

PEMISAHAN ITRIMUM DARI KONSENTRAT LOGAM TANAH JARANG DENGAN PENGENDAPAN FRAKSIONAL HIDROKSIDA

Tri Handini, Purwoto, Mulyono

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan - BATAN

ABSTRAK

PEMISAHAN ITRIMUM DARI KONSENTRAT LOGAM TANAH JARANG DENGAN PENGENDAPAN FRAKSIONAL HIDROKSIDA. Telah dilakukan pemisahan itrium dari konsentrat logam tanah jarang dengan pengendapan fraksional hidroksida menggunakan urea. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk meningkatkan kadar itrium dari hasil proses pengendapan melalui pemisahan itrium dari logam tanah jarang lain secara pengendapan fraksional hidroksida dengan urea. Dalam penelitian ini dipelajari variabel proses konsentrasi urea, perbandingan volume umpan terhadap volume larutan urea dan suhu. Analisis penentuan kadar logam tanah jarang dikerjakan dengan spektrometer pendar sinar - X. Hasil terbaik Y = 92,89 % diperoleh pada kondisi konsentrasi urea 50 %, tingkat pengendapan 3 kali dan suhu 80 °C.

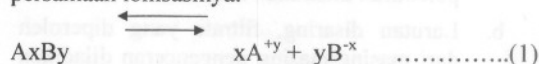
ABSTRACT

SEPARATION OF YTTRIUM FROM RARE EARTH CONCENTRATES IN FRACTIONAL HYDROXIDE PRECIPITATION. Yttrium has been separated from rare earth concentrates by precipitation in fractional hydroxide using urea. The purpose of this research is to increase the yttrium rate resulting from the sedimentary process through separation of yttrium from other rare earth in fractional hydroxide precipitation using urea. In this research, we study the process variable of the concentration of urea, the ratio of feed volume to condensation volume of urea, as well as the temperature. Determination analysis of the rare earth rate is conducted using an X-ray spectrometer. The best result Y=92,89 % is obtained at a concentration of urea of 50 %, a level of precipitation of 3 times, and a temperature of 80 °C.

PENDAHULUAN

Itrium (Y) merupakan salah satu unsur yang terdapat dalam mineral logam tanah jarang (LTJ) yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri. Itrium dalam bentuk logam murni atau oksidanya banyak digunakan sebagai bahan pendukung industri elektronika, bahan katalisator dan bahan super konduktor, disamping itu isotop itrium dapat dimanfaatkan dalam kedokteran nuklir⁽¹⁾. Unsur ini banyak terkandung dalam pasir senotim yang merupakan hasil samping dari penambangan PT Timah di pulau Bangka, Singkep dan Belitung. Itrium adalah logam yang sangat berguna untuk pengembangan material baru, karena mempunyai sifat yang unik yang sangat menguntungkan⁽²⁾. Proses pengambilan itrium dari pasir senotim dengan kemurnian tinggi perlu dilakukan. Proses pemurnian itrium memerlukan langkah proses yang cukup panjang yaitu proses dijesti pasir senotim dengan asam sulfat, pengendapan dengan dobel sulfat untuk memisahkan kelompok ceria dan itria, pengendapan konsentrat itrium dalam bentuk hidroksida, filtrasi, dijesti dengan NaOH dan ekstraksi⁽³⁾. Mengingat kandungan itrium dalam pasir senotim cukup tinggi maka perlu dilakukan penelitian dari segi proses.

Pengendapan merupakan salah satu cara untuk memisahkan suatu campuran menjadi dua fasa yaitu fasa padat berupa endapan dan fasa cair. Pengendapan terjadi karena zat yang berada dalam bentuk persenyawaan mempunyai nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga hasil kali kelarutan (Ksp) yang harganya tertentu dan dalam keadaan jenuh. Ksp merupakan hasil kali konsentrasi ion-ion dalam larutan jenuh pada suhu tertentu, setelah masing-masing konsentrasi dipangkatkan dengan koefisiennya menurut persamaan ionisasinya.



$$K_{sp} = [A^{+y}]^x [B^{-x}]^y \dots\dots\dots(2)$$

Dengan:

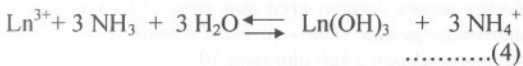
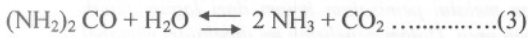
A dan B = ion-ion pembentuk endapan

x dan y = koefisien dari masing-masing ion

Ksp dapat dinyatakan dengan $pK_{sp} = -\log K_{sp}$. Jika harga Ksp kecil atau pKsp besar maka unsur atau senyawa mudah mengendap. Jika harga Ksp besar atau pKsp kecil maka unsur atau senyawa sulit mengendap.

