

## PEMBUATAN OKSIDA LOGAM TANAH JARANG DARI UMPAN HASIL DIJESTI PASIR SENOTIM DENGAN CARA PENGENDAPAN DAN KALSINASI

Murdani Soemarsono dan Dwi Biyantoro

P3TM – BATAN

### ABSTRAK

*PEMBUATAN OKSIDA LOGAM TANAH JARANG DARI UMPAN HASIL DIJESTI PASIR SENOTIM DENGAN CARA PENGENDAPAN DAN KALSINASI .Telah dilakukan penelitian pembuatan oksida LTJ memakai umpan hasil dijesti pasir senotim dengan cara pengendapan dan kalsinasi. Tujuan penelitian ini adalah untuk meningkatkan kadar unsur logam tanah jarang. Parameter yang dipelajari yaitu : pH pengendapan, waktu kalsinasi, dan suhu kalsinasi. Dari hasil pengendapan dan kalsinasi diperoleh data kondisi optimum yaitu pada pH = 1,5, waktu kalsinasi = 1 –2 jam, dan suhu kalsinasi = 1000 – 1100 °C. Pada kondisi ini diperoleh kadar unsur logam tanah jarang sebagai berikut : Y = 36,48 %, La = 3,36%, Ce = 5,89%, Nd = 2,25%, Gd = 1,58%, dan Sm = 0,72%.*

### ABSTRACT

*PRODUCTION OF RARE EARTH OXIDE FROM DIGESTION OF XENOTIME SAND BY PRECIPITATION AND CALCINATION. The production of rare earth oxide using feed of xenotime sand digestion by precipitation and calcination has been done. The purpose of the research is to increase the concentration of rare earth element. Parameter studied were pH of precipitation, time of calcination, and temperature of calcination. From the results of precipitation and calcination was obtained. The optimum condition data namely pH = 1.5, time of calcination = 1 – 2 hours, and temperature of calcination = 1000 – 1100 °C. At those condition the rare earth element concentration gained were as follow : Y = 36.48 %, La = 3.36%, Ce = 5.89%, Nd = 2.25%, Gd = 1.58%, dan Sm = 0.72%.*

### PENDAHULUAN

Unsur unsur tanah jarang (rare earth element) banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri seperti industri metalurgi baja, laser, elektronik, optik, super konduktor, magnet, tabung warna TV, dan lain lain. Unsur ini banyak terkandung dalam pasir senotim yang merupakan hasil samping dari penambangan PT Timah di pulau Bangka, Singkep dan Belitung. Pasir senotim memiliki dua arti penting yang dapat mendatangkan keuntungan sekaligus sebagai mata dagangan strategis dalam arti pengamanan kebutuhan Nasional akan thorium sebagai bahan bakar untuk reaktor suhu tinggi. Sebagai bahan strategis yang sangat berguna untuk pengembangan material baru, karena mempunyai sifat yang unik yang sangat menguntungkan. Logam tanah jarang secara keseluruhan merupakan bahan yang komersial dan bernilai ekonomi tinggi.

Itrium (Y) banyak dijumpai dalam pasir xenotim, dan banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri seperti baja, laser,

tabung warna TV, magnet dan keramik. Lantanum (La) dan serium (Ce) banyak dipakai dalam industri metalurgi. Neodimium (Nd) banyak dipakai dalam industr magnet. Gadolinium (Gd) dan samarium (Sm) dipakai di bidang industri nuklir karena mempunyai penampang serapan neutron yang besar.

Secara umum dapat dikatakan bahwa penelitian logam tanah jarang harus dilakukan karena LTJ merupakan bahan yang strategis, sukar diperoleh dan kegunaannya sangat banyak bagi industri pada umumnya, misalnya beberapa unsur tanah jarang mempunyai tampang lintang serapan neutron yang cukup besar seperti Dy, Sm dan Gd. Unsur unsur ini dalam bidang nuklir dapat digunakan sebagai bahan pembuat batang kendali nuklir.

