

OPTIMASI PROSES PEMBUATAN OKSIDA LOGAM TANAH JARANG DARI PASIR SENOTIM DAN ANALISIS PRODUK DENGAN SPEKTROMETER PENDAR SINAR-X

BANGUN WASITO⁽¹⁾, DWI BIYANTORO⁽²⁾

⁽¹⁾STTN – BATAN ⁽²⁾PTAPB – BATAN

Abstrak

OPTIMASI PROSES PEMBUATAN OKSIDA LOGAM TANAH JARANG DARI PASIR SENOTIM DAN ANALISIS PRODUK DENGAN SPEKTROMETER PENDAR SINAR-X. Optimasi proses pembuatan oksida logam tanah jarang dari pasir senotim telah dilakukan. Penelitian bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum proses pembuatan oksida logam tanah jarang dari pasir senotim. Tahapan proses meliputi dijesti, pengendapan dan kalsinasi. Proses dijesti dilakukan pada suhu reaksi 210 °C selama 4 jam, digunakan pasir senotim dengan ukuran 200-325 mesh, larutan H₂SO₄ 96 %, dan larutan H₂O₂ 30 %. Hasil dijesti berupa filtrat konsentrat logam tanah jarang digunakan sebagai umpan proses pengendapan. Bahan pengendapannya ada dua macam yaitu: larutan NH₃(aq) 25 % dan larutan campuran dari NH₃(aq) 25 % dengan H₂C₂O₄ 30 % (b/v). Analisis produk menggunakan spektrometer pendar sinar-X. Oksida logam tanah jarang dibuat dengan cara pengendapan, ekstraksi dan kalsinasi. Variabel yang diteliti meliputi pH pengendapan, suhu dan waktu kalsinasi. Proses pengendapan menggunakan larutan NH₃(aq) 25 % pada pH = 4 (pengendapan bertingkat), dengan kondisi ini diperoleh oksida logam dengan konsentrasi Y = 46,7947 %, La = 4,3314 %, Ce = 5,1204 %, Nd = 2,2472 %, Sm = 0,9547 %, Gd = 0,1166 %, dan Dy = 0,0772 %. Sedang pengendapan serentak menggunakan campuran larutan NH₃(aq) 25 % dengan larutan H₂C₂O₄ 30 % b/v (pH 2,5) diperoleh oksida logam dengan konsentrasi Y = 48,0291 %, La = 0,4228 %, Ce = 1,3158 %, Nd = 2,3820 %, Sm = 0,1842 %, Gd = 0,0719 %, Dy = 0,0665 %. Kondisi optimum proses kalsinasi dari kedua langkah pengendapan di atas adalah suhu kalsinasi = 1000 °C, dan waktu kalsinasi = 2 jam.

Kata Kunci : optimasi, pasir senotim

Abstract

OPTIMIZATION OF PROCESS OF RARE EARTH OXIDE PREPARATION FROM XENOTIME SAND AND PRODUCT ANALYSIS BY USING AN X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETER. The optimization of process of rare earth oxide preparation from xenotime sand has been done. The aim of research is to determine the optimum conditions of the process of making rare earth oxide from the senotim sand. The steps of process include digestion, precipitation, extraction and calcinations. The digestion of senotime sand under mesh size of 200-325 was carried out by using concentrated H₂SO₄ solution of 96%, and 30% H₂O₂ at 210 °C for 4 hours. The obtained filtrate of digestion was used as the feed to the precipitation process. There were two materials used in precipitation, i.e. 25% of ammonia solution, and a mixture of 30% (w/v) of 25% NH₃ and H₂C₂O₄ solutions (aq). The analysis of the product was done by using an X-ray fluorescence spectrometer. The oxide of rare earth was prepared by precipitation, extraction and calcination. The studied variables included pH of solution of precipitation step. The operating temperature and time were studied in the calcination. The optimum condition of stepwise precipitation occurs under process of using 25 % of ammonia at pH 4. At those condition the rare earth element concentration gained as follow Y = 46.7947 %, La = 4.3314 %, Ce = 5.1204 %, Nd = 2.2472 %, Sm = 0.9547 %, Gd = 0.1166 %, dan Dy = 0.0772 %. On the other hand, the best result of simultaneous precipitation using mixed solution ammonia 25 % and oxalic acid of 30 % b/v occurred at pH = 2.5. The concentration of oxide elements were Y = 48.0291 %, La = 0.4228 %, Ce = 1.3158 %, Nd = 2.3820 %, Sm = 0.1842 %, Gd = 0.0719 %, Dy = 0.0665 %. The best condition of calcinations of both precipitation steps occurred at temperature of 1000 °C for two hours calcinations time.

