

LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN

**PEMISAHAN NEODIMIUM DARI KONSENTRAT NEODIMIUM
MENGUNAKAN KOLOM PENUKAR ION DOWEX 50W-X8 DI PUSAT
SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR BADAN TENAGA NUKLIR
(BATAN) YOGYAKARTA**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli
Madya (A.Md.) Analis Kimia Program Studi DIII Analis Kimia**



Disusun oleh:

**Devi Sri Adryani
NIM: 13231055**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2017**

LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN

**PEMISAHAN NEODIMIUM DARI KONSENTRAT NEODIMIUM
MENGUNAKAN KOLOM PENUKAR ION DOWEX 50W-X8 DI PUSAT
SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR BADAN TENAGA NUKLIR
(BATAN) YOGYAKARTA**

**NEODIMIUM SEPARATION FROM NEODIMIUM CONCENTRATE
USING ION EXCHANGE COLUMN DOWEX 50W-X8 IN PUSAT SAINS
DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR BADAN TENAGA NUKLIR
(BATAN) YOGYAKARTA**



Disusun oleh:

**Devi Sri Adryani
NIM: 13231059**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2017**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN

**PEMISAHAN NEODIMIUM DARI KONSENTRAT NEODIMIUM
MENGUNAKAN KOLOM PENUKAR ION DOWEX 50W-X8 DI PUSAT
SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR BADAN TENAGA NUKLIR
(BATAN)
YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Devi Sri Adryani
NIM: 13231059

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan
Program Studi D III Analis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
Pada tanggal 20 Maret 2017

Menyetujui,

Ketua Program Studi



Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.
NIK. 052316003

Pembimbing

Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.
NIK. 0502316004

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN

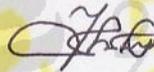
**PEMISAHAN NEODIMIUM DARI KONSENTRAT NEODIMIUM
MENGUNAKAN KOLOM PENUKAR ION DOWEX 50W-X8 DI PUSAT
SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR BADAN TENAGA NUKLIR
(BATAN)
YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Devi Sri Adryani
NIM: 13231059

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 20 Maret 2017

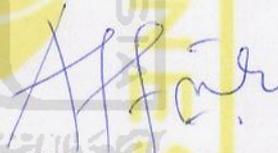
Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji



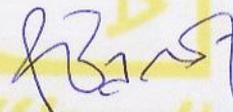
Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.
NIK. 052316004

Penguji I



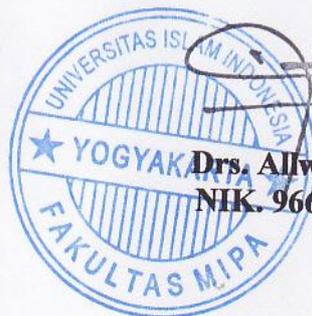
Puji Kurniawati, M.Sc.
NIK. 132311103

Penguji II



Reni Banowati I, M.Sc.
NIK. 052316002

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII




Drs. Aliwar, M.Sc., Ph.D.
NIK. 966120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Praktik Kerja Lapangan ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 20 Maret 2017



Devi Sri Adryani



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warrahmatullahi Wabarakatuh.

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan taufiq dan hidayah-Nya sehingga penulisan Buku Laporan Praktik Kerja Lapangan ini dapat diselesaikan. Shalawat dan salam dihaturkan kepada Nabi Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqamah menjalankan agamanya.

Praktik Kerja Lapangan ini telah dilakukan di pusat sains dan teknologi akselerator badan tenaga nuklir (BATAN) di Yogyakarta dengan judul Pemisahan neodimium dari konsentrat neodimium menggunakan kolom penukar ion resin dowex 50W-X8 di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir (BATAN) Yogyakarta. Penulis pada kesempatan ini mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Drs. Allwar, M.Sc.,Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
2. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia
3. Ibu Yuli Rohyami,S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan di Universitas Islam Indonesia
4. Bapak Imam Prayogo, ST selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir (BATAN) Yogyakarta
5. Seluruh staff karyawan dan karyawan di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir (BATAN) Yogyakarta

Demikian Laporan ini disusun, penyusun sangat berharap laporan ini dapat berguna dalam rangka menambah wawasan bagi masyarakat umum dan juga menyadari sepenuhnya bahwa di dalam laporan ini terdapat kekurangan- kekurangan dan jauh dari apa yang diharapkan. Untuk itu, adanya

kritik, saran, dan usulan demi perbaikan di masa yang akan datang, mengingat tidak ada sesuatu yang sempurna tanpa saran yang membangun.

Wassalamu'alaikumsalam Warrahmatullahi Wabarakatuh.

Yogyakarta, 20 Maret 2017

Penyusun



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
BAB II DASAR TEORI	
2.1 Logam Tanah Jarang	4
2.2 Neodimium.....	5
2.3 Kromatografi.....	6
2.4 Kromatografi Pertukaran Ion	7
2.4.1 Prinsip Pertukaran Ion	7
2.4.2 Resolusi	8
2.4.3 Dowex 50W-X8	9
2.5 <i>Ethylene Diamine Tetraacetic Acid</i> (EDTA).....	11
2.6 Spektrometri Pendar Sinar-X.....	14
2.6.1 Prinsip Kerja Spektrometri Pendar Sinar-X	14
2.6.2 Analisis Cuplikan	15

BAB III METODOLOGI	
3.1 Alat.....	21
3.2 Bahan	21
3.3 Cara Kerja	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pembuatan Umpan dari Konsentrat Neodimium.....	21
4.2 Analisa Cuplikan Neodimium	22
4.3 Pengendapan Neodimium Murni.....	23
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA	40



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data Unsur dalam Logam	4
Tabel 2.2 Klasifikasi Kromatografi Berdasarkan Fasa Diam dan Fasa Gerak	7
Tabel 2.3 Konstanta kesetimbangan disosiasi (Ka) EDTA sebagai fungsi pH	18
Tabel 2.4. Konstanta Kesetimbangan Kompleks MHY.....	19
Tabel 4.1 Data Intensitas dan Kadar Neodimium dalam Umpan.....	21
Tabel 4.3 Data Analisa Neodimium Menggunakan Spektrometer Pendar Sinar-X.....	32
Tabel 4.4 pH Sebelum dan Sesudah Penambahan $H_2C_2O_4$	33
Tabel 4.5 Berat Neodimium Oksalat Hasil Tampungan.....	33
Tabel 4.6 Data Intensitas Neodimium Oksalat	34
Tabel 4.4 Intensitas Neodimium Oksalat dan Standar Neodimium.....	35



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Dowex 50W-X8 (Khopkar, 1990).....	14
Gambar 4.1 Spektrum Umpan Konsentrat Neodimium.....	30
Gambar 4.3 Grafik Neodimium Oksalat	34
Gambar 4.4 Grafik Efisiensi Neodimium	36



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Kadar Unsur dalam Umpan.....	38
Lampiran 2 Perhitungan Berat Neodymium oksalat.....	41
Lampiran 3 Efisiensi Neodimium murni.....	42
Lampiran 4 Data Analisa Neoymium menggunakan Spektrometri Pendar Sinar X.....	44



**PEMISAHAN NEODIMIUM DARI KONSENTRAT NEODIMIUM
MENGUNAKAN KOLOM PENUKAR ION DOWEX 50W-X8 DI PUSAT
SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR BADAN TENAGA NUKLIR
(BATAN) YOGYAKARTA**

Program Studi DIII Analis Kimia FMIPA UII
Jl. Kaliurang km 14,5, Yogyakarta 55582
Devi Sri Adryani

Email : Devi.adryani@yahoo.com

INTISARI

Telah dilakukan pemisahan neodimium dari konsentrat neodimium menggunakan kolom penukar ion resin dowex 50W-X8. Konsentrat neodimium dipisahkan menggunakan kolom penukar ion dengan bantuan resin dowex 50W-X8 dengan ukuran 200-400 *mesh* dan eluen *ethylene diamine tetraacetic acid*. Hasil tampungan konsentrat neodimium yang mengandung neodimium akan berwarna jernih, kemudian hasil tampungan neodimium menggunakan kolom penukar ion dianalisis menggunakan spektrometri pendar sinar-X dengan waktu cacah selama 300 detik. Efisiensi neodimium murni dalam keadaan optimum sebesar 3,89 % dan hasil kadar kemurnian neodimium dalam neodimium oksalat pada hasil tampungan 100 mL sebesar 0,61%, tampungan 200 mL sebesar 0,86%, tampungan 300 mL sebesar 0,88%, tampungan 400 mL sebesar 0,99%. Efisiensi neodimium dan kadar neodimium didapatkan hasil sangat kecil dikarenakan waktu analisa terlalu singkat sehingga neodimium belum terpisahkan secara sempurna.

Kata Kunci : neodimium; kromatografi pertukaran Ion; spektrometri pendar sinar-X

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pasir monasit merupakan hasil samping pencucian bijih timah oleh PT Tambang Timah yang terdapat di Pulau Bangka dan Belitung. Pasir monasit ini dibuang di laut di sekitar pulau-pulau tersebut. Selain itu pasir monasit juga terdapat di Singkep, Rirang dan Tanah Merah (Purwani, 1999). Pasir monasit adalah mineral yang mempunyai bentuk ikatan fosfat yang mengandung thorium dan logam tanah jarang. Unsur logam tanah jarang meliputi skandium, itrium, lantanum, serium, prasedonium, neodimium, promesium, samarium, europium, gadolinium, terbium, disprosium, holmium, erbium, tulium, iterbium, dan lutesium (Powel, 1979). Kelompok unsur-unsur logam tanah jarang ini dalam sistem periodik unsur-unsur terletak pada golongan IIIB dan pada periodik ke 6 yang dikenal sebagai unsur lantanida, kecuali untuk skandium berada pada periode ke 4. Skandium dan itrium mempunyai sifat-sifat yang hampir sama dengan unsur-unsur lantanida, maka skandium dan itrium dimasukkan sebagai anggota logam tanah jarang (Prakash, 1975).

Logam tanah jarang memiliki sifat-sifat kimia dan fisika yang mirip satu sama lain sehingga untuk mendapatkan logam tanah jarang dalam keadaan murni sulit dilakukan. Pemisahan logam tanah jarang dapat dilakukan antara lain dengan cara pengendapan bertingkat, kristalisasi bertingkat, dan kromatografi pertukaran ion (Miller, 1975). Metode pengendapan bertingkat dan kristalisasi bertingkat hanya efektif untuk pemisahan logam-logam yang perbedaan harga tetapan hasil kali kelarutannya cukup besar. Berbagai metode pemisahan logam tanah jarang tersebut, secara umum dapat dinyatakan bahwa metode kromatografi pertukaran ion dapat memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan metode-metode yang lain (Powell, 1979).

Pertukaran ion adalah proses yang menggambarkan ion-ion dari suatu larutan elektrolit diikat pada penukar ion yang mengandung ion lawan. Pertukaran hanya dapat terjadi diantara ion-ion yang sejenis dan berlangsung dalam waktu

yang singkat, yaitu pada saat terjadi kontak antara larutan elektrolit dengan penukar ion (Bernasconi dkk, 1995).

Pemisahan logam tanah jarang dengan kolom penukar ion menggunakan eluen EDTA, walaupun masih kurang untuk pemisahan Dy-Y, Sm-Gd, Yd-Lu dan Y-Tb (Wheelwright, (1995). Kondisi optimum pemisahan logam tanah jarang diperoleh pada konsentrasi EDTA 0,015 M pH 8,4 dengan menggunakan Dowex 50W-X8 pada temperatur 25°C dengan ion penahan CuSO_4 0,5-1M. Pemisahan logam tanah jarang dari pasir monasit menjadi konsentrat neodimium yang kandungan logam terbesarnya adalah logam neodimium. Neodimium banyak memberikan manfaat khususnya dalam bidang metalurgi, katalis, pewarnaan gelas atau keramik, campuran logam, dan pada bidang elektronik sebagai dielektrik dalam kapasitor (Purwani, 1999).

Mengingat nilai ekonomis logam neodimium maka sudah selayaknya dilakukan penelitian lebih lanjut untuk memperoleh logam neodimium yang mempunyai kemurnian lebih tinggi. Penelitian ini akan dilakukan pemisahan neodimium dari unsur-unsur lainnya yang masih terdapat dalam konsentrat neodimium dengan metode kromatografi pertukaran ion (Purwani, 1999).

