

PEMISAHAN UNSUR TANAH JARANG DARI SENOTIM DENGAN METODE PENGENDAPAN MELALUI DESTRUKSI MENGGUNAKAN AKUA REGIA

Titin Sofyatin, Diana Hendrati, Uji Pratomo

Departemen Kimia-Fmipa, Universitas Padjadjaran
Jurusan Kimia-FMIPA-Universitas Padjadjaran
Jl.Raya Bandung-Sumedang Km 21- Jatinangor
e-mail: sofyatintitin @yahoo.co.id

Abstrak

Senotim merupakan salah satu mineral yang ketersediaannya di Indonesia sangat melimpah sebagai hasil samping pertambangan timah. Senotim memiliki nilai ekonomi tinggi karena kandungan unsur-unsur tanah jarang (UTJ) di dalamnya banyak dibutuhkan dalam perkembangan teknologi. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi UTJ yang terkandung dalam pasir senotim melalui proses destruksi dengan pelarut akua regia, memisahkan UTJ dari unsur-unsur non UTJ melalui pengendapan dengan ammonium hidroksida dan asam oksalat, serta kalsinasi pada suhu 1000°C selama 2 jam untuk mendapatkan UTJ oksida. Analisis kandungan UTJ oksida secara kualitatif dan kuantitatif dilakukan dengan X- Ray Fluoresensi (XRF). Hasil penelitian awal menunjukkan pasir senotim mengandung 11 jenis UTJ dengan kemurnian UTJ sebesar 34,98%. Setelah proses destruksi dengan akua regia dan pemisahan UTJ melalui proses pengendapan, hasil analisis XRF menunjukkan adanya 14 jenis UTJ dengan kemurnian sebesar 84,35 %.

Kata kunci: Akua regia, Senotim, Unsur Tanah Jarang (UTJ), XRF

PENDAHULUAN

UTJ merupakan unsur yang sangat langka atau keterdapatannya di alam sangat sedikit. UTJ tidak pernah ditemukan sebagai unsur bebas di lapisan bumi tapi biasanya ditemukan dalam bentuk mineralnya. Bastnasite, monazite, dan xenotime adalah tiga mineral yang paling penting secara ekonomi dari 200 mineral yang diketahui mengandung UTJ (Christie *et al.*, 1998).

UTJ banyak terdapat di beberapa wilayah Indonesia, terutama di kepulauan Bangka, Belitung, dan Singkep. Unsur-unsur tersebut banyak terkandung dalam pasir senotim dan monasit yang merupakan hasil samping dari penambangan timah oleh PT Tambang Timah yang masih belum banyak dimanfaatkan (Basuki, 2003).

Senotim adalah senyawa tanah jarang fosfat dalam bentuk struktur kristal tetragonal dengan kadar itrium (Y) \pm 20%. Total kadar campuran UTJ berkisar antara 55-70%. Pengotor-pengotor yang sering terikat dalam pasir senotim yaitu Al, Fe, Mg, Si, Ti, dan Zr (Wasito & Biyantoro, 2005).

Penelitian mengenai pemisahan UTJ oksida dari pasir senotim di Indonesia telah dilakukan sebelumnya oleh Wasito dan Biyantoro (tahun 2009). Pasir senotim didekomposisi (didestruksi) dengan asam sulfat dan diendapkan dengan ammonium hidroksida dan asam oksalat. Kelebihan destruksi dengan pelarut asam adalah suhu yang digunakan tidak melebihi titik didih pelarutnya dan umumnya karbon lebih cepat hancur. Menurut Ridha (2005) selain asam sulfat masih ada beberapa asam lain yang dapat digunakan untuk mendekomposisi sampel batuan seperti asam klorida dan asam nitrat. Asam nitrat merupakan oksidator kuat namun memerlukan asam lain dalam meningkatkan sifat oksidatornya. Sedangkan untuk asam klorida juga membutuhkan asam lain untuk membantu melarutkan sampel batuan.

Berdasarkan latar belakang di atas maka pada penelitian ini akan dikaji mengenai pemisahan UTJ oksida dari pasir senotim dengan metode pengendapan melalui dekomposisi menggunakan pelarut akua regia yaitu campuran asam klorida dan asam nitrat pekat (3:1) untuk meningkatkan sifat

oksidator dari campuran pelarut tersebut sehingga diharapkan proses dekomposisi menjadi lebih baik.