Keywords : Optimization, senotim optimization

PENDAHULUAN

Logam tanah jarang merupakan bahan yang strategis, sukar diperoleh, dan mempunyai kegunaan yang luas. Pemakaian unsur logam tanah jarang baik secara individual maupun dalam bentuk campurannya, saat ini menunjukkan kecenderungan yang terus meningkat. Hal ini disebabkan karena logam tanah jarang memiliki kekuatan mekanis yang cukup baik, titik leleh yang relatif tinggi, dan mempunyai tampang lintang serapan neutron yang besar sehingga banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang teknologi.^(1,2,3)

Logam tanah jarang (LTJ) atau "*rare earth elements*" banyak terdapat di beberapa wilayah Indonesia, terutama di kepulauan Bangka, Belitung, dan Singkep⁽⁴⁾. Logam tanah jarang tersebut banyak terkandung dalam pasir monasit dan pasir senotim yang merupakan hasil samping dari penambangan timah oleh PT Tambang Timah yang masih mempunyai nilai ekonomis⁽⁵⁾. Pasir senotim adalah senyawa logam tanah jarang fosfat (Y, LTJ)PO₄ atau sering pula ditulis sebagai YPO₄ dalam bentuk struktur kristal tetragonal dengan kadar itrium (Y) = ± 20 %. Total kadar campuran logam tanah jarang berkisar antara 55 % sampai 70 % LTJ₂O₃. Pengotor-pengotor yang sering terikat dalam pasir senotim yaitu Al, Fe, Mg, Si, Ti, dan Zr⁽⁶⁾. Akibatnya, usaha untuk memperoleh logam-logam tersebut dari pasir senotim sangat diperlukan. Namun, untuk mengolah pasir senotim yang awalnya kurang berharga menjadi produk yang bermanfaat diperlukan kondisi proses yang tepat⁽⁷⁾.

Itrium (Y) merupakan unsur logam tanah jarang yang banyak terkandung dalam pasir senotim, disamping unsur-unsur lain seperti disprosium (Dy), gadolinium (Gd), samarium (Sm), lantanum (La), serium (Ce), dan neodimium (Nd). Itrium (Y) dalam bentuk oksida digunakan sebagai bahan tabung televisi berwarna, keramik, superkonduktor, laser, dan film magnetik, Y₂O₃ dalam bentuk paduan dengan europium digunakan pada tabung televisi berwarna, Y₂O₃ dalam bentuk paduan dengan iron digunakan untuk produksi *itrium iron garnet* (Y₃Fe₅O₁₂) yang efektif untuk filter gelombang mikro. disprosium (Dy), samarium

(Sm), dan gadolinium (Gd) digunakan sebagai bahan pembuat batang kendali nuklir dalam industri nuklir karena mempunyai tampang lintang serapan neutron (σ) yang besar (σ Dy = 1100, σ Sm = 8250, dan σ Gd = 39100). Lantanum (La) digunakan sebagai bahan *X-ray screen*, baterai, kapasitor, dan bahan keramik. Serium (Ce) digunakan sebagai bahan katalis pada penyulingan minyak bumi, logam paduan yang tahan terhadap suhu tinggi dan korosi, kapasitor, keramik berwarna, dan industri kaca/optik. Neodimium (Nd) digunakan sebagai bahan baku pembuatan magnet^(7,8,9,10).

Untuk mendapatkan konsentrat logam tanah jarang dari pasir senotim dilakukan langkah-langkah proses yaitu pelindian/dijesti, pengenceran, penyaringan/filtrasi, pengendapan/kristalisasi, ekstraksi *stripping* atau kolom penukar ion, dan kalsinasi. Pelindian/dijesti bertujuan untuk melarutkan logam tanah jarang dari pasir senotim. Pengenceran dan penyaringan/filtrasi dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat dalam pasir senotim. Unsur-unsur pengotor ini tertinggal dalam endapan pada saat penyaringan dan filtrat yang diambil kaya akan unsur-unsur logam tanah jarang. Pengendapan/kristalisasi dimaksudkan untuk mengendapkan logam tanah jarang dari filtrat/larutan. Ekstraksi *stripping* atau kolom penukar ion untuk pemurnian logam tanah jarang, sedangkan kalsinasi merupakan proses pembuatan oksida logam tanah jarang (LTJ₂O₃)^(5,7,8,9,10).

Pengendapan merupakan salah satu metode pemisahan unsur logam tanah jarang yang cukup banyak digunakan. Pengendapan dilakukan dengan mengubah zat yang akan dipisahkan menjadi suatu fasa baru yaitu dalam bentuk padatan (endapan). Pengendapan ini terjadi karena zat tersebut berada dalam bentuk persenyawaan yang hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga hasil kali kelarutan (K_{sp}) senyawa tersebut. Untuk mendapatkan endapan logam tanah jarang dari pasir senotim dapat dilakukan dengan beberapa metode pengendapan yaitu pengendapan rangkap sulfat, bikromat, dan hidroksida^(5,7,8). Pengendapan hidroksida merupakan salah satu cara untuk memisahkan atau mengambil unsur logam tanah jarang yang terdapat dalam pasir senotim.