Pemisahan neodimium dari konsentrat neodimium dilakukan melalui tahap pembebanan ion-ion ke dalam kolom penukar ion. Ion-ion yang telah terikat tersebut dialiri dengan eluen yang mampu memberi kondisi kesetimbangan yang berbeda-beda terhadap masing-masing ion yang terikat pada resin. Perbedaan kesetimbangan itu akan menyebabkan terjadinya perbedaan kecepatan migrasi ion dalam kolom resin. Pemisahan diperoleh pada saat ion bergerak keluar dari kolom dalam waktu yang tidak bersamaan dan kemudian ditampung secara fraksional sampai semua ion keluar dari kolom resin.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Berapa efisiensi neodimium murni yang berhasil diperoleh pada kondisi optimum ?

2. Berapakah kadar kemurnian neodimium dalam neodimium oksalat yang berhasil diperoleh ?

1.3 Tujuan

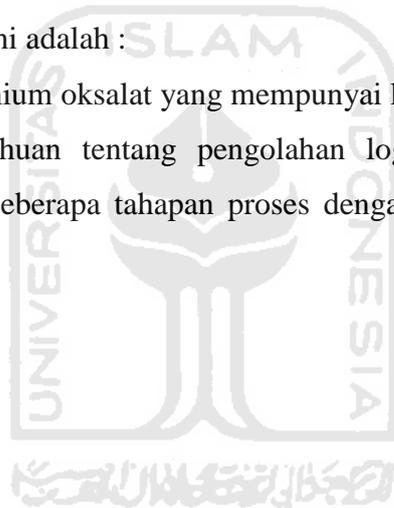
Tujuan penelitian ini untuk mengetahui :

1. Efisiensi neodimium murni dalam ppm yang diperoleh pada kondisi optimum.
2. Kadar kemurnian neodimium dalam neodimium oksalat yang berhasil diperoleh.

1.4 Manfaat

Manfaat penelitian ini adalah :

1. Memperoleh neodimium oksalat yang mempunyai kemurnian tinggi.
2. Menambah pengetahuan tentang pengolahan logam tanah jarang yang dilakukan melalui beberapa tahapan proses dengan metode dan alat yang sederhana.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Logam Tanah Jarang

Unsur-unsur logam tanah jarang atau *rare earth elements* yang sering disingkat LTJ atau *REE* adalah unsur-unsur yang mempunyai nomor atom antara 57 (lantanum) sampai 71 (lutesium) ditambah unsur dengan nomor atom 21 (skandium) dan unsur dengan nomor atom 39 (itrium). Kelompok unsur-unsur logam tanah jarang ini dalam sistem periodik unsur-unsur terletak pada golongan IIIB dan pada periode ke 6 yang dikenal sebagai unsur lantanida, kecuali untuk skandium berada pada periode ke-4 dan itrium pada periode ke-5. Skandium dan itrium memiliki sifat-sifat yang hampir sama dengan unsur-unsur lantanida, maka skandium dan itrium dimasukkan sebagai anggota logam tanah jarang (Purwani, 1999). Secara lengkap unsur-unsur LTJ disajikan pada Tabel 2.1 berikut :

Tabel 2.1. Unsur Logam Tanah Jarang (Purwani, 1999)

Nama Unsur	Simbol	Berat Atom	Valensi	Warna Larutan Oksida
Skandium*	²¹ Sc	44,96	III	
Itrium*	³⁹ Y	88,91	III	
Lantanum	⁵⁷ La	139	II,III	Tidak berwarna
Serium	⁵⁸ Ce	140,13	III,IV	Menyerap ultra ungu
Prosedomium	⁵⁹ Pr	140,92	III,IV	Kuning kehijauan
Neodimium	⁶⁰ Nd	144,27	III	Merah ungu
Promesium	⁶¹ Pm	145	III	Warna yang tidak diketahui
Samarium	⁶² Sm	150,35	II,III	Kuning
Europium	⁶³ Eu	152,9	II,III	Hampir tidak berwarna
Gadolinium	⁶⁴ Gd	157,25	III	Tidak berwarna
Terbium	⁶⁵ Tb	158,9	III,IV	Hampir tidak berwarna
Disprosium	⁶⁶ Dy	162,51	III	Kuning pucat kehijauan
Holmium	⁶⁷ Ho	164,94	III	Kuning kecoklatan
Erbium	⁶⁸ Er	167,27	III	Kemerah-merahan
Tulium	⁶⁹ Tm	168,64	III	Hijau pucat
Itrium	⁷⁰ Yb	170,04	II,III	Menyerap ultra ungu
Lutesium	⁷¹ Lu	175,99	III	Tidak berwarna

*tidak berada pada deret lantanida

Logam tanah jarang mempunyai nilai ekonomi tinggi sehingga banyak dimanfaatkan sebagai (Prakash, 1975) :

1. Campuran lantanum, serium, promesium dan neodimium dengan baja digunakan pada produksi barang-barang mainan. Lantanum sebagai bahan *x-ray screen*, serat optik, lensa kaca dan baterai kapasitor. Neodimium sebagai bahan baku pembuatan magnet dan tabung *infra red*.
2. Campuran logam yang terdiri dari 30-50% serium dengan sejumlah kecil lantanum ringan, digunakan sebagai perantara dalam proses metalurgi.
3. Serium digunakan sebagai katalis dalam proses *cracking*, logam paduan yang tahan suhu tinggi dan korosi, industri kaca/optik, kapasitor, keramik berwarna, cat, dan sebagai pemoles tangki pengemas.
4. Sebagai pewarna gelas yang digunakan adalah Nd_2O_3 dan Pr_2O_3

Sifat-sifat fisika dan kimia yang dimiliki unsur-unsur logam tanah jarang hampir sama satu sama lain sehingga sulit untuk dipisahkan. Elektron-elektron unsur-unsur logam tanah jarang mengisi sub lintasan 4f dari f^1 sampai f^{14} , kecuali skandium mengisi sub lintasan 3d dan itrium mengisi sub lintasan 4d. Sebagai besar unsur-unsur logam tanah jarang dalam senyawa mempunyai muatan positif tiga, tetapi untuk serium, prasedomium, dan terbium juga dapat bermuatan positif empat, sedangkan lantanum, samarium, europium, dan iterbium dapat mempunyai muatan positif dua kecuali promesium, unsur-unsur logam tanah jarang adalah stabil. Oksida unsur-unsur logam tanah jarang semuanya sukar larut dalam air. Oksida lantanum dan itrium tidak berwarna, tetapi oksida logam tanah jarang yang lain berwarna. Titik leleh dan titik didih unsur-unsur logam tanah jarang relatif tinggi (Prakash, 1975).

2.2 Neodimium

Neodimium (Nd) merupakan unsur kimia yang terdapat pada deret lantanida pada sistim periodik dengan nomor atom 60. Neodimium adalah logam putih keperakan yang ulet dan lentur, mudah teroksidasi di udara untuk membentuk oksida Nd_2O_3 (Syarifudin, 2015). Neodimium harus disimpan dan disegel dalam penutup plastik atau disimpan dalam ruang hampa atau dalam suasana inert. Bereaksi secara bertahap dengan asam kecuali mineral, asam fluorida, di mana neodimium membentuk lapisan trifluorida (Syarifudin, 2015).

Rare-earth hanya intrium, lantanum dan cerium yang lebih banyak daripada neodimium. Dalam batuan beku di kerak bumi, neodimium dua kali lebih melimpah dari timah dan sekitar setengah kali banyaknya dari tembaga (Syarifudin, 2015).

Neodimium yang terdapat di mineral monasit dan *bastnasite* merupakan produk dari fisi nuklir. Pemisahan atau pertukaran ion teknik cair-cair digunakan untuk pemisahan dan pemurnian neodimium. Logam neodimium dibuat dengan elektrolisis fusi dari halida atau reduksi metallothermik dan fluoride dengan kalsium. Aplikasi utama dari neodimium adalah kekuatan tinggi magnet permanen yang digunakan dalam motor listrik kinerja tinggi dan generator, serta magnet *spindle* untuk *hard drive* komputer dan turbin angin (Syarifudin, 2015). Neodimium digunakan dalam industri elektronik, dalam pembuatan baja, dan sebagai komponen dalam sejumlah paduan besi dan nonferrous.

2.3 Kromatografi

Kromatografi merupakan metode analisis yang digunakan untuk pemisahan, identifikasi, dan penentuan senyawa kimia yang terdapat dalam suatu campuran. Kromatografi memiliki variasi dalam sistem dan teknik, namun semua metode kromatografi selalu melibatkan fasa diam dan fasa gerak. Menurut Braithwaite dan Smith (1999), klasifikasi kromatografi berdasarkan fasa diam dan fasa gerak dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Klasifikasi kromatografi berdasarkan fasa diam dan fasa gerak (Braithwaite, 1999)

Fasa Diam	Fasa Gerak	Tipe Kromatografi	Prinsip Kromatografi
Adsorben Zat Padat	Gas	Kromatografi gas padat	Adsorpsi
	Cairan	Kromatografi kolom cairan HPLC	
		Kromatografi lapis tipis Kromatografi Kertas	

Cairan	Gas	Kromatografi gas cair	Partisi
	Cairan	Kromatografi fluida superkritikal Kromatografi cair cair HPLC	
Resin Penukar Ion	Cairan	Kromatografi pertukaran ion	Pertukaran ion
Matriks polimer	Cairan	Kromatografi penyerap gel	Penyerapan

Senyawa yang mudah menguap, kromatografi gas merupakan cara yang memberikan resolusi tinggi dan waktu analisis yang pendek. Metode kromatografi cair memanfaatkan fasa gerak cair untuk menggeser sampel sepanjang kolom. Interaksi pada kromatografi pertukaran ion memungkinkan terjadinya ikatan kimia antara komponen-komponen ion di dalam fasa gerak dan fasa diam. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah kolom penukar ion dengan menggunakan metode kromatografi penukar ion.

2.4 Kromatografi Pertukaran Ion

Kromatografi pertukaran ion digunakan untuk pemisahan cuplikan yang mengandung komponen-komponen ion. Kegunaan kromatografi pertukaran ion antara lain untuk pemisahan unsur-unsur transisi dan lantanida.

2.4.1 Prinsip Pertukaran Ion

Karakteristik fasa gerak dalam kromatografi pada penukar ion seperti yang diperlukan oleh jenis kromatografi lain. Fasa gerak harus melarutkan cuplikan, mempunyai kekuatan pelarut yang memberikan waktu retensi yang cocok, berinteraksi dengan solut sehingga memberikan harga selektivitas yang tepat. Fasa gerak dalam kromatografi penukar ion adalah larutan dalam air yang dapat mengandung sedikit metanol atau pelarut organik lain yang bercampur dengan air. Pelarut ini juga mengandung senyawa-senyawa ionis dalam bentuk buffer. Kekuatan pelarut dan selektifitas ditentukan oleh jenis dan konsentrasi

bahan-bahan tambahan ini. Ion-ion dari fasa gerak saling bersaing dengan ion analit untuk memperebutkan tempat paling penukar ion. Fasa diam dalam kromatografi penukar ion dapat berupa penukar ion asam sulfonat untuk kation atau penukar amin untuk anion. Proses pertukaran ion dikerjakan dengan cara pembebanan ion-ion pada kolom penukar ion. Ion-ion yang terikat dalam resin dialiri dengan eluen yang mampu memberi kondisi keseimbangan yang berbeda-beda terhadap masing-masing ion yang terserap dalam resin. Keseimbangan yang berbeda ini mengakibatkan kecepatan migrasi ion dalam kolom resin tidak sama (Biyantoro dkk,2006).

Penukaran ion yang bernilai dalam analisis memilih beberapa keasaman sifat yaitu hampir tidak larut dalam air dalam pelarut organik dan mengandung ion-ion aktif atau ion-ion lawan yang akan bertukar secara *reversibel* dengan ion-ion lain dalam larutan yang mengelilingi tanpa disertai perubahan-perubahan fisika yang berarti dalam perubahan tersebut, penukaran ion ini bersifat kompleks dan sesungguhnya adalah sederhana. Polimer ini membawa sebuah muatan listrik yang tepat dinetralkan oleh muatan-muatan pada ion-ion lawannya (ion aktif). Ion-ion aktif ini berupa kation-kation dalam suatu penukar kation dan berupa anion-anion dalam suatu penukar anion sehingga suatu penukar kation terdiri suatu anion polimerik dan kation-kation aktif. Sementara suatu penukar anion adalah suatu kation polimerik dengan anion-anion aktif (Baset dkk, 1994).

