE dan beberapa HREE yang lebih dibandingkan dengan pasir bastnasit. Monasit dapat mengandung hingga 70% REE terutama Ce dan La serta sejumlah besar Nd, Pr dan Sm. Setelah Monasit dikalsinasi dengan CaCl₂ dan CaCO₃, monasit dapat dilindi dengan HCl untuk menghilangkan kandungan Mn yang dapat menyebabkan Ce tidak terlindi (Peelman *et al.*, 2016).

Pada penelitian Setyadji *et al.* (2017) pemisahan Ce, Nd, dan La menggunakan pengoperasian *pilot plant*. *Pilot plant* merupakan desain konsep pengolahan REOH dengan kapasitas 25 kg. Hasil perancangan *pilot plant* merupakan suatu tahapan penting pada pengembangan suatu pabrik kimia skala komersial. Proses yang dilakukan didahului pelarutan REOH dan peleburan REOH dalam NaOH pada suhu 135^o C. Selanjutnya dengan oksidasi oleh KMnO₄ kemudian diikuti pengendapan dan filtrasi. Proses yang dilakukan memerlukan waktu yang lama terutama pada proses filtrasi dan pengeringan serta banyak menggunakan bahan kimia seperti asam nitrat, natrium hidroksida, kalium permanganat, ammonia, dan asam oksalat. Berdasarkan penelitian tersebut dibutuhkan penelitian lanjutan dalam metode pemisahan yang lebih sederhana sehingga dapat mengefisiensi waktu, biaya dan bahan kimia yang digunakan. Oleh karena itu penelitian ini dilakukan dengan metode kalsinasi REOH dan *leaching* menggunakan asam klorida. Menurut Kim *et al.*, (2016) Asam klorida ditemukan sebagai agen pelindian yang paling efektif, lebih dari 90% pelindian REE dalam satu jam.

Metode

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian terdiri dari gelas ukur, timbangan, lumpang dan alu, filter, megnetic stirrer, spatula, pipet, tungku suhu tinggi (1500°C), tube analisis XRF, XRD dan FT-IR. Bahan yang digunakan dalam penelitian diantaranya REOH hasil pengolahan LTJ, HCl teknis serta aquades. Proses Kalsinasi Langkah awal penelitian dilakukan dengan kalsinasi REOH sebanyak 400 gram pada suhu 600°, 800°, dan 1000° C selama 2 jam dan tanpa kalsinasi. Kalsinasi REOH pada suhu 1000°C didasarkan pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh yang melakukan kalsinasi pada berbagai variasi suhu yakni 600-1100°C.

Berat endapan yang dihasilkan cukup stabil pada suhu 1000°C dikarenakan endapan yang diperoleh dari hasil kalsinasi di bawah suhu 1000°C menunjukkan bahwa endapan yang dihasilkan masih terdapat pengotor-pengotor lainnya. Sedangkan pada saat suhu kalsinasi dinaikkan setelah suhu 1000°C menunjukkan tidak banyak memberikan perubahan konsentrasi endapan yang dihasilkan serta sudah tidak lagi mengalami penurunan berat, sehingga dapat ditetapkan bahwa suhu kalsinasi relatif baik pada suhu

1000°C. Sebelumnya Purwani *et al.*, (2019) juga telah melakukan kalsinasi REOH pada suhu 1000°C dengan rentang waktu 1-3 jam. Hasil kalsinasi menunjukkan bahwa pada kalsinasi dengan waktu 3 jam menunjukkan hasil terbaik dan pada kondisi tersebut sudah tidak terjadi penurunan berat pada padatan. REOH yang sudah dikalsinasi selanjutnya dianalisis menggunakan instrumen XRF untuk diketahui kadar masing-masing unsur yang terkandung di dalamnya (Purwani & Suyanti, 2017).

Proses *Leaching*

Setelah proses kalsinasi selanjutnya adalah proses *leaching* menggunakan larutan HCl 0,9 M dengan variasi *solid and liquid* ratio yaitu 1/3, 1/5, dan 1/7 dan variasi waktu yang digunakan diantaranya 5, 10, 15, 20 dan 25 menit serta kecepatan pengadukan yang dibuat tetap yaitu 150 rpm. Sampel berupa REOH yang telah dikalsinasi sesuai variasi kalsinasi. selanjutnya ditimbang 20 gram sebanyak 60 sampel. serta kecepatan pengadukan yaitu 150 rpm. Proses *leaching* dengan umpan sebanyak 20 gram dan pelarut HCl 0,9 M sebanyak 60, 100 dan 140 mL dilakukan dengan *hot plate stirrer* dengan suhu 75°C dan variasi waktu: 5, 10, 15, 20 dan 25 menit. Setelah dilakukan proses *leaching* selanjutnya proses penyaringan untuk memisahkan filtrat dan residu. Residu hasil penyaringan masing-masing diambil 5 gr dan diletakkan ke dalam vial untuk dianalisis dengan menggunakan spektrometer XRF (epsilon 4).