Secara lengkap unsur tanah jarang terdiri dari : Lantanum (La), Serium (Ce), Praseodinium (Pr), Neodimium (Nd), Promethium (Pm), Samarium (Sm), Europium (Eu), Gadolinium (Gd), Terbium (Tb), Dysprosium (Dy), Holmium (Ho), Erbium (Er),

Tulium (Tm), Iterbium (Yb), Lutesium (Lu) dan ditambah dua unsur lagi yaitu Itrium (Y) dan Scandium (Sc).

Pasir senotim adalah senyawa logam tanah jarang fosfat (Y,LtJ) PO<sub>4</sub> atau sering pula ditulis sebagai YPO<sub>4</sub> dalam bentuk struktur kristal tetragonal dengan kadar itrium ( Y ) = ± 20 %. Total kadar campuran logam tanah jarang berkisar antara 55% sampai 70% LTJ<sub>2</sub> O<sub>3</sub> kadar individual logam tanah jarang didalam konsentrat dapat ditentukan dengan optikal spektrometer, netron analisis dan lain lain. Pengotor pengotor yang sering terikat dalam pasir senotim yaitu : Al, Fe, Mg, Si, Ti, dan Zr .

Untuk mendapatkan logam tanah jarang dengan kemurnian tinggi perlu dilakukan proses pemurnian dengan langkah langkah proses yaitu : dijesti pasir senotim, pengenceran, filtrasi, pengendapan, kristalisasi, dijesti bertingkat dan pelarutan.

Proses dijesti, pengenceran dan filtrasi dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor-pengotor tersebut diatas. Unsur unsur pengotor ini tertinggal dalam endapan pada saat penyaringan dan filtrat yang diambil kaya akan unsur unsur logam tanah jarang yang terdapat dalam filtrat. Pada proses peningkatan konsentrat logam tanah jarang maka perlu memanfaatkan filtrat hasil dijesti H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan cara pengendapan. Pada pengendapan dengan amonia (NH<sub>4</sub>OH) diperlukan waktu pengendapan yang relatif baik agar RE yang terdapat didalam endapan diharapkan bisa diambil secara maksimum (konsentrasi tinggi).

Pada penelitian ini parameter yang diteliti adalah pH pengendapan, waktu kalsinasi dan suhu kalsinasi. Ketiga parameter tersebut sangat berpengaruh terhadap tingginya konsentrasi LTJ yang dihasilkan.

## TATA KERJA

### Bahan

Pasir senotim, H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> teknis (96 %), aquadest, NH<sub>4</sub>OH, asam oksalat, kertas saring, standar torium dan logam tanah jarang.

### Alat

Ayakan, magnetik stirer, timbangan analitik, peralatan gelas, almari asam, corong, kertas saring, pH meter (Beckman), alat pendar sinar X, oven, furnace, beker glas berbagai ukuran, dan gelas arloji.

## Cara kerja

1. Pasir senotim berat 100 gram dengan ukuran 200 – 325 mesh dimasukkan ke dalam gelas piala 1000 mL, kemudian didijesti dengan ditambah asam sulfat pekat sebanyak 200 mL.
2. Campuran dipanaskan sampai suhu 210 °C dengan pemanas listrik dan diaduk dengan magnetik stirer (pengaduk magnet) selama 5 jam.
3. Hasil dijesti kemudian diencerkan dengan air es sampai volume menjadi 5000 mL dan dilanjutkan dengan penyaringan, diperoleh filtrat dan endapan.
4. Kemudian diambil 500 mL filtrat untuk proses pengendapan secara selektif, dengan cara ditambah amonia pada pH 1,5. Filtrat hasil penyaringan dilanjutkan diendapkan pada pH = 2,5. Filtrat hasil penyaringan yang terakhir diendapkan pada pH = 7, kemudian dilakukan pemisahan antara endapan dan filtrat.
5. Filtrat dan endapan masing-masing percobaan tersebut di atas dianalisis memakai alat pendar sinar – X.
6. Pengendapan serentak dilakukan dengan cara diambil 100 ml filtrat hasil dijesti diendapkan pada pH 2,5 kemudian ditambah asam oksalat (30 gram). Endapan kemudian dipanaskan pada suhu 100 °C.
7. Endapan masing masing metode pengendapan dikeringkan pada suhu 100 °C, lalu dikalsinasi dalam furnace pada suhu 900 °C selama satu jam.
8. Endapan yang telah dikalsinasi ditimbang masing masing sebanyak 0,5 gram dimasukkan kedalam kontainer ditambah genteng soka 5,5 gram (pengenceran 12 kali) lalu dimasukkan kedalam shaker dikocok sampai homogen. Setelah 15 menit pengocokkan dihentikan. Endapan lalu ditimbang masing masing 5 gram masukan dalam container yang dibawahnya telah ditutup dengan spex film untuk di analisis.
9. Masing masing filtrat 5 mL, lalu dimasukkan kedalam kontainer dan ditutup dengan spex film, selanjutnya filtrat dianalisis dengan alat pendar sinar – X.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Pengaruh pH pengendapan selektif

