

PEMBUATAN OKSIDA LOGAM TANAH JARANG DARI PASIR SENOTIM

Sri Sukmajaya, Imam Prayogo, Tri Handini

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – BATAN

Jl. Babarsari, Kotak Pos 6101YKBB, Yogyakarta

e-mail: srisukmaj@gmail.com

ABSTRAK

PEMBUATAN OKSIDA LOGAM TANAH JARANG DARI PASIR SENOTIM. proses pembuatan oksida logam tanah jarang (LTJ) dari pasir senotim telah dilakukan. Penelitian bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum proses pembuatan oksida LTJ dari pasir senotim. Tahapan proses meliputi dijesti, pengendapan, ekstraksi 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 LTJ digunakan sebagai umpan proses pengendapan. Bahan pengendapannya ada dua macam yaitu: larutan NH₃(aq) 25 % dan larutan campuran dari amonia 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 amonia 25% pada pH = 4 (pengendapan bertingkat), dengan kondisi ini diperoleh oksida logam dengan konsentrasi Y = 46,79%, La = 4,33%, Ce = 5,12%, Nd = 2,25%, Sm = 0,95%, Gd = 0,12%, dan Dy = 0,08%. Sedang pengendapan serentak menggunakan campuran larutan amonia 25% dengan larutan H₂C₂O₄ 30% b/v (pH 2,5) diperoleh oksida logam dengan konsentrasi Y = 48,03%, La = 0,43%, Ce = 1,32%, Nd = 2,38%, Sm = 0,18%, Gd = 0,07%, Dy = 0,07%. Kondisi optimum proses kalsinasi dari kedua langkah pengendapan di atas adalah suhu kalsinasi = 1000 °C, dan waktu kalsinasi = 2 jam.

Kata kunci : ekstraksi, stripping, LTJ.

ABSTRACT

MADE OF RARE EARTH OXIDE FROM XENOTIME SAND. The process to made of rare earth oxide 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 senotim 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% ammonia 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 = 46.79%, La = 4.33%, Ce = 5.12%, Nd = 2.25%, Sm = 0.95%, Gd = 0.12%, dan Dy = 0.08%. 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 = 48.03%, La = 0.42%, Ce = 1.32%, Nd = 2.38%, Sm = 0.18%, Gd = 0.07%, Dy = 0.07%. The best condition of calcinations of both precipitation steps occurred at temperature of 1000 °C for 2 hours calcinations time.

Keywords : extraction, stripping, REEs

PENDAHULUAN

Logam tanah jarang (LTJ) 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 [1-3].

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 LTJ yang terkandung dalam pasir senotim, disamping Dy, Gd, Sm, La, Ce, dan Nd. Itrium oksida digunakan sebagai bahan tabung televisi berwarna dengan Eu, keramik, superkonduktor, laser, dan film magnetik, Y_2O_3 dalam bentuk paduan dengan iron digunakan untuk produksi itrium iron garnet ($Y_3Fe_5O_{12}$) yang efektif untuk filter gelombang mikro, Dy, Sm, dan Gd digunakan sebagai bahan pembuat batang kendali nuklir. Lantanum digunakan sebagai bahan X-ray screen, baterai, kapasitor, dan bahan keramik. 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, dan Nd digunakan sebagai bahan baku pembuatan magnet [7-10].

Untuk mendapatkan konsentrat LTJ 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 LTJ dari pasir senotim. Pengenceran dan penyaringan/filtrasi dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor yang terdapat dalam pasir senotim. Unsur-unsur pengotor ini tertinggal dalam endapan pada saat penyaringan dan filtrat yang diambil kaya akan LTJ. Pengendapan/kristalisasi dimaksudkan untuk mengendapkan LTJ dari filtrat/larutan. Ekstraksi stripping atau kolom penukar ion untuk pemurnian logam tanah jarang, sedangkan kalsinasi merupakan proses pembuatan oksida LTJ (LTJ_2O_3) [5,7-10].

Pengendapan merupakan salah satu metode pemisahan unsur LTJ 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 LTJ 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/ $NH_3(aq)$ ke dalam konsentrat LTJ hasil dijesti pasir senotim sehingga terbentuk endapan logam tanah jarang hidroksida [$LTJ(OH)_3$]. Pengendapan hidroksida dapat dilakukan secara bertingkat dengan variasi pH menggunakan amonia maupun secara serentak menggunakan campuran amonia dan asam oksalat. Proses pengendapan dengan amonia 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 $LTJ(OH)_3$ hasil pengendapan kemudian dikalsinasi pada. 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 LTJ 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. Untuk menghitung efisiensi pengendapan digunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Efisiensi pengendapan} = \frac{C_u - C_f}{C_u} \times 100\% \quad (1)$$

dengan C_u = Konsentrasi LTJ dalam umpan dan C_f = Konsentrasi LTJ dalam filtrat

METODOLOGI

Bahan

Pasir senotim, akuades dan bahan-bahan kimia, yaitu: Y_2O_3 , HNO_3 , D2EHPA p.a., n-Dodekan p.a., H_2SO_4 96% p.a., HNO_3 65% p.a., H_2O_2 30% p.a., NH_3 (aq) 25% p.a., NaOH p.a., dan $H_2C_2O_4$ 2 H_2O p.a., semua dari E. Merck.