Analisis dengan XRF

Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena metode ini cepat dan tidak merusak sampel, metode ini 39 dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. Tergantung pada penggunaannya, XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar-X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi (Jamaludin & Adiantoro, 1979).

Prinsip dasar *X-Ray Fluorescence* (XRF) adalah sinar-X akan mengeluarkan elektron yang terdapat pada kulit bagian paling dalam (misalnya kulit K) dalam suatu atom dan menyebabkan kekosongan elektron pada bagian ini, sehingga elektron pada kulit yang lebih luar (misalnya kulit L, M, N) akan mengisi kekosongan elektron pada kulit bagian dalam yang menyebabkan pelepasan energi berupa energi foton atau memancarkan sinar X. Sinar X dari sampel akan dikirim ke detektor yang akan didinginkan baik secara elektrik atau dengan cairan nitrogen. Sinyal dari detektor akan diproses oleh elektronik dan dikirim ke PC komputer yang kemudian akan ditampilkan dalam bentuk spectrum.

Analisis dengan XRD

Difraksi sinar-x merupakan metode analisa yang memanfaatkan interaksi antara sinar-x dengan atom yang tersusun dalam sebuah system kristal. Untuk dapat memahami prinsip dari difraksi sinar-x dalam analisa kualitatif maupun kuantitatif, terlebih dahulu diuraikan penjelasan mengenai sistem Kristal (Setiabudi *et al.*, 2012).

Menurut Setiabudi *et al.*, (2012), XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak-puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf.

Atom-atom dalam kristal berinteraksi dengan gelombang sinar-X sedemikian rupa sehingga menghasilkan interferensi. Interaksi tersebut dapat dianggap seolah-olah atom dalam struktur kristal memantulkan gelombang. Tetapi, karena struktur kristal terdiri dari susunan atom yang teratur, pantulan terjadi dari apa yang tampak seperti bidang atom. Mari kita bayangkan seberkas sinar-X memasuki kristal dengan salah satu bidang atom ini berorientasi pada sudut θ ke berkas sinar-X monokromatik yang masuk (monokromatik berarti satu warna, atau dalam hal ini 1 panjang gelombang diam-diam seperti yang dihasilkan oleh spektrum karakteristik tabung sinar-X).

Agar berkas sinar yang dihamburkan atom-atom kristal secara konstruktif maka beda lintasan antara kedua berkas harus sama dengan kelipatan bilangan bulat dari panjang gelombangnya, yaitu λ , 2λ , 3λ dan seterusnya. Selisih jarak antara dua berkas sinar adalah $2d \sin \theta$, maka persamaan matematis untuk terjadinya interferensi konstruktif adalah sebagai berikut:

$$2d \sin \theta = \lambda$$

dengan d = jarak antar bidang, θ = sudut difraksi, λ = panjang gelombang sinar-X, rumus di atas dikenal dengan Hukum Bragg. Keuntungan utama penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah

kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X memiliki energi yang sangat tinggi akibat panjang gelombangnya pendek.

Analisis dengan FT-IR

Spektroskopi merupakan studi antaraksi radiasi elektromagnetik dengan materi. Spektroskopi inframerah didasarkan pada fenomenaterabsorpsinya radiasi elektromagnetik inframerah oleh vibrasi molekul. Spektroskopi vibrasi ini merupakan teknik yang cukup handal untuk menganalisis struktur molekul. Radiasi elektromagnetikadalah suatu bentuk dari energi yang diteruskan melalui ruang dengan kecepatan yang luar biasa (Setiabudi *et al.*, 2012).

