

Ekstraksi Itrium Dalam Konsentrat Logam Tanah Jarang Dari Pasir Senotim

Johny Wahyuadi Soedarsono¹, A.N. Bintarti² dan Bambang EHB²

¹Departemen Teknik Metalurgi dan Material - FTUI

²P3TM BATAN Yogyakarta

e mail : jwsono@metal.ui.ac.id

Abstrak

Ekstraksi itrium dalam konsentrat logam tanah jarang dari pasir senotim. Telah dilakukan proses ekstraksi terhadap konsentrat itrium (Y) dari pasir senotim memakai pelarut tributyl fosfat (TBP). Konsentrat diekstraksi dengan variasi pemakaian TBP dari 20 – 100 % (% vol.), waktu ekstraksi dari 10 – 60 menit dan penambahan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dalam umpan dari 2 – 15 gr/ 10 ml, diperoleh koefisien distribusi (Kd) itrium 16,53 dan faktor pisah (α) Y-Gd = 2,44 dan Y-Dy = 1,4.

Kata kunci: Ekstraksi, logam tanah jarang, senotim dan tributyl fosfat

Abstract

Extraction of yttrium in the rare earth concentrate of xenotime sand. Solvent extraction to yttrium (Y) concentrate from xenotime sand with tributyl phosphate (TBP) had been done. The concentrate was extracted using TBP with variants from 20 –100 % (% vol.). The extraction time varies from 10 – 60 minutes and addition of $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ in the feed was 2 – 15 gr / 10 ml., the result show that distribution coefficient was (Kd) yttrium 16.53 and separation factor (α) Y-Gd = 2.44 and Y-Dy = 1.4.

Keywords: Extraction, rareearth, xenotime and tributyl phosphate.

1. Pendahuluan

Pasir senotim sebagai hasil samping tambang timah mengandung unsur terbanyak adalah logam tanah jarang seperti itrium (Y), lanthanum (La), dysprosium (Dy), serium (Ce), gadolinium (Gd), thorium (Th), Neodinium (Nd), dan samarium (Sm). Melalui perlakuan awal yaitu dilakukan dijesti dan pelarutan terhadap pasir, yang kemudian dilanjutkan dengan pengendapan dengan sulfat rangkap diharapkan terjadi pemisahan antara kelompok seria dan itria, kelompok seria ada dalam endapan sedangkan kelompok itria ada dalam filtrat. Filtrat diendapkan dengan NH_4OH dan dilanjutkan dengan penambahan $\text{NaOH} \pm 70\%$ pada suhu 140°C selama 5 jam, untuk menghilangkan senyawa fosfat yang masih terikat dalam kelompok itria. Selanjutnya dilakukan pencucian hasil dijesti ini dengan air panas

dan endapannya dilarutkan dengan HNO_3 encer dan diendapkan lagi dengan NH_4OH dan diambil endapan diatas pH 6,5. Endapan inilah yang kemudian dipakai sebagai umpan ekstraksi.

Di Indonesia persediaan pasir senotim cukup banyak sekitar 100.000 ton dan kenyataannya unsur logam tanah jarang yang terkandung di dalamnya antara lain itrium (Y) sekitar 19%, gadolinium (Gd) dan Dysprosium (Dy) masing- masing sekitar 1-2%, sangat diperlukan diberbagai bidang industri. Kegunaan unsur logam tanah jarang antara lain itrium untuk industri metalurgi, magnet, keramik, gelas, optik, laser, superkonduktor dan elektronik. Sedangkan untuk Dy, Sm dan Gd yang mempunyai tampang serapan neutron tinggi biasa digunakan sebagai batang kendali reaktor nuklir [1].

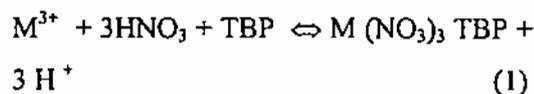
Kesulitan dalam mendapatkan logam tanah jarang (LTJ) adalah proses pemisahannya karena LTJ memiliki sifat fisis dan kimia yang hampir mirip. Ekstraksi adalah salah satu cara pemisahan yang mempunyai beberapa kelebihan jika dibandingkan dengan cara lain baik dari segi proses, waktu lebih cepat dan peralatan yang lebih sederhana [2].

Untuk menandai besarnya proses pemisahan baik pada ekstraksi dinyatakan dengan koefisien distribusi (Kd) yaitu perbandingan antara konsentrasi LTJ terlarut yang berpindah dalam proses terhadap konsentrasi LTJ yang masih tinggal dalam fasa awal sesudah proses berlangsung. Makin besar harga Kd berarti makin besar pula solut yang dapat dipisahkan dari unsur lain yang terikat dan sering dinyatakan dengan faktor pisah (α). Faktor pisah adalah perbandingan Kd LTJ terhadap Kd unsur lain yang terikat. Dan untuk melihat dengan cara lain besarnya LTJ yang terambil, sering dinyatakan dengan % "recovery" atau efisiensi yaitu perbandingan LTJ yang terambil terhadap banyaknya LTJ mula-mula dinyatakan dalam %.