Alat

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 beker 1000 mL, kemudian dijesti dengan cara ditambah 250 mL asam sulfat 96% dan 10 mL H_2O_2 30%. Campuran kemudian dipanaskan sampai suhu 210 °C 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 (Umpan) dan endapan I. Untuk mengetahui kadar logam tanah jarang (LTJ) dalam umpan hasil dijesti dianalisis menggunakan alat spektrometer pendar sinar-X.

2. Pengendapan Bertingkat

Filtrat I hasil dijesti diambil untuk proses pengendapan secara bertingkat dengan cara menambah amoniak 25% pada berbagai pH, mulai dari pH = 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 4; 5; 6; dan 7. Filtrat dan endapan pada setiap tahapan pH di analisis kemudian dipisahkan. Semua endapan pada berbagai pH dikeringkan pada suhu 100 °C dan disimpan dalam eksikator. Masing-masing hasil proses pengendapan

pada setiap pH, filtrat dan endapan dianalisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X.

3. Pengendapan Serentak

Pengendapan serentak dilakukan dengan cara filtrat I ditambah amonia 25% hingga pH 2,5 dan larutan $H_2C_2O_4$ 30% (b/v). Selanjutnya dilakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat dan endapan. Endapan dikeringkan pada suhu 100 °C dan disimpan dalam eksikator. Untuk mengetahui kadar LTJ dilakukan analisis filtrat dan endapan menggunakan alat spektrometer pendar sinar-X.

4. Ekstraksi - stripping

Endapan kering oksalat 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. Endapan dicuci dengan air panas dan dikeringkan pada suhu 100 °C. Endapan kering hidroksida dilarutkan dengan 100 mL HNO_3 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 15 menit kemudian didiamkan 10 menit sampai diantara fasa air dan fasa organik terpisah. Kedua fasa dipisahkan dengan corong pemisah. Fasa organik (FO) hasil ekstraksi kemudian distripping dengan H_2SO_4 2,5 M dengan perbandingan volume fasa air (FA) terhadap fasa organik (FO) adalah 1 : 1. Campuran diaduk pada kecepatan 150 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 (FSair) dan fasa organik (FO). Fasa stripping (FSair) ditambah larutan $H_2C_2O_4$ 10% (b/v) sehingga terbentuk endapan. Endapan disaring, dikeringkan pada suhu 100 °C, dan disimpan dalam eksikator.

5. Kalsinasi

Endapan kering oksalat hasil dari pengendapan fasa air stripping yang diperoleh dikalsinasi dalam furnace pada berbagai suhu 1000 °C selama 2 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses Dijesti

Reaksi yang terjadi dalam proses dijesti adalah :



Filtrat hasil dijesti pasir senotim yang telah diencerkan dianalisis kadar LTJ menggunakan spektrometer pendar sinar-X. Konsentrasi/kadar logam tanah jarang dalam filtrat hasil dijesti digunakan sebagai umpan proses pengendapan dan ekstraksi stripping.

Semakin tinggi konsentrasi H_2SO_4 yang digunakan dalam proses dijesti maka reaksi akan berlangsung semakin cepat. Konsentrasi H_2SO_4 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. Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat dan dalam endapan hasil pengendapan bertingkat disajikan pada Tabel 1 dan Tabel 2.

Tabel 1. Pengaruh pH pengendapan terhadap konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat hasil pengendapan bertingkat menggunakan amonia 25% ($NH_3(aq)$ 25 %)

pH	Konsentrasi (ppm)						
	Y	La	Ce	Nd	Sm	Gd	Dy
1	1461,19	241,88	1618,83	803,56	587,69	268,46	1100,24
1,5	1318,22	166,48	1360,35	609,37	498,24	208,97	1006,01
2	1166,28	1,34	1,01	3,98	4,27	1,07	1,80
2,5	958,53	1,29	0,92	0,94	4,25	1,01	1,40
3	803,57	0,71	0,70	0,68	3,39	0,69	1,36
4	1,19	0,47	0,38	0,33	2,52	0,55	0,88
5	0,59	0,41	0,37	0,24	2,51	0,53	0,45
6	0,44	0,36	0,34	0,11	1,71	0,50	0,39
7	0,37	0,04	0,26	0,01	0,92	0,15	0,09