DAN METODA

Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi XRF *Thermo Electron* USA, neraca analitis, pH-meter Mettler Toledo, reflux, *heating metal*, *hot plate*, oven, tanur, dan alat-alat gelas lain yang ada di laboratorium.

Bahan penelitian

Bahan baku yang digunakan adalah pasir senotim dari PT Timah Indonesia.

Bahan kimia

Akuades, ammonium hidroksida 25%, asam klorida 37%, asam klorida 0,2 M, asam nitrat 65%, asam oksalat 3%, asam peroksida 3%, asam tartarat 50%, dan kalium klorida 0,2 M.

Prosedur Penelitian

Analisis awal pasir senotim

Sampel berupa pasir senotim yang berasal dari PT. Timah (Persero) Tbk dilakukan analisis mineral awal dengan menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan UTJ yang terdapat dalam sampel tersebut.

Destruksi pasir senotim dengan akua regia

Sebanyak 20 gram pasir senotim ukuran 450 mesh dimasukkan ke dalam labu refluks, ditambah 40 mL akua regia, dan dipanaskan suhu 110-250°C hingga uap nitrogennya habis. Campuran reaksi kemudiannya ditambah akua regia encer (120 mL akua regia dan akuades perbandingan 1:3) dipanaskan hingga mendidih, ditambah lagi 100 mL akuades dan dipanaskan kembali hingga mendidih. *Slurry* hasil dekomposisi kemudian disaring dengan penyaring *Buchner* dan dibilas dengan akuades panas sehingga diperoleh filtratnya.

Isolasi campuran UTJ

Ke dalam filtrat hasil destruksi ditambahkan 50 mL larutan hidrogen peroksida 3% dan ammonium hidroksida 25% hingga terbentuk endapan. Endapan lalu disaring dengan penyaring *Buchner*, dibilas dengan akuades panas, dan dikeringkan dalam oven

pada suhu 100°C selama 1 jam. Selanjutnya endapan dilarutkan dengan 100 mL asam klorida (1:1), ditambah 4 mL asam tartarat 50% dan *buffer* pH 2. Ke dalam campuran larutan lalu ditambah ammonium hidroksida 25% hingga mencapai kisaran pH 1,2–2,0 dan 1 gram asam oksalat, dipanaskan pada suhu 60-80°C selama 1 jam sambil diaduk, dibiarkan pada suhu kamar. Endapan yang mengandung UTJ kemudian disaring dengan penyaring *Buchner*, dicuci dengan asam oksalat 3%, dan dikeringkan dalam oven suhu 100°C selama 1 jam. Endapan yang telah kering dikalsinasi dalam tanur pada suhu 1000°C selama 2 jam. UTJ oksida hasil kalsinasi dianalisis menggunakan XRF.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis mineral awal pasir senotim perlu dilakukan untuk mengetahui komposisi dan persen kandungan komposisi awal dari setiap matrik yang terdapat dalam sampel senotim. Tujuannya adalah sebagai perbandingan terhadap hasil pemisahan dengan harapan komposisi UTJ semakin meningkat sedangkan komposisi non UTJ menurun. Sampel senotim yang digerus dan dihaluskan dengan ayakan 450 mesh dianalisis dengan alat XRF. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1.

Preparasi Sampel Senotim

Senotim digerus, kemudian diayak menggunakan ayakan ukuran 450 mesh dengan tujuan untuk menghomogenkan ukuran senotim dan memperbesar luas permukaan agar dapat terdestruksi secara optimal. Ukuran senotim ini sangat menentukan dalam proses destruksi. Semakin kecil ukuran senotim, semakin luas permukaan senotim sehingga unsur tanah jarang yang terdestruksi semakin banyak.

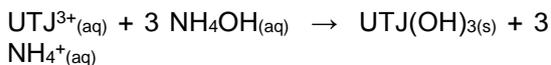
Destruksi merupakan proses pelarutan atau peleburan unsur-unsur yang terdapat dalam sampel. Destruksi dapat dilakukan dalam pelarut asam atau basa. Keuntungan destruksi dengan pelarut asam yaitu suhu yang digunakan tidak melebihi pelarutnya dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur dibandingkan dengan destruksi basa. Pada penelitian ini digunakan pelarut Akua regia yang merupakan campuran asam klorida pekat dengan asam nitrat pekat (3 : 1). Akua regia dapat melarutkan berbagai jenis logam. Sifatnya sangat efektif untuk membersihkan logam sehingga dapat

mengurangi pengaruh matriks yang dapat mengganggu pada saat pengukuran.

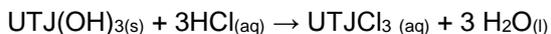
Proses destruksi dilakukan dengan merefluks sebanyak 20 gram senotim ukuran 350 mesh dengan 40 mL akua regia pada suhu 110°-250°C hingga uap nitrogen habis. Akua regia memecah struktur kristal pada senotim dan mengendapkan logam-logam yang bersifat *refractories* seperti besi (Fe), tembaga (Cu) dan krom (Cr) sehingga tidak mengganggu pada proses pengukuran.

Hasil destruksi berupa endapan dan filtrat, UTJ berada dalam filtrat sedangkan endapan yang berupa residu merupakan unsur pengotor seperti silikat, zirkon dan garam-garam yang sukar larut. Penambahan hidrogen peroksida ke dalam filtrat hasil destruksi bertujuan untuk mengoptimalkan jumlah kelarutan UTJ. Hidrogen peroksida berfungsi sebagai reduktor untuk mereduksi Ce dan Pr yang memiliki dua valensi yaitu +3 dan +4. Ion valensi +3 mudah larut dan bereaksi cepat dengan asam klorida.

Penambahan amonium hidroksida sampai netral bertujuan untuk memisahkan UTJ dengan non UTJ-hidroksida:



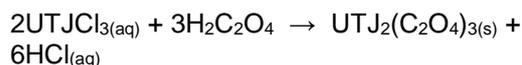
Endapan UTJ hidroksida yang terbentuk berupa gelatin berwarna coklat disaring dengan penyaring Buchner, dicuci dengan air panas untuk menghilangkan pengotor yang terlarut seperti sulfat dan fosfat yang menempel pada endapan. Endapan dikeringkan dalam oven suhu 100°C untuk menghilangkan kelebihan ion NH_4^+ . Penambahan asam klorida (1:1) bertujuan untuk melarutkan pengotor juga unsur non UTJ seperti Pb dan Ag yang terkandung dalam endapan sehingga dihasilkan UTJ klorida:



Asam tartrat ditambahkan sebagai masking agent yang membentuk kompleks yang larut dengan unsur-unsur transisi seperti besi (Fe), tembaga (Cu), Nikel (Ni), kromium (Cr), timah (Sn), dan arsen (As) agar tidak bereaksi dengan zat lain. UTJ

selanjutnya diendapkan sebagai hidroksidanya dengan ammonium hidroksida 25% pada pH 2

Penambahan asam oksalat ke dalam larutan hasil pengendapan UTJ hidroksida bertujuan untuk menyempurnakan pengendapan UTJ, sebab dimungkinkan masih ada unsur-unsur tanah jarang yang belum mengendap seluruhnya.



Endapan putih campuran UTJ setelah dikeringkan dalam oven suhu 100°C dikalsinasi dalam tanur suhu 1000°C selama 2 jam. Kalsinasi merupakan proses pemanasan zat padat sampai suhu di bawah titik leleh. Kalsinasi dilakukan untuk memperoleh bentuk oksida UTJ yang stabil.



KESIMPULAN

Pelarut Akua regia cukup efektif untuk mendekomposisi unsur tanah jarang dalam pasir senotim, dilihat dari hasil sebagai berikut:

1. Analisis awal mineral senotim sebelum destruksi menggunakan instrumen XRF menunjukkan adanya kandungan UTJ dan non UTJ, komposisi UTJ yang terkandung dalam mineral senotim sebanyak 11 jenis UTJ dengan kemurnian UTJ sebesar 34,98%.
2. Setelah proses destruksi dengan Akua regia dan pemisahan UTJ melalui proses pengendapan, hasil analisis, menunjukkan adanya 14 jenis UTJ dengan kemurnian sebesar 84,35 %.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada seluruh pihak baik secara personal maupun institusi yang turut membantu penelitian ini.

Tabel 1 : Hasil analisis awal senotim dengan XRF

No	Senyawa	Konsentrasi/ % b/b	No	Senyawa	Konsentrasi/ % b/b
1	Y ₂ O ₃ *	34,98	14	La ₂ O ₃	1,18
2	P ₂ O ₅	27,79	15	U ₃ O ₈	0,754
3	TiO ₂	6,33	16	SO ₃	0,42
4	Dy ₂ O ₃ *	3,46	17	Lu ₂ O ₃	0,339
5	Yb ₂ O ₃ *	3,06	18	Nb ₂ O ₅	0,301
6	SiO ₂	2,89	19	MgO	0,277
7	Fe ₂ O ₃	2,86	20	MnO	0,267
8	Er ₂ O ₃ *	2,75	21	Na ₂ O	0,23
9	CeO ₂ *	2,55	22	SnO ₂	0,223
10	Gd ₂ O ₃ *	2,31	23	Cr ₂ O ₃	0,2
11	Nd ₂ O ₃ *	1,49	24	Pr ₆ O ₁₁	0,181
12	Al ₂ O ₃	1,45	25	Ho ₂ O ₃	0,162
13	ThO ₂	1,28	26	ZrO ₂	0,153

*: Unsur Tanah Jarang

Tabel 2 : Hasil analisis akhir senotim dengan XRF

No	Senyawa	Konsentrasi/ % b/b	No	Senyawa	Konsentrasi/ % b/b
1	Y ₂ O ₃ *	29,82	16	Al ₂ O ₃	1,08
2	CeO ₂ *	15,67	17	Lu ₂ O ₃	0,756
3	La ₂ O ₃ *	8,57	18	Ho ₂ O ₃	0,491
4	P ₂ O ₅	5,28	19	Tb ₄ O ₇	0,408
5	Nd ₂ O ₃ *	9,55	20	MgO	0,396
6	Dy ₂ O ₃ *	3,50	21	Na ₂ O	0,319
7	Yb ₂ O ₃ *	3,41	22	Tm ₂ O ₃	0,249
8	Cl	3,18	23	CaO	0,17
9	Er ₂ O ₃ *	2,98	24	Nb ₂ O ₃	0,135
10	Gd ₂ O ₃ *	2,48	25	ThO ₂	0,13
11	Pr ₆ O ₁₁ *	2,24	26	SnO ₂	0,0826
12	Sm ₂ O ₃ *	1,86	27	U ₃ O ₈	0,0758
13	SiO ₂	1,81	28	MnO	0,619
14	Fe ₂ O ₃	1,27	29	SO ₃	0,0436
15	TiO ₂	1,15	30	K ₂ O	0,0316

* : Unsur Tanah Jarang

DAFTAR PUSTAKA

- Alex, P., Suri, A.K. & Gupta, C.K. 1998. Processing of xenotime concentrate. *Hydrometallurgy*. **50**; 331-338.
- Basuki, K.R.2003. Pemisahan Logam Jarang dan Logam Tanah Jarang untuk industri. *Batan*, Yogyakarta.
- Biyantoro,D. & Sumarsono, M. 2005. Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Umpan Hasil Dijesti Pasir Senotim dengan Cara Pengendapan danKalsinasi. Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi-BATAN. BATAN. Yogyakarta.

- Christie, T., B. Braithwaite & A. Tulloch. 1998. Rare Earth and Related Elements. Mineral Commodity Report. 17.
- Herlani, R., Muljono, Widiyati, S. dan Mujari. 2011. Pengaruh Logam Tanah Jarang Serium (Ce) dan Lantanum (La) Pada Analisis Torium dengan Metode Pendar Sinar-X. Batan. Yogyakarta.
- Suprpto, J.S.2009. Tinjauan tentang unsur tanah jarang, *Buletin Sumber Daya Geologi*, 4.1
- Vijayalakshmi, R.,Mishra, S.L, Singh, H & Gupta, C.K.2001. Proessing of xenotime concentrate by sulfuric acid digestion and selective thorium presipitation for separation of rare earth. *Hidrometallurgy* **62**;75-80.
- Wasito, B.& D. Biyantoro, 2009. Optimasi Proses Pembuatan Oksida logam Tanah Jarang.dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar X. *Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir*, Yogyakarta 677-686