Banyak penelitian mengenai ekstraksi logam tanah jarang (LTJ) antara lain Johny Wahyuadi Soedarsono dkk [3]. mengamati ekstraksi itrium menggunakan ekstrak HTP-benzen, Soedarsono J., dkk [4]. menggunakan ekstrak makro molekul Calixaren didapat complex $L_2(LTJ)M$, Preston J.S. dkk⁵ menggunakan D2EHPA memisahkan LTJ yang berat (heavy rare earth / HRE) dan ringan (light rare earth / LRE), demikian pula Vijayalakshmi R., dkk⁶ memisahkan HRE dan LRE melalui pengendapan Thorium dengan *digestion* asam sulfat dari pasir senotim.

Pada penelitian ini digunakan ekstrak lain yaitu tributil fosfat (TBP) dalam media asam nitrat (HNO_3) dengan beberapa variabel antara lain pelarut, waktu pengadukan dan pemakaian garam $Ca(NO_3)_2$. Pada proses ekstraksi dengan, maka jika M^{3+} adalah ion LTJ, maka

persamaan ekstraksinya adalah sebagai berikut [7]:



$$K_d = \frac{[M(NO_3)_3 \cdot TBP]}{[M^{3+}]} \quad (2)$$

Percobaan

Bahan dan peralatan

Bahan yang digunakan adalah konsentrat itrium (19 %/wt %) dari pasir senotim, HNO_3 , garam $Ca(NO_3)_2$, aquades, TBP dan kerosin. Sedangkan peralatan yang digunakan adalah peralatan gelas, *magnetic stirrer*, neraca analitik dan alat pendar sinar X.

2. Metoda.

Ekstraksi cuplikan konsentrat itrium dalam media HNO_3 yang mengandung Y, Gd dan Dy yang mana itrium merupakan unsur terbesar dari unsur yang lain.

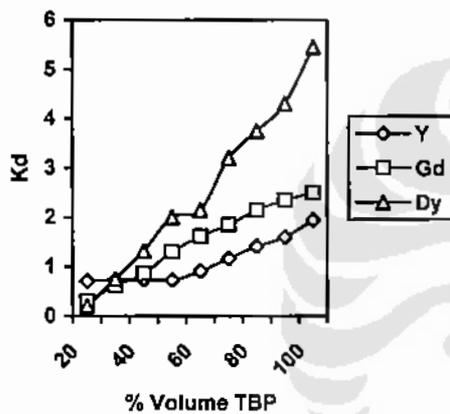
1. Variasi pemakaian TBP dari 20 – 100 % dalam pengencer kerosin. 10 ml larutan umpan dalam HNO_3 4 M ditambahkan $Ca(NO_3)_2$ 3 gram diekstraksi dengan 10 ml pelarut TBP diaduk selama 20 menit, ditunggu beberapa saat sampai keadaan setimbang kemudian dipisahkan fasa air dan fasa organik. Umpan dan fasa air dianalisis.
2. Variasi waktu pengadukan. Pekerjaan No. 1 diulangi untuk variasi pengadukan 10 sampai 60 menit dengan %TBP yang memberikan hasil ekstraksi yang relatif baik untuk itrium dari percobaan No.1.
3. Variasi pemakaian garam $Ca(NO_3)_2$. Pekerjaan No. 1 diulangi untuk variasi pemakaian garam $Ca(NO_3)_2$ dari 2 gram sampai 15 gram dalam 10 ml larutan umpan.

3. Hasil dan Pembahasan

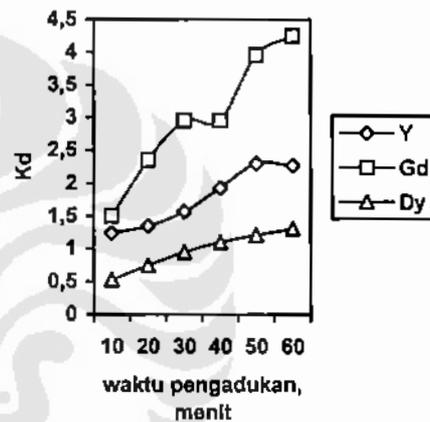
Dalam proses ekstraksi akan terbentuk kompleks LTJ dengan TBP sehingga jumlah

TBP yang digunakan semakin naik, maka jumlah LTJ yang bisa diekstraksi juga akan bertambah yang ditandai dengan naiknya harga koefisien distribusi (K_d) dan faktor pisah (α). Untuk pemakaian TBP yang lebih besar dari 70% terbukti memberikan harga-harga K_d untuk itrium semakin naik, sedangkan faktor pisah (α) itrium terhadap unsur yang lain relatif tetap, hal ini menunjukkan bahwa dengan TBP yang berlebihan maka unsur-unsur LTJ yang lain juga semakin banyak terekstraksi, maka pemisahan itrium dari unsur lain tidak tercapai, sehingga dipilih kondisi yang memberikan faktor pemisahan itrium terhadap unsur-unsur lain yang relatif tinggi pada 70 % volume.