Prosesnya dilakukan dengan menambahkan larutan amonia/ $\text{NH}_3(\text{aq})$ ke dalam konsentrat logam tanah jarang hasil dijesti pasir senotim sehingga terbentuk endapan logam tanah jarang hidroksida $[\text{LTJ}(\text{OH})_3]$. Pengendapan hidroksida dapat dilakukan secara bertingkat dengan variasi pH menggunakan $\text{NH}_3(\text{aq})$ maupun secara serentak. Proses pengendapan dengan $\text{NH}_3(\text{aq})$ diperlukan waktu pengendapan yang baik agar logam tanah jarang yang terdapat di dalam filtrat dapat diambil secara maksimum (konsentrasi tinggi) ^(5,6,11,12). Untuk memperoleh oksida logam tanah jarang dari pasir senotim maka endapan $\text{LTJ}(\text{OH})_3$ hasil pengendapan dengan $\text{NH}_3(\text{aq})$ kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu kalsinasi dan waktu kalsinasi. Kalsinasi merupakan proses pemanasan zat padat sampai suhu di bawah titik leleh yang mengakibatkan keadaan penguraian oleh panas ^(8,11,12). Variabel yang berpengaruh dalam proses pembuatan oksida logam tanah jarang antara lain konsentrat logam tanah jarang, metode pengendapan, pH, suhu kalsinasi, dan waktu kalsinasi.

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui kondisi optimum proses pembuatan oksida logam tanah jarang dari pasir senotim.

BAHAN DAN TATA KERJA

Bahan

Pasir senotim, akuades dan bahan-bahan kimia, yaitu: Y_2O_3 , HNO_3 , D_2EHPA p.a., n-Dodekan p.a., H_2SO_4 96 % p.a., HNO_3 65 % p.a., HNO_3 65 % p.a., H_2O_2 30 % p.a., H_2O_2 30 % p.a., $\text{NH}_3(\text{aq})$ 25 % p.a., NaOH p.a., dan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ p.a., semua dari E. Merck.

Peralatan

Spektrometer pendar sinar-X ORTEC 7010, pengaduk pemanas merk Ika[®] Werke, timbangan merk Sartorius 2462, Drying Oven Eyela Windy WFO-450 ND, Furnace merk Barnstead Thermolyte, Labu ukur berbagai ukuran, gelas ukur berbagai ukuran, gelas kimia berbagai ukuran, gelas arloji, corong pemisah 100 ml, pipet volume, pipet tetes, dan pipet transfer, kertas saring Whatman No 4.

Cara Kerja

1. Proses Dijesti

- Pasir senotim sebanyak 100 g dengan ukuran 200-325 mesh dimasukkan ke dalam gelas piala 1000 mL, kemudian didijesti dengan ditambah 250 mL H_2SO_4 96 % dan 10 mL H_2O_2 30 %.
- Campuran dipanaskan sampai suhu 210 °C dengan pemanas listrik dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 4 jam.
- Hasil dijesti diencerkan dengan air es sampai volume menjadi 2500 mL dan dilanjutkan dengan penyaringan sehingga diperoleh filtrat I dan endapan I.
- Filtrat I hasil dijesti dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X.

2. Pengendapan Bertingkat

- Sebanyak 800 mL filtrat I hasil dijesti diambil untuk proses pengendapan secara bertingkat dengan cara menambah $\text{NH}_3(\text{aq})$ 25 % hingga pH = 1. Filtrat II dan endapan II kemudian dipisahkan. Endapan II dikeringkan pada suhu 100 °C dan disimpan dalam eksikator.
- Filtrat II hasil penyaringan pada pH = 1 diendapkan dengan menambah $\text{NH}_3(\text{aq})$ 25 % hingga pH = 1,5. Filtrat III dan endapan III kemudian dipisahkan. Endapan III dikeringkan pada suhu 100 °C dan disimpan dalam eksikator.
- Proses b.) diulang untuk pengendapan bertingkat, mulai pH=2, 2,5 dan seterusnya sampai pH = 7. Masing-masing hasil proses pengendapan pada pH berbeda (filtrat (N) dan endapan (N)) dipisahkan sendiri.
- Filtrat (N) dan endapan (N) pada berbagai variasi pH dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X.

3. Pengendapan Serentak

- Pengendapan serentak dilakukan dengan cara filtrat I diambil 100 mL, dan diendapkan dengan cara menambahkan $\text{NH}_3(\text{aq})$ 25 % hingga pH 2,5 dan larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 30 % (b/v). Selanjutnya dilakukan penyaringan sehingga diperoleh filtrat S dan endapan S. Endapan S dikeringkan pada suhu 100 °C dan disimpan dalam eksikator.

b. Filtrat S dan endapan S dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X.

4. Ekstraksi

- a. Endapan didijesti dengan larutan NaOH 70 % (b/v) hingga pH 9–10 pada suhu 140 °C selama 6 jam dan dilanjutkan dengan penyaringan sehingga diperoleh filtrat dan endapan.
- b. Endapan dicuci dengan air panas dan dikeringkan pada suhu 100 °C.
- c. Endapan sebanyak 5 g dilarutkan dengan 100 mL HNO₃ 1 M (fasa air) dan diekstraksi dengan menggunakan 30 % D₂EHPA dalam n-dodekan (v/v) (fasa organik). Perbandingan volume fasa air (FA) terhadap fasa organik (FO) adalah 1:2. Campuran diaduk pada kecepatan 300 rpm selama 10 menit kemudian didiamkan 10 menit sampai diantara fasa air dan fasa organik terpisah. Kedua fasa dipisahkan dengan corong pemisah.
- d. Fasa organik (FO) hasil ekstraksi kemudian *distripping* dengan H₂SO₄ 2,5 M dengan perbandingan volume fasa air (FA) terhadap fasa organik (FO) adalah 1:1. Campuran diaduk pada kecepatan 300 rpm selama 15 menit, kemudian didiamkan 10 menit sampai diantara fasa air dan fasa organik terpisah. Kedua fasa dipisahkan dengan corong pemisah sehingga diperoleh fasa *stripping* (FS_{air}) dan fasa organik (FO). Fasa *stripping* (FS_{air}) ditambah larutan H₂C₂O₄ 10 % (b/v) sehingga terbentuk endapan.

e. Endapan disaring, dikeringkan pada suhu 100 °C, dan disimpan dalam eksikator.