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

pH	Konsentrasi (%)						
	Y_2O_3	La_2O_3	CeO_2	Nd_2O_3	Sm_2O_3	Gd_2O_3	Dy_2O_3
1	0,01	0,12	0,72	0,69	0,22	0,01	0,08
1,5	1,26	0,96	2,18	1,33	0,48	0,11	1,98
2	5,76	3,99	8,46	6,53	2,22	1,21	7,76
2,5	6,90	0,56	0,61	0,36	0,27	0,03	0,12
3	8,44	0,38	0,40	0,15	0,09	0,01	0,04
4	21,53	0,11	0,11	0,01	0,04	0,01	0,03
5	0,24	0,05	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01
6	0,13	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01
7	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00

Keterangan : Pengendapan dengan $NH_3(aq)$ 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 $NH_3(aq)$ 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 = 99,19 %, Ce = 99,92 %, Nd = 99,35 %, Sm = 99,14 %, Gd = 99,48 %, dan Dy = 99,82 % dengan konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan yang diperoleh sebesar La₂O₃ = 3,99 %, CeO₂ = 8,46 %, Nd₂O₃ = 6,53 %, Sm₂O₃ = 2,22 %, Gd₂O₃ = 1,21 %, dan Dy₂O₃ = 7,76 %. Kondisi optimum untuk pengendapan itrium (Y) dicapai pada pH 4. Kondisi ini diperoleh efisiensi pengendapan (%) itrium (Y) sebesar 99,85 % dengan konsentrasi itrium (Y) dan logam tanah jarang lainnya dalam endapan adalah Y₂O₃ = 21,53 %, La₂O₃ = 0,12 %, CeO₂ = 0,11 %, Nd₂O₃ = 0,09 %, Sm₂O₃ = 0,05 %, Gd₂O₃ = 0,01 %, dan Dy₂O₃ = 0,03 %.

Pengendapan Serentak

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

Tabel 3. Konsentrasi logam tanah jarang dalam filtrat hasil pengendapan serentak menggunakan NH₃(aq) 25 % dan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v)

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

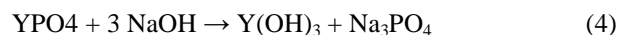
Tabel 4. Konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan hasil pengendapan serentak

pH	Konsentrasi (%)						
	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Dy ₂ O ₃
2,5	36,08	5,09	11,47	7,58	2,203	0,79	8,81

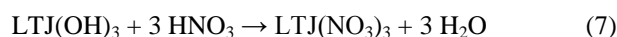
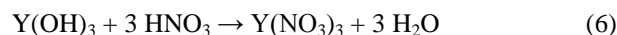
Pengendapan serentak pada pH 2,5 dengan penambahan NH₃(aq) 25 % dan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v) hampir semua logam tanah jarang mengendap kecuali itrium (Y). Penambahan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v) bertujuan untuk membantu pengendapan logam tanah jarang yang belum mengendap pada pH 2,5. Penambahan larutan H₂C₂O₄ 30 % (b/v) dihentikan jika sudah tidak terbentuk endapan lagi. Kondisi ini diperoleh efisiensi pengendapan (%) logam tanah jarang sebesar Y₂O₃ = 99,07 %, La₂O₃ = 99,99 %, CeO₂ = 99,99 %, Nd₂O₃ = 99,92 %, Sm₂O₃ = 99,95 %, Gd₂O₃ = 99,96 %, dan Dy₂O₃ = 99,98 % dengan konsentrasi logam tanah jarang dalam endapan sebesar Y₂O₃ = 36,08 %, La₂O₃ = 5,09 %, CeO₂ = 11,47 %, Nd₂O₃ = 7,58 %, Sm₂O₃ = 2,20 %, Gd₂O₃ = 0,79 %, dan Dy₂O₃ = 8,81 %.

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 didijesti 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 15 menit kemudian didiamkan 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 didiamkan 10 menit sampai terpisah antara fasa air dan fasa organik. Kedua fasa dipisahkan dengan corong pemisah sehingga diperoleh fasa stripping (FSair) dan fasa organik (FO). Fasa stripping (FSair) 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

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. Proses kalsinasi dikerjakan pada suhu 1000 °C dan selama 2 jam.

Reaksi yang terjadi untuk proses kalsinasi adalah :





Hasil proses kalsinasi diperoleh hasil sebagai berikut: Kondisi ini diperoleh konsentrasi $\text{Y}_2\text{O}_3 = 46,80 \%$, $\text{La}_2\text{O}_3 = 4,33 \%$, $\text{CeO}_2 = 5,12 \%$, $\text{Nd}_2\text{O}_3 = 2,25 \%$, $\text{Sm}_2\text{O}_3 = 0,96 \%$, $\text{Gd}_2\text{O}_3 = 0,12 \%$, dan $\text{Dy}_2\text{O}_3 = 0,08 \%$.