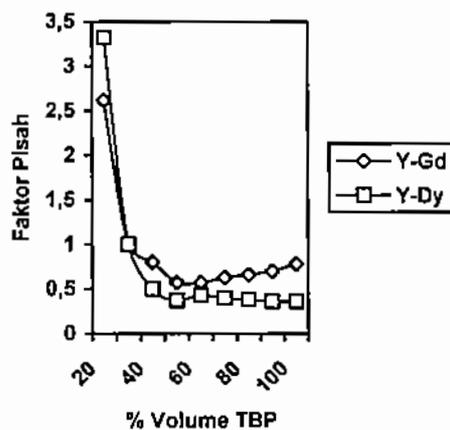
Waktu pengadukan yang cukup perlu diberikan supaya kesempatan kontak kedua fasa yang tidak saling melarutkan bisa berjalan lebih efektif sehingga perpindahan LTJ dari fasa air ke fasa organik bisa mencapai optimum. Semakin lama waktu yang diberikan, hasil ekstraksi cenderung mengalami kenaikan sampai suatu keadaan dimana penambahan waktu yang memberikan tidak memberikan kenaikan hasil yang berarti dan ini terjadi kira-kira pada waktu pengadukan 50 menit. Hal ini bisa dilihat dari Gambar 3 dan Gambar 4 yaitu dari pengamatan besarnya K_d itrium dan faktor pisah itrium terhadap unsur lain yang terikut.



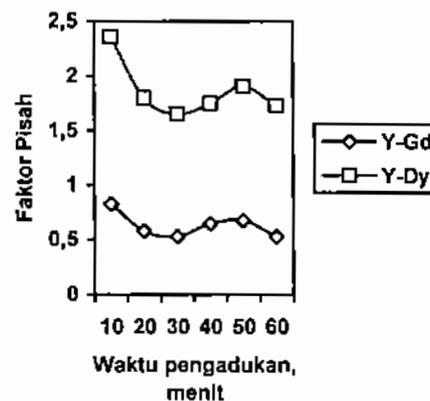
Gambar 1. Hubungan % Volume TBP Terhadap Koefisien Distribusi (K_d)



Gambar 3. Hubungan Waktu Pengadukan Terhadap Koefisien Distribusi (K_d)

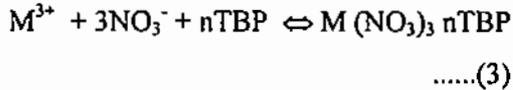


Gambar 2. Hubungan % Volume TBP Terhadap Faktor Pisah (α)



Gambar 4. Hubungan Waktu Pengadukan Terhadap Faktor Pisah (α)

Dari Gambar 5 dan 6 bisa diamati bahwa semakin naik jumlah pemakaian garam, maka unsur-unsur yang terambil masuk ke fasa organik semakin bertambah. Garam $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ akan menyumbang ion nitrat dalam larutan sehingga lebih mendorong unsur LTJ masuk ke fasa organik karena terbentuknya kompleks :



Terbentuknya kompleks dengan TBP berbanding langsung dengan konsentrasi nitrat pangkat tiga.

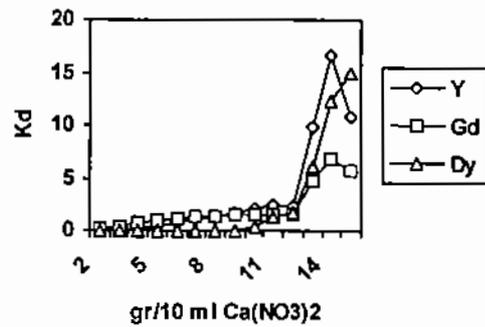
$$\text{M}(\text{NO}_3)_3 \cdot \text{TBP} = K [\text{M}^{3+} \text{ f.air}][\text{NO}_3^- \text{ f. air}]^3 [\text{TBP f.Org}]^n \quad (4)$$

Koefisien distribusi (Kd) merupakan besaran yang dapat menandai besarnya proses pemisahan solut yaitu itrium pada ekstraksi.