Berbagai teori telah mengemukakan untuk mekanisme pertukaran yang dikelompokkan menjadi tiga yaitu pertukaran kisi Kristal, lapisan rangkap dan membran donnan. Teori kisi Kristal, Pauling dan Bragg menggambarkan suatu analogi antara resin penukar ion dan zat padat ionik. Apabila ditempatkan dalam medium dengan tetapan dielektrikum tinggi seperti air, gaya tarik menarik bersih yang mengikat ion pada kristal berkurang sampai pada suatu keadaan pertukaran ion ini dengan ion yang lain dalam larutan menjadi sedemikian mudah. Pertukaran demikian tergantung pada besarnya gaya yang mengikat ion pada kristal, konsentrasi ion-ion yang bertukaran, ukuran kedua ion, kelonggaran ion-ion kisi dan efek kelarutan. Teori lapisan rangkap Gouy dan Stern menggambarkan lapisan rangkap terdiri atas lapisan dalam yang tetap serta lapisan muatan luar

yang mudah bergerak dan menghambur. Lapisan-lapisan muatan berasal dari ion-ion yang terabsorpsi dan ion-ion tersebut berbeda dengan ion-ion yang terdapat pada lapisan bagian dalam. Lapisan ion ini berpengaruh terhadap sifat elektronika sistem koloid. Teori membran donnan berhubungan dengan distribusi tidak serasi ion-ion pada kedua sisi membran. Satu sisi mengandung elektrolit yang ion-ionnya tidak dapat menembus melalui membran (Khopkar, 2010).

Asam arisulfonat merupakan asam kuat sehingga gugus-gugus ini terionisasi pada saat air menembus manik-manik resin :



Anion terikat secara permanen pada matriks polimernya, anion ini tidak bisa bermigrasi melalui fasa berair di dalam pori-pori resin dan tidak bias melepaskan diri dan bergerak keluar menuju larutan terluar. Penukar ion memiliki keuntungan dan kerugian yaitu (Supardi, 1996) :

1. Keuntungannya antara lain:

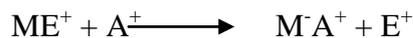
- 1) Mudah dioperasikan.
- 2) Harga faktor dekontaminasinya cukup tinggi apabila dibandingkan cara kimia biasa
- 3) Dibandingkan dengan proses ekstraksi pelarut, pertukaran ion lebih efisiensi.
- 4) Apabila resin mengalami kejenuhan sementara dapat diregenerasi, yaitu pengusiran kembali ion-ion dalam gugus fungsional dengan asam basa yang lebih kuat.
- 5) Pemungutan radionuklida lebih selektif dan kuantitatif.

2. Kerugiannya antara lain:

- 1) Harganya mahal, harga peralatan mahal hal ini dapat diimbangi karena resin penukar ion dapat diregenerasi sehingga dapat dipakai beberapa kali.
- 2) Stabilitas terhadap suhu terbatas operasi pertukaran ion pada umumnya dilakukan pada suhu kamar.

Pertukaran ion adalah proses yang menyebabkan ion-ion dari suatu larutan elektrolit diikat pada penukaran ion yang mengandung ion lawan. Pertukaran hanya dapat terjadi diantara ion-ion yang sejenis dan berlangsung dalam waktu

yang singkat, yaitu pada saat terjadi kontak antara larutan elektrolit dengan penukar ion. Penukar ion adalah bahan padat yang mempunyai bagian aktif berupa ion-ion yang dapat dipertukarkan (Bernasconi dkk, 1995). Penukar kation yang mempunyai ion lawan E^+ dapat digambarkan sebagai ME^+ , M^- adalah bahan tidak larut yang mengandung ion negatif. Penukar kation direaksikan dengan suatu larutan yang mengandung kation A^+ akan terjadi reaksi pertukaran



Reaksi pertukaran ion bersifat stoikiometri, 1 kation monovalen A^+ menggantikan 1 kation lawan monovalen E^+ . Reaksi pertukaran diatas secara stoikiometri dapat dituliskan sebagai berikut :

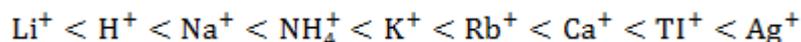


Subskrip m merupakan fasa gerak (*mobil*) dan s merupakan fasa diam (*stasioner*) sedangkan y dan x merupakan jumlah mol dari kation-kation yang dipertukarkan. Parameter yang digunakan untuk menggambarkan posisi kesetimbangan pertukaran ion adalah konstanta kesetimbangan atau sering disebut koefisien selektifitas. Menurut Braithwaite dan Smith (1999), parameter lain yang biasanya digunakan adalah koefisien distribusi, yang didefinisikan sebagai perbandingan konsentrasi spesies ion dalam fasa penukar ion dan fasa larutan. Koefisien distribusi untuk ion A^{x+} adalah :

$$D_A = \frac{[A_s^{x+}]}{[A_m^{x+}]}$$

Jika $D_A > 1$, maka penukar ion mempunyai kecenderungan yang kuat untuk menahan (mengikat) ion A^{x+} . Koefisien distribusi dipengaruhi oleh afinitas ion. Afinitas ion didefinisikan sebagai kecenderungan suatu ion teradsorpsi oleh penukar ion. Faktor-faktor yang mempengaruhi harga afinitas ion antara lain valensi ion, jari-jari ion, dan berat atom. Menurut Braithwaite dan Smith (1999), Li^+ yang mempunyai valensi tinggi mempunyai afinitas yang lebih besar dibandingkan ion yang mempunyai valensi kecil, jika $Li^+ < H^+$ dapat diartikan bahwa ion Li^+ lebih besar sari ion H^+ . Menurut Braithwaite dan Smith (1999) deret afinitas kation :

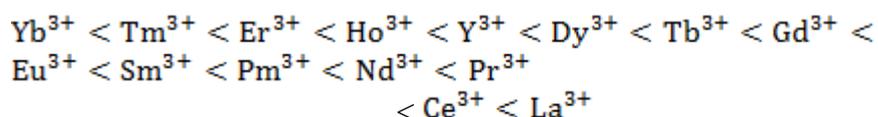
1. Ion monovalen



2. Ion divalen



3. Ion trivalen



2.4.2 Resolusi

Resolusi yaitu suatu besaran yang menyatakan besar daya pisah unsur-unsur yang dipisahkan. Resolusi merupakan besaran yang digunakan sebagai kriteria dalam menentukan kondisi optimum proses analisis, yaitu semakin besar resolusi berarti pemisahan semakin baik. Analisis kuantitatif suatu pemisahan dikatakan baik jika memiliki resolusi lebih besar atau sama dengan 1,5 (Heftman, 1992). Jika pada suatu pemisahan terdapat dua komponen masing-masing komponen memiliki waktu retensi (t_R) yang berbeda yaitu t_{R1} dan t_{R2} maka besar daya pisah atau resolusi antara dua komponen tersebut dapat dihitung dengan persamaan (Edward, 1991) :

$$R_s = \frac{2(t_{R1} - t_{R2})}{W_1 + W_2}$$

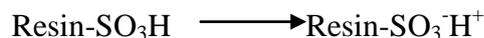
R_s = resolusi

t_R = waktu retensi

w = lebar puncak (*width peak*)

2.5 Dowex 50W-X8

Prinsip dasar pemisahan dengan kromatografi kolom penukar ion adalah perbedaan kecepatan migrasi ion-ion di dalam kolom penukar ion. Apabila resin di masukkan ke dalam air, maka air akan terserap resin dan resin akan menggelembung, sedangkan gugus asamnya larut. Besarnya penggelembungan resin ditentukan oleh derajat ikatan silangnya, yaitu banyaknya % berat divinilbenzen dalam resin. Apabila semakin besar derajat ikatan silangnya maka semakin kuat ikatan resin dan semakin kecil penggelembungannya. Resin yang dimasukkan dalam air akan terionisasi menurut reaksi (Biyantoro dkk, 2006) :



Ion H^+ dalam gugus sulfonat dapat diganti oleh kation yang lain (Ca dan Na). Reaksi pertukaran kation ini akan sangat tergantung pada afinitas kation terhadap gugus fungsi sulfonat. Afinitas atau kekuatan ikatan suatu kation pada gugus sulfonat akan sangat tergantung pada muatan kation dan jari-jari ion. Resin penukar ion itu harus berupa partikel yang berukuran kecil supaya memberi permukaan kontak yang luas, namun tidak boleh begitu halus sampai menimbulkan laju aliran yang sangat lambat. Kebanyakan pekerja analisis bahan-bahan 50-100 mesh atau 100-200 mesh akan memadai (Biyantoro dkk, 2006). Hal ini berarti diameter manik resin harus kurang dari sepersepuluh diameter kolom. Resin dengan rangkaian silang yang sedang atau tinggi jarang menunjukkan perubahan volume lebih lanjut dan apabila terkena perubahan kekuatan ionik yang begitu besar maka akan terjadi perubahan-perubahan volume yang berarti.

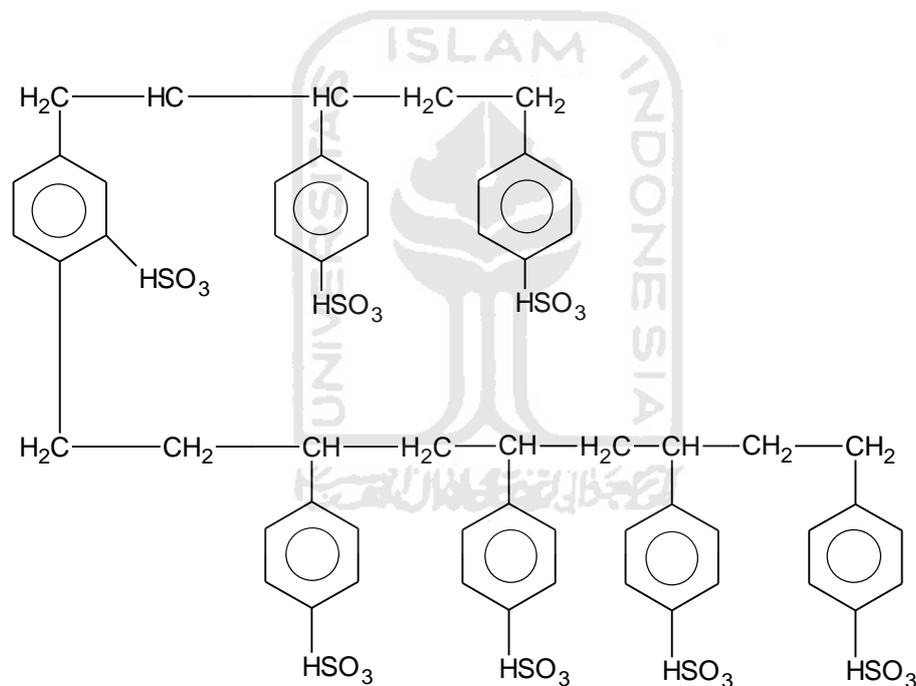
Syarat-syarat dasar bagi suatu resin yang berguna adalah (Supardi, 1996) :

1. Resin itu harus cukup terangkai silang sehingga kelarutannya dapat diabaikan.
2. Resin harus cukup hidrofilik untuk memungkinkan difusi ion-ion melalui strukturnya dengan laju yang terukur (finite) dan berguna.
3. Resin harus menggunakan cukup banyak gugus penukar ion yang dapat dicapai dan harus stabil kimiawi.
4. Resin yang sedang mengembang harus lebih besar rapatnya daripada air.