Endapan hasil pengendapan serentak pada pH 2,5 dengan penambahan $\text{NH}_3(\text{aq})$ 25 % dan larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 30 % b/v yang telah diekstraksi stripping kemudian dikalsinasi pada suhu 1000 °C dan waktu optimum selama 2 jam. Hasil kalsinasi kemudian ditimbang dan dianalisis. Konsentrasi/kadar logam tanah jarang dalam endapan hasil pengendapan serentak yang telah dikalsinasi diperoleh sebagai berikut :

pH	Konsentrasi (%)						
	Y_2O_3	La_2O_3	CeO_2	Nd_2O_3	Sm_2O_3	Gd_2O_3	Dy_2O_3
2,5	48,03	0,42	1,31	2,38	0,18	0,07	0,06

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.

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 $\text{Y}_2\text{O}_3 = 21,53 \%$, $\text{La}_2\text{O}_3 = 0,11 \%$, $\text{CeO}_2 = 0,11 \%$, $\text{Nd}_2\text{O}_3 = 0,09 \%$, $\text{Sm}_2\text{O}_3 = 0,05 \%$, $\text{Gd}_2\text{O}_3 = 0,01 \%$, dan $\text{Dy}_2\text{O}_3 = 0,03 \%$. Konsentrasi endapan logam tanah jarang hasil kalsinasi pada suhu 1000 °C selama 2 jam adalah $\text{Y}_2\text{O}_3 = 46,79 \%$, $\text{La}_2\text{O}_3 = 4,33 \%$, $\text{CeO}_2 = 5,12 \%$, $\text{Nd}_2\text{O}_3 = 2,25 \%$, $\text{Sm}_2\text{O}_3 = 0,95 \%$, $\text{Gd}_2\text{O}_3 = 0,12 \%$, dan $\text{Dy}_2\text{O}_3 = 0,01 \%$. Konsentrasi endapan logam tanah jarang dari ekstraksi stripping hasil pengendapan serentak pada pH 2,5 adalah $\text{Y}_2\text{O}_3 = 48,03 \%$, $\text{La}_2\text{O}_3 = 0,42 \%$, $\text{CeO}_2 = 1,31 \%$, $\text{Nd}_2\text{O}_3 = 2,38 \%$, $\text{Sm}_2\text{O}_3 = 0,18 \%$, $\text{Gd}_2\text{O}_3 = 0,07 \%$, dan $\text{Dy}_2\text{O}_3 = 0,06 \%$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dibiayai dari DIPA tahun anggaran 2016. Penulis mengucapkan terima kasih kepada PSTA – BATAN yang telah memberi dana dan fasilitas untuk penelitian dan kepada Bapak Dwi Biyntoro selaku Kepala Kelompok yang telah memberi masukannya sehingga penelitian ini dapat dilaksanakan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Benedict, M, Pigford, T.H, and Levi, H.W. (1981). Nuclear Chemical Engineering. 2nd Edition. New York : Mc Graw-Hill Book Company.
- [2] Charles, T.L. (1980). CRC HandBook of Materials Science. Vol 1. Florida : General Properties, Boca Rator.
- [3] Prakash, S. (1975). Advanced Chemistry of Rare Earth. New Delhi : S Chad & Co Ltd.
- [4] 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.
- [5] Kris Tri Basuki.(2003). Pemisahan Logam Jarang dan Logam Tanah Jarang untuk Industri. Yogyakarta : BATAN.
- [6] 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 Sulistya N. (2002). Pemisahan Itrium dari Kelompok Ceria dalam Pasir Senotim. Skripsi. Yogyakarta : Fakultas Teknologi Industri Universitas Islam Indonesia.

TANYA JAWAB

Aulia Listya

1. Aplikasi logam untuk flash disk?
2. Sumber LTJ?

Sri Sukmajaya

1. *LTJ untuk pelapis FD adalah dysprosium*
2. *Sumber LTJ di samping pasir senotim juga pasir monasit dan zirkon*

Radina Qisma

Karakter anggota elektron 4f dan implikasinya

Sri Sukmajaya

Anggota kulit elektron 4f untuk semua lantanida mempunyai perisai kulit elektron yang lemah, sehingga kulit elektron 4f ini mudah dimasuki elektron baru dan

mudah kehilangan elektron. Implikasi dari karakter ini (4f) maka terjadi kontraksi lantanida, ionik lantanida mengembang dan mengempis sehingga secara tertur nomer atom akan berjalan dari Lu ke La sesuai deret massa La ke Lu