

EKSTRAKSI-STRIPPING Y, Dy, Gd, Ce, La, Nd DARI HASIL OLAH PASIR SENOTIM

Dwi Biyantoro, Tri Handini, Moch Setyadji
Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – BATAN
Yogyakarta KP 55281
dbiyantoro@gmail.com

ABSTRAK

EKSTRAKSI-STRIPPING Y, Dy, Gd, Ce, La, Nd DARI HASIL OLAH PASIR SENOTIM. Pasir senotim merupakan salah satu sumber daya alam potensial karena mengandung unsur logam tanah jarang (LTJ) antara lain: Y, Gd, Dy, La, Ce, Nd yang banyak digunakan dalam berbagai bidang baik nuklir maupun non nuklir. Disamping mengandung LTJ, senotim juga mengandung unsur-unsur radioaktif U dan Th. Oleh sebab itu pasir tersebut memiliki nilai yang sangat strategis dan ekonomis. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh pemisahan dan pemurnian itrium (Y) yang relatif murni dari konsentrat LTJ hasil olah pasir senotim. Aplikasi itrium dipakai untuk pengembangan energi baru dan terbarukan antara lain: *yttrium aluminium garnet laser (YAG-laser)*, sensor oksigen berbasis elektrolit padat *yttria-stabilized zirconia (YSZ)*, dan *solid oxide fuel cell (SOFC)*. Tahapan proses yang dilakukan yaitu dijesti pasir senotim dengan asam sulfat, pengenceran (*quenching*), pengendapan, pengeringan, pelarutan, proses ekstraksi, dan *stripping*. Proses ekstraksi menggunakan ekstrak D2EHPA yang diencerkan dengan dodekan. Proses *stripping* memakai umpan hasil ekstraksi (ekstrak) dengan asam sulfat. Penentuan kadar itrium (Y), dan pengotor-pengotor logam tanah jarang yang lain: seperti disprosium (Dy), gadolinium (Gd), lantanum (La), serium (Ce), neodimium (Nd), dianalisis menggunakan alat pendar sinar X. Pada proses ekstraksi itrium (Y), variabel yang berpengaruh yaitu: konsentrasi asam nitrat dalam larutan umpan, konsentrasi D2EHPA dalam dodekan, dan waktu ekstraksi. Pada proses *stripping* variabel yang diteliti yaitu konsentrasi asam sulfat dan waktu *stripping*. Dari hasil penelitian pada proses ekstraksi Y hasil optimum yang diperoleh yaitu: molaritas asam nitrat 1 M, konsentrasi ekstrak 30% D2EHPA dalam dodekan, dan waktu ekstraksi 15 menit. Pada kondisi ini diperoleh efisiensi ekstraksi Y 98,63%. Pada proses *stripping* hasil optimum menggunakan asam sulfat pada molaritas 4 M dan waktu *stripping* 20 menit. Pada kondisi ini diperoleh efisiensi *stripping* 59,29%, dengan pengotor Dy 198 ppm dan Gd, Ce, La, Nd dibawah 100 ppm.

Kata kunci: Dijesti, ekstraksi-*stripping*, Y, Dy, Gd, Ce, La, Nd, D2EHPA, dodekan.

ABSTRACT

EXTRACTION-STRIPPING OF Y, Dy, Gd, La, Ce, Nd FROM XENOTIME SAND PRODUCT. *Xenotime sand is one of potential natural resources, because it contains rare earth elements (REEs) among of which are Y, Dy, Gd, La, Ce, Nd that have been used a lot in various of fields both nuclear and non-nuclear. In spite of containing REEs, xenotime is also containing U and Th radioactive elements. Therefore that sand has a very strategical and economical values. This investigation aims at gaining the separation and the purification of yttrium (Y) which is relatively pure from REEs concentrate of xenotime sand processed product. The yttrium is used for developing the newer and renewable energies among of which are: yttrium aluminium garnet laser (YAG-laser), oxygen sensor solid electrolite based yttria-stabilized zirconia (YSZ), and solid oxide fuel cell (SOFC). The processing stages done namely xenotime sand digestion by sulfuric acid, quenching, precipitation, drying, dilution, extraction and stripping processes. The extraction processes used D2EHPA extractant which was diluted by dodecane. The stripping process used feed of extraction product (extract) with sulfuric acid. The determination of yttrium (Y) concentration, and impurities of another rare earth elements: such as dysprosium (Dy), gadolinium (Gd), lanthanum (La), cerium (Ce), neodymium (Nd), were analyzed by using X-ray fluorescence. In the yttrium (Y) extraction process, the influencing variables were: nitrate acid concentration in feed solution, D2EHPA concentration in dodecane, and extraction time. In the stripping process, the influencing variables were: sulfuric acid concentration and extraction time. From the investigated variables namely: nitrate acid molarity 1 M, extractant concentration of 30% D2EHPA in dodecane, and extraction time of 15 minutes. In that condition yielded the extraction efficiency of Y was 98.63%. In the stripping process, the*

optimum product used sulfuric acid of 4 M molarity and stripping time of 20 minutes. In this condition the stripping efficiency obtained was 59.29%, with the impurities of Dy 198 ppm and Gd, Ce, La, Nd below 100 ppm.