Adapun cara kerja FT-IR seperti berikut ini: Mula mula zat yang akan diukur diidentifikasi, berupa atom atau molekul. Sinar infra merah yang berperan sebagai sumber sinar dibagi menjadi dua berkas, satu dilewatkan melalui sampel dan yang lain melalui pembanding. Kemudian secara berturut-turut melewati chopper. Setelah melalui prisma atau grating, berkas akan jatuh pada detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang kemudian direkam oleh rekorder. Selanjutnya diperlukan amplifier bila sinyal yang dihasilkan sangat lemah (Pambudi *et al.*, 2017)

Hasil dan Pembahasan

Kalsinasi REOH

Kalsinasi REOH dilakukan selama 2 jam dengan suhu 1000°C, dengan bahan sebanyak 450 gram. Setelah dilakukan kalsinasi beratnya mengalami penurunan menjadi 312,43 gram. Sebelum proses kalsinasi terlebih dahulu dilakukan *pre-kalsinasi* yaitu pemanasan pada suhu 300°C yang dilakukan selama 30 menit. *Pre-kalsinasi* bertujuan agar bahan yang dikalsinasi tidak mengalami *thermal shock* apabila langsung diberi suhu tinggi dengan kecepatan kenaikan suhu yang drastis. Setelah proses *pre-kalsinasi* selanjutnya suhu dinaikkan menjadi 1000°C selama 1 jam. Saat suhu telah mencapai 1000°C, suhu ditahan selama 3 jam dan proses ini merupakan proses kalsinasi dimana terjadi proses dekomposisi. Setelah proses kalsinasi selesai selanjutnya adalah fase pendinginan di dalam *muffle furnace* dimana perlahan suhu mulai mengalami penurunan hingga mencapai suhu kamar. Kadar masing-masing unsur yang terjadi pada proses kalsinasi REOH yaitu:

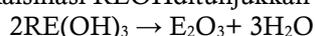
Tabel 1. Persentase kadar unsur-unsur dengan dan tanpa kalsinasi

Suhu Kalsinasi (°C)	Y (%)	La (%)	Ce (%)	Pr (%)	Nd (%)
Tanpa kalsinasi	0,409	45,732	19,481	4,461	16,092
600	0,402	45,275	18,953	4,458	16,048
800	0,411	45,689	19,042	4,457	16,006
1000	0,394	45,573	19,079	4,51	16,241



Gambar 1. Kalsinasi REOH menggunakan *muffle furnace*

Reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi REOH ditunjukkan pada persamaan berikut:

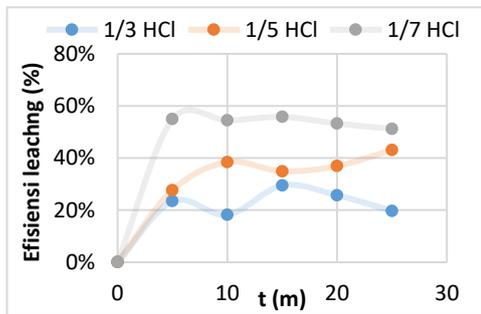


Dari beberapa variasi suhu yang telah dilakukan, diharapkan REOH yang telah dikalsinasi dapat teroksidasi maksimal menjadi REO supaya dapat *terleaching* sempurna oleh larutan HCl. Presentase berat hasil kalsinasi (Bhk) dinyatakan dengan persamaan:

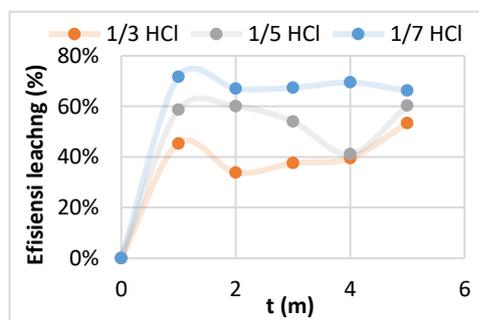
$$\% \text{ Bhk} = \frac{\text{Bhk}}{\text{Berat sebelum kalsinasi}} \times 100\%$$

Dari hasil kalsinasi yang telah dilakukan selama 2 jam pada suhu 600, 800, dan 1000 °C berturut-turut dihasilkan %Bhk sebesar 82,0, 81,8 dan 81,25% seperti perhitungan pada lampiran 2. Dari hasil kalsinasi pada kondisi tersebut, %Bhk pada suhu kalsinasi 1000° C lebih rendah dibandingkan pada suhu 600 dan 800 °C menunjukkan bahwa lebih banyak senyawa yang terdekomposisi pada suhu 1000° C sesuai dengan penelitian sebelumnya Suyanti, (2016) bahwa semakin besar suhu kalsinasi yang dilakukan maka semakin besar pula senyawa yang terdekomposisi. Dan pada penelitian (Purwani dan Suyanti., 2016) menyebutkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi CeO₂ yang terbentuk semakin banyak.