Resin penukar ion adalah suatu senyawa organik berstruktur tiga dimensi dengan ikatan silang dan mempunyai gugus-gugus fungsi yang dapat terionisasi. Resin penukar ion terdiri dari fasa organik padat yang tidak larut dalam air yang padanya terikat ion-ion. Ion-ion inilah yang dapat dipertukarkan dengan ion-ion yang lain. Resin organik dibuat dengan polimerisasi stiren dan divinilbenzena, suatu molekul raksasa berberat molekul besar (Supardi, 1996). Reaksi ini disebut reaksi kopolimerisasi, yakni reaksi polimerisasi yang melibatkan dua jenis monomer yang berbeda. Sifat fisika polimer sebagai matriks bergantung pada ikatan silang yang ditentukan oleh perbandingan antara divinilbenzena dan stiren. Apabila semakin tinggi derajat silang maka semakin kuat dan semakin tidak larut, tetapi kurang berpori dan kurang mengembang (*swelling*) dalam air. Sebaliknya

semakin rendah derajat silang, resin semakin berpori, tetapi semakin mudah larut dalam air (Supardi,1996).

Dunia perdagangan resin-resin tersebut dapat mempunyai nama berbeda, meskipun jenisnya sama, misalnya resin penukar kation kuat R- SO_3H dapat disebut antara lain dowex 50 W-X8, permutit Q, amberlite IR-120, purolite C-100, dan duolite C-20. Resin yang digunakan pada penelitian ini adalah resin penukar kation dowex 50 W-X8. Resin penukar kation dowex 50W-X8 dibuat dengan cara mereaksikan polimer stiren divinilbenzena dengan gugus ion yang dapat melepaskan ion positif yaitu gugus sulfonat ($-\text{SO}_3\text{H}$) melalui reaksi sulfonasi (Supardi, 1996). Struktur Dowex 50W-X8 dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Struktur Dowex 50W-X8 (Khopkar, 1990)

Struktur dowex 50W-X8, X8 menyatakan terdapat 8% gugusan divinilbenzena yang berpengaruh pada proses pertukaran (Khopkar, 1990). Senyawa polimer stiren divinilbenzena mempunyai ikatan sangat kuat sehingga tidak mudah larut dalam asam kuat dan masih stabil pada suhu sekitar 150°C . Penukar kation dowex 50W-X8 merupakan penukar kation jenis asam sulfonat yang dapat dimisalkan sebagai jaringan rangka polimer yang membungkus suatu larutan yang mengandung ion hidrogen bebas konsentrasi tinggi yang dihasilkan

oleh ionisasi asam kuat gugus fungsional (Khopkar, 1990). Sisi aktif penukar ion berasal dari gugus fungsional yang terdapat pada daerah kopolimer. Gugus ionik yang menyebabkan adanya sisi aktif pada resin dan memberikan kemampuan resin untuk mengembang (*swelling*) dalam larutan elektrolit misalnya air. Adanya pembengkakan karena menyerap air inilah, maka dapat terjadi pergerakan ion-ion di dalam partikel resin yang dibatasi oleh jauhnya hubungan silang. Kemampuan mengembang resin menurun dengan naiknya derajat hubungan silang (Khopkar, 1990).

Sistem resin dalam larutan yang mengandung kation yang dapat dipertukarkan, dapat dibahas sebagai sistem dua fasa yakni larutan yang terdapat dibagian dalam sistem dan larutan yang berada dibagian luar sistem yang keduanya dipisahkan oleh permukaan resin. Pertukaran antara ion-ion dalam dan ion-ion luar berlangsung terus sampai terjadi kesetimbangan. Misalnya dalam larutan luar terdapat ion M^{x+} , oleh karena adanya perbedaan konsentrasi ion M^{x+} di dalam dan diluar resin, maka terjadi difusi ion M^{x+} kedalam resin dan sejumlah ion H^+ yang ekuivalen dengan ion M^{x+} yang masuk akan berdifusi keluar (Myers dan Kunin, 1950). Proses difusi ini berlangsung terus sampai terjadi suatu kesetimbangan (Biyantoro dkk, 2006). Berdasarkan pada keberadaan gugus labilnya, resin penukar ion dapat diklasifikasikan dalam berbagai macam yaitu :

1. Resin penukar kation bersifat asam kuat

Contoh paling baik dari resin penukar kation asam kuat adalah *principal sulfonated styrene-divinylbenzene copolymer produc* seperti amberlite IRP-69 (rhom dan haas) dan dowex msc-1 (*dow chemical*). Resin ini dapat digunakan untuk menutup rasa dan aroma zat aktif kationik (mengandung amin) sebelum diformulasi dalam tablet kunyah. Resin ini merupakan produk sferik yang dibuat dengan mensulfonasi butir-butir kopolimer divinilbenzen dengan zat pensulfonasi pilihan berupa asam sulfat, asam klorosulfonoat, atau sulfur trioksida. Penggunaan zat pengembang yang non reaktif umumnya diperlukan untuk pengembangan yang cepat dan seragam dengan kerusakan minimum. Resin penukar kation asam kuat berfungsi diseluruh kisaran pH.

2. Resin penukar kation bersiat asam lemah

Resin penukar kation asam lemah yang paling umum adalah yang dibuat dengan tautan silang atau asam karboksilat tak jenuh seperti asam metakrilat dengan suatu zat tautan silang seperti divinilbenzen. Contohnya mencakup dowex ccr-2 (*dow chemical*) dan amberlit IRP-65 (rhom dan haas). Resin pertukaran kation asam lemah berfungsi pada pH diatas 6.

3. Resin penukar anion bersifat basa kuat

Resin penukar anion basa kuat adalah resin amin kuartener sebagai hasil dari reaksi trietilamin yang kopolimer dari stiren dan dvinil benzen yang diklorometilasi, misalnya amberlite IRP-276 (Rhom dan Hass), dan dowex msa-a (*dow chemical*). Resin penukar anion basa kuat ini berfungsi diseluruh kisaran pH.

4. Resin penukar anion bersifat basa lemah

Resin penukar ion basa lemah dibentuk dengan mereaksikan amin primer dan amin sekunder atau amonia dengan kopolimer stiren dan divinil benzena yang diklorometilasi, biasanya digunakan dimetilamin. Resin penukar anion basa lemah ini berfungsi dengan baik dibawah pH.

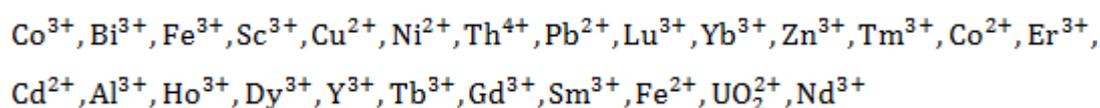
2.6 Ethylene Diamine Tetraacetic Acid (EDTA)

Asam etilen diamin tetra asetat atau yang lebih dikenal dengan EDTA, merupakan salah satu jenis asam amina polikarboksilat yang seringkali digunakan sebagai titran dalam titrasi kompleksometri. Asam etilen diamin tetra asetat sebenarnya adalah ligan seksidentat yang dapat berkoordinasi dengan suatu ion logam lewat kedua nitrogen dan keempat gugus karboksil-nya atau disebut ligan multidentat yang mengandung lebih dari dua atom koordinasi per molekul, misalnya asam 1,2-diamino etana tetra asetat (asam etil enadiamina tetra asetat, EDTA) yang mempunyai dua atom nitrogen penyumbang dan empat atom oksigen penyumbang dalam molekul (Rival, 1995). Suatu EDTA dapat membentuk senyawa kompleks dengan sejumlah besar ion logam sehingga EDTA merupakan ligan yang tidak selektif. Larutan yang agak asam, dapat terjadi protonasi parsial EDTA tanpa pematangan sempurna kompleks logam, yang menghasilkan spesies seperti CuHY^- . Apabila beberapa ion logam yang ada dalam

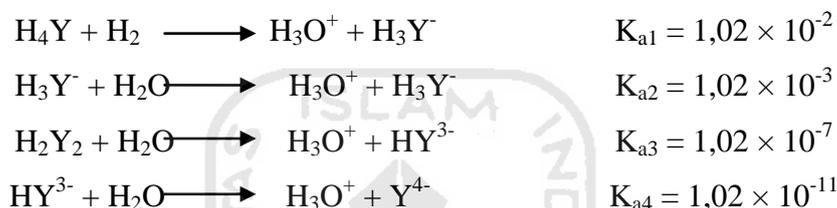
larutan tersebut maka titrasi dengan EDTA akan menunjukkan jumlah semua ion logam yang ada dalam larutan tersebut (Harjadi, 1993).

Selektivitas kompleks dapat diatur dengan pengendalian pH, misal Mg, Ca, Cr, dan Ba dapat dititrasi pada pH = 11 (Khopkar, 2002). Sebagian besar titrasi kompleksometri mempergunakan indikator yang juga bertindak sebagai pengompleks dan tentu saja kompleks logamnya mempunyai warna yang berbeda dengan pengompleksnya sendiri. Indikator demikian disebut indikator metalokromat. Indikator jenis ini contohnya adalah *Eriochrome black T*, *pyrocatechol violet*, *xylenol oranye*, *calmagit*, 1-(2-piridil-azonaftol), PAN, zincon, asam salisilat, metafalein dan *calcein blue* (Khopkar, 2002). Kesulitan yang timbul dari kompleks yang lebih rendah dapat dihindari dengan penggunaan bahan pengkelat sebagai titran. Bahan pengkelat yang mengandung baik oksigen maupun nitrogen secara umum efektif dalam membentuk kompleks-kompleks yang stabil dengan berbagai macam logam. Keunggulan EDTA adalah mudah larut dalam air, dapat diperoleh dalam keadaan murni, sehingga EDTA banyak dipakai dalam melakukan percobaan kompleksometri. Namun, karena adanya sejumlah tidak tertentu air, sebaiknya EDTA distandarisasikan dahulu misalnya dengan menggunakan larutan kadmium (Harjadi, 1993).

Ethylene diamine tetraacetic acid sebagai eluen yang digunakan dalam pemisahan logam tanah jarang dengan menggunakan kolom penukaran ion. Hasil pemisahan masing-masing eluen memiliki kelebihan dan kelemahan kecuali EDTA yang relatif cukup baik, namun kurang untuk pemisahan disprosium, itrium, samarium, gadolinium, iterbium, lutesium, dan terbium (Powell, 1960). Keberhasilan EDTA sebagai eluen karena memanfaatkan ion tembaga sebagai ion penahan (*retaining ion*) yang selanjutnya dipelajari oleh James dan Powell (1960) dengan kondisi optimum pada konsentrasi EDTA 0,015 M pada pH 8,4 dengan menggunakan Dowex 50W-X8 pada temperatur 25°C, ion penahan CuSO₄ 0,5-1M, diperoleh hasil elusi sebagai berikut:



Ion Cu^{2+} dielusikan lebih awal bila dibandingkan dengan unsur tanah jarang lainnya, sehingga Cu^{2+} dapat dimanfaatkan sebagai ion penahan (Powell, 1960). Asam etilen diamin tetra asetat atau yang lebih dikenal dengan EDTA sangat baik untuk digunakan pada temperatur kamar terutama pada pemisahan lantanum, serium, promesium, neodimium, samarium, atau holmium, erbium, terbium, disprosium, lutesium secara bersamaan hasilnya sedikit untuk kelompok samarium, erbium, gadolinium, disprosium, dan holmium. Reaksi disosiasi molekul EDTA merupakan fungsi pH larutan. Mekanisme disosiasi pada molekul EDTA sebagai berikut (Powell, 1960) :



Besar konstanta kesetimbangan untuk masing-masing tingkat bisa dirumuskan dengan persamaan reaksinya dan tingkat disosiasi dipengaruhi oleh pH larutan. Langkah ionisasi ketiga dan keempat jauh lebih lemah dibandingkan dengan langkah yang ke dua dan pertama. Hal ini disebabkan karena kedua proton dalam H_2Y^{2-} terikat pada kedua atom nitrogen dan tidak begitu cepat hilang dibandingkan dengan proton yang terikat pada oksigen. Konstanta kesetimbangan disosiasi (K_a) EDTA atau konstanta kesetimbangan sebagai fungsi pH dapat dilihat pada Tabel 2.3 (James dan Powell, 1960).