Keywords: Digestioni, extraction-stripping, Y,Dy,Gd,Ce,La,Nd, D2EHPA, dodecane.

PENDAHULUAN

Itrium (Y) merupakan unsur logam tanah jarang (LTJ) yang banyak terkandung dalam pasir senotim, disamping unsur-unsur lain seperti disprosium (Dy), gadolinium (Gd), samarium (Sm), lantanum (La), serium (Ce), dan neodimium (Nd). Unsur-unsur tersebut merupakan logam berharga dan strategis baik untuk industri nuklir maupun non nuklir. Itrium adalah unsur utama dalam kandungan senotim. Itrium dalam bentuk oksida (Y_2O_3) digunakan sebagai bahan tabung reaktor, televisi berwarna, keramik, superkonduktor, laser, magnetik, sel bahan bakar oksida padat *SOF*C(Solid Oxide Fuel Cell), filter gelombang mikro, dan lain-lain [1,2,3,4].

Secara umum dapat dikatakan bahwa karena Y dan LTJ merupakan bahan unggul strategis-ekonomis, sukar diperoleh, dan kegunaannya sangat banyak, baik dibidang nuklir maupun non nuklir, maka banyak dipakai dibidang teknologi moderen (*high tech, green energy*) [5].

Pasir senotim adalah senyawa logam tanah jarang fosfat (Y,LTJ)PO₄ atau YPO₄ merupakan hasil samping pengolahan tambang timah. Kadar itrium (Y) sekitar 20%. Banyak juga senotim yang mengandung pengotor uranium (U) dan torium (Th) [3]. Pengolahan pasir senotim yang mengandung radioaktif (U,Th) dan logam tanah jarang (LTJ) merupakan suatu keharusan ditinjau dari segi kelestarian lingkungan maupun pengolahan sumber daya alam.

Logam tanah jarang mempunyai sifat kimia dan fisika yang unik sehingga merupakan unsur-unsur logam yang esensial sehingga banyak dipakai dalam teknologi tinggi/modern. Basnaesit (La,Ce)FCO₃, monasit (Ce,La,Y,Th)PO₄, dan senotim (YPO₄) adalah sumber utama komersial dari LTJ [3,4,6].

Indonesia terutama di pulau Bangka, Belitung, dan Singkep mempunyai sumber logam tanah jarang dalam bentuk pasir monasit dan senotim yang merupakan hasil samping penambang PT. Timah, Tbk. di Bangka [3].

Mengingat prospek, potensi, dan nilai ekonomi yang sangat besar, maka usaha-usaha untuk mendapatkan Y sebanyak-banyaknya sangat diperlukan. Dengan dasar pertimbangan teknologis-ekonomis, maka perlu dipilih teknologi yang paling *feasible* dan efisien untuk memperoleh Y maksimal pada kisaran kondisi operasi yang dikehendaki [3].

Proses pemisahan dan pemurnian individual itrium (Y) dan logam tanah jarang (LTJ) dapat dilakukan antara lain dengan cara pengendapan, kristalisasi, ekstraksi cair-cair, dan kromatografi pertukaran ion [3,7].

Dari berbagai metode pemisahan LTJ tersebut, secara umum pemakaian proses ekstraksi atau ekstraksi cair-cair banyak dikerjakan karena relatif lebih sederhana, efisien dan lebih cepat dibandingkan teknik yang lain [7,8,9].

Mengingat kecenderungan kebutuhan LTJ yang semakin meningkat karena besarnya manfaat LTJ dalam industri nuklir dan non nuklir di dunia dan potensi Y dalam kandungan pasir senotim, maka perlu dilakukan penelitian dalam segi proses untuk pemisahan dan pemurnian menggunakan konsentrat LTJ senotim hasil olah pasir senotim untuk menghasilkan Y khususnya dan LTJ.

Tujuan penelitian ini adalah untuk memperoleh rekoveri Y kemurnian tinggi dari umpan LTJ nitrat hasil olah pasir senotim lokal menggunakan proses ekstraksi cair-cair memakai ekstrak D2EHPA dalam dodekan dan re-ekstraksi (*stripping*) menggunakan asam sulfat.