Proses pengendapan dapat dilakukan dengan menambah ion hidroksida ke dalam larutan. Perbedaan tetapan hasil kali kelarutan yang cukup besar memungkinkan dilakukannya pemisahan.

Kris Tri Basuki, (1995) menyatakan bahwa pengendapan dengan NH₄OH pada pH diatas 6,5 diperoleh konsentrat itrium dengan kadar Y = 70,69 % ⁽⁵⁾. Mari E, de Vasconsellos, dkk, (2004) menyatakan bahwa kadar itrium di dalam konsentrat itrium oksida dapat ditingkatkan melalui proses pemisahan itrium dari logam tanah jarang yang lain secara pengendapan fraksional hidroksida menggunakan urea ⁽⁶⁾.



Ln³⁺ adalah unsur logam tanah jarang.

Berdasarkan reaksi tersebut diatas maka perlu dipelajari variabel yang berpengaruh pada proses pengendapan, diantaranya adalah konsentrasi urea.

TATA KERJA

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain pasir senotim, asam sulfat, asam klorida, natrium sulfat, natrium hidroksida, urea, aquades.

Alat

Peralatan yang digunakan antara lain neraca, pemanas, pengaduk magnet, thermometer, peralatan gelas, alat analisis spektrometer pendar sinar – X.

Cara Kerja

1. Pembuatan konsentrat itrium.
 - a. Dilakukan peleburan pasir senotim sebanyak 100 gram dengan asam sulfat pekat 200 ml pada suhu 210 °C selama 5 jam. Kemudian dilarutkan dengan es batu dan diencerkan menjadi 2000 ml. Proses peleburan dilakukan 8 kali.
 - b. Larutan disaring, filtrate yang diperoleh dari masing-masing pengenceran dijadikan

satu dan diendapkan dengan Na₂SO₄ kemudian disaring. Endapan yang terjadi adalah kelompok ceria sedang filtratnya banyak mengandung itrium.

- c. Filtrat diendapkan dengan NH₄OH pekat hingga pH = 11, disaring dan endapan dikeringkan.
- d. Endapan yang diperoleh dilebur dengan NaOH 70 % pada suhu 140 °C selama 5 jam.
- e. Dilakukan pencucian endapan dengan air panas hingga filtrat netral dan disaring.
- f. Endapan yang diperoleh adalah konsentrat itrium

2. Pengaruh konsentrasi urea. Konsentrat itrium sebanyak 25 gram dilarutkan dengan 25 mL HCl pekat, kemudian diencerkan menjadi 100 mL (sebagai larutan umpan).

Diambil 10 mL umpan diaduk sambil dipanaskan pada suhu 80 °C ditambah 10 mL larutan urea dengan konsentrasi divariasi 10, 30, 50, 70 dan 90 % kemudian disaring.

Filtrat diambil 5 ml untuk dianalisis dengan spektrometer pendar sinar – X.

3. Pengaruh suhu pengendapan Diambil 10 mL larutan umpan ditambah 10 mL larutan urea 50% sambil dipanaskan dengan suhu divariasi 50, 60, 70, 80 dan 90 °C. Analisis unsur menggunakan spektrometer pendar sinar – X.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan pengendapan konsentrat itrium dengan urea. Sebagai larutan umpan adalah konsentrat itrium yang dilarutkan dengan HCl, kadar masing-masing unsur dalam larutan umpan adalah Y = 20.743 ppm, La = 430 ppm, Ce = 905 ppm, Nd = 384 ppm, Sm = 1.393 ppm, Gd = 5.337 ppm, Dy = 8.509 ppm.