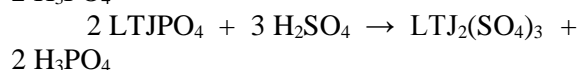
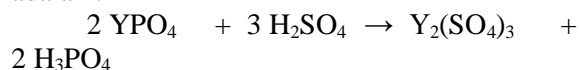
5. Kalsinasi

- a. Endapan dari pengendapan bertingkat pada pH dengan konsentrasi itrium (Y) tertinggi sebanyak 1 g dikalsinasi dalam *furnace* pada berbagai suhu 600, 700, 800, 900, 1000, dan 1100 °C selama 2 jam.
- b. Pekerjaan No 5.a diulangi dengan variasi waktu kalsinasi 1, 2, dan 3 jam dengan suhu kalsinasi dipakai kondisi terbaik dari pekerjaan No 5.a.
- c. Endapan hasil pengendapan serentak yang telah diekstraksi *stripping* kemudian dikalsinasi dengan kondisi terbaik dari pekerjaan No 5.a dan 5.b.
- d. Endapan hasil kalsinasi ditimbang dan dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses Dijesti

Reaksi yang terjadi dalam proses dijesti adalah :



Filtrat hasil dijesti yang diperoleh dari dijesti pasir senotim dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X. Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat hasil dijesti dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat hasil dijesti

Hasil Dijesti	Konsentrasi (ppm)						
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy
Filtrat	8859,8554	1485,3648	3975,1973	2426,3488	1337,9944	692,3636	3440,8307

Semakin tinggi konsentrasi H₂SO₄ yang digunakan dalam proses dijesti maka reaksi akan berlangsung semakin cepat. Konsentrasi H₂SO₄ yang rendah akan menyebabkan pemecahan struktur pasir senotim tidak optimal sehingga efisiensi hasilnya rendah. Suhu dan waktu merupakan faktor yang berpengaruh dalam proses dijesti karena akan mempengaruhi kesempurnaan reaksi. Penambahan air es

sebanyak 25 kali berat pasir senotim yang didijesti (perbandingan berat pasir senotim dan jumlah air dalam g : mL) diperoleh efisiensi itrium (Y) yang terambil maksimum.

Pengendapan Bertingkat

Pengendapan bertingkat merupakan salah satu metode pemisahan logam tanah jarang dan dimaksudkan untuk mendapatkan bentuk

endapan logam tanah jarang hidroksida [LTJ(OH)₃] dengan kemurnian itrium (Y) yang tinggi dengan variasi pH 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 4; 5; 6; dan 7. Pengendapan bertingkat ini dilakukan dengan menambahkan ion hidroksi ke dalam filtrat hasil dijesti sehingga terbentuk endapan

hidroksida. Metode ini juga disebut pengendapan hidroksida. Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat dan dalam endapan hasil pengendapan bertingkat disajikan pada Tabel 2 dan Tabel 3.

Tabel 2. Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat hasil pengendapan bertingkat

pH	Konsentrasi (ppm)						
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy
1	1461,1929	241,8827	1618,8356	803,5669	587,6927	268,4609	1100,2459
1,5	1318,2232	166,4827	1360,3547	609,3749	498,2472	208,9730	1006,0166
2	1166,2837	1,3437	1,0094	3,9836	4,2708	1,0743	1,8080
2,5	958,5373	1,2905	0,9278	0,9453	4,2509	1,0156	1,4032
3	803,5775	0,7143	0,7000	0,6842	3,3983	0,6910	1,3699
4	1,1971	0,4707	0,3827	0,3353	2,5269	0,5552	0,8898
5	0,5905	0,4126	0,3735	0,2483	2,5170	0,5330	0,4569
6	0,4433	0,3634	0,3490	0,1195	1,7106	0,5077	0,3924
7	0,3710	0,0467	0,2653	0,0063	0,9228	0,1598	0,0952

Keterangan : Volume filtrat hasil dijesti = 800 mL Filtrat diendapkan dengan NH₃(aq) 25 %

Tabel 3. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil pengendapan bertingkat

pH	Konsentrasi (%)							Berat (g)
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy	
1	0,0004	0,1204	0,7212	0,6917	0,2259	0,0114	0,0784	6,4633
1,5	1,2579	0,9600	2,1840	1,3273	0,4819	0,1089	1,9800	1,7057
2	5,7574	3,9899	8,4579	6,5297	2,2222	1,2139	7,7622	12,4135
2,5	6,9029	0,5581	0,6069	0,3623	0,2660	0,0326	0,1229	9,1179
3	8,4416	0,3814	0,4008	0,1479	0,0954	0,0124	0,0388	12,1701
4	21,5300	0,1071	0,1134	0,0913	0,0468	0,0052	0,0302	3,3625
5	0,2431	0,0472	0,0019	0,0022	0,0012	0,0001	0,0024	0,5345
6	0,1342	0,0005	0,0005	0,0013	0,0008	0,0001	0,0005	0,2626
7	0,0001	0,0002	0,0002	0,0003	0,0005	0,0001	0,0004	0,2536