Ekstraktan yang bisa digunakan untuk ekstraksi LTJ antara lain TBP, D2EHPA, dan TOPO [1]. Pengencer yang dapat digunakan antara lain: dodekan, kerosen, n heptan. Pada penelitian ini dipakai D2EHPA dengan pengencer dodekan memakai umpan konsentrat logam tanah jarang hasil olah pasir senotim. Umpan untuk proses ekstraksi dibuat dalam suasana asam nitrat [2,8,9,10].

Palakorn, dkk., (2015) melakukan pemisahan LTJ ringan dan LTJ berat dengan ekstrak TBP diencerkan dengan diluen kerosen menggunakan umpan larutan logam tanah jarang nitrat [1]. Feng, dkk., (2014) mengatakan solven ekstraksi yang komersial yang secara luas digunakan yaitu: D2EHPA, TBP, dan Aliquat 336 [2].

Sato, 1984 melakukan ekstraksi dari campuran uranil klorida dan itrium klorida pada berbagai variasi asam menggunakan ekstrak D2EHPA (diester) dan D2EHPA (mono & diester) dalam kerosen pada suhu 20-30 °C diperoleh hasil yang baik pada keasaman yang rendah [9].

Palakornorn, dkk. telah melakukan pemisahan Y, Gd, Sm, Nd, Pr, La dari larutan LTJ nitrat memakai TBP dalam kerosen. Hasil yang optimum dicapai menggunakan 50% TBP dalam kerosen. Koefisien distribusi (Kd) Y tertinggi diperoleh sekitar 11 dengan nilai efisiensi atau rekoveri Y sekitar 90,90% [11].

Proses ekstraksi solven untuk pemisahan dan pemurnian dari campuran LTJ terus dilakukan melalui litbang dengan tujuan untuk mendapatkan ekstrak yang selektif.

Pemakaian D2EHPA pada industri semakin luas digunakan untuk ekstraksi karena mempunyai selektivitas dan efisiensi yang tinggi [3,9,12,13].

Teori

Logam tanah jarang (LTJ) atau (*Rare Earth Elements, REEs*) dikenal sebagai lantanida dalam susunan berkala unsur-unsur, memiliki nomor atom antara 57 sampai 71. Ada 15 unsur yang termasuk dalam kelompok ini, yaitu lantanum (La), serium (Ce), praseodimium (Pr), neodimium (Nd), prometium (Pm), samarium (Sm), europium (Eu), gadolinium (Gd), terbium (Tb), disprosium (Dy), holmium (Ho), erbium (Er), thulium (Tm), ytterbium (Yb), dan lutetium (Lu). Walaupun skandium (Sc) yang nomor atomnya 21 dan Y nomor atom 39 sebenarnya bukan lantanida, tetapi karena di alam terdapat bersama-sama lantanida dan memiliki sifat-sifat kimia dan fisika yang mirip, maka digolongkan sebagai LTJ [1,2,5,7,8,11,12,14]. Untuk unsur-unsur LTJ ditambah Y, disebut juga lantanom [7]. Karena sifat-sifatnya yang mirip, maka di dalam pemisahan dari mineral induknya sangat sulit.

Ekstraksi atau ekstraksi cair-cair yaitu proses pemisahan dimana suatu zat terlarut (*solute*) dalam suatu fasa cair berpindah ke fasa lainnya. Metoda ekstraksi pelarut adalah metoda yang didasarkan pada perbedaan kelarutan ion atau senyawa dalam dua pelarut yang tidak bercampur (pelarut air dan organik). Keberhasilan proses ekstraksi cair-cair ini dapat dilihat dari nilai hasil efisiensi pengambilan itrium (Y) yang tinggi dengan pengotor yang sekecil-kecilnya, atau koefisien distribusi (Kd) dan faktor pisahnya (FP). Efisiensi atau rekoveri Y dapat ditulis sebagai berikut [3,12]:

$$\text{Efisiensi Y} = \mu = \frac{F_o}{U} = \frac{C_E}{U} \times 100\% \quad (1)$$

dimana:

μ adalah efisiensi, F_o atau C_E adalah fasa organik (ekstrak) dan U adalah umpan.

Pada keadaan setimbang nilai koefisien distribusi Y (Kd_Y) dapat dihitung dengan cara perbandingan konsentrasi Y dalam fasa organik (ekstrak) dibagi konsentrasi Y dalam fasa air (rafinat).