1. Variasi konsentrasi urea.

Tabel 1. Pengaruh konsentrasi urea terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan I dengan suhu 80 °C.

| Konsentras i Urea, % | Kadar dalam filtrat, ppm | | | | | | |
|----------------------------|--------------------------|----|----|----|-----|-----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 10 | 16.955 | 16 | - | - | 469 | 356 | 3.734 |
| 30 | 17.605 | 20 | 3 | 9 | 357 | 149 | 3.307 |
| 50 | 18.345 | 17 | - | 9 | 260 | 215 | 3.109 |
| 70 | 15.926 | 10 | 12 | 16 | 172 | 186 | 3.494 |
| 90 | 15.625 | 16 | 36 | 28 | 183 | 71 | 2.886 |

Tabel 2. Pengaruh konsentrasi urea terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan II dengan suhu 80 °C

| Konsentras i Urea, % | Kadar dalam filtrat, ppm | | | | | | |
|----------------------------|--------------------------|----|----|----|-----|-----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 10 | 12.491 | 34 | 23 | 17 | - | 152 | 2.005 |
| 30 | 15.153 | 19 | - | 48 | 652 | 34 | 2.124 |
| 50 | 16.369 | - | - | 48 | 249 | 182 | 2.176 |
| 70 | 12.495 | 30 | - | 18 | 23 | 249 | 2.680 |
| 90 | 11.795 | - | - | - | - | 159 | 1.916 |

Tabel 3. Pengaruh konsentrasi urea terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan III dengan suhu 80 °C.

| Konsentras i Urea, % | Kadar dalam filtrat, ppm | | | | | | |
|----------------------------|--------------------------|----|----|----|----|-----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 10 | 9.324 | 59 | 7 | 9 | - | 140 | 922 |
| 30 | 9.786 | 36 | - | 29 | 83 | 91 | 286 |
| 50 | 10.593 | - | - | - | - | - | 753 |
| 70 | 9.642 | - | 36 | - | - | 168 | 726 |
| 90 | 10.040 | - | - | - | - | 193 | 1.155 |

Tabel 4. Pengaruh konsentrasi urea terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan IV dengan suhu 80 °C.

| Konsentras i Urea, % | Kadar dalam filtrat, ppm | | | | | | |
|----------------------------|--------------------------|----|----|----|-----|----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 10 | 9.047 | - | - | 3 | 129 | 35 | 1.801 |
| 30 | 7.789 | - | - | - | - | 16 | 784 |
| 50 | 9.937 | 5 | - | - | - | - | 973 |
| 70 | 8.670 | 5 | - | - | - | - | 60 |
| 90 | 8.482 | 7 | 49 | - | - | - | 266 |

Tabel 5. Pengaruh konsentrasi urea terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan V dengan suhu 80 °C

| Konsentras i Urea, % | Kadar dalam filtrat, ppm | | | | | | |
|----------------------------|--------------------------|----|----|----|-----|-----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 10 | 7.625 | 19 | - | - | - | 136 | 1.464 |
| 30 | 6.982 | 2 | 70 | - | - | 18 | 949 |
| 50 | 8.652 | - | - | - | 312 | 43 | 826 |
| 70 | 8.251 | 3 | - | 16 | 123 | 99 | 1.169 |
| 90 | 6.911 | 18 | 11 | 57 | 329 | 199 | 1.104 |

Tabel 6. Pengaruh konsentrasi urea terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan VI dengan suhu 80 °C

| Konsentras i Urea, % | Kadar dalam filtrat, Ppm | | | | | | |
|----------------------------|--------------------------|----|----|----|-----|-----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 10 | 7.427 | 10 | - | 8 | - | 59 | 565 |
| 30 | 7.562 | 19 | 19 | - | 420 | 133 | 853 |
| 50 | 7.698 | - | 6 | 11 | - | 47 | 582 |
| 70 | 6.742 | - | 5 | - | - | - | 1.166 |
| 90 | 6.617 | - | 84 | - | 117 | - | 280 |

Dari Tabel 1 sampai dengan Tabel 6 terlihat bahwa itrium yang diperoleh semakin menurun namun juga semakin relatif murni. Itrium cenderung masih tertinggal dalam larutan sedangkan unsur-unsur lain sebagai pengotor terendapkan oleh urea sehingga dapat dipisahkan dengan itriumnya. Hasil ini terlihat mulai pada pengendapan yang ke 3, sehingga untuk proses selanjutnya dipakai 3 kali

pengendapan karena jika pengendapan dilanjutkan terus maka akan semakin sedikit itrium yang diperoleh. Pada pengaruh konsentrasi larutan urea hasil terbaik diperoleh pada konsentrasi 50 % dengan kadar itrium yang masih tertinggal dalam filtrat relatif tinggi dan terpisah dari pengotornya yaitu La, Ce, Nd, Sm dan Gd.