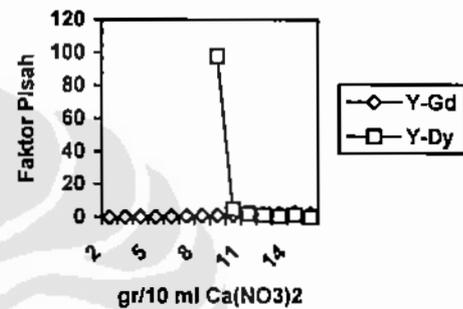
$$Kd = \frac{[\text{itrium}] \text{ f. organik}}{[\text{itrium}] \text{ f. air}} \quad (5)$$

Adanya ion NO_3^- menyebabkan hasil ekstraksi meningkat, dapat dilihat dari harga Kd. Penambahan ion NO_3^- juga akan memperbanyak ion H^+ yang akan menyebabkan reaksi (3) bergeser ke kiri, kearah reaktan sehingga hasil menurun. Untuk mengatasi hal ini dilakukan lewat penambahan garam nitrat yaitu $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ yang akan menyokong dua ion NO_3^- , tanpa menambah ion H^+ dan akan menyebabkan peningkatan kekuatan ionik.

Penambahan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ menyebabkan koefisien distribusi unsur meningkat, karena kekuatan ionik (μ) dalam umpan meningkat. Meningkatnya kekuatan ionik tersebut menyebabkan turunnya koefisien aktivitas ion logam (γM^{n+}). Hal ini akan meningkatkan konsentrasi logam M^{3+} dalam fasa air sehingga menyebabkan reaksi bergeser kekanan ke arah hasil. Untuk pemakaian garam yang lebih banyak akan memberikan Kd dan α lebih besar, tetapi perlu waktu yang lebih lama untuk melarutkan garam di dalam fasa air.



Gambar 5. Hubungan Pemakaian $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ Terhadap Koefisien Distribusi (Kd)



Gambar 6. Hubungan Pemakaian $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ Terhadap Faktor Pisah (α)

4. Kesimpulan

Ekstraksi itrium dari unsur LTJ lain yang terikut di dalam konsentrat itrium hasil pengolahan pasir senotim yaitu ekstraksi memakai pelarut 70 % volume TBP, waktu pengadukan 50 menit dan pemakaian $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dalam umpan 14 gr /10 ml memberikan harga koefisien distribusi (Kd) 16,53 dan faktor pisah (α) Y-Gd = 2,44 dan Y-Dy = 1,4.

Peningkatan volume TBP sampai 70 % volume akan meningkatkan Kd, namun menurunkan faktor pisah (α), fenomena yang sama didapat akibat pengaruh pengadukan. Demikian juga peningkatan penambahan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ akan meningkatkan koefisien distribusi Kd dan menurunkan faktor pisah (α).

Daftar Acuan

- [1]. Bambang EHB, Pengkayaan Yttrium dengan pengendapan hidroksida, Prosiding PPI-PPNY 1992.
- [2]. Sukarsono, Setyo Sulardi., Koefisien Perpindahan Massa Ekstraksi Uranil Nitrat dalam Tangki Berpengaduk., Prosiding PPI PDIPTN, Yogyakarta , 5-7 Mei 1986.
- [3]. Johny Wahyuadi Soedarsono, Bambang E.H.B., "Pemisahan Unsur Itrium Dari konsentrat Logam Tanah Jarang Dalam Pasir Senotim", Jurnal Teknologi Edisi Khusus No. 3, Tahun XVIII, Oktober 2004, ISSN 0215-1685.
- [4]. Soedarsono J., Hagege A., Burgard M., Asfari Z., Vicens J., " Liquid-liquid Extraction of Rare Earth Metals Using 25,27-Dicarboxy-26,28-Dimethoxy-5,11,17,23-Tetra-tert-Butylcalif[4]arene", Berichte Der Bunsen-Gesellschaft Physical Chemistry, Vol 100, No.4, 1996.
- [5]. Preston J.S., A.C. du Preez, Cole P.,M., Fox M.H., " The Recovery of rare Erath Oxides From A Phosphoric Acid By-Product. Part 3. The Separation Of The Middle and Light Rare Earth Fractions and The Preparation of Pure Europium Oxide", Hydrometallurgy, 14, 131-149, 1996.
- [6]. Vijayalakshmi R., Mishra S.,L., Singh H., Gupta C.,K., "Processing of Xenotime Concentrate by Sulphuric Acid Digestion and Selective Thorium Precipitation For Separation of Rare Earths, Hydrometallurgy, 61, 75-80, 2001.
- [7]. Hanson.C., Recent advanced in Liquid-liquid Extraction., Pergamon. Press, Oxford. (1971).