Koefisien distribusi dinyatakan dengan rumus sebagai berikut [12,13].

$$Kd_Y = \frac{C_E}{C_R} \quad (2)$$

dimana:

C_E adalah konsentrasi Y dalam fasa organik dan C_R adalah konsentrasi Y dalam fasa air.

Ukuran menilai keberhasilan suatu proses ekstraksi sering pula digunakan suatu besaran berupa faktor pisah (FP) yakni perbandingan antara koefisien distribusi unsur (Y) dengan koefisien distribusi LTJ. Faktor pisah (β) [2,11,12].

$$FP = \beta = \frac{Kd_Y}{Kd_{LTJ}} \quad (3)$$

Proses *stripping* atau re-ekstraksi adalah proses pengambilan kembali Y dalam fasa organik ke fasa air dengan hasil Y yang relatif lebih murni. Efisiensi *stripping* atau *recovery* Y dapat ditulis sebagai berikut [12,13].

$$\text{Efisiensi} = \frac{F_s}{F_o} \times 100\% \quad (4)$$

METODOLOGI

Bahan

Pasir senotim, standar Y_2O_3 , standar LTJ, D2EHPA, dodekan, asam nitrat, asam sulfat, natrium sulfat, amonia, dan aquades.

Alat

Almari asam, magnetik *stirrer* yang dilengkapi dengan pemanas, timbangan analitik, tabung pemisah, *stop watch*, peralatan gelas, *ependorf*, dan alat pendar sinar – X.

Tata kerja

1. Pembuatan umpan konsentrat LTJ senotim.

Pasir senotim berat 100 g dengan ukuran butir 100-200 mesh dilebur (dijesti) dengan 200 mL asam sulfat pekat dan 30 mL H_2O_2 disertai dengan dipanaskan pada suhu $210\text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 – 4 jam dalam almari asam. Leburan hasil proses dijesti kemudian *diquenching* dengan ditambah dengan air dan es volume 2000 mL. Filtrat LTJ kemudian dipisahkan dari endapan dengan cara disaring. Filtrat hasil penyaringan diendapkan dengan ditambah natrium sulfat. Filtrat hasil penyaringan/pemisahan kaya akan itrium kemudian ditambah amonia pekat. Endapan yang diperoleh didijes dengan NaOH 70% selama 6 jam pada suhu $140\text{ }^\circ\text{C}$. Endapan kemudian dicuci dengan air panas untuk menghilangkan larutan fosfat. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan dalam *oven* selama 1 jam pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$. Endapan kering yang diperoleh adalah konsentrat LTJ senotim. Endapan kemudian dilarutkan dalam asam nitrat dipakai sebagai larutan (umpan) pada proses ekstraksi. Untuk mengetahui kandungan unsur Y dan pengotor logam tanah jarang (Dy, Gd, La, Ce, Nd), dalam fasa air (FA), filtrat dianalisis menggunakan alat pendar sinar X.

2. Proses ekstraksi cair-cair

Pada ekstraksi konsentrat LTJ senotim dengan D2EHPA parameter yang dilakukan yaitu:

- Pengaruh molaritas asam nitrat (0,5; 1; 2; 3; dan 5 M)
- Pengaruh konsentrasi D2EHPA (5%; 10%; 20%, 30%, dan 50%) dalam dodekan
- Pengaruh waktu ekstraksi (5; 10; 15; 20, dan 30 menit)

a. Pengaruh molaritas asam nitrat
Umpan LTJ senotim dilarutkan pada berbagai molaritas (M) asam nitrat kemudian diekstraksi menggunakan 30% D2EHPA dalam dodekan dengan rasio = fasa organik dan fasa air = 1 : 1, dan diaduk selama 15 menit. Setelah mencapai keadaan setimbang dipisahkan antara fasa air (rafinat) dan organik (ekstrak) menggunakan corong pisah. Untuk mengetahui hasil ekstraksi dilakukan analisis kadar Y, Dy, Gd, La, Ce, Nd menggunakan alat pendar sinar X. Dari data hasil analisis dapat dipakai untuk mengetahui kondisi optimum molaritas asam nitrat dalam umpan.

b. Pengaruh konsentrasi D2EHPA

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi D2EHPA dalam dodekan dilakukan pekerjaan seperti tersebut di atas dengan mulai konsentrasi 5% D2EHPA sampai 50% D2EHPA pada kondisi optimum M asam nitrat. Dari hasil percobaan dapat diperoleh kondisi optimum pemakaian konsentrasi D2EHPA.

c. Pengaruh waktu pengadukan

Untuk mengetahui waktu pengadukan yang optimum pada proses ekstraksi ini dilakukan percobaan seperti tersebut di atas dengan variasi waktu yang diubah-ubah mulai dari 5 menit sampai dengan 30 menit pada kondisi optimum percobaan a dan b di atas. Dari percobaan ini diperoleh kondisi optimum waktu pengadukan yang optimal.