Tabel 2.3. Konstanta kesetimbangan disosiasi (K_a) EDTA sebagai fungsi pH

K_a	pH
K_{a1}	2,42
K_{a2}	2,88
K_{a3}	6,14
K_{a4}	10,11

Semakin kecil nilai K_a maka semakin tinggi pH pada titik ekuivalen dan semakin kecil ΔpH . Sesuai dengan daerah disosiasi yang dimiliki oleh EDTA, maka kenaikan pH pada larutan eluen dengan larutan amonia sampai 8,4 dimaksudkan untuk memperoleh spesi HY^{3-} sebanyak mungkin, karena spesi ini

pada saat elusi akan membentuk senyawa kompleks dengan ion-ion LTJ yang terikat pada resin. Reaksi pembentukan kompleks berlangsung sebagai berikut:



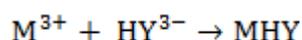
James dan Powell (1960) telah memperoleh konstanta kesetimbangan kompleks ion-ion logam tanah jarang dengan EDTA dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4. Konstanta Kesetimbangan Kompleks MHY

No	Ion Logam	$K_{\text{MHY}^{(n-3)}}^{\text{M}^{n+}}$ (K_{kompleks})
1	Cu^{2+}	23,3
2	Lu^{3+}	19,9
3	Yb^{3+}	19,8
4	Tm^{3+}	19,3
5	Er^{3+}	18,9
6	Th^{4+}	18,8
7	Ho^{3+}	18,7
8	Dy^{3+}	18,3
9	Y^{3+}	18,1
10	Tb^{3+}	17,9
11	Gd^{3+}	17,4
12	Sm^{3+}	17,1
13	Nd^{3+}	16,6
14	Pr^{3+}	16,4
15	Ce^{3+}	16,0
16	La^{3+}	15,5

Berdasarkan pada kesetimbangan kompleks, James dan Powell (1960) membuat deret elusi ion-ion logam tanah jarang dengan EDTA sebagai berikut: $\text{Cu}^{2+}, \text{Lu}^{3+}, \text{Yb}^{3+}, \text{Tm}^{3+}, \text{Er}^{3+}, \text{Th}^{4+}, \text{Ho}^{3+}, \text{Dy}^{3+}, \text{Y}^{3+}, \text{Tb}^{3+}, \text{Gd}^{3+}, \text{Sm}^{3+}, \text{Nd}^{3+}, \text{Pr}^{3+}, \text{Ce}^{3+}, \text{La}^{3+}$.

Deret ion-ion di atas disusun sesuai dengan urutan keluarnya dari kolom resin saat elusi. Deret tersebut terlihat bahwa ion Cu^{2+} terelusi paling awal mendahului ion-ion yang lain. Keadaan ini membuat ion Cu^{2+} mempunyai fungsi yang penting untuk proses pemisahan ion-ion logam tanah jarang, karena dapat untuk menahan ion-ion logam tanah jarang. Proses elusi antara ion-ion logam yang terikat resin dan eluen yang mengalir terjadi reaksi pembentukan kompleks sebagai berikut:



Ion logam yang membentuk kompleks adalah M^{3+} dan HY^{3-} adalah ion pengompleks. Besar konstanta kesetimbangan kompleks yang terbentuk dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$K_{MHY}^{M^{3+}} = \frac{MHY}{M^{3+}HY^{3-}} = \text{kesetimbangan kompleks}$$

Jika dua ion yang memiliki kesetimbangan kompleks berbeda, misalnya kesetimbangan kompleks₍₁₎ < kesetimbangan kompleks₍₂₎ maka akan terjadi reaksi penggantian (substitusi). Ion yang memiliki kesetimbangan kompleks lebih besar akan mendesak ion yang mempunyai kesetimbangan kompleks lebih kecil (Powell, 1960).

2.7 Spektrometri Pendar Sinar-X

Spektrometri pendar sinar-X adalah merupakan salah satu metode analisis berdasarkan tenaga dan intensitas yang dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur-unsur yang ada dalam cuplikan secara serentak dengan cepat dan seksama, baik dalam cuplikan bentuk cair, padat maupun lumpur (Susanti, 1983). Spektrometri pendar sinar-X merupakan salah satu gelombang elektromagnetik yang diantaranya adalah cahaya yang dapat kita lihat. Namun panjang gelombang dari Spektrometri pendar sinar-X sangat kecil sehingga frekuensi yang dimiliki Spektrometri pendar sinar-X sangat besar dan menyebabkan energi yang dimilikinya pun sangat besar. Sinar X mempunyai ukuran panjang mulai dari 0,01 sampai 10 nanometer dengan frekuensi mulai dari 30 petaHertz sampai 30 exaHertz dan mempunyai energi mulai dari 120 elektroVolt hingga 120 kilo elektrovolt (Susanti, 1983). Kelebihan dan kekurangan spektrometri pendar sinar-X (Susanti, 1983) :

1. Kelebihan spektrometri pendar sinar-X

- 1) Cukup mudah, murah dan analisisnya cepat
- 2) Jangkauan elemen Hasil analisa akurat
- 3) Membutuhkan sedikit sampel pada tahap preparasinya (untuk *Trace* elemen)
- 4) Dapat digunakan untuk analisa elemen mayor (Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, P) maupun tace elemen (>1 ppm; Ba, Ce, Co, Cr, Cu, Ga, La, Nb, Ni, Rb, Sc, Sr, Rh, U, V, Y, Zr, Zn)

2. Kekurangan Spektrometri pendar sinar-X :

- 1) Tidak cocok untuk analisa elemen yang ringan seperti H dan He
- 2) Analisa sampel cair membutuhkan volume gas helium yang cukup besar
- 3) Preparasi sampel biasanya membutuhkan waktu yang cukup lama dan membutuhkan perlakuan yang banyak

2.7.1 Prinsip Kerja Spektrometri Pendar Sinar-X

Secara umum prinsip kerja dari spektrometri pendar sinar-X adalah, sinar-X dari sumber pengeksitasi akan mengenai cuplikan dan menyebabkan interaksi antara sinar-X dengan cuplikan yang menimbulkan sinar-X yang karakteristik untuk setiap unsur. Sinar-X tersebut selanjutnya mengenai detektor Si (Li) yang akan menimbulkan pulsa listrik yang lemah (Susanti, 1983). Pulsa listrik yang lemah kemudian diperkuat dengan pre amplifier dan disalurkan pada penganalisis salur ganda (*Multi Chanel Analyzer*). Alat ini mempunyai kemampuan memilah-milah pulsa menurut tingginya (sesuai dengan tenaga sinar-X yang dihasilkan dari cuplikan). Pulsa dengan nilai tertentu dicatat dan dikumpulkan dalam suatu salur tertentu, sehingga nomor salur juga akan sebanding dengan tenaga sinar-X yang dideteksi (Susanti, 1983). Hubungan kesebandingan ini dapat ditentukan dengan cara mengeksitasi suatu campuran unsur tertentu dengan sumber radioisotop tertentu pula. Puncak-puncak spektrum yang dihasilkan dicatat nomor salurnya pada penganalisis salur ganda. Apabila dibuat grafik tenaga sinar-X (diketahui dari tabel) versus nomor salur puncak (terbaca pada penganalisis salur ganda) maka akan diperoleh liku kalibrasi tenaga yang berbentuk garis lurus. Hubungan ini dinyatakan secara matematis dalam persamaan (Susanti, 1983) :

$$Y = aX + b$$

Y = tenaga, dalam keV

X = nomor salur

Harga kemiringan a dan b sebagai titik potong, dapat dihitung dengan menggunakan metode regresi linear :

$$a = \frac{\sum x_i y_i - \frac{\sum x_i \sum y_i}{n}}{\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}}$$

Setelah harga a didapatkan, maka b dapat dihitung sebagai berikut :

$$b = \frac{Y_i}{n} - \frac{a \sum X_i}{n}$$

Spektrometri pendar sinar-X merupakan teknik analisis unsur yang membentuk suatu material dengan menjadikan interaksi sinar-X dengan material analit sebagai dasarnya. Spektrometri pendar sinar-X banyak dimanfaatkan dalam analisa batuan karena membutuhkan jumlah sampel yang relatif kecil (sekitar 1 gram) (Susanti, 1983). Selain itu, teknik ini juga dapat digunakan untuk mengukur unsur-unsur yang khususnya banyak terdapat dalam batuan atau mineral. Sampel yang digunakan berupa serbuk hasil penggilingan atau pengepressan menjadi bentuk film, dimana banyak digunakan untuk beberapa prinsip (Susanti, 1983). Teknik Spektrometri pendar sinar-X digunakan sinar-X dari tabung pembangkit sinar- X untuk melepaskan elektron dari kulit bagian dalam sehingga terjadi kekosongan orbit dan elektron pada orbit yang lebih luar berpindah dengan menghasilkan sinar-X karakteristik yang baru dari sampel yang dianalisis. Pada tabung pembangkit sinar-X, elektron dari kulit bagian dalam suatu atom pada sampel analit menghasilkan sinar-X dengan panjang-panjang gelombang karakteristik dari setiap atom di dalam sampel. Setiap atom di dalam sampel, intensitas dari sinar-X berbanding lurus dengan jumlah (konsentrasi) sinar-X karakteristik setiap unsur, dengan membandingkan intensitasnya terhadap suatu standar yang telah diketahui konsentrasinya maka kita dapat menentukan konsentrasi unsur dalam sampel, untuk melakukan pengukuran tersebut digunakan instrumen Spektrometri pendar sinar-X (Susanti, 1983).

Instrumen ini terdiri atas tabung pembangkit sinar-X yang mampu mengeluarkan elektron dari semua jenis unsur yang sedang diteliti. Sinar-X yang dihasilkan harus berenergi sangat tinggi, sehingga anoda target tabung pembangkit harus berupa unsur Cr, Mo, W atau Au. Kemudian, sinar-X yang dihasilkan ini dilewatkan melalui kolimator yang berfungsi untuk menghasilkan berkas sinar yang koheren. Berkas sinar ini lalu didifraksikan oleh kisi kristal yang sudah diketahui nilai d-nya. Persamaan Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$) dapat digunakan untuk menentukan sudut θ dari sinar-X yang telah diketahui panjang gelombangnya. Kristal dan detektor diatur untuk mendifraksikan hanya panjang

gelombang tertentu saja. Intensitas sinar-X karakteristik untuk setiap unsur yang sedang diselidiki ditentukan dengan cara merotasikan kristal dan detektor pada sudut yang dibutuhkan untuk mendifraksikan panjang gelombang karakteristik tersebut. Intensitas sinar-X kemudian diukur untuk setiap unsur pada standar yang telah diketahui konsentrasinya. Berikut ini persamaan yang digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur analit (Susanti, 1983).

2.7.2 Analisis cuplikan

Pengukuran cuplikan harus dilakukan pada kondisi kerja yang sama dengan waktu kalibrasi dilakukan. Analisis cuplikan dilakukan secara bertahap yaitu analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Analisis kualitatif menjawab pertanyaan unsur apa saja yang terkandung didalam cuplikan. Puncak-puncak spektrum sinar-X dicatat nomor salurnya dengan menggunakan bantuan petunjuk (cursor) pada penganalisis salur ganda (Biyantoro dkk, 2006). Data nomor salur tersebut dimasukkan dalam persamaan garis kalibrasi tenaga $Y = ax + b$, hingga diperoleh harga tenaga puncak sinar-X. Setelah harga ini diketahui, dengan bantuan tabel tenaga bisa dicari unsur apa saja yang terdapat dalam cuplikan. Analisis kualitatif ini mempunyai kemampuan menganalisis secara serempak semua unsur dengan nomor atom lebih besar dari 15 didalam cuplikan (Biyantoro dkk, 2006).

Analisis kuantitatif menjawab pertanyaan berapa jumlah kandungan unsur tertentu yang ada didalam cuplikan. Analisis kuantitatif yang diukur adalah luas puncak, yaitu jumlah cacah dalam semua salur yang tercakup dibawah puncak tersebut. Hal ini dapat dikerjakan dengan cara menandai puncak yang dimaksud (dengan cursor) dan kemudian membaca luasnya pada layar penganalisis salur ganda. Daerah yang ditandai biasanya disebut ROI (*region of interest* atau daerah yang menarik). Intensitas garis spektrum unsur didalam cuplikan diinterpolasikan ke kurva kalibrasi standar yang dibuat antara intensitas garis spektrum unsur yang sama terhadap konsentrasi standar. Persamaan kurva standar ini dapat dirumuskan secara matematik dan merupakan garis lurus $Y = ax + b$, $Y =$ cacah atau compton dan X adalah kadar (ppm) (Biyantoro dkk, 2006).