2. Variasi suhu.

Tabel 7. Pengaruh suhu terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan I dengan konsentrasi urea 50%.

| Suhu °C | Kadar, ppm | | | | | | |
|------------|------------|----|----|----|-----|-----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 50 | 16.514 | 43 | 33 | - | 54 | 146 | 3.854 |
| 60 | 16.864 | 4 | 56 | - | - | 149 | 4.191 |
| 70 | 15.947 | - | 36 | - | 32 | 274 | 3.686 |
| 80 | 18.345 | 17 | - | 9 | 260 | 215 | 3.109 |
| 90 | 16.111 | - | 17 | - | 32 | 323 | 4.785 |

Tabel 8. Pengaruh suhu terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan II dengan konsentrasi urea 50%

| Suhu °C | Kadar, ppm | | | | | | |
|------------|------------|----|----|----|-----|-----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 50 | 13.547 | 21 | 6 | 57 | - | 220 | 2.896 |
| 60 | 15.167 | 49 | 22 | 54 | - | 233 | 3.501 |
| 70 | 13.467 | 14 | - | - | 472 | 207 | 2.477 |
| 80 | 16.369 | - | - | 48 | 249 | 182 | 2.175 |
| 90 | 12.967 | 7 | 61 | - | - | 167 | 2.230 |

Tabel 9. Pengaruh suhu terhadap kadar unsur LTJ pada pengendapan III dengan konsentrasi urea 50%

| Suhu °C | Kadar, ppm | | | | | | |
|------------|------------|----|----|----|-----|----|-------|
| | Y | La | Ce | Nd | Sm | Gd | Dy |
| 50 | 10.127 | - | 10 | 3 | - | 22 | 1.299 |
| 60 | 9.461 | 10 | - | - | 49 | 70 | 1.220 |
| 70 | 8.633 | - | - | 32 | 283 | 51 | 764 |
| 80 | 10.593 | - | - | - | - | - | 753 |
| 90 | 9.356 | - | 23 | - | - | 72 | 853 |

Dalam suatu proses pengendapan suhu berpengaruh agar terbentuk inti endapan yang kemudian akan tumbuh hingga diperoleh endapan yang baik. Hal ini dapat dilihat pada pengendapan itrium dengan urea ini, pada suhu yang semakin tinggi itrium dapat terpisah dari pengotornya dengan baik karena pengotor-pengotor telah mengendap. Dari Tabel 7 sampai dengan Tabel 9 terlihat bahwa suhu yang terbaik pada pengendapan ini adalah 80 °C dengan kadar itrium dalam filtrat relatif paling

tinggi dan terpisah dari pengotor-pengotornya (La, Ce, Sm dan Gd).

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian di atas dapat disimpulkan bahwa itrium dapat dipisahkan dari pengotor-pengotor lain (La, Ce, Nd, Sm, dan Gd) dengan pengendapan fraksional hidroksida menggunakan urea. Hasil terbaik $Y = 92,89\%$ diperoleh pada kondisi konsentrasi urea 50 %, tingkat pengendapan 3 kali dan suhu 80 °C.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini saya ucapan terima kasih kepada Bapak R. Subagiono yang telah membantu penelitian ini sampai selesai.

DAFTAR PUSTAKA

1. MOORE, C, M, *Rare Earth Element and Yttrium, Mineral Commodity Profiles*, Bureau of Mine United State Departement of the Interior, Washington, (1979).
2. MICHELSEN, *Analysis and Aplication of Rare Earth Materials*, Nato Advanced Sciences Study Institute Norway, (1972).
3. RICHEY,GM and ASHBROOK AW., *Solven Extraction*, ESCP, New York, (1979).
4. KRIS TRI BASUKI, *Pembuatan CeO₂ dan Y₂O₃ Dengan Kadar 95 % dari Pasir*

Xenotim dan Monasit, KIPNAS, 11 - 16 September 1995, Jakarta, (1995).

5. MARI E. DE VASCONCELLOS, A DA S. QUEIROZ, ALCIDIO ARBAO, *Sequential Separation of The Yttrium - Heavy Rare Earths by Fractional Hydroxide Precipitation, Journal of Alloys and Compounds*, 374, (2004), 405 - 407.

TANYA JAWAB

Tunjung Indrati Y.

- Pada pengedapan pH berpengaruh, mengapa dalam penelitian ini tidak dimonitor ?.

Tri Handini

- pH memang sangat berpengaruh dan pada penelitian ini juga diukur pHnya. pH larutan antara 5 - 6.