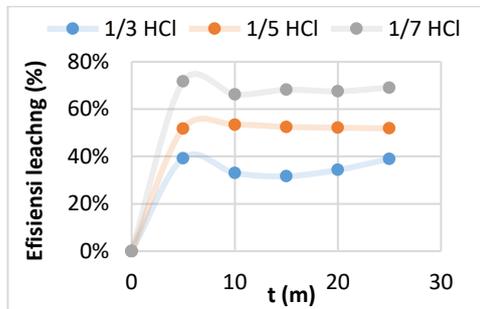
Efisiensi *leaching* La



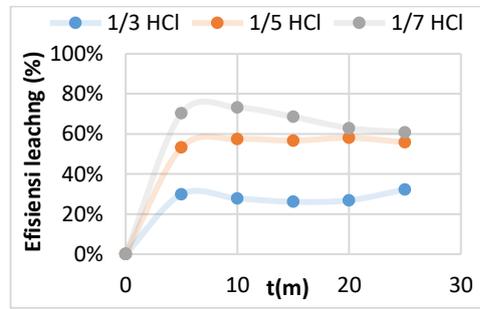
Gambar 2. Efisiensi *leaching* pada unsur La dengan tanpa kalsinasi



Gambar 3. Efisiensi *leaching* pada unsur La dengan suhu kalsinasi 600°C



Gambar 4. Efisiensi *leaching* pada unsur La dengan suhu kalsinasi 800°C

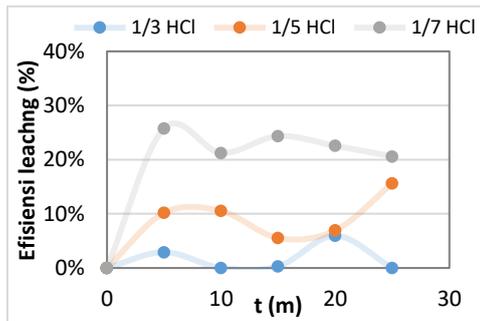


Gambar 5. Efisiensi *leaching* pada unsur La dengan suhu kalsinasi 1000 °C

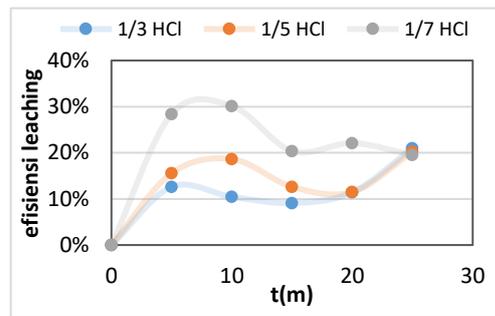
Berdasarkan grafik pada Gambar 2 sampai 5 dapat dilihat *solid and liquid ratio* dan waktu kontak sangat berpengaruh terhadap efisiensi *leaching*. Nilai efisiensi *leaching* cenderung naik pada proses *leaching* dengan HCl yang semakin banyak dan waktu reaksi yang semakin lama. Seperti yang disebutkan oleh (Delazar *et al.*, 2012) rendemen akan meningkat seiring dengan peningkatan jumlah pelarut. Peningkatan rendemen ini diakibatkan karena semakin tinggi jumlah pelarut yang digunakan, maka pengeluaran senyawa target ke dalam pelarut dapat berjalan lebih optimal dan kejenuhan dalam pelarut dapat dihindari. Sedangkan waktu reaksi yang semakin besar maka kontak antara zat-zat yg bereaksi semakin lama sehingga reaksinya makin sempurna. Setelah waktu mencapai 10 menit, cenderung tidak ada pertambahan nilai efisiensi *leaching*. Pada REOH yang dikalsinasi 1000°C persentase *leaching* sedikit lebih banyak. Hal tersebut menunjukkan bahwa proses kalsinasi 1000°C lebih banyak mendekomposisi REOH dan Dengan demikian suhu kalsinasi 1000°C *solid and liquid ratio* 1:7 dan waktu 10 menit dinyatakan sebagai kondisi optimum proses. Pada kondisi ini, efisiensi *leaching* La yang terlarut (masuk ke dalam filtrat) sebesar 73,20%.

Efisiensi *leaching* Nd

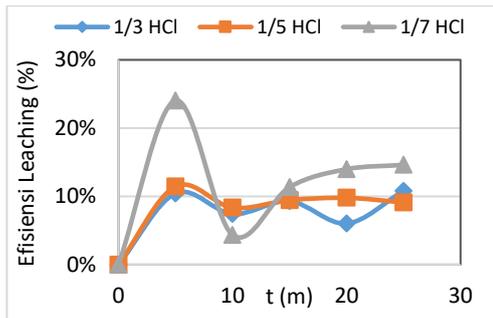
Seperti halnya La, efisiensi *leaching* Nd menunjukkan bahwa semakin besar volume HCl yang digunakan saat *leaching*, efisiensi *leaching* semakin besar, dan setelah mencapai waktu 5-10 menit tidak terjadi peningkatan efisiensi *leaching* (efisiensi *leaching* cenderung menurun). Hal ini terjadi karena semakin lama waktu *leaching* dapat memperbanyak senyawa-senyawa yang lebih mudah larut dalam HCl yang terkandung dalam REO sehingga efisiensi *leaching* Nd menjadi terganggu yang menyebabkan turunnya efisiensi Nd. dari data yang diperoleh, hasil optimum yang di dapat adalah efisiensi *leaching* sebesar 49,68% pada kondisi kalsinasi 1000°C dan *solid and liquid ratio* 1:7 dengan waktu 5 menit. Dapat di lihat pada gambar 6-9