Keterangan : Pengendapan dengan NH₃(aq) 25 % dan dikeringkan pada suhu 100 °C

Filtrat pada pH 1 masih banyak mengandung unsur logam tanah jarang sehingga endapan logam tanah jarang hidroksida [LTJ(OH)₃] yang diperoleh konsentrasinya masih rendah. Penambahan NH₃(aq) 25 % secara bertahap pada pH selanjutnya akan menyebabkan pH larutan naik sehingga semakin banyak logam tanah jarang hidroksida [LTJ(OH)₃] yang mengendap. Hal ini menyebabkan konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat terus berkurang. Sebagai contoh, filtrat pada pH 2 untuk logam tanah jarang (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy) konsentrasinya turun dibandingkan pH sebelumnya yaitu pada pH 1,5. Konsentrasi logam tanah jarang (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy)

dalam filtrat pada pH 2 adalah La = 1,3437 ppm, Ce = 1,0094 ppm, Nd = 3,9836 ppm, Sm = 4,2708 ppm, Gd = 1,0743 ppm, dan Dy = 1,8080 ppm. Hal ini disebabkan pada pH 2 telah tercapai pH optimum untuk pengendapan logam tanah jarang (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy). Pada kondisi ini (pH 2) diperoleh efisiensi pengendapan La = 99,1929 %, Ce = 99,9258 %, Nd = 99,3463 %, Sm = 99,1428 %, Gd = 99,4859 %, dan Dy = 99,8203 % dengan konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan yang diperoleh sebesar La = 3,9899 %, Ce = 8,4579 %, Nd = 6,5297 %, Sm = 2,2222 %, Gd = 1,2139 %, dan Dy = 7,7622 %. Kondisi optimum untuk pengendapan itrium (Y) dicapai pada pH 4. Kondisi ini diperoleh efisiensi

pengendapan (%) itrium (Y) sebesar 99,8510 % dengan konsentrasi itrium (Y) dan logam tanah jarang lainnya dalam endapan adalah Y = 21,5300 %, La = 0,1071 %, Ce = 0,1134 %, Nd = 0,0913 %, Sm = 0,0468 %, Gd = 0,0052 %, dan Dy = 0,0302 %.

Pengendapan Serentak

Pengendapan serentak dimaksudkan untuk mengetahui seberapa besar hasil pengendapan yang diperoleh tanpa perlakuan variasi pH.

Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat dan endapan hasil pengendapan serentak disajikan dalam Tabel 4 dan Tabel 5.

Tabel 4. Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat hasil pengendapan serentak

pH	Konsentrasi (ppm)						
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy
2,5	82,4158	0,1320	0,1283	1,8376	0,6909	0,2806	0,7052

Keterangan: Volume filtrat hasil dijesti = 100 mL
Pengendapan dengan NH₃(aq) 25 % dan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v)

Tabel 5. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil pengendapan serentak

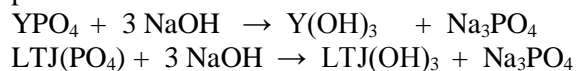
pH	Konsentrasi (%)							Berat (g)
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy	
2,5	36,0802	5,0945	11,4733	7,5762	2,1983	0,7912	8,8138	6,8942

Keterangan: Pengendapan dengan NH₃(aq) 25 % dan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v), kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C

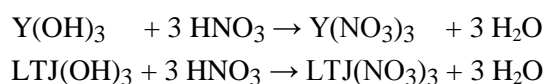
Pengendapan serentak pada pH 2,5 dengan penambahan NH₃(aq) 25 % dan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v) hampir semua logam tanah jarang mengendap kecuali itrium (Y). Penambahan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v) bertujuan untuk membantu pengendapan logam tanah jarang yang belum mengendap pada pH 2,5. Penambahan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v) dihentikan jika sudah tidak terbentuk endapan lagi. Kondisi ini diperoleh efisiensi pengendapan (%) logam tanah jarang sebesar Y = 99,0698 %, La = 99,9911 %, Ce = 99,9968 %, Nd = 99,9243 %, Sm = 99,9484 %, Gd = 99,9595 %, dan Dy = 99,9795 % dengan konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan sebesar Y = 36,0802 %, La = 5,0945 %, Ce = 11,4733 %, Nd = 7,5762 %, Sm = 2,1983 %, Gd = 0,7912 %, dan Dy = 8,8138 %.