3. Proses re-ekstraksi (*stripping*)

Pada proses *stripping* memakai umpan ekstrak (Y-D2HPA) hasil ekstraksi yang optimum dengan parameter: konsentrasi asam sulfat (1; 2; 3; 4, dan 5 M) dan waktu pengadukan (5; 10; 15; 20, dan 30 menit).

Fasa organik (ekstrak) kondisi optimum hasil proses ekstraksi di *stripping* dengan cara dicampur dengan asam sulfat (fasa air) pada berbagai molaritas (M) dengan dengan perbandingan = fasa organik : fasa air = 1 : 1 selama 15 menit. Kemudian setelah tercapai keadaan setimbang dipisahkan antara fasa air dan organik menggunakan corong pisah. Untuk mengetahui hasil proses *stripping* dilakukan analisis kadar Y, Dy, Gd, La, Ce, dan Nd

menggunakan alat pendar sinar X. Dari data hasil analisis dapat dipakai untuk mengetahui kondisi optimum molaritas asam sulfat.

Percobaan dilanjutkan dengan pengaruh waktu (5; 10; 15; 20, dan 30 menit) pada kondisi molaritas asam sulfat yang optimum.

Dari proses *stripping* pemurnian itrium maka diperoleh kondisi optimum molaritas asam sulfat dan waktu pengadukan.

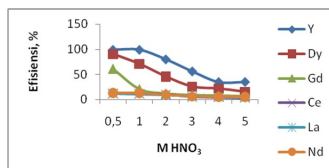
HASIL DAN PEMBAHASAN

Umpan adalah larutan konsentrat LTJ senotim hasil dijesti dengan proses asam. Proses pemisahan dan pemurnian dilakukan melalui proses ekstraksi dan *stripping*.

Proses Ekstraksi

a. Pengaruh molaritas asam nitrat

Pada percobaan ini memakai umpan larutan LTJ nitrat hasil proses dijesti. Parameter yang diteliti yaitu pengaruh molaritas asam nitrat menggunakan 30% D2EHPA dalam dodekan (fasa organik), rasio = fasa air (umpan) dan fasa organik = 1: 1, dan waktu pengadukan selama 15 menit. Dari percobaan diperoleh hasil efisiensi Y, La, Ce, Nd, Dy, dan Gd terhadap molaritas asam nitrat seperti ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Hubungan antara molaritas M HNO₃ dengan efisiensi ekstraksi

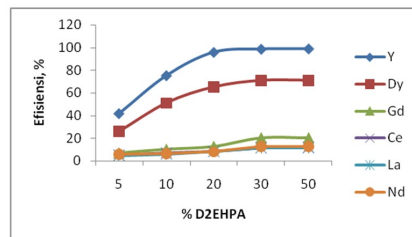
Dari Gambar 2 di atas ditunjukkan bahwa efisiensi terbesar diperoleh pada 0,5 -1 M HNO₃. Kecenderungan grafik di atas dapat dilihat bahwa pada pemakaian 30% D2EHPA dalam dodekan tampak bahwa pada 0,5 M sampai 1 M HNO₃ terjadi peningkatan efisiensi pengambilan Y relatif kecil, kemudian setelah molaritas asam nitrat di atas 1 M efisiensinya mulai menurun. Hal ini disebabkan karena pembentukan kompleks Y nitrat D2EHPA lebih kuat pada konsentrasi asam yang rendah karena terjadi reaksi pertukaran ion. Ekstraksi Y dan LTJ pada keasaman yang tinggi terjadi reaksi solvasi.

Dari evaluasi hasil penelitian ditunjukkan pada Gambar 2 di atas tampak bahwa untuk memisahkan Y dari unsur logam tanah jarang (Dy, Gd, La, Ce, Nd) memakai umpan konsentrat LTJ senotim memakai D2EHPA dan pengencer dodekan diperoleh hasil pemisahan itrium cukup tinggi pada keasaman 0,5 – 1 M HNO₃. Hal ini dimungkinkan karena pada kondisi ini D2EHPA dengan nitrat mempunyai ikatan yang paling kuat.