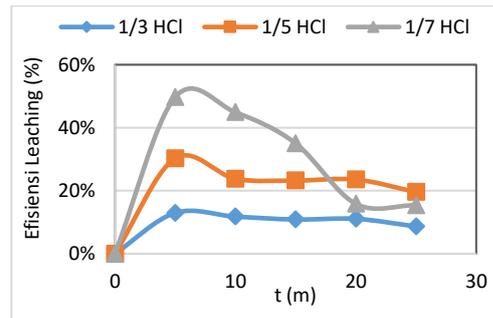
Gambar 6. Efisiensi *leaching* pada unsur La dengan tanpa kalsinasi



Gambar 7. Efisiensi *leaching* pada unsur Nd dengan suhu kalsinasi 600°C



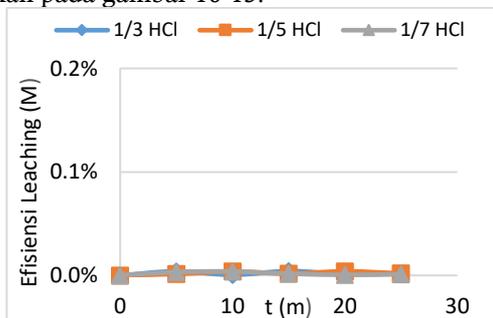
Gambar 8. Efisiensi *leaching* pada unsur Nd dengan suhu kalsinasi 800°C



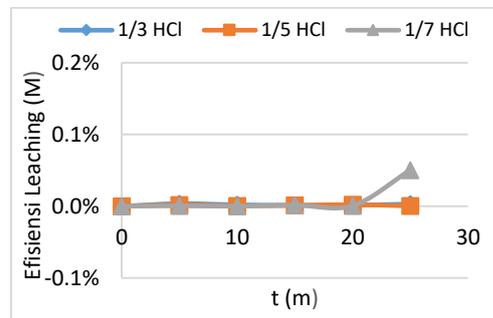
Gambar 9. Efisiensi *leaching* pada unsur Nd dengan suhu kalsinasi 1000°C

Efisiensi *leaching* Ce

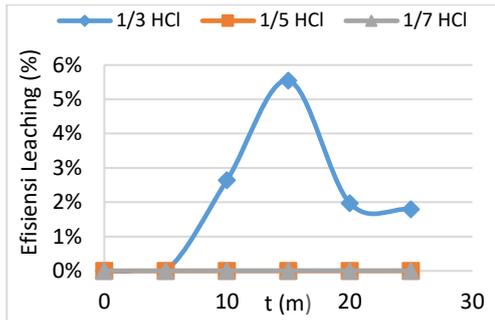
Leaching REOH dan REO hasil kalsinasi pada variasi suhu 600, 800 dan 1000° C dengan menggunakan HCl perbandingan *solid and liquid ratio* 1:3, 1:5, dan 1:7 dihasilkan efisiensi *leaching* Ce yang ditunjukkan pada gambar 10-13.



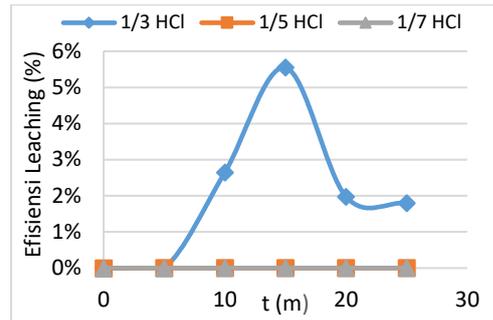
Gambar 10. Grafik efisiensi *leaching* pada unsur Ce dengan tanpa kalsinasi