Data hasil percobaan pada pengendapan selektif yang diperoleh dipakai untuk mengevaluasi kadar unsur torium (Th) dan logam tanah jarang Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm dalam

filtrat dan endapan. Endapan yang diperoleh pada berbagai pH kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C. Endapan kering disimpan dalam

eksikator. Hasil perhitungan data analisis ditunjukkan dalam Tabel 1.

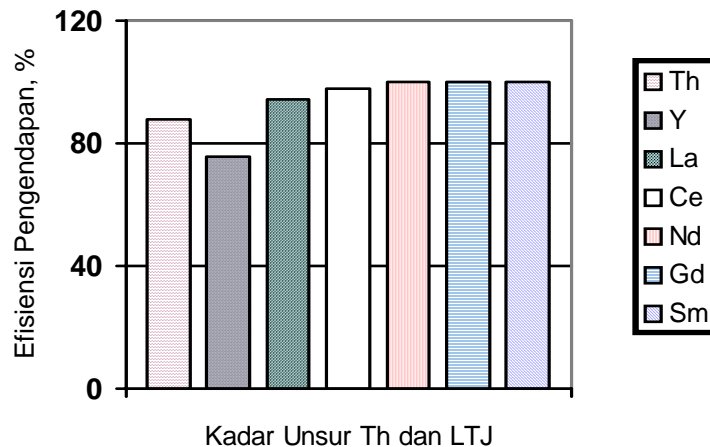
**Tabel 1. Kadar unsur LTJ dengan pengendapan selektif pada berbagai pH**

pH	Kadar LTJ dalam filtrat, ppm						
	Th	Y	La	Ce	Nd	Gd	Sm
Umpan	302,15	5428,08	990,02	804,96	243,69	290,82	519,96
1,5	69,71	1330,70	56,41	17,75	0,00	0,00	0,00
2,5	36,98	14,70	17,91	0,00	0,00	0,00	0,00
7	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

*Keterangan : Umpan filtrat hasil dijesti*

Dari data Tabel 1 tampak bahwa pada pH 7 kandungan unsur torium dan logam tanah jarang (LTJ) dalam filtrat sudah tidak terdeteksi. Hasil pengendapan dengan amonia terbanyak diperoleh pada pH 1,5. Dari data dalam Tabel 1, kemudian

dipakai untuk menghitung efisien pengendapan torium dan unsur logam tanah jarang (Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm). Hasil ditunjukkan dalam Gambar 1.



**Gambar 1. Hubungan antara efisiensi pengendapan Th dan unsur LTJ pada PH = 1,5**

Pada Gambar 1 di atas tampak bahwa pada pH 1,5 hampir semua unsur mengendap di atas 75%. Hal ini disebabkan karena terbentuk endapan torium hidroksida =  $\text{Th}(\text{OH})_4$  dan