BAB III METODOLOGI

3.1 Bahan

1. Konsentrat neodimium hasil olahan pasir monasit.
2. Resin Dowex 200-400 mesh *dow chemical industry*.
3. Akuades
4. Asam etilen diamin tetra asetat (EDTA) (buatan E.Merck)
5. Tembaga (II) sulfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (buatan E.Merck)
6. Asam nitrat (HNO_3 87%) (buatan E.Merck)
7. Asam sulfat (H_2SO_4 98%) (buatan E.Merck)
8. Asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) (buatan E.Merck)

3.2 Alat

1. Rangkaian alat penukar ion
2. EGG-ORTEC (Spektrometer pendar sinar-X)
3. Sartorius (Timbangan analitis Sartorius)
4. Beckman (pH meter)
5. Pengaduk dan pemanas magnet
6. Alat gelas

3.3 CARA KERJA

3.3.1 Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan *ethylene diamine tetraacetic acid* 0,015 M pH 8,4

Ethylene diamine tetraacetic acid ditimbang sebesar 21,92 gram kemudian dilarutkan dalam akuades 5 liter dengan menambah amonia tetes demi tetes hingga pH 8,4.

2. Pembuatan larutan CuSO_4 0,5 M

Kristal $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebesar 124,75 gram kemudian dilarutkan dalam 1 liter akuades.

3.3.2 Pembuatan Umpan (Konsentrat Neodimium)

Larutan HNO_3 pekat 24,3 mL dipanaskan hingga mendidih kemudian 25 gram konsentrat Nd dimasukkan sedikit demi sedikit sambil diaduk dan ditambahkan akuades hingga 100 mL, kemudian larutan disaring. Larutan umpan diambil 1 mL kemudian diencerkan sampai 10 mL untuk mengetahui kadar masing-masing dalam umpan, larutan diambil 5 mL kemudian dicacah dengan spektrometer pendar sinar-X.

3.3.3 Pengkondisian Kolom Penukar Ion

1. Penyiapan Resin

Resin dowex 50W-X8 200-400 mesh ditimbang secukupnya, kemudian direndam dalam akuades pada suhu 80°C diaduk dan dibiarkan selama 3-5 jam agar resin mengembang secara maksimum, setelah semua butiran resin mengendap air didalam resin dibuang (dekantasi), resin dituangi lagi air suling 80°C sampai air di atas resin jernih. Resin dikeringkan pada suhu 105°C resin siap digunakan.

2. Penjenuhan resin dengan ion Cu^{2+}

Resin yang siap digunakan dijenuhkan dengan ion Cu^{2+} dengan cara merendam resin dalam larutan CuSO_4 0,5 M sambil diaduk. Larutan di atas resin dibuang kemudian ditambahkan lagi dengan larutan CuSO_4 0,5 M sambil diaduk. Indikator untuk mengetahui apakah resin sudah jenuh dengan ion Cu^{2+} dengan melihat warna larutan di atas resin. Jika larutan CuSO_4 0,5 M yang digunakan untuk penjenuhan resin sama dengan larutan di atas resin maka resin sudah jenuh dengan ion Cu^{2+} . Agar terbebas dari kondisi CuSO_4 0,5 M maka resin dicuci dengan akuades sampai diperoleh larutan di atas resin bening.

3. Pemasukan resin ke dalam kolom

Resin yang bercampur dengan akuades dimasukkan ke dalam kolom dari atas dan dijaga jangan sampai ada udara yang masuk untuk memperoleh posisi resin yang stabil resin dialiri akuades selama 2-5 jam. Jika di dalam kolom sudah tidak terdapat rongga-rongga pada tumpukan resin, menunjukkan posisi resin sudah stabil.

4. Pengumpanan pada kolom resin

Larutan umpan dialirkan ke dalam kolom resin dengan kecepatan 0,1 mL/menit untuk menghilangkan senyawa-senyawa lainnya yang dapat mengganggu saat elusi ke dalam resin dialirkan akuades dengan kecepatan 0,1 mL/menit selama 2-5 jam di dalam kolom yang mengandung resin terlihat jelas batas antara resin yang telah mengikat ion-ion LTJ^{3+} dan resin yang masih mengikat Cu^{2+} . Resin yang mengikat ion Cu^{2+} berwarna hijau biru, resin yang mengikat LTJ^{3+} akan berwarna sesuai warna ion-ion yang diikat (neodimium berwarna merah ungu)

5. Elusi kolom

Kolom dialiri eluen dengan kecepatan alir eluen yaitu 0,1 mL/menit dan ditampung dalam nomor fraksi setiap 25 mL. Elusi dihentikan jika unsur yang dipisahkan sudah keluar dari kolom. Nomor fraksi ditambah oksalat untuk mengetahui bahwa sudah tidak ada unsur yang tertinggal diresin. Jika sudah tidak terjadi endapan, maka sudah tidak ada lagi unsur yang keluar dari resin. Disamping itu, jika semua unsur logam tanah jarang keluar, warna resin akan seragam dari atas sampai bawah dan berwarna kuning (warna asli resin). Nomor fraksi dianalisis dengan spektrometer pendar sinar-X

3.3.4 Pembuatan Neodimium Oksalat

Nomor fraksi yang mengandung neodimium murni dikumpulkan, kemudian diendapkan dengan asam oksalat. Endapan dikeringkan, untuk mengetahui kemurnian neodimium oksalat 0,1 mg endapan diambil dan dilarutkan dengan H_2SO_4 beberapa tetes lalu diencerkan hingga 10 mL. Larutan diambil 5 mL untuk dianalisis dengan spektrometer pendar sinar-X.

3.3.5 Teknik analisis data

Nomor-nomor fraksi hasil elusi EDTA yang keluar dari resin dianalisis dengan spektrometer pendar sinar-X. Konsentrasi unsur logam tanah jarang dari masing-masing kolom akan diketahui dengan cara memasukkan harga cacah atau compton sebagai fungsi Y pada persamaan regresi linear standar kalibrasi LTJ^{3+} .

3.3.6 Teknik Penafsiran Data dan Penyimpulan Hasil.

Hasil pencacahan nomor-nomor fraksi dapat diketahui konsentrasi neodimium, dapat ditentukan jumlah neodimium yang masuk kedalam kolom dan

nomor fraksi yang mengandung neodimium murni. Kemudian dapat ditentukan efisiensi neodimium murni masing-masing kolom.



BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Umpan dari Konsentrat Neodimium

Mekanisme pemisahan neodimium menggunakan kromatografi kolom penukar ion adalah perbedaan kecepatan migrasi ion-ion di dalam kolom penukar ion. Resin dimasukkan ke dalam air, maka air akan terserap resin dan resin akan menggelembung, sedangkan gugus asamnya larut. Besarnya penggelembung resin ditentukan oleh derajat ikatan silangnya, yaitu banyaknya % berat divinilbenzena dalam resin. Resin dowex 50W-X8 memiliki 8% divinilbenzena. Semakin besar derajat ikatan silangnya akan semakin kuat ikatan resin dan semakin kecil penggelembungnya (Biyantoro, 2006). Resin dijenuhkan dengan ion Cu^{2+} dengan cara merendam resin dalam larutan CuSO_4 0,5 M. Ion logam tembaga Cu^{2+} dari larutan yang mengandung senyawa CuSO_4 saat dilarutkan terurai menjadi kation logam tembaga Cu^{2+} dan anion sulfat SO_4^{2-} . Kristal maupun larutan garam tembaga II sulfat berwarna biru, kristalnya berwarna biru tua, dan warna larutan makin encer makin berwarna biru terang (Purwani, 1999). Resin kation yang digunakan telah termuati oleh kation Na^+ di dalamnya, maka reaksi yang terjadi adalah :



Reaksi diatas memperlihatkan terjadinya pertukaran ion logam natrium yang sebelumnya berada di dalam resin dengan ion logam tembaga, dengan hasil akhir ion logam natrium terdesak dan keluar dari resin. Larutan umpan dicacah dengan menggunakan spektrometer pendar sinar-X dengan waktu cacah 300 detik dan kecepatan alir 0,1 mL/menit. Larutan umpan yang digunakan sebanyak 100 mL dengan ketinggian kolom sebesar 116,4 cm dan diameter kolom 2,1 cm, penambahan umpan hanya 100 mL agar neodimium tidak terlalu jenuh agar dapat dielusi dengan EDTA. Larutan diambil 1 mL dan diencerkan 10 mL kemudian diambil 5 mL untuk dianalisa menggunakan spektrometri pendar sinar-X, pada spektrometer pendar sinar-X memakai sumber Am (amesium) karena waktu analisa yang didapatkan cepat dan sudah dapat terbaca. Selain sumber amesium biasanya waktu cacah 500 detik baru terdapat unsur atau baru dapat terbaca unsur

yang terdapat. Gambar spektrum umpan menggunakan spektrometer pendar sinar-X ditunjukkan pada Gambar 4.1 puncak paling kanan adalah compton, sedangkan puncak-puncak di sebelah kirinya adalah unsur-unsur yang terdapat di dalam umpan, dengan meletakkan kursor pada puncak-puncak spektrum dapat diketahui intensitas masing-masing unsur.

Unsur-unsur yang terdapat di dalam umpan adalah thorium, itrium, lantanium, serium, prasedomium, neodimium, samarium, gadolinium dan disprosium, dapat diketahui terdapat unsur atau tidak didalam sampel dengan melihat puncak. Interaksi sinar-X dengan sampel akan terjadi bila sinar-X yang dipancarkan dari tabung dikenakan pada suatu sampel. Jika sinar-X yang dipancarkan berinteraksi dengan sampel maka akan terjadi proses hamburan compton. Sinar-X digambarkan sebagai foton yang berinteraksi dengan elektron. Jika nomor atom atau kekebalan bahan yang dikenai semakin tinggi sementara faktor yang lain tetap, maka kemampuan bahan dalam menghasilkan hamburan semakin besar sehingga kemungkinan terjadi hamburan compton akan bertambah (Krane, 2001). Data analisis umpan yang berupa cacah (intensitas) masing-masing unsur dan compton dengan menggunakan spektrometer pendar sinar-X dan kadar unsur-unsur dalam umpan ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Intensitas dan kadar neodimium dalam umpan

Kode	Nd	Compton	Kadar (%)
Umpan	28124	16562	169,81

Hasil intensitas neodimium dalam umpan menggunakan spektrometer pendar sinar-X sebesar 28124 dapat dihitung kadarnya dengan cara membagi antara cacah atau neodimium dengan compton dan dikalikan 100%, sehingga didapatkan kadar neodimium sebesar 169,81%.



Gambar 4.1 Spektrum umpan konsentrat neodimium

4.2 Analisa Fraksi Neodimium

Hasil elusi yang keluar dari kolom ditampung pada volume 25 mL dengan kecepatan alir 0,1 mL/menit didapatkan jumlah tampungan sebanyak 90 botol. Neodimium yang masih mengandung ion Cu^{2+} akan berwarna biru sedangkan Neodimium yang sudah tidak terdapat ion Cu^{2+} akan berwarna bening atau jernih. Terdapat 2 warna dalam kolom pada saat elusi, warna hijau adalah resin yang masih mengandung ion Cu^{2+} sedangkan warna coklat adalah resin yang sudah tidak mengandung ion Cu^{2+} . Diameter kolom yang digunakan sebesar 2,1 cm dengan tinggi kolom sebesar 116,4 cm dengan berat resin Dowex 50W-X8 (200-400 mesh) yang digunakan sebesar 262,5 gram.