Gambar 11. efisiensi *leaching* pada unsur Ce dengan suhu kalsinasi 600°C



Gambar 12. Efisiensi *leaching* pada unsur Ce dengan suhu kalsinasi 800°C



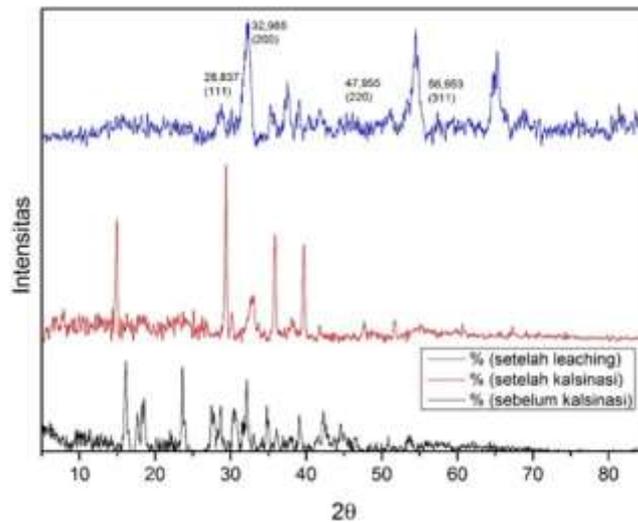
Gambar 13. Efisiensi *leaching* pada unsur Ce dengan suhu kalsinasi 1000°C

Gambar 10-13 menunjukkan bahwa Ce tidak dapat larut dalam larutan HCl encer sehingga efisiensi *leaching* rata-rata hampir mendekati 0%. Namun saat REOH di kalsinasi dengan suhu 1000°C dan di *leaching* menggunakan *solid and liquid ratio* 1:3 dapat melarutkan Ce. Hal tersebut terjadi karena Ce larut dalam asam pekat seperti penelitian yang dilakukan (Chi *et al.*, 2006) CeO₂ tidak dapat dilepaskan jika konsentrasi ion hidrogen terlalu rendah. Tetapi pada REOH yang dikalsinasi pada suhu 600°C dan 800°C Ce tidak larut dikarenakan pada kalsinasi suhu 600°C dan 800°C masih belum terdekomposisi secara sempurna dan masih mengandung senyawa-senyawa yang lebih suka bereaksi dengan HCl sehingga Ce tidak larut dengan HCl.

Karakterasi XRD Cerium Oksida

Tabel 2. Hasil Analisis Difraktogram cerium oksida

Hasil		Pembanding			
2θ (°)	Nilai d	2θ (°)	Nilai d	2θ (°)	Nilai d
28,837	111	28,815	111	28,6	111
32,985	200	33,394	200	33,1	200
47,955	220	47,945	220	47,5	220
56,953	311	56,965	311	56,3	311
Data primer		(Yousef <i>et al.</i> , 2020)		(Hancock <i>et al.</i> , 2021)	



Gambar 14. Difraktogram REOH sebelum kalsinasi setelah kalsinasi dan setelah *leaching*

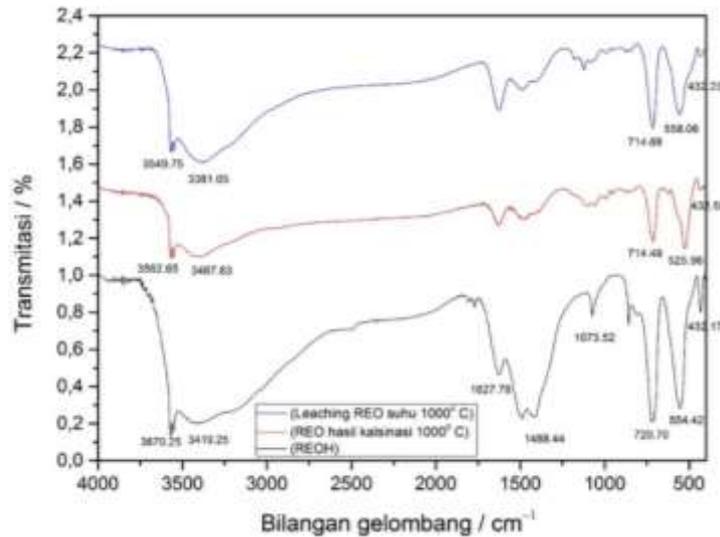
Selain penentuan secara kualitatif, dilakukan pula karakterisasi cerium oksida menggunakan difraksi sinar-X untuk mengetahui ukuran dari hasil pelindihan REOH. Hasil difraktogram sinar-X cerium oksida disajikan pada Gambar 14 dan Tabel 2. Berdasarkan JCPDS No.43-0394, menunjukkan bahwa material hasil *leaching* merupakan CeO₂.

Berdasarkan puncak tertinggi pada difraktogram dapat dihitung ukuran material magnetit hasil sintesis dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* diperoleh bahwa cerium oksida memiliki ukuran kristal nano yaitu 74,96 nm.