Pada pengendapan serentak ini ternyata hampir semua logam tanah jarang mengendap, berarti proses pengendapannya kurang selektif. Oleh sebab itu, endapan hasil pengendapan serentak yang telah dianalisis kemudian dijesti dengan larutan NaOH 70 % (b/v) hingga pH 9–10 pada suhu 140 °C selama 6 jam. Proses dijesti ini bertujuan untuk menghilangkan fosfat yang dapat mengganggu

proses selanjutnya. Reaksi yang terjadi untuk proses ini adalah :



Filtrat dan endapan dipisahkan dengan penyaringan. Endapan dicuci dengan air panas untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terlarut kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C dan disimpan dalam eksikator. Endapan sebanyak 5 g dilarutkan dalam 100 mL HNO₃ 1 M. Pelarutan endapan menggunakan HNO₃ karena HNO₃ mempunyai daya larut yang tinggi. Reaksi yang terjadi untuk proses ini adalah:



Ekstraksi

Endapan yang telah dilarutkan dengan 100 mL HNO₃ 1 M (fasa air) kemudian diekstraksi dengan menggunakan D₂EHPA 30 % (v/v) dalam n-dodekan (fasa organik) dengan perbandingan volume fasa air (FA) dengan volume fasa organik (FO) adalah 1 : 2. Campuran diaduk pada kecepatan 300 rpm

selama 10 menit kemudian dидiamkan 10 menit sampai terpisah antara fasa air dan fasa organik. Kedua fasa dipisahkan dengan corong pemisah. Fasa organik (FO) hasil ekstraksi kemudian *distripping* dengan H₂SO₄ 2,5 M dengan perbandingan volume fasa air (FA) dengan volume fasa organik (FO) adalah 1 : 1. Campuran diaduk pada kecepatan 300 rpm selama 15 menit kemudian dидiamkan 10 menit sampai terpisah antara fasa air dan fasa organik. Kedua fasa dipisahkan dengan corong pemisah sehingga diperoleh fasa *stripping* (FS_{air}) dan fasa organik (FO). Fasa *stripping* (FS_{air}) ditambah larutan H₂C₂O₄ 10 % b/v sehingga terbentuk endapan. Endapan disaring dan dikeringkan pada suhu 100 °C kemudian disimpan dalam eksikator. Endapan selanjutnya digunakan untuk proses kalsinasi.

Endapan hasil pengendapan serentak dilakukan ekstraksi *stripping* terlebih dahulu sebelum dikalsinasi dengan tujuan untuk mendapatkan itrium (Y) dengan kemurnian yang tinggi. Hal ini dilakukan karena pada pengendapan serentak hampir semua logam tanah jarang (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy) ikut mengendap.

Kalsinasi

Suhu

Endapan yang digunakan untuk proses kalsinasi adalah endapan kering hasil pengendapan bertingkat pada pH 4. Hal ini dikarenakan pada pH tersebut diperoleh konsentrasi itrium (Y) yang tinggi dengan konsentrasi logam tanah jarang lainnya (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy) relatif kecil. Penelitian yang dilakukan adalah untuk menentukan suhu kalsinasi optimum pada proses pembuatan oksida logam tanah jarang sehingga diperoleh konsentrasi logam tanah jarang yang tinggi selama waktu yang digunakan tetap yaitu 2 jam. Kalsinasi dilakukan pada berbagai variasi suhu 600, 700, 800, 900, 1000, dan 1100 °C. Sebanyak 1 g endapan dikalsinasi dalam furnace pada berbagai variasi suhu tersebut.

Hasil endapan pada berbagai variasi suhu ditimbang beratnya kemudian dianalisis. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil kalsinasi pada berbagai variasi suhu dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil kalsinasi pada berbagai variasi suhu

Suhu (°C)	Konsentrasi (%)							Berat (g)
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy	
600	31,6898	1,6358	2,3263	1,5489	0,4674	0,0283	0,0152	0,83
700	33,6890	2,1330	3,2009	1,5987	0,5423	0,0444	0,0245	0,75
800	34,3369	2,2676	3,2709	1,8712	0,5638	0,0614	0,0336	0,62
900	39,2986	3,6217	4,6266	1,8922	0,6426	0,0621	0,0340	0,57
1000	46,7947	4,3314	5,1204	2,2472	0,9547	0,1166	0,0772	0,49
1100	46,6727	4,3392	4,9963	2,2362	0,9377	0,1179	0,0765	0,48

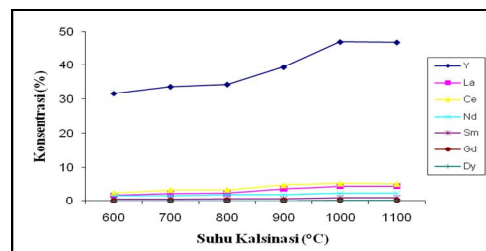
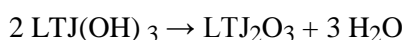
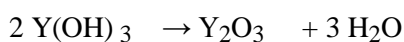
Keterangan : Endapan kering hasil pengendapan bertingkat pada pH 4

Berat awal : 1 g

Waktu kalsinasi : 2 jam

Adapun kurva hubungan antara suhu kalsinasi (°C) terhadap konsentrasi logam tanah jarang (%) dapat dilihat pada Gambar 1.