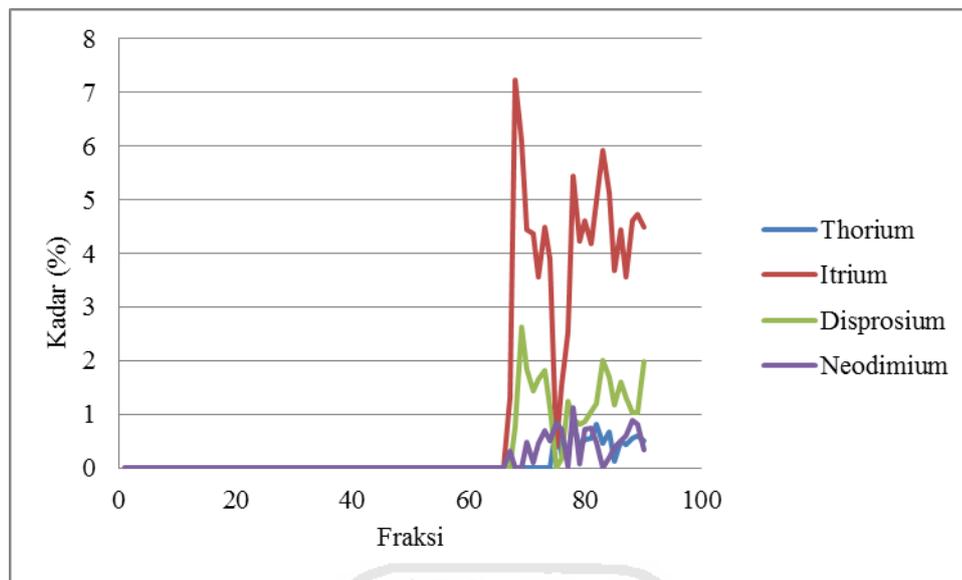
Proses pertukaran ion dikerjakan dengan cara pembebanan ion-ion pada kolom penukar ion. Kemudian ion-ion yang terikat dalam resin dialiri dengan eluen yang mampu memberi kondisi keseimbangann yang berbeda-beda terhadap masing-masing ion yang terserap dalam resin. Keseimbangan yang berbeda ini mengakibatkan kecepatan migrasi ion dalam kolom resin tak sama. Elusi pada pemisahan neodimium menggunakan kromatografi kolom penukar ion dengan eluen EDTA dan memanfaatkan ion tembaga (Cu) sebagai ion penahan, digunakan ion tembaga (Cu) sebagai ion penahan agar larutan yang berada pada kolom terelusi secara sempurna sehingga ion Cu akan keluar terlebih dahulu pada tampungan. Konstanta stabilitas kompleks EDTA dengan ion tembaga lebih besar dibandingkan EDTA dengan ion logam tanah jarang atau neodimium, sehingga ion tembaga dapat terelusi lebih awal baru kemudian diikuti oleh ion-ion logam

tanah jarang. Kondisi optimum pemisahan logam tanah jarang diperoleh pada konsentrasi EDTA 0,015 M pH 8,4 dengan menggunakan resin dowex 50W-X8 200-400 mesh dan ion penahan CuSO_4 0,5 M. Reaksi kompleks yang terjadi antara EDTA ($\text{H}_2 \text{Y}^{2-}$) dengan ion logam tembaga (Cu^{2+}) yaitu :



Ethylene diamine tetraacetic acid digunakan sebagai eluen untuk pemisahan logam tanah jarang dengan menggunakan kolom penukar ion. Elusi dengan EDTA ke dalam kolom penukar ion terlebih dahulu dialiri dengan akuades kurang lebih 2-5 jam, fungsi penambahan akuades untuk membersihkan umpan-umpan yang tidak terikat. Fungsi penambahan Cu pada proses pemisahan logam tanah jarang menggunakan kolom penukar ion yaitu untuk mengetahui kapan mulai menampung fraksi pertama (perubahan warna dari biru tua menjadi biru muda, semakin muda warna yang keluar berarti semakin sedikit Cu atau dapat diartikan neodimium yang keluar siap ditampung.

Hasil tampungan masih mengandung ion Cu^{2+} sampai dengan nomor fraksi ke 66 dapat diartikan bahwa tampungan masih mengandung ion Cu^{2+} berarti nomor fraksi masih belum terdapat unsur neodimium, untuk data neodimium pada nomor fraksi 1 sampai 66 dapat dilihat pada lampiran 4 dan Grafik tampungan nomor fraksi 1 sampai 90 dapat dilihat pada Gambar 4.2. Fungsi penambahan Cu yaitu untuk mengetahui kapan mulai menampung fraksi pertama perubahan warna dari biru tua menjadi biru muda, semakin muda warna yang keluar berarti semakin sedikit Cu atau dapat diartikan neodimium yang keluar siap ditampung. Larutan diambil 5 mL dalam setiap tampungan kemudian dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X dengan waktu cacah 300 detik.



Gambar 4.2 Tampilan neodimium nomor fraksi 1 sampai 90

Nomor fraksi 1 sampai 66 belum terdapat unsur neodimium, neodimium mulai muncul pada nomor fraksi 67 sampai 90. Terdapat 4 puncak pada spektrofotometri pendar sinar-X yang memiliki intensitas besar yaitu thorium, itrium, disprosium dan neodimium. Itrium memiliki intensitas paling besar dibandingkan unsur logam tanah jarang yang lain, itrium memiliki intensitas terbesar karena itrium muncul pertama kali pada spektra spektrometer pendar sinar-X, unsur neodimium belum terelusi secara sempurna sehingga neodimium memiliki intensitas lebih rendah dibandingkan itrium. Hasil analisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X nomor fraksi 67 sampai 90 dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data analisa neodimium menggunakan spektrometer pendar sinar-X

No	Intensitas	Compton	Kadar (%)
67	84	26981	0,31
68	0	34616	0
69	0	20115	0
70	144	29189	0,49
71	36	32151	0,11
72	135	29755	0,45
73	204	29674	0,69
74	168	33538	0,50
75	255	29814	0,85
76	219	30124	0,72
77	5	30987	0,02
78	265	23612	1,12
79	30	30325	0,09

80	215	29669	0,72
81	245	33108	0,74
82	140	29221	0,48
83	0	26187	0
84	56	29085	0,19
85	130	34176	0,38
86	149	29346	0,51
87	225	36594	0,61
88	263	29167	0,90
89	240	28729	0,83
90	102	29067	0,35

4.3 Pengendapan Neodimium Murni

Nomor fraksi yang mengandung neodimium murni hasil tampungan seluruh kolom penukar ion diambil 100; 200; 300 dan 400 mL kemudian diendapkan dengan $H_2C_2O_4$ dengan mengukur pH tiap 100; 200; 300 dan 400 mL. Neodimium oksalat yang telah dikeringkan, kemudian diendapkan dan dapat diketahui berat kandungan neodimium oksalat dalam nomor fraksi dengan menggunakan rumus :

$$W = W_1 - W_2$$

W = Berat Neodimium Oksalat

W1 = Berat Kertas Saring + Neodimium

W2 = Berat Kertas Saring Kosong

Berat neodimium oksalat yang didapat pada hasil tampungan 100 mL sebesar 0,15 gram, berat tampungan 200 mL sebesar 0,19 gram, berat tampungan 300 mL sebesar 0,29 gram, dan berat tampungan 400 mL sebesar 0,33 gram. Data berat neodimium Oksalat hasil tampungan dapat dilihat pada tabel 4.3

Tabel 4.3 Berat Neodimium Oksalat hasil tampungan

Volume (mL)	Kertas Saring Kosong (gram)	Kertas Saring + Neodimium (gram)	Neodimium yang diperoleh (gram)
100	1,03	1,18	0,15
200	1,04	1,23	0,19
300	1,03	1,32	0,29
400	1,02	1,35	0,33

Neodimium oksalat dicacah dengan menggunakan spektrometer pendar sinar-X. Data hasil cacah neodimium oksalat menggunakan spektrometer pendar sinar-X dapat dilihat pada Tabel 4.3. Dari data hasil ditunjukkan bahwa hanya

masih ada puncak puncak disebelah kiri puncak compton. Hal ini menunjukkan bahwa neodimium oksalat masih belum dalam keadaan murni karena masih mengandung unsur-unsur logam tanah jarang seperti itrium yang mempunyai intensitas paling besar dibandingkan neodimium, untuk memastikan bahwa puncak tersebut adalah neodimium, kursor diletakkan pada puncak spektrum. Data intensitas neodimium oksalat dan unsur logam tanah jarang lain dapat dilihat pada lampiran 3, data intensitas unsur tersebut kemudian dapat digunakan untuk menentukan kadar neodimium dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar} = \frac{\text{Cacah}}{\text{Compton}} \times 100 \%$$

Cacah = Intensitas neodimium yang dicacah

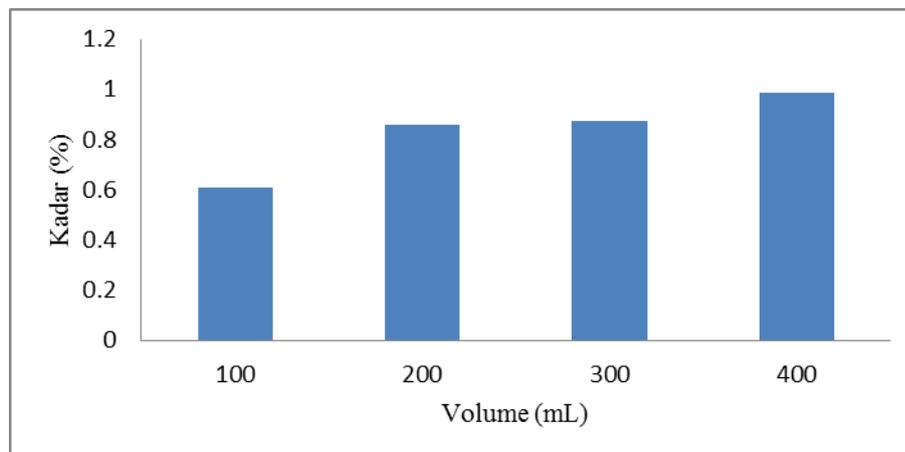
Compton = Intensitas Compton yang dicacah

Data Intensitas Neodimium Oksalat ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Data Intensitas Neodimium Oksalat

Volume	Nd	Compt
Standar	21743	11193
100	180	29582
200	260	30249
300	298	34090
400	357	36176
Σ	1095	141290

Berdasarkan data intensitas neodimium oksalat dapat diketahui kadar neodimium oksalat pada tampungan 100 mL sebesar 0,608 %, tampungan 200 mL sebesar 0,859 %, tampungan 300 mL sebesar 0,874 %, dan pada tampungan 400 mL sebesar 0,986 %. Kadar neodimium terlalu kecil dikarenakan waktu elusi neodimium kurang lama sehingga neodimium belum terelusi secara sempurna. Grafik neodimium oksalat dapat dilihat pada Gambar 4.3 dengan memasukkan volume neodimium oksalat dengan kadar neodimium oksalat.



Gambar 4.3 Kandungan neodimium oksalat

4.3 Efisiensi Neodimium

Efisiensi Neodimium diperoleh pada volume umpan 100 mL dengan ukuran resin Dowex 50W-X8 200-400 mesh. Data analisis cacah (intensitas) unsur-unsur neodimium oksalat dan standar neodimium dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Terdapat unsur Y, La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy yang keluar (terelusi) pada standar dalam deret elusi sesuai dengan yang diutarakan James dan Powell (1960). Logam praseodimium (Pr) tidak dapat dihitung efisiensinya, karena tidak ada standarnya. Logam neodimium oksalat tidak mengalami penurunan, maka dapat dikatakan nomor fraksi logam neodimium tidak tercampur dengan logam Pr. Dari kadar neodimium oksalat dan standar neodimium maka dapat dihitung efisiensi neodimium murni yang keluar dari kolom dengan ukuran resin 200-400 mesh dan volume umpan 100 mL. Efisiensi neodimium murni dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\text{Efisiensi} = \frac{\text{Jumlah neodimium oksalat}}{\text{Umpan}} \times 100\%$$

Berdasarkan rumus yang digunakan didapatkan efisiensi neodimium murni sebesar 3,89%, didapatkan nilai efisiensi neodimium sangat kecil dikarenakan waktu penelitian sangat singkat sehingga neodimium masih belum terelusi secara sempurna.

BAB V

PENUTUP

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Efisiensi neodimium murni hasil pemisahan kolom pertukaran ion menggunakan resin dowex 50W-X8 dalam keadaan optimum sebesar 3,89 %. Hasil neodimium sangat rendah dikarenakan waktu penelitian terlalu singkat sehingga neodimium yang dihasilkan belum terelusi secara sempurna.
2. Kadar kemurnian neodimium dalam neodimium oksalat pada hasil tampungan 100 mL, 200 mL, 300 mL dan 400 mL sebesar 0,61 %, 0,86 %, 0,88 % dan 0,99 %.