Tabel 3. Hasil difraktogram Cerium oksida

2θ	θ	θ (rad)	$\cos \theta$	FWHM	B	K	A	D
28,837	14,4185	0,251523	0,968535	0,0311	0,000543	0,94	0,1541	275,1061
32,985	16,4925	0,287703	0,958898	1,0387	0,01812	0,94	0,1541	272,369
47,955	23,9775	0,418274	0,913791	0,9827	0,017143	0,94	0,1541	7,692949
56,953	28,4765	0,496757	0,879133	0,9275	0,01618	0,94	0,1541	7,415303
Rata-rata								74,96215

Karakteristik FT-IR



Gambar 15. Spektra FT-IR REOH, REO dan REO setelah *leaching*

Berdasarkan hasil spektra FT-IR pada kisaran 4000-400 cm⁻¹ REOH, REO dan REO setelah *leaching* disajikan pada Gambar 15, puncak gelombang 432 cm⁻¹ dan 558cm⁻¹ diindikasikan sebagai gugus Ce-O sebagaimana disebutkan oleh (Calvache-muñoz *et al.*, 2017) bahwa puncak gelombang 400 cm⁻¹-630 cm⁻¹ merupakan getaran gelombang Ce-O. Pada sampel REOH terdapat getaran gugus fungsi C-O yang diindikasikan pada getaran gelombang 1073 cm⁻¹ (Bagtash *et al.*, 2016) puncak serapan 1488 cm⁻¹ diindikasikan sebagai peregangan gugus C=C puncak serapan lainnya muncul pada getaran gelombang 3419 cm⁻¹ diindikasikan sebagai puncak serapan gugus O-H dimana gugus-gugus tersebut diindikasikan sebagai H₂O karena adanya getaran gelombang pada 1627 cm⁻¹ dimana dengan adanya kedua puncak serapan tersebut menandakan bahwa O-H yang terkandung dalam REOH adalah H₂O. Sebagaimana disajikan pada gambar 15, setelah di kalsinasi H₂O menjadi hilang.

Simpulan

Semakin besar suhu kalsinasi yang digunakan semakin besar pula unsur La dan Nd yang terlarut dalam filtrat. dalam penelitian ini suhu kalsinasi optimum adalah 1000 °C. Waktu *leaching* terbaik untuk La dan Nd pada penelitian ini yaitu pada waktu 10 menit dan 5 menit dimana efisiensi *leaching* La sebesar 73,20% dan Nd sebesar 49,68% sedangkan Ce 0 % sehingga Ce tertinggal dalam residu. Semakin banyak jumlah HCl yang digunakan semakin besar pula unsur-unsur lantanida yang terlarut dimana dalam penelitian ini digunakan perbandingan *solid and liquid ratio* 1:7 dengan efisiensi *leaching* Ce, La dan Nd berturut turut sebesar 0 , 73.2 dan 49.68%. Pada perbandingan *solid and liquid ratio* 1:5 sebesar 15.79, 53.23 dan 30.27 %. Pada perbandingan *solid and liquid ratio* 1:3 sebesar 26.94, 29.92 dan 12.96%, sedangkan pada REOH yang tidak dikalsinasi sebesar 0, 23.40, 3.00%.

Ucapan Terimakasih

Terimakasih kepada Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA – BATAN) Yogyakarta yang telah bersedia membiayai dan menyediakan berbagai fasilitas yang memadai untuk kelancaran kegiatan penelitian dan juga telah menyediakan instrumen untuk karakterisasi sehingga penelitian yang dilaksanakan pada Tahun 2020 ini dapat berjalan dengan lancar.