$\text{LTJ}(\text{OH})_3$  paling banyak. Analisis endapan hasil pengeringan pada pH 1,5 kadarnya dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2. Pengaruh pH pada kadar LTJ hasil pengendapan dan pengeringan suhu 100 °C**

pH	Kadar endapan LTJ, %							Berat, g
	Th	Y	La	Ce	Nd	Gd	Sm	
1,5	2,46	23,34	1,86	3,68	1,38	1,12	0,21	15,150
2,5	0,16	21,06	0,72	0,12	0,11	0,37	0,11	2,227
7,0	0,21	0,22	0,00	0,00	0,00	0,18	0,00	0,043

*Keterangan : Volume filtrat hasil dijesti = 500 mL*

#### B. Pengaruh pengendapan serentak

Pengendapan serentak dilakukan dengan cara yaitu filtrat hasil dijesti diendapkan dengan

amonia pada pH 2,5 dan ditambah asam oksalat. Percobaan ini dimaksudkan untuk mengetahui seberapa besar hasil pengendapan yang diperoleh

tanpa perlakuan variasi pH, dengan cara larutan umpan diendapkan pada pH 2,5, dan ditambah dengan asam oksalat. Data hasil percobaan yang diperoleh dipakai untuk mengevaluasi kadar unsur torium (Th) dan logam tanah jarang Y, La,

Ce, Nd, Gd, dan Sm dalam filtrat dan endapan. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C. Endapan kering disimpan dalam eksikator. Hasil ditunjukkan dalam Tabel 3.

**Tabel 3. Pengendapan serentak pakai amonia pH = 2,5 & asam oksalat.**

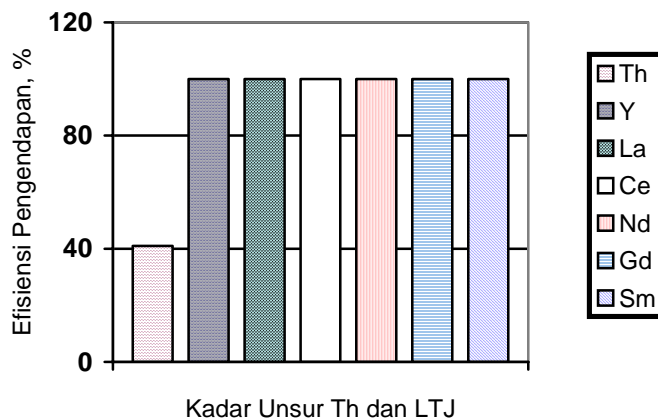
pH	Kadar LTJ dalam filtrat, ppm						
	Th	Y	La	Ce	Nd	Gd	Eu
Umpan	302,15	5428,08	990,02	804,96	243,69	290,82	519,96
2,5 & as oksalat	175,96	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

*Keterangan : Volume umpan filtrat hasil dijesti = 100 ml*

Dari data Tabel 3 tampak bahwa dengan percobaan ini hampir semua LTJ mengendap semua kecuali torium. Hal ini tampak bahwa pengaruh asam oksalat yang dapat menyebabkan semua unsur logam tanah jarang mengendap. Torium tidak mengendap semua mungkin asam oksalat yang ditambahkan terserap semua untuk mengendapkan LTJ, sehingga untuk mengendapkan torium perlu asam oksalat lebih yang banyak. Dari data dalam Tabel 3, kemudian

dipakai untuk menghitung efisien pengendapan torium dan unsur logam tanah jarang (Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm). Hasil ditunjukkan dalam Gambar 2.

Pada Gambar 2 tampak bahwa semua unsur LTJ mengendap. Hasil analisis endapan hasil pengeringan pada pH 2,5 dan asam oksalat dilihat pada Tabel 4 di bawah ini.