Reaksi yang terjadi untuk proses kalsinasi adalah :



Gambar 1. Kurva hubungan antara suhu kalsinasi (°C) terhadap konsentrasi logam tanah jarang (%)

Suhu kalsinasi relatif baik pada suhu 1000 °C. Hal ini dikarenakan pada suhu tersebut, logam tanah jarang relatif mempunyai konsentrasi yang tinggi. Konsentrasi logam tanah jarang akan terus meningkat sampai suhu optimum 1000 °C telah tercapai. Penambahan suhu kalsinasi setelah suhu optimum tercapai tidak banyak memberikan perubahan konsentrasi logam tanah jarang. Dibandingkan dengan konsentrasi endapan sebelum dikalsinasi tampak bahwa setelah dikalsinasi terjadi kenaikan konsentrasi endapan logam tanah jarang (Y, La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy). Semakin tinggi suhu kalsinasi hasil endapan yang diperoleh semakin berwarna putih. Hal ini menandakan bahwa itrium (Y) yang diperoleh relatif lebih murni.

Berat endapan logam tanah jarang hasil kalsinasi relatif stabil pada suhu 1000 °C. Endapan logam tanah jarang hasil kalsinasi di bawah suhu 1000 °C masih banyak mengandung pengotor-pengotor. Pengotor-pengotor ini akan hilang selama proses kalsinasi sehingga diperoleh endapan logam tanah jarang yang relatif murni. Kondisi ini diperoleh konsentrasi Y = 46,7947 %, La =

4,3314 %, Ce = 5,1204 %, Nd = 2,2472 %, Sm = 0,9547 %, Gd = 0,1166 %, dan Dy = 0,0772 %.

Waktu

Endapan yang digunakan untuk proses kalsinasi adalah endapan kering hasil pengendapan bertingkat pada pH 4. Hal ini dikarenakan pada pH tersebut diperoleh konsentrasi itrium (Y) yang tinggi dengan konsentrasi logam tanah jarang lainnya (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy) relatif kecil. Penelitian yang dilakukan adalah untuk menentukan waktu kalsinasi optimum pada proses pembuatan oksida logam tanah jarang sehingga diperoleh konsentrasi logam tanah jarang yang tinggi dengan menggunakan suhu kalsinasi optimum yaitu 1000 °C. Kalsinasi dilakukan pada berbagai variasi waktu 1, 2, dan 3 jam. Sebanyak 1 g endapan dikalsinasi dalam furnace pada berbagai variasi waktu tersebut.

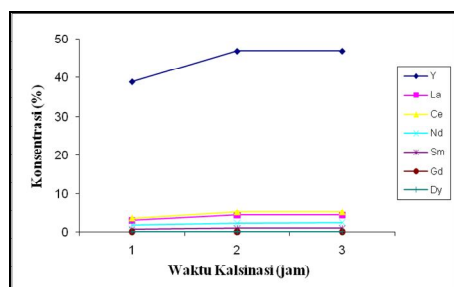
Hasil endapan pada berbagai variasi waktu ditimbang beratnya kemudian dianalisis. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil kalsinasi pada berbagai variasi waktu dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil kalsinasi pada berbagai variasi waktu

Waktu (jam)	Konsentrasi LTJ dalam endapan (%)							Berat (g)
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy	
1	38,9407	2,9755	3,5323	1,7572	0,7012	0,0505	0,0357	0,63
2	46,7947	4,3314	5,1204	2,2472	0,9547	0,1166	0,0772	0,49
3	46,8063	4,3355	5,1144	2,3935	0,9839	0,1206	0,0815	0,47

Keterangan : Endapan kering hasil pengendapan bertingkat pada pH 4
Berat awal : 1 g
Suhu kalsinasi : 1000 °C

Adapun kurva hubungan antara waktu kalsinasi (jam) terhadap konsentrasi logam tanah jarang (%) dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Kurva hubungan antara waktu kalsinasi (jam) terhadap konsentrasi logam tanah jarang (%)

Waktu kalsinasi relatif baik selama 2 jam. Konsentrasi logam tanah jarang pada waktu kalsinasi 2 jam mengalami kenaikan, sedangkan pada waktu kalsinasi 3 jam tidak mengalami perubahan yang signifikan sehingga waktu kalsinasi di atas 2 jam pengaruhnya terhadap konsentrasi logam tanah jarang tidak begitu besar. Hal ini dikarenakan setelah waktu kalsinasi di atas 2 jam beratnya sudah hampir sama.

Berat endapan logam tanah jarang hasil kalsinasi relatif stabil selama waktu 2 jam. Endapan logam tanah jarang hasil kalsinasi di bawah waktu 2 jam masih banyak mengandung pengotor-pengotor. Hal ini disebabkan waktu

kalsinasi yang belum optimal. Konsentrasi logam tanah jarang pada suhu 1000 °C selama 2 jam adalah Y = 46,7947 %, La = 4,3314 %, Ce = 5,1204 %, Nd = 2,2472 %, Sm = 0,9547 %, Gd = 0,1166 %, dan Dy = 0,0772 %.

Endapan hasil pengendapan serentak pada pH 2,5 dengan penambahan NH₃(aq) 25 % dan larutan H₂C₂O₄ 30 % b/v yang telah diekstraksi *stripping* kemudian dikalsinasi

menggunakan suhu dan waktu optimum yaitu pada suhu 1000 °C selama 2 jam. Endapan hasil ekstraksi *stripping* sebanyak 0,4517 g dikalsinasi dalam furnace pada suhu 1000 °C selama 2 jam. Hasil kalsinasi kemudian ditimbang dan dianalisis. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil pengendapan serentak yang telah dikalsinasi ditampilkan dalam Tabel 8.