Daftar Referensi

- Bagtash, M., Yamini, Y., Tahmasebi, E., Zolgharnein, J., & Dalirnasab, Z. 2016. Magnetite nanoparticles coated with tannic acid as a viable sorbent for solid-phase extraction of Cd²⁺, Co²⁺ and Cr³⁺. *Microchimica Acta*, 183(1): 449–456. <https://doi.org/10.1007/s00604-015-1667-5>
- Calvache-muñoz, J., Prado, F. A., & Rodríguez-páez, J. E. 2017. Cerium Oxide Nanoparticles : Synthesis , Characterization and Tentative Mechanism of Particle Formation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 529(20 September 2017): 146-159 <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.05.059>
- Chi, R., Li, Z., Peng, C., Gao, H., & Xu, Z. 2006. Preparation of enriched cerium oxide from bastnasite with hydrochloric acid by two-step leaching. *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*, 37(2): 155–160. <https://doi.org/10.1007/BF02693144>
- Delazar, A., Nahar, L., Hamedeyazdan, S., & Sarker, S. D. 2012. Microwave-assisted extraction in natural products isolation. *Methods in Molecular Biology*, 864: 89–115. https://doi.org/10.1007/978-1-61779-624-1_5
- Hancock, M. L., Yokel, R. A., Beck, M. J., Calahan, J. L., Jarrells, T. W., Munson, E. J., Olaniyan, G. A., & Grulke, E. A. 2021. The characterization of purified citrate-coated cerium oxide nanoparticles prepared via hydrothermal synthesis. *Applied Surface Science*, 535(August 2020): 147681. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.147681>
- Jamaludin, A., & Adiantoro, D. 1979. Analisis Kerusakan X-Ray Fluoresence (XRF). *Pengelolaan Instalasi Nuklir*. 09–10(5): 19–28.
- Kim, R., Cho, H., Han, K. N., Kim, K., & Mun, M. 2016. Optimization of acid leaching of rare-earth elements from mongolian apatite-based ore. *Minerals*, 6(3): 1-15. <https://doi.org/10.3390/min6030063>.
- Mukhlis, & Sumarni. 2002. Pelarutan (U, Th, RE) Hidroksida Hasil Dekomposisi Basa Monasit Bangka dengan Menggunakan Asam Nitrat. *Seminar IPTEK Nuklir Dan Pengelolaan Sumber Daya Tambang*, 5: 144–150.
- Setyadji, M. Purwani, M.V. & Suyanti, S. 2017. *Desain Konsep Pilot Plant Pengolahan Reoh Menjadi Ce₂O₃ Dan Konsentrat Nd(OH)₃ Kapasitas 25 Kg/Hari*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Pambudi, A., Farid, M., & Nurdiansah, H. 2017. Analisis Morfologi dan Spektroskopi Infra Merah Serat Bambu Betung (*Dendrocalamus Asper*) Hasil Proses Alkalisasi Sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara. *Jurnal Teknik ITS*, 6(2): 441–444.
- Peelman, S., Sun, Z. H. I., Sietsma, J., & Yang, Y. 2016. Leaching of Rare Earth Elements. *Rare Earths Industry*, 2016: 319–334. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-802328-0.00021-8>
- Purwani, M.V. & Suyanti. 2016. *Kalsinasi Konsentrat Sesium Menjadi Sesium Oksida Bahan Alat Cara Kerja Pembuatan Ce ammonium nitrat*, Prosiding Seminar Penelitian Dan Pengelolaan Perangkat Nuklir Pusat Sains dan Teknologi Akselerator batan Surakarta, 125-132.
- Purwani, M. V., Triyono, Setyadji, M., & Amiliana, R. A. 2019. Separation of Cerium from Neodymium Hydroxide Concentrate Through Decomposition and Leaching Using HNO₃. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 553(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/553/1/012026>
- Setiabudi, A., Hardian, R., & Muzakir, A. 2012. Karakterisasi Material: Ptinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia. Bandung: UPI Press.
- Silva, R. G., Morais, C. A., & Oliveira, É. D. 2019. Selective cerium removal by thermal treatment of mixed rare earth oxalates or carbonates obtained from non-purified rare earth sulphate liquor. *Minerals Engineering*, 139(1 August 2019): 105865 105865. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.105865>
- Suyanti, & Purwani, M. V. 2016. Kalsinasi konsentrat sesium menjadi sesium oksida. *Prosiding Seminar Penelitian Dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*, 125–132.

- Trinopiawan, K., Mubarok, M. Z., Mellawati, J., Ani, B. Y., 2016. Pelindian Logam Tanah Jarang dari Terak Timah dengan Asam Klorida setelah Proses Fusi. *Eksplorium* 37(1): 41–50.
- Trinopiawan, K., Purwani, M.V., Anggraini, M. & Prassanti, R. 2019. *Pemisahan Cerium dari Logam Tanah Jarang Hidroksida Melalui Kalsinasi dan Pelindian Menggunakan HNO₃ Encer Cerium Separation from Rare Earth Hydroxide by Calcination and Leaching Method Using Dilute HNO₃ Logam Tanah Jarang (LTJ) atau rare untuk memper.* 40(1): 63–74. <https://doi.org/10.17146/eksplorium.2019.40.1.5411>
- Yousef, A., Al-Enizi, A. M., Mohamed, I. M. A., El-Halwany, M. M., Ubaidullah, M., & Brooks, R. M. 2020. Synthesis and characterization of CeO₂/rGO nanoflakes as electrode material for capacitive deionization technology. *Ceramics International*, 46(10): 15034–15043. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.03.034>