5.2 SARAN

Berdasarkan hasil penelitian efisiensi neodimium murni dan kemurnian neodimium dalam neodimium oksalat menggunakan spektrometer pendar sinar-X pada Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Yogyakarta, maka saran yang sebaiknya dilakukan adalah perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan jangka waktu yang lama, kurang lebih 6 bulan sehingga dapat dihasilkan neodimium dengan kemurnian yang maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Basset, J., Denney, R. C. dan Jeffrey, G. H., 1994, *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, diterjemahkan oleh: Pudjaatmaka, H. dan Setiono, L., Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta.
- Bernasconi G, Gerster H, Huser H, Tauble H, dan Schneiter E, 1995, *Teknologi kimia 2*, diterjemahkan oleh: Lienda, PT Pradaya Paramita, Jakarta.
- Biyantoro,D, Basuki, K.T, dan Muhadi, A.W., 2006, Pemisahan Ce dan Nd Menggunakan Resin Dowex 50w-x8 melalui proses Pertukaran ion, *Kajian Pengaruh Medan Magnet Terhadap Partikel Plasma Dalam Tokamak*, IX (1), 29-35.
- Braithwaite, A and Smith, F.J 1999, *Chromatographic Methods*, Kluwer Academic Publiser, Dordrecht.
- Harjadi, W., 1993, *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Gramedia, Jakarta
- Heftman,E., 1992, *Chromatography*, Reinhold Publishing Corporation, 5th edition, New york, USA.
- James, D.B dan Powell, C., 1960, *Ion Exchange Elution Sequences with Chelating Eluents*, USAEC Division of Technical Information, Iowa.
- Khopkar, 1990, *Konsep Dasar Kimia Anilitik*, UI Press, Jakarta.
- Krane, K., 2001, *Fisika Modern*, Erlangga, Jakarta.
- Miller. J.M., 1975, *Separation Methods in Chemical Analysis*, Jhon Wiley, and Sons, inc., New York.
- Myers dan Kunin R, 1950, *Ion Exchange Resin*, John Wiley, United States of America, New York.
- Powel, J.E., 1979, *Separation Chemistry*, Hand Book of The Physics and Chemistry, Publisng Company, Amsterdam, North Holland.
- Prakash S., 1975, *Advanced Chemistry of Rare Earth*, S Chand & Co (PVT), New Delhi.
- Purwani M.V., 1999, *Pemisahan dan Pemurnian Serium (Ce), Lantanum (La), dan Neodimium (Nd) dan Pasir Monasit*, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Maju Badan Tenaga Nuklir Nasional, Yogyakarta.
- Rival, H., 1995, *Asas Pemeriksaan Kimia*. UI Press, Jakarta.
- Supardi, 1996, *Pengolahan Limbah Radioaktif Uranium Cair dengan Resin Penukar Ion Campuran*, PEBN BATAN, Jakarta.

Susanti, S.T., 1983, *Prak. Spektrometri Pendar Sinar-X*, PSTA BATAN, Yogyakarta.

Syarifudin, A., 2015, *Neodimium*, ITB Press, Bandung.



LAMPIRAN

Lampiran 1

1. Perhitungan kadar unsur dalam umpan

Tabel 4.1 Intensitas unsur dalam umpan

Kode	Nd	Compton	Kadar (%)
Umpan	28124	16562	169,81

$$\text{Kadar} = \frac{\text{Cacah}}{\text{Compton}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar umpan} &= \frac{28124}{16562} \times 100\% \\ &= 169,81\% \end{aligned}$$

2. Perhitungan kadar masing-masing unsur dalam umpan 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm dan 400 ppm

Tabel 4.2 Intensitas unsur dalam umpan

Kode umpan	Th	Y	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Gd	Dy	Compt
100ppm	77	3869	617	22	5080	24047	2240	2604	533	5549
50ppm	-	4417	581	414	5950	25117	2292	2559	573	10613
25ppm	154	4639	640	326	5832	26606	2246	2757	627	11583
10ppm	207	3946	236	-	4267	27694	1578	1903	656	18271

1) Perhitungan kadar masing-masing umpan 100 mL

Rumus :

$$\text{Kadar} = \frac{\text{Cacah}}{\text{Compton}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} Y &= \frac{3859}{5549} \times 100\% \\ &= 69,54\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} La &= \frac{617}{5549} \times 100\% \\ &= 11,12\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Ce &= \frac{22}{5549} \times 100\% \\ &= 7,60\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Pr &= \frac{5080}{5549} \times 100\% \\ &= 91,54\% \end{aligned}$$

$$\text{Nd} = \frac{24047}{5549} \times 100\%$$

$$= 433,35 \%$$

$$\text{Sm} = \frac{2240}{5549} \times 100\%$$

$$= 40,37 \%$$

$$\text{Gd} = \frac{2604}{5549} \times 100\%$$

$$= 46,92 \%$$

$$\text{Dy} = \frac{533}{5549} \times 100\%$$

$$= 9,60 \%$$

2) Perhitungan kadar masing-masing unsur dalam umpan 50ppm

$$\text{Kadar} = \frac{\text{Cacah}}{\text{Compton}} \times 100\%$$

$$\text{Y} = \frac{4417}{10613} \times 100 \%$$

$$= 41,62 \%$$

$$\text{La} = \frac{581}{10613} \times 100 \%$$

$$= 5,47 \%$$

$$\text{Ce} = \frac{414}{10613} \times 100 \%$$

$$= 3,90 \%$$

$$\text{Pr} = \frac{5950}{10613} \times 100 \%$$

$$= 56,06 \%$$

$$\text{Nd} = \frac{25112}{10613} \times 100 \%$$

$$= 236,66 \%$$

$$\text{Sm} = \frac{2292}{10613} \times 100 \%$$

$$= 21,59 \%$$

$$\text{Gd} = \frac{2559}{10613} \times 100 \%$$

$$= 24,11 \%$$

$$\text{Dy} = \frac{573}{10613} \times 100 \%$$

$$= 5,39 \%$$

3) Perhitungan kadar masing-masing unsur dalam umpan 25ppm



$$\text{Kadar} = \frac{\text{Cacah}}{\text{Compton}} \times 100\%$$

$$Y = \frac{4639}{11583} \times 100\%$$

$$= 40,00 \%$$

$$\text{La} = \frac{581}{11583} \times 100\%$$

$$= 5,52 \%$$

$$\text{Ce} = \frac{414}{11583} \times 100\%$$

$$= 2,81 \%$$

$$\text{Pr} = \frac{5832}{11583} \times 100\%$$

$$= 50,34 \%$$

$$\text{Nd} = \frac{26606}{11583} \times 100\%$$

$$= 229,69 \%$$

$$\text{Sm} = \frac{2246}{11583} \times 100\%$$

$$= 19,39 \%$$

$$\text{Gd} = \frac{2757}{11583} \times 100\%$$

$$= 23,80 \%$$

$$\text{Dy} = \frac{627}{11583} \times 100\%$$

$$= 5,43 \%$$



4) Perhitungan kadar masing-masing unsur 10ppm

$$\text{Kadar} = \frac{\text{Cacah}}{\text{Compton}} \times 100\%$$

$$Y = \frac{3946}{18271} \times 100\%$$

$$= 21,59 \%$$

$$\text{La} = \frac{236}{18271} \times 100\%$$

$$= 1,29 \%$$

$$\text{Ce} = \frac{0}{18271} \times 100\%$$

$$= 0 \%$$

$$\text{Pr} = \frac{4267}{18271} \times 100\%$$

$$= 23,35 \%$$

$$Nd = \frac{27694}{18271} \times 100\%$$

$$= 151,57$$

$$Sm = \frac{1578}{18271} \times 100\%$$

$$= 8,63 \%$$

$$Gd = \frac{1903}{18271} \times 100\%$$

$$= 10,52 \%$$

$$Dy = \frac{656}{18271} \times 100\%$$

$$= 3,59 \%$$



Lampiran 2

1. Perhitungan berat neodimium oksalat

$$W = W_1 - W_2$$

$$100\text{ml} = 1,03\text{gram} - 1,18\text{gram}$$

$$= 0,15\text{gram}$$

$$200\text{ml} = 1,04\text{gram} - 1,23\text{gram}$$

$$= 0,19\text{gram}$$

$$300\text{ml} = 1,03\text{gram} - 1,32\text{gram}$$

$$= 0,29\text{gram}$$

$$400\text{ml} = 1,02\text{gram} - 1,35\text{gram}$$

$$= 0,33\text{gram}$$

2. Perhitungan Kadar Neodimium Oksalat

$$\text{Kadar} = \frac{\text{Cacah}}{\text{Compton}} \times 100\%$$

$$100\text{ml} = \frac{180}{19582} \times 100\%$$

$$= 0,608\%$$

$$200\text{ml} = \frac{260}{30249} \times 100\%$$

$$= 0,859\%$$

$$300\text{ml} = \frac{298}{34090} \times 100\%$$

$$= 0,874\%$$

$$400\text{ml} = \frac{357}{36176} \times 100\%$$

$$= 0,986\%$$



Lampiran 3

1. Efisiensi Neodimium murni

Tabel 4.4 Intensitas neodimium oksalat dan standar neodimium

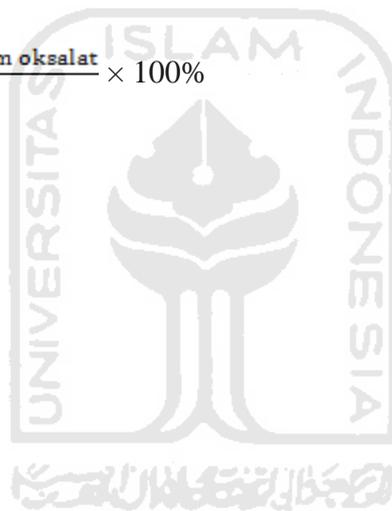
Volume (mL)	Y	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Gd	Dy	Compt
Standar	738	181	331	-	21743	12549	616	998	11193
100	647	-	99	-	180	116	96	181	29582
200	784	1	-	-	260	400	62	164	30249
300	803	-	93	9	298	30	-	-	34090
400	1069	130	58	6	357	-	-	-	36176

Rumus :

Standar

$$\text{Efisiensi} = \frac{\text{Jumlah neodimium oksalat}}{\text{Umpan}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \text{Efisiensi} &= \frac{1095}{28124} \times 100\% \\ &= 3,89\% \end{aligned}$$



No	Th	Y	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Gd	Dy	Compt
43	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
45	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
46	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
47	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
48	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
49	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
50	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
51	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
53	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
54	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
55	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
56	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
57	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
58	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
59	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
63	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
64	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
66	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
67	3	390	119	-	-	84	-	-	-	26981
68	-	1057	103	18	-	0	-	85	271	34616
69	-	1216	79	84	-	0	63	162	532	20115
70	-	1301	-	24	-	144	47	164	540	29189
71	-	1408	-	-	111	36	123	11	466	32151
72	-	1058	-	-	43	135	45	112	493	29755
73	-	1336	130	-	-	204	71	88	539	29674
74	-	1321	-	-	-	168	-	-	378	33538
75	246	120	28	-	-	255	-	-	-	29814
76	76	463	45	53	0	219	30	111	53	30124
77	85	788	117	23	177	5	-	172	388	30987
78	202	1286	-	52	-	265	28	-	219	23612
79	124	1280	70	21	52	30	-	25	249	30325
80	159	1367	36	18	61	215	-	39	261	29669
81	183	1384	49	26	98	245	-	61	348	33108
82	241	1456	44	14	-	140	-	159	354	29221
83	125	1554	-	-	90	0	-	174	524	26187
84	199	1494	-	42	44	56	19	61	498	29085
85	46	1259	47	-	87	130	53	-	404	34176
86	150	1306	58	38	-	149	-	155	470	29346
87	159	1303	-	46	-	225	-	124	483	36594

No	Th	Y	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Gd	Dy	Compt
88	165	1349	-	-	-	263	-	-	306	29167
89	178	1363	-	-	-	240	19	-	297	28729
90	147	1305	-	-	-	102	47	-	576	29067