Tabel 8. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil pengendapan serentak yang telah dikalsinasi

pH	Konsentrasi (%)							Berat (g)
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy	
2,5	48,0291	0,4228	1,3158	2,3820	0,1842	0,0719	0,0665	0,1917

Keterangan : Endapan hasil ekstraksi *stripping* pada pengendapan serentak pH 2,5 Suhu kalsinasi: 1000 °C Waktu kalsinasi : 2 jam Berat awal : 0,4517

Konsentrasi itrium (Y) dalam endapan hasil kalsinasi lebih tinggi daripada unsur logam tanah jarang lainnya (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy). Kondisi ini lebih baik dibandingkan hasil kalsinasi menggunakan endapan pengendapan bertingkat pada pH 4. Hal ini dikarenakan endapan yang digunakan untuk proses kalsinasi pada pengendapan serentak telah diekstraksi *stripping* terlebih dahulu sehingga konsentrasi logam tanah jarang lainnya (La, Ce, Nd, Sm, Gd, Dy) relatif kecil. Proses ekstraksi *stripping* dimaksudkan untuk mendapatkan itrium (Y) dengan kemurnian yang tinggi daripada unsur logam tanah jarang yang lainnya. Kondisi ini diperoleh konsentrasi Y = 48,0291 %, La = 0,4228 %, Ce = 1,3158 %, Nd = 2,3820 %, Sm = 0,1842 %, Gd = 0,0719 %, dan Dy = 0,0665 %.

KESIMPULAN

Hasil penelitian tentang optimasi proses pembuatan oksida logam tanah jarang dan analisis produk dengan spektrometer pendar sinar-X diperoleh kondisi optimum untuk pengendapan bertingkat adalah pH 4 dengan konsentrasi endapan Y = 21,5300 %, La = 0,1071 %, Ce = 0,1134 %, Nd = 0,0913 %, Sm = 0,0468 %, Gd = 0,0052 %, dan Dy = 0,0302 %. Konsentrasi endapan logam tanah jarang hasil kalsinasi pada suhu dan waktu optimum yaitu 1000 °C selama 2 jam adalah Y = 46,7947 %, La = 4,3314 %, Ce = 5,1204 %, Nd = 2,2472 %, Sm = 0,9547 %, Gd = 0,1166 %, dan Dy = 0,0772 %. Konsentrasi endapan logam

tanah jarang hasil kalsinasi (1000 °C, 2 jam) dari ekstraksi *stripping* hasil pengendapan serentak pada pH 2,5 adalah Y = 48,0291 %, La = 0,4228 %, Ce = 1,3158 %, Nd = 2,3820 %, Sm = 0,1842 %, Gd = 0,0719 %, dan Dy = 0,0665 %.

DAFTAR PUSTAKA

- BENEDICT, M, PIGFORD, T.H, AND LEVI, H.W. (1981). *Nuclear Chemical Engineering*. 2nd Edition. New York : Mc Graw-Hill Book Company.
- CHARLES, T.L. (1980). *CRC HandBook of Materials Science*. Vol 1. Florida : General Properties, Boca Rator.
- PRAKASH, S. (1975). *Advanced Chemistry of Rare Earth*. New Delhi : S Chad & Co Ltd.
- DWI BIYANTORO, R SUBAGIONO, DAN KRIS TRI BASUKI. (2005). Ekstraksi Larutan Senotim Menggunakan DEHP (Diester) dan DEHP (Mono dan Diester) pada Pemisahan Y, La, Ce, Gd, dan Eu. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi-BATAN*. Yogyakarta : BATAN.
- KRIS TRI BASUKI.(2003). *Pemisahan Logam Jarang dan Logam Tanah Jarang untuk Industri*. Yogyakarta : BATAN.
- MURDANI SOEMARSONO DAN DWI BIYANTORO. (2005). Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Umpan Hasil Dijesti Pasir Senotim dengan Cara Pengendapan dan Kalsinasi. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian*

Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi-
BATAN. Yogyakarta : BATAN.

7. CHARLES, T.L. (1980). *CRC Handbook of Materials Science*. Vol 1. Florida : General Properties, Boca Rator.
8. NESBITT, E.A AND WERNICK, J.H. (1975). *Rare Earth Permanent Magnets*. New York : Academic Press.
9. POWEL, J.E. (1979). *Separation Chemistry*. Vol 3. Amsterdam : North Holland Publishing Company.
10. PAULINA HENDRAJANTI. (1995). Pemisahan Nd dari La Hasil Pengendapan dengan Cara Ekstraksi. *Skripsi*. Yogyakarta : IKIP Yogyakarta..
11. SUPARDI. (2002). Dijesti Bertingkat pada Pembuatan Konsentrat Y_2O_3 dari Pasir Senotim. *Skripsi*. Yogyakarta : Fakultas Teknik Universitas Gadjah Mada.
12. PIPIT WARDANI Y.K DAN EMILYANA SULIATYA N. (2002). Pemisahan Itrium dari Kelompok Ceria dalam Pasir Senotim. *Skripsi*. Yogyakarta : Fakultas Teknologi Industri Universitas Islam Indonesia.