



**SKRIPSI**

**ELEKTROLISIS HASIL DEKOMPOSISI PASIR  
BESI PASIRIAN LUMAJANG DENGAN  
ELEKTROLIT NATRIUM KLORIDA**

**RIZKY PRANANDA  
NRP 1410 100 005**

**Dosen Pembimbing  
Suprpto, Ph.D**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2014**



---

**FINAL PROJECT**

**ELECTROLYSIS OF PASIRIAN LUMAJANG IRON  
SAND DECOMPOSITION BY SODIUM CHLORIDE  
ELECTROLYTE**

**RIZKY PRANANDA  
NRP. 1410 100 005**

**Advisor Lecturer  
Suprpto, Ph.D**

**DEPARTEMENT OF CHEMISTRY  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
INSTITUTE OF TECHNOLOGY SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2014**

# ELEKTROLISIS HASIL DEKOMPOSISI PASIR BESI PASIRIAN LUMAJANG DENGAN ELEKTROLIT NATRIUM KLORIDA

**Nama Mahasiswa : Rizky Prananda**  
**NRP : 1410 100 005**  
**Jurusan : Kimia ITS**  
**Pembimbing : Suprpto, Ph.D.**

## **Abstrak**

Pelindian pasir besi dengan metode elektrolisis telah diteliti dengan menggunakan variasi beda potensial dan waktu elektrolisis. Elektrolisis dilakukan pada beda potensial 2, 4, 6 dan 8V. Waktu elektrolisis divariasikan pada 2, 4, 6 dan 8 jam. Sebelum dielektrolisis, pasir besi didekomposisi dengan NaOH pada suhu 600°C, dengan perbandingan 5 : 3 w/w. Hasil elektrolisis menunjukkan bahwa kadar titanium dalam endapan terbesar adalah 1,81% pada elektrolisis selama 8 jam dengan beda potensial 8 V. Sedangkan kadar besi dalam endapan terbesar adalah 2,27% pada elektrolisis selama 4 jam dengan beda potensial 8 V.