**Gambar 2. Hubungan antara efisiensi pengendapan Th dan unsur LTJ pada pH 2,5 dan asam oksalat**

**Tabel 4. Kadar endapan LTJ hasil pengeringan suhu 100 °C**

pH	Kadar endapan LTJ, %							Berat, g
	Th	Y	La	Ce	Nd	Gd	Sm	
2,5 + as oksalat	3,36	36,30	2,58	5,28	1,92	1,22	0,24	2,277

*Keterangan : Volume umpan filtrat = 100 ml*

*Pengendapan pada pH 2,5 & penambahan asam oksalat 30 g*

Dari data yang ditunjukkan dalam tabel dan gambar di atas diketahui bahwa dengan penambahan amonia dan asam oksalat

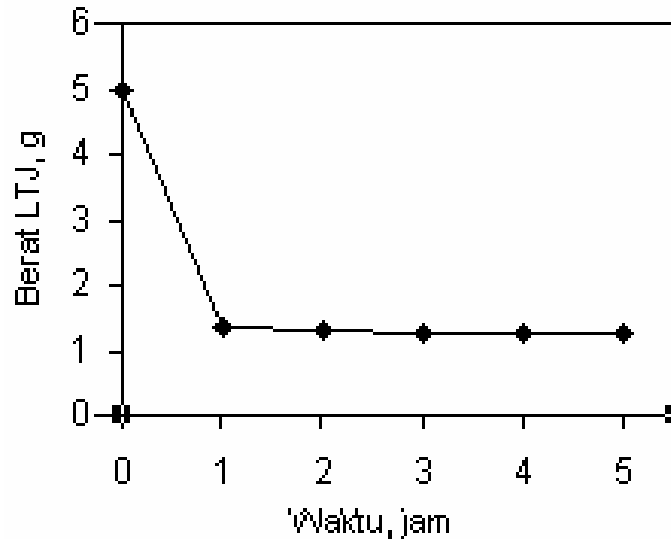
pengendapannya kurang selektif, hal ini disebabkan karena hampir semua LTJ mengendap semua.

Dari hasil penelitian ditunjukkan bahwa untuk mengendapkan torium dan unsur logam tanah jarang (Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm) relatif lebih baik menggunakan pengendapan selektif. Hal ini dikarenakan pada pengolah proses pemisahan berikutnya sebagai umpan konsentrat LTJ relatif kandungan pengotor toriumnya lebih sedikit.

### C. Pengaruh waktu kalsinasi

Pada percobaan kalsinasi umpan yang dipakai adalah endapan kering pada pengendapan dengan amonia pada pH = 1,5.

Penelitian yang dikerjakan adalah mempelajari pengaruh waktu kalsinasi pada suhu yang tetap 900 °C terhadap hasil yang diperoleh. Percobaan dilakukan dengan variasi pada berbagai waktu : 1 jam, 2, 3, 4, dan 5 jam dalam furnace. Hasil endapan pada setiap waktu percobaan yang diteliti beratnya ditimbang kemudian di analisis. Data hasil percobaan yang diperoleh dipakai untuk mengevaluasi kadar unsur torium (Th) dan LTJ (Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm) hasil kalsinasi. Hasil penimbangan berat Th dan LTJ ditunjukkan pada Gambar 3 dan perhitungan data analisis ditunjukkan dalam Tabel 5.



Gambar 3. Hubungan antara waktu kalsinasi vs berat LTJ

Tabel 5. Pengaruh waktu kalsinasi terhadap kadar endapan LTJ

Waktu, jam	Kadar endapan LTJ, %						
	Th	Y	La	Ce	Nd	Gd	Sm
1	3,38	25,32	2,96	5,47	1,96	1,32	0,37
2	3,40	27,12	2,92	5,53	1,91	1,38	0,48
3	3,72	28,80	2,99	5,51	1,98	1,42	0,65
4	3,85	29,52	3,11	5,45	2,09	1,41	0,66
5	3,85	30,48	3,26	5,89	2,25	1,56	0,72