b. Pengaruh konsentrasi D2EHPA dalam dodekan

Untuk mengetahui seberapa besar pengaruh konsentrasi D2EHPA dalam dodekan dapat dilihat pada Gambar 3, hubungan antara konsentrasi fasa organik D2EHPA terhadap efisiensi pada berbagai konsentrasi 5%, 10%, 20%, 30%, dan 50% dalam dodekan. Penentuan konsentrasi fasa organik (% D2EHPA) penting dalam proses mekanisme transfer LTJ dari fasa air ke fasa organik. Semakin bertambahnya konsentrasi fasa organik memperlihatkan reaksi logam tanah jarang dengan D2EHPA semakin sempurna. Untuk mengetahui pengaruh perpindahan logam tanah jarang (Y, Dy, Gd, La, Ce, Nd) ke fasa organik dapat dilihat kemampuan selektivitas mengikat unsur-unsurnya. Akibat adanya D2EHPA dalam proses ekstraksi, ligan H₂O akan diganti oleh D2EHPA dan membentuk kompleks netral pada fasa organik. Semakin besar konsentrasi D2EHPA, maka semakin besar pula kemampuan D2EHPA mengikat unsur logam tanah jarang. Efisiensi pengikatan atau pembentukan kompleks tertinggi pada fasa organik adalah unsur itrium (Y). Hal ini menunjukkan bahwa Y lebih mudah membentuk kompleks dengan D2EHPA dibandingkan dengan unsur LTJ yang lain, seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Fenomena ini sesuai dengan pernyataan Singh, H., dkk. 2008, bahwa Y sebagai logam tanah jarang berat akan mempunyai ikatan yang lebih kuat dibandingkan logam tanah jarang ringan (La, Ce, Nd) [13].

Hasil pengaruh konsentrasi D2EHPA dalam dodekan terhadap kemampuan efisiensi atau rekoveri LTJ disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Hubungan antara konsentrasi D2EHPA dalam dodekan dengan efisiensi ekstraksi

Dari data Gambar 2. pengaruh molaritas asam nitrat sangat besar terhadap efisiensi Y dan logam tanah jarang (La, Ce, Nd, Dy, Gd). Demikian pula seperti ditunjukkan pada Gambar 3. pengaruh konsentrasi D2EHPA sangat berpengaruh terhadap efisiensi ekstraksi Y. Pada proses ekstraksi memakai umpan larutan konsentrat LTJ senotim dengan berbagai konsentrasi D2EHPA dalam dodekan diperoleh kondisi optimum (molaritas asam nitrat 1 M) yaitu menggunakan FO = 30% D2EHPA dalam dodekan, perbandingan FO : FA = 1 : 1, dan waktu ekstraksi = 15 menit. Pada kondisi ini hampir semua itrium (Y) yang ada dalam larutan umpan dapat terekstrak dengan nilai efisiensi 98,61% ke dalam fasa organik. Dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Palakornorn, dkk. (2015), pemisahan dan pemurnian Y pada penelitian ekstraksi-*stripping* Y, Dy, Gd, La, Ce, Nd hasil olah pasir senotim ini relatif lebih baik dibandingkan pada pemisahan Y, Gd, Sm, Nd, Pr, La dari larutan LTJ nitrat memakai TBP dalam kerosen. Hasil yang optimum dicapai menggunakan 50% TBP dalam kerosen. Koefisien distribusi (Kd) Y tertinggi diperoleh sekitar 11 dengan nilai efisiensi atau recovery Y sekitar 90,90% [11].

Sesuai dengan fenomena yang dijelaskan oleh Sato, 1984, hal ini disebabkan karena pembentukan kompleks itrium dengan D2EHPA lebih kuat pada konsentrasi asam rendah karena pada keasaman yang rendah terjadi reaksi pertukaran ion [9].



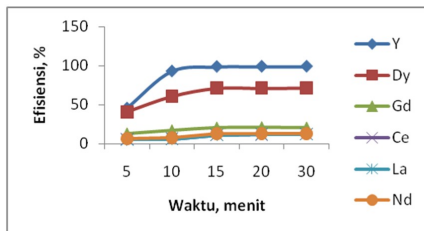
dimana :

HX adalah D2EHPA

Dari hasil yang disajikan tersebut di atas pada pemisahan itrium memakai D2EHPA relatif baik dikerjakan dengan teknik ekstraksi cair-cair memakai suasana asam nitrat pada keasaman rendah (1 M).