***Kata kunci:*** elektrolisis, pelindian, titanium, besi, beda potensial, waktu elektrolisis.

# **ELECTROLYSIS OF PASIRIAN LUMAJANG IRON SAND DECOMPOSITION BY SODIUM CHLORIDE ELECTROLYTE**

**Name: Rizky Prananda**

**NRP : 1410 100 005**

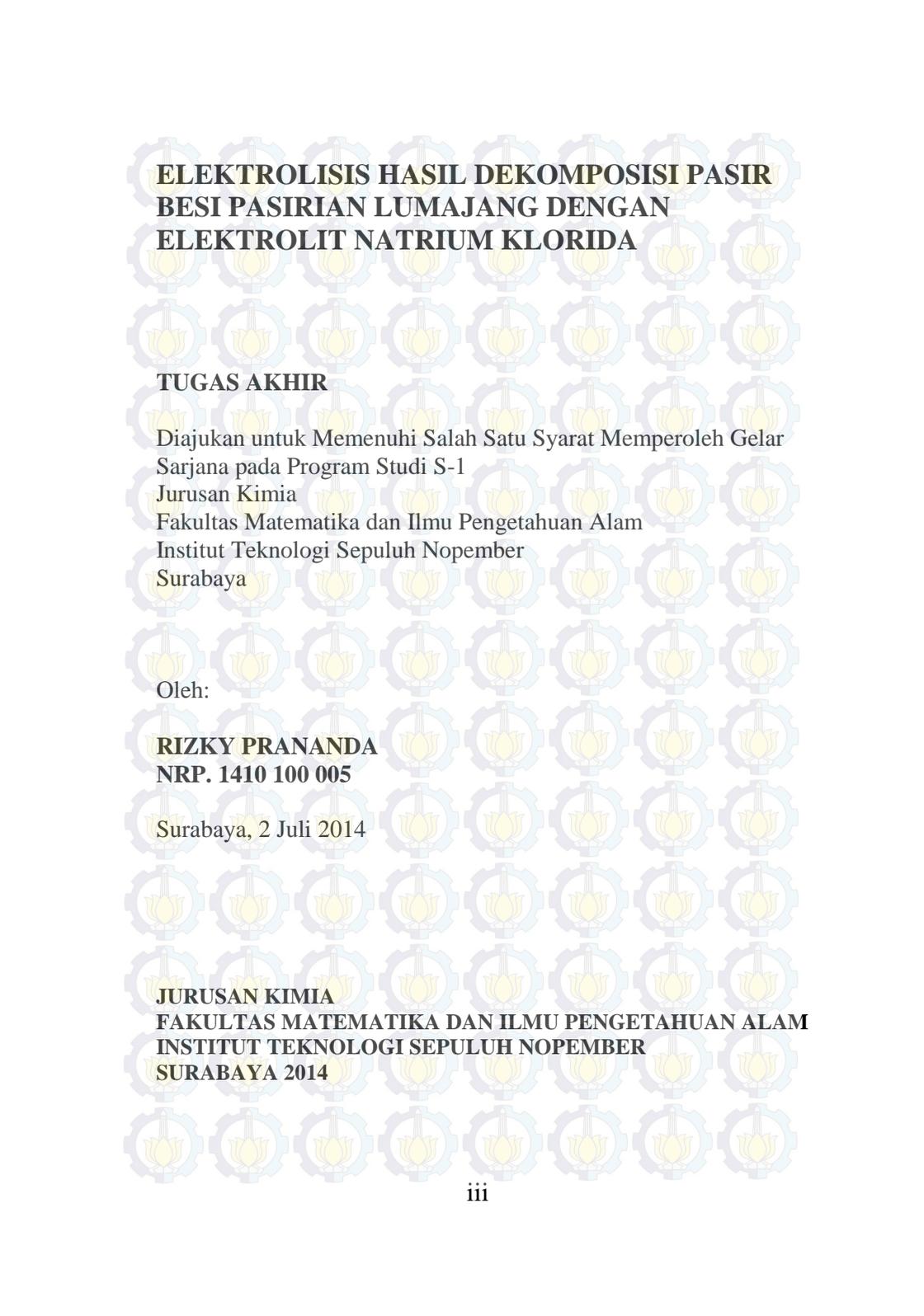
**Majors : Chemistry ITS**

**Supervisor : Suprpto , Ph.D.**

## **abstract**

Leaching of iron sand by electrolysis method had been investigated. The electrolysis were carried out at varied potential and time. The electrolysis was carried out at 2, 4, 6, 8 Volt. The electrolysis times were varied at 2, 4, 6, 8 hours. Iron sand was decomposed at 600°C prior to electrolysis. The iron sand and NaOH ratio were 5 : 3 w/w. The highest titanium content on precipitate was 1,81 % on electrolysis at 8 V for 8 hours. The highest iron content on precipitate was 2,27 % on electrolysis at 8 V for 4 hours.

**Keywords :** *electrolysis, titanium, iron, electric voltage, electrolysis time.*



**ELEKTROLISIS HASIL DEKOMPOSISI PASIR  
BESI PASIRIAN LUMAJANG DENGAN  
ELEKTROLIT NATRIUM KLORIDA**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana pada Program Studi S-1  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh:

**RIZKY PRANANDA  
NRP. 1410 100 005**

Surabaya, 2 Juli 2014

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2014**

# **ELEKTROLISIS HASIL DEKOMPOSISI PASIR BESI PASIRIAN LUMAJANG DENGAN ELEKTROLIT NATRIUM KLORIDA**

## **TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat.  
Memperoleh Gelar Sarjana pada  
Program Studi S-1 Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh:

**RIZKY PRANANDA**

**NRP. 1410 100 005**

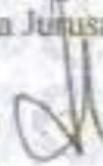
Surabaya, 2 Juli 2014

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing

  
Suprpto, Ph.D

NIP. 19720919 199802 1 001

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia

  
Hamzah Fansuri, M.Si., Ph.D

NIP. 19691017 199412 1 001

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhi yang berjudul ” **ELEKTROLISIS HASIL DEKOMPOSISI PASIR BESI PASIRIAN LUMAJANG DENGAN ELEKTROLIT NATRIUM KLORIDA**”

Dengan penuh kerendahan hati, penulis menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya, kepada :

1. Bapak Suprpto, Ph.D selaku dosen pembimbing.
2. Bapak Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku kepala laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik
3. Bapak Hamzah Fansuri selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA ITS atas segala fasilitas yang diberikan
4. Bapak Arif Fadlan selaku dosen wali saya atas segala bimbingannya.
5. Ibu, Bapak dan keluarga yang telah memberikan dukungan, motivasi dan do'a yang tulus selama proses pengerjaan tugas akhir.
6. Teman-teman C-28 yang telah memberikan dukungan dalam penyelesaian rancangan tugas akhir ini.
7. Pihak-pihak lain yang berkontribusi selama proses pengerjaan tugas akhir.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan tugas akhir ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun terhadap tugas akhir ini. Semoga tugas akhir ini bisa memberikan manfaat dan inspirasi bagi penulis dan pembaca.