Keterangan : pH pengendapan selektif = 1,5  
Berat awal = 5 gr  
Suhu = 900 °C

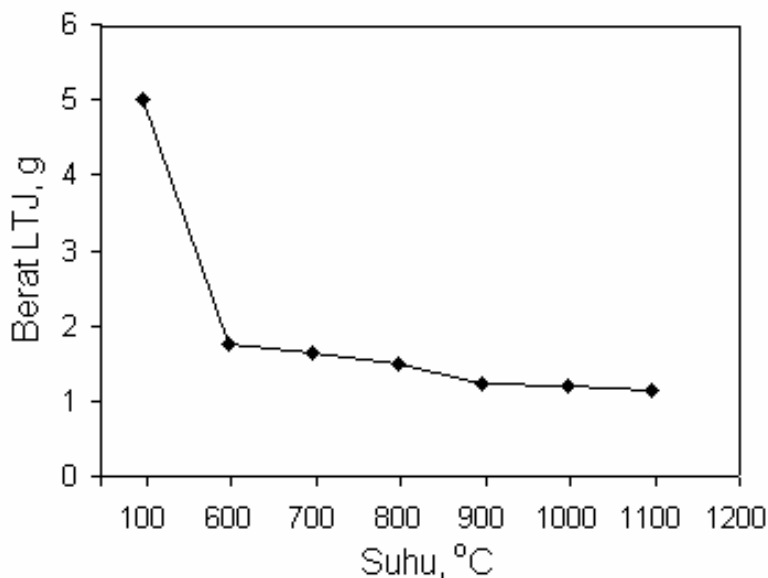
Dari Gambar 3 tampak bahwa waktu kalsinasi relatif sudah baik selama 1 – 2 jam. Pengurangan berat paling besar terjadi mulai jam ke 1, dimana berat awal semula 5 gram setelah dikalsinasi pada suhu 900 °C menjadi 1,364 gram. Setelah waktu kalsinasi di atas 2 jam beratnya relatif sudah hampir sama. Hal ini karena selama waktu kalsinasi beratnya relatif sudah konstan, mulai jam ke 2 berat sudah

tampak ajeg sudah tidak ada massa yang berkurang. Dengan semakin naiknya suhu kecenderungan komposisi kadar relatif tidak terlalu banyak berubah. Dibandingkan dengan komposisi kadar sebelum dikalsinasi tampak terjadi perubahan kenaikan kadar torium (Th) maupun kadar logam tanah jarang (Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm).

#### D. Pengaruh suhu kalsinasi

Pada percobaan kalsinasi umpan yang dipakai adalah endapan kering hasil pengendapan dengan amonia pada pH = 1,5. Penelitian yang dikerjakan adalah mempelajari pengaruh suhu kalsinasi selama waktu diambil tetap yaitu 2 jam. Percobaan dilakukan dengan variasi pada berbagai suhu : 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C. Hasil

endapan pada setiap waktu percobaan yang diteliti beratnya ditimbang kemudian di analisis. Data hasil percobaan yang diperoleh dipakai untuk mengevaluasi kadar unsur torium (Th) dan LTJ (Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm) hasil kalsinasi. Hasil penimbangan berat Th dan LTJ ditunjukkan pada Gambar 4 dan perhitungan data analisis ditunjukkan dalam Tabel 6.



Gambar 4. Hubungan antara suhu kalsinasi vs berat LTJ

Tabel 6. Pengaruh suhu kalsinasi terhadap kadar endapan LTJ

Suhu, °C	Kadar endapan LTJ, %						
	Th	Y	La	Ce	Nd	Gd	Sm
600	2,28	25,11	1,81	4,48	0,48	0,82	0,44
700	2,91	26,05	1,93	4,51	0,77	0,91	0,47
800	3,80	26,82	2,41	4,91	0,94	1,01	0,57
900	3,40	27,12	2,92	5,53	1,91	1,38	0,48
1000	3,85	36,48	3,36	5,89	2,25	1,58	0,72
1100	3,34	36,47	3,48	5,48	2,15	1,83	0,73

Keterangan : pH pengendapan selektif = 1,5

Berat awal = 5 gr

Waktu = 1 – 2 jam

Dari Gambar 4 tampak bahwa suhu kalsinasi relatif paling baik yaitu pada suhu 1000 °C - 1100 °C. Pengurangan berat tampak nyata mulai suhu 600 °C, dimana berat awal semula 5 gram pada suhu pengeringan 100 °C setelah dikalsinasi terjadi pengurangan berat yang nyata. Di atas suhu 600 °C sampai 1000 °C penurunan berat agak kecil dan setelah suhu 1000 °C relatif sudah mulai konstan beratnya sudah hampir sama sudah tidak ada pengurangan massa. Dengan semakin naiknya suhu kecenderungan komposisi

kadar relatif tidak terlalu banyak berubah. Dibandingkan dengan komposisi kadar sebelum dikalsinasi tampak terjadi perubahan kenaikan kadar torium (Th) maupun kadar logam tanah jarang (Y, La, Ce, Nd, Gd, dan Sm).

#### KESIMPULAN

Pada pembuatan oksida logam tanah jarang dengan cara pengendapan dan kalsinasi diperoleh hasil sebagai berikut :

- Pada pengendapan selektif hanya memakai amonia pada pH = 1,5 diperoleh umpan kalsinasi relatif lebih baik dari pada memakai umpan pengendapan serentak memakai amonia dan asam oksalat.
- Hasil kalsinasi yang optimum diperoleh pada waktu = 1 – 2 jam dan suhu = 1000 – 1100 °C, diperoleh kadar LTJ sebagai berikut: Y = 36,48 % , La = 3,36% , Ce = 5,89 % , Nd = 2,25 % , Gd = 1,58 % dan Sm = 0,72 %.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. PRAKASH S., “*Advanced Chemistry of Rare Earth*”, S Chand & Co (PVT), New Delhi (1975).
2. WATSON. P. L., “Overview of The History Economics And Technology of The Rare Earths, And Their Potential”, E. I. Du Pont de Nemours & Company, pp 5-40, Rare Earth Horizons, Proceeding and Report of The Conference held at The National Measurement Laboratory, Lindfield, (1987)
3. DOUGLAS, DANIEL, AND ALEXANDER, “Concepts and Metal of Inorganik Chemistry, John Wiley and Sons, New York (1994).
4. DWI BIYANTORO, KRIS TRI BASUKI, R.SUBAGIONO.DAN MV PURWANI, ”Ekstraksi dan Stipping Itrium Dengan Membran Emulsi Span –80 dan DEHP “ Proseding Seminar Nasional ke 32 , temu Ilmiah Jaringan Kerjasama Kimia Indonesia , Yogyakarta , ( 2005 ).
5. PERRY’S, “Chemical Engineers Handbook”, edisi 7, (1997).
6. SCHWEITZER, P. A., “Handbook of Separation Technique for Chemical Engineers”, 2<sup>nd</sup> ed., McGraw-Hill Book Company, New York (1988)

#### TANYA JAWAB

*Tri Rusmanto*

- *Jelaskan kalau suhu kurang/lebih 100 – 1100°C, apa pengaruhnya?*
- *Apa kegunaan logam-logam jarang yang didapat, pada industri apa?*

**Murdani Soemarsono**

- Suhu kalsinasi LTJ diperoleh pada suhu 1000 – 1100°C didapat endapan Y = 36,47 – 36,48%. Kalau suhu kurang dari 1000 – 1100°C, maka kadar LTJ Y antara 25% - 26% <<< 36,48%.
- Kegunaan LTJ di industri : industri metalurgi, baja, laser, elektronik, optik, super konduktor, magnet, tabung TV.

*Tunjung Indrati*

- *Berdasarkan judulnya adalah Peningkatan LJTI, tetapi di kesimpulan tidak ada data peningkatan tersebut mencapai berapa %, mohon penjelasan!*
- *Berapa tingkat kemurnian LJTI?*

**Murdani Soemarsono**

- Judulnya bukan peningkatan LJTI, tetapi pembuatan oksida logam tanah jarang dari umpan hasil dijesti pasir sinotim dengan cara pengendapan dan kalsinasi. Peningkatan hasil LJTI dapat dilihat pada pH 1,5. Hasil Y adalah 36,48% dan pada pH 2,5 sampai dengan pH 7, hasilnya lebih kecil.
- Tingkat kemurnian LJTI dicapai pada suhu kalsinasi 1000 – 1100°C dan waktu kalsinasi 1 – 2 jam dengan tingkat kemurnian LJTI Y = 36,48%, La = 5,8%, Nd = 2,25%, Gd = 1,58% dan Sn = 0,72%.