b. Pengaruh waktu ekstraksi

Untuk mengetahui seberapa besar pengaruh variasi waktu pengadukan pada proses ekstraksi dapat dilihat pada Gambar 4, yaitu grafik hubungan antara waktu ekstraksi terhadap efisiensi itrium pada berbagai waktu ekstraksi: 5, 10, 15, 20, dan 30 menit. Waktu pengadukan pada proses ekstraksi sangat besar pengaruhnya, karena terjadi kontak antara fasa air dan fasa organik sampai distribusi logam tanah jarang mencapai kesetimbangan. Pada pengadukan kurang dari 10 menit relatif belum optimum, baru tercapai kondisi optimum pada saat pengadukan mulai 10 sampai 15 menit. Pada kondisi ini distribusi itrium(Y) mula-mula dalam fasa air kemudian terdistribusi membentuk kompleks dengan fasa organik D2EHPA relatif sudah maksimal. Jumlah asam nitrat sudah sebanding dengan banyaknya kompleks Y-D2EHPA. Perpindahan massa sudah stabil, telah tercapai keadaan seimbang, unsur logam tanah jarang dalam fasa air dan fase organik sudah tetap. Tampak seperti ditunjukkan pada Gambar 4. bahwa waktu yang optimum pengambilan itrium yang relatif baik diperoleh pada ekstraksi selama = 15 menit. Pada pengadukan di atas 15 menit relatif sudah stabil keadaan setimbang sudah tercapai. Pada kondisi ini hampir semua itrium (Y) yang ada dalam larutan umpan dapat terambil semua ke dalam fasa organik membentuk kompleks Y-D2EHPA, diperoleh nilai efisiensi Y = 98,61%, dengan sedikit pengotor Dy, Gd, La, Ce, dan Nd.

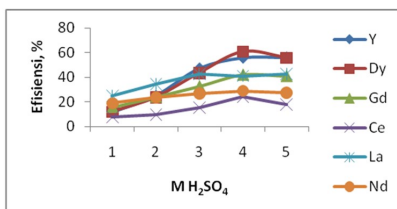


Gambar 4. Hubungan antara waktu pengadukan dengan efisiensi ekstraksi

Proses Stripping

a. Pengaruh molaritas asam sulfat

Umpan: itrium organik nitrat, rasio FO dan FA= 1 : 1, waktu pengadukan = 15 menit

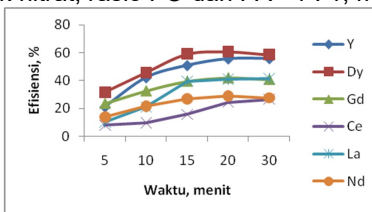


Gambar 5. Hubungan antara molaritas M H₂SO₄ dengan efisiensi stripping

Dari hasil yang ditunjukkan pada Gambar 5. di atas tampak bahwa proses *stripping* Y dari umpan Y-D2EHPA menggunakan asam sulfat dapat dilihat bahwa pengaruh molaritas asam sulfat sangat besar terhadap efisien Y. Semakin tinggi konsentrasi asam sulfat, itrium yang terambil kembali ke dalam fasa air semakin banyak. Hasil maksimal diperoleh pada konsentrasi asam sulfat 4 M. Kondisi optimum dipilih pada molaritas asam sulfat 4 M karena relatif hasil efisiensi/rekoveri *stripping* Y hampir sama dengan 5 M sehingga tidak begitu signifikan dan cenderung stabil. Pada konsentrasi asam sulfat diatas 5 M semakin pekat dan tidak menguntungkan. Hal ini tidak dilakukan mengingat D2EHPA adalah ekstraktan organik ini dapat rusak pada keasaman yang tinggi dan tidak dapat dipakai kembali untuk proses ekstraksi.

B. Pengaruh waktu pengadukan

Umpan: itrium organik nitrat, rasio FO dan FA= 1 : 1, molaritas asam sulfat = 4 M.



Gambar 6. Hubungan antara waktu pengadukan dengan efisiensi stripping

Dari hasil percobaan *stripping* diperoleh data *counting* analisis LTJ menggunakan alat pendar sinar – X, kemudian digunakan untuk menghitung kadar Y, Dy, Gd, Ce, La, dan Nd dalam fasa air. Pengaruh waktu pengadukan terhadap efisiensi atau rekoveri Y pada proses *stripping* itrium organik nitrat memakai asam sulfat juga sangat besar, seperti ditunjukkan pada Gambar 6. Semakin lama waktu *stripping* maka itrium yang terambil semakin besar. Hasil optimum diperoleh pada waktu pengadukan selama 20 menit. Diatas waktu ini relatif sudah stabil, karena sudah tercapai keadaan setimbang. Efisiensi atau rekoveri *stripping* Y pada kondisi ini (optimum) yaitu 56,32% dengan pengotor Dy, yaitu 198 ppm, sedang Gd, Ce, La, dan Nd dibawah 100 ppm.

KESIMPULAN

Proses ekstraksi – *stripping* Y, Dy, Gd, La, Ce, Nd dari hasil olah pasir senotim telah dilakukan memakai umpan media nitrat. Parameter yang dikerjakan pada ekstraksi yaitu molaritas asam nitrat, konsentrasi D2EHPA dalam dodekan, dan waktu pengadukan. Dari

hasil penelitian diperoleh efisiensi ekstraksi Y sebesar 98,51% pada kondisi optimum yaitu molaritas asam nitrat 1 M, konsentrasi 30% D2EHPA dalam dodekan, dan waktu pengadukan selama 15 menit. Parameter pada proses *stripping* yaitu: molaritas asam sulfat dan waktu *stripping*. Dari hasil penelitian diperoleh efisiensi *stripping* Y sebesar 56,32% pada kondisi optimum yaitu molaritas asam sulfat 4 M dan waktu pengadukan selama 20 menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada manajemen PSTA – BATAN yang telah memberi dana, fasilitas untuk penelitian dan Sdr. Bambang, EHB, Mulyono, Purwoto, dan R. Sudibyo yang telah membantu dalam penelitian ini. Tidak lupa kami juga mengucapkan terima kasih kepada korektor, panitia, dan editor.

DAFTAR PUSTAKA

1. KOLTUN P. AND THARUMARAJAH A., "Life Cycle Impact of Rare Earth Elements", Hindawi Publishing Corporation ISRN Metallurgy Vol. 2014, Article ID 907536,(2014).
2. XIE F., ZHANG T. A., DREISINGER D., DOYLE, F., "A Critical Review on Solvent Extraction of Rare Earths from Aqueous Solutions", Minerals Engineering 56 (2014) 10 – 28.
3. BIYANTORO D., "Teknologi Pemisahan Itrium dari Pasir Senotim Untuk Industri", Orasi Pengukuhan Profesor Riset, Bidang Kimia dan Teknologi Proses Bahan BATAN, Yogyakarta, (2008).
4. HEFA Reare Earth Canada Co. Ltd, Rere Earth Product by Element, <http://www.baotou-rareearth.com/>
5. HURST C., "China's Rare Earth Elements Industry : What Can The West Learn?", Institute for the Analysis of Global Security (IAGS), March (2010).
6. GUPTA C.K. dan KRISHNAMURTH Y. N., Extactive Metallurgy of Rare Earths, CRC Press, ISBN 0-415-33340-7, (2005).
7. AMIN A., "Pemisahan Unsur Samarium dan Ytrium dari Mineral Tanah Jarang dengan Teknik Membran Cair Berpndukung (Supported Liquid Membrane)", Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan, Vol. 7, No. 1, hal. 15 – 23, (2009).
8. JORDENS A. , CHENG Y. P., WATERS K. E., "A Review aof the Beneficiation of Rare Earth Element Bearing Minerals", J Elsevier, Mineral Engineering, Volume 41, (2013).
9. SATO, "The Extraction of Uranium (IV), Yttrium(III), and Lantanum(III) from Hydrochloric Solution by Acid Organophosphorus Compounds", Proceeding of the International Symposium on of the International Symposium on Actinide/Lanthanide Separation, Honolulu,USA (1984).
10. GUIRGUIS L. A., EI SHEIKH R., FARAG N. M., ELSAYED M. A., HAGAG M. S., "Solvent Leaching of Total Rare Earth Elements from PhosphateRocks From Abu-Tartur Plateau, International Journal of Advanced Research, Volume 2, 467-479, Egypt, (2013).
11. SATUSINPRASERT, P., SUWANMANEE, U., AND RATTANAPHRA, "Separation of Light and Middle-Heavy Rare Earth from Nitrate Medium by Liquid-Liquid Extraction, Kaesetsart J. (Nat. Sci.) 49: 155-163, (2015).
12. BIYANTORO D., BASUKI K. T., DAN SUYANTI, Uji Kinerja Asam Nitrat, Asam, Sulfat, dan Asam Oksalat dalam Stripping Itrium dari Y-D2EHPA, Prosiding Pertemuan dan Presentas Ilmiah – Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir, Yogyakarta, (2013).
13. SINGH H., VIJAYALAKSHMI R. AND ANITHA M., "Separation of High Putity Rare Earth Elements for Nuclear Applications", Journal Rare Earth Dev. Material Group, BARC, New Delhi, (2008).
14. BAHTI H. B., MULYASIH Y., ANGGRAENI A., "Extraction and Chromatographic Studies on Rare-Earth Elements (REEs) from their Minerals: the Prospect of REEs Production in Indonesia?", Proceeding of 2nd International Seminar on Chemistry 2011 (pp. 421-430), Jatinangor, 24 – 25 November (2011).