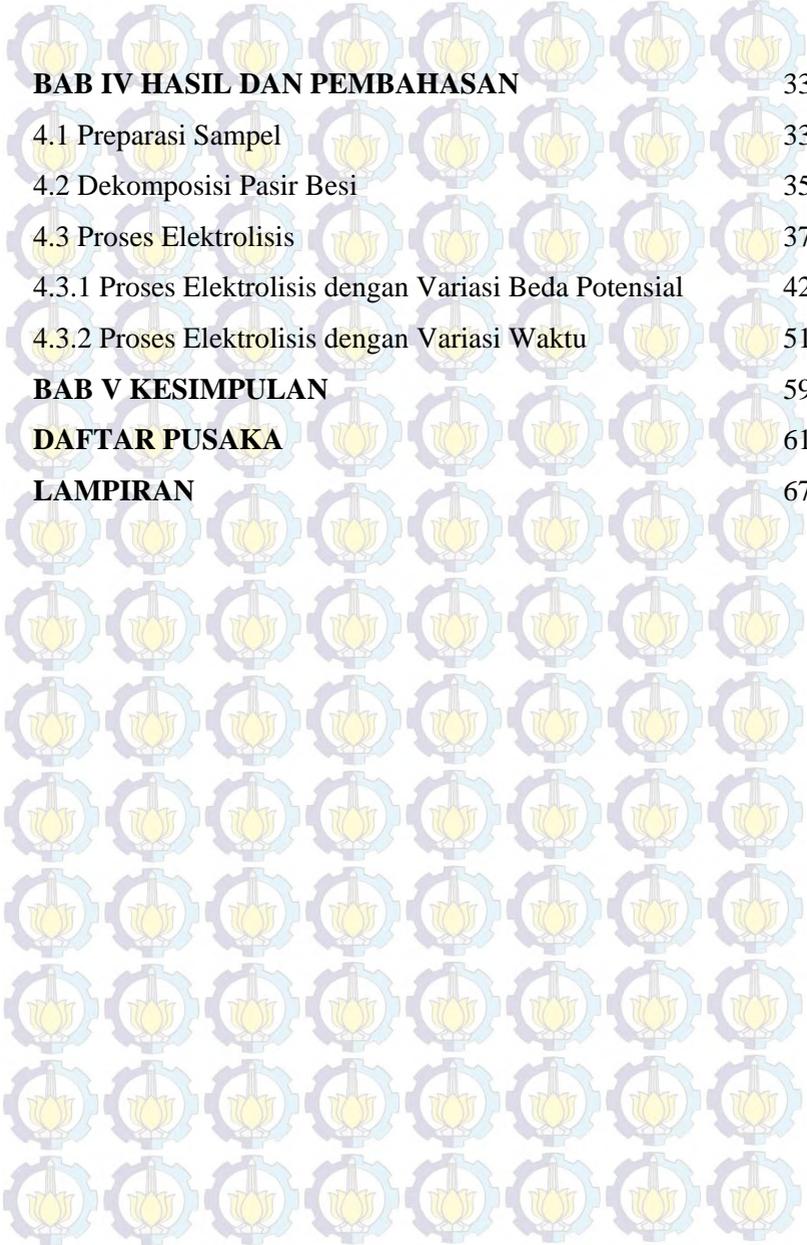
Surabaya, Juli 2014

Penulis.

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b>	iv
<b>ABSTRAK</b>	v
<b>KATA PENGANTAR</b>	vii
<b>DAFTAR ISI</b>	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	xi
<b>DAFTAR TABEL</b>	xiv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Mineral Titanium	5
2.2 Pasir Besi	6
2.2.1 Dekomposisi Pasir Besi	7
2.2.2 Rekoveri titanium di pasir besi	8
a. Proses Pirometalurgi	8
b. Proses Hidrometalurgi	9
c. Proses Elektrometalurgi	12
2.3 Elektrolisis	12

2.3.1	Elektrolit	13
2.3.2	Elektroda	14
2.3.3	Hukum Farraday	14
2.3.4	Elektroleaching	16
2.4	Analisa Titrasi Iodometri	18
2.5	Instrumentasi Analisis	19
2.5.1	XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> )	19
2.5.2	XRF ( <i>X-Ray Fluorescence</i> )	21
2.5.3	AAS ( <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> )	24
<b>BAB III METODOLOGI</b>		
3.1	Alat dan Bahan	27
3.2	Prosedur Kerja	27
3.2.1	Penentuan Komposisi Awal Pasir Besi	27
3.2.2	Dekomposisi Pasir Besi menggunakan NaOH	28
3.2.3	Pembuatan Larutan NaCl	28
3.2.4	Proses Elektrolisis	28
3.2.5	Penentuan Kadar Ti dan Fe Total	30
a.	Penentuan Kadar Fe menggunakan AAS	30
b.	Penentuan Kadar Ti menggunakan Titrasi	30
b.1.	Standarisasi Besi (III) Amonium Sulfat	30
b.2	Penentuan Kadar Ti dalam Endapan	31



<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	33
4.1 Preparasi Sampel	33
4.2 Dekomposisi Pasir Besi	35
4.3 Proses Elektrolisis	37
4.3.1 Proses Elektrolisis dengan Variasi Beda Potensial	42
4.3.2 Proses Elektrolisis dengan Variasi Waktu	51
<b>BAB V KESIMPULAN</b>	59
<b>DAFTAR PUSAKA</b>	61
<b>LAMPIRAN</b>	67

## DAFTAR GAMBAR

No. Gambar	Judul gambar	Halaman
2.1	Skema Kerja Alat XRD	20
2.2	Cara kerja Dasar Sistem XRF	23
2.3	Spektrum Hasil Analisis XRF	24
2.4	Sistem Alat AAS	25
3.1	Reaktor Sel Elektrolisis	29
4.1	Komposisi pasir besi Pasirian Lumajang setelah pemisahan magnetic	33
4.2	Spektra XRD Pasir besi Pasirian Lumajang dibandingkan dengan spectra magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )	34
4.3	Dekomposisi pasir besi dengan NaOH sebelum difurnace	36
4.4	Dekomposisi Pasir Besi dan NaOH Setelah difurnace	36
4.5	Cuplikan Hasil dekomposisi Setelah dilarutkan dengan Aquades	37
4.6	Kurva arus sebagai fungsi waktu pada elektrolisis dengan variasi waktu pada $V = 8V$	38
4.7	Kurva arus sebagai fungsi waktu pada elektrolisis dengan variasi beda potensial dant = 8 jam	38
4.8	Perbedaan Anolit dan Katolit pada saat proses elektrolisis berlangsung	40

4.9	Endapan hasil Elektrolisis	41
4.10	Spektra XRD Endapan hasil elektrolisis dibandingkan dengan NaCl	41
4.11	Pengaruh Beda Potensial terhadap pH anolit pada $t=8$ jam	43
4.12	Pengaruh Beda potensial terhadap pH Katolit pada waktu 8 Jam	43
4.13	Pengaruh Beda potensial terhadap kadar Ti dalam endapan pada $t = 8$ jam	46
4.14	Kurva kalibrasi standar Fe menggunakan AAS	48
4.15	Pengaruh beda potensial terhadap kadar Fe dalam endapan hasil elektrolisis pada $t=8$ jam	49
4.16	Pengaruh waktu terhadap pH anolit pada pada $V = 8$ Volt	52
4.17	Pengaruh waktu terhadap pH katolit pada $V = 8$ Volt	52
4.18	Pengaruh waktu elektrolisis terhadap kadar Ti dalam endapan pada elektrolisis pada $v = 8$ Volt	55
4.19	Pengaruh waktu elektrolisis terhadap kadar Fe dalam endapan elektrolisis pada $v = 8$ Volt	57



## DAFTAR TABEL

No. Tabel	Judul Tabel	Halaman
2.1	Kelimpahan Unsur Penyusun Kerak Bumi	5
2.2	Mineral Titanium dan Komposisi Kimianya	6
2.3	Proses Industri Untuk Ekstraksi $\text{TiO}_2$ dari Ilmenite	10
4.1	Perbandingan Spektra XRD pasir besi Pasirian Lumajang dengan $\text{Fe}_3\text{O}_4$	35
4.2	Massa Cuplikan Hasil dekomposisi yang ditimbang sesuai variasi beda potensial	42
4.3	Hasil pelindian titanium dalam pasir besi sesuai dengan variasi beda potensial	45
4.4	Hasil pelindian besi dalam pasir besi sesuai dengan variasi beda potensial	48
4.5	Massa Cuplikan hasil dekomposisi yang ditimbang sesuai variasi waktu	51
4.6	Hasil pelindian titanium dalam pasir besi sesuai dengan variasi waktu elektrolisis	54
4.7	Hasil pelindian besi dalam pasir besi sesuai dengan variasi waktu elektrolisis	56

# BAB 1 PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Pasir besi adalah endapan pasir yang mengandung partikel bijih besi (magnetit) yang terdapat di sepanjang pantai. Salah satu unsur penyusun pasir besi adalah titanium. Titanium merupakan logam yang mempunyai kelimpahan terbanyak kesembilan pada permukaan bumi (Zhang, 2011). Titanium mempunyai karakteristik yang keras, dapat ditempa, dapat dibentuk, mengkilap, dan tidak mudah terkorosi (Murty, 2007). Oleh karena itu, titanium dimanfaatkan untuk industri pesawat terbang, kapal, dan peluru (Murty, 2007 ; Zhang, 2011). Di alam, sebagian besar titanium terdapat dalam bentuk senyawa titanium seperti rutil dan anatase (keduanya dalam bentuk  $TiO_2$ ), ilmenit ( $FeTiO_3$ ), dan leukoksen (menyerupai rutil  $Fe_2Ti_3O_9$ ) (Murty, dkk, 2007). Ilmenit menyuplai 91% kebutuhan dunia terhadap mineral titanium, dan pada tahun 2009 produksi ilmenit dunia mencapai 5.19 juta meter tons (Gambogi, 2010).

Ekstraksi titanium dari pasir besi dapat dilakukan dengan memisahkan titanium dari pengotornya. Beberapa metode pemisahan titanium dalam batuan antara lain, metode pirometalurgi. Pirometalurgi merupakan metode pemurnian mineral titanium dengan cara pemanasan menggunakan agen pereduksi. Metode pirometalurgi meliputi reduksi parsial ilmenit dengan antrasit dalam tungku listrik untuk memperoleh besi tuang dan terak kaya titanium (Tsuchida, dkk., 1982), (Mohanty dan Smith, 1993), (Mackey, 1994) dan (Mahmoud dan Georges, 1997) atau dengan pelelehan menggunakan natrium sulfida atau hidroksida pada 600-700°C. Secara umum metode pirometalurgi memiliki beberapa kelemahan, antara lain membutuhkan biaya operasional yang besar, membutuhkan waktu percobaan yang lama karena terdiri dari tahapan proses yang banyak serta dapat menyebabkan pencemaran lingkungan (Ayata, 2005).

Metode yang kedua adalah metode hidrometalurgi. Metode hidrometalurgi merupakan suatu proses pengolahan logam dari batuan mineral dengan menggunakan pelarut cair sebagai pengekstraknya. Pada umumnya metode hidrometalurgi melibatkan suatu proses yang disebut pelindian (*leaching*.) (Habashi, 1985 ; Panda, 2000 ; Mahmoud, dkk, 2003). Pelarut yang biasa digunakan pada proses pelindian ilmenit adalah  $H_2SO_4$  (Li, dkk, 2008), HCl (Mahmoud, 2003), dan dekomposisi basa NaOH (Sari, 2013). Pada penelitian sebelumnya, rekoveri titanium dari ilmenit menggunakan proses hidrometalurgi dilakukan dengan menggunakan agen pelindi  $H_2SO_4$ . Pelindian dilakukan dengan penambahan asam sulfat pekat pada suhu 150-180°C, setelah itu ditambahkan potongan logam besi untuk mereduksi  $Fe^{3+}$  menjadi  $Fe^{2+}$  yang akan mengendap bersama  $TiO_2$ . Larutan tersebut kemudian dihidrolisis dan padatan yang dihasilkan dikalsinasi untuk menghasilkan  $TiO_2$  anhidrat (Mackey, 1994 ; Zhang, dkk, 2011). Berkovich (1975) juga melakukan penelitian serupa dengan agen pelindi berupa HCl. pelindian klorida mengoksidasi titanium menjadi titanium klorida yang larut dalam aquademin. Selanjutnya, larutan dihidrolisis, diendapkan, lalu dimurnikan dan dikalsinasi membentuk  $TiO_2$  dengan kadar kurang dari 99.5%.

Selain pelindian dengan asam, pelindian dengan basa juga sering digunakan dalam proses pelindian mineral titanium. Sari (2013) telah melakukan pelindian pasir besi menggunakan metode dekomposisi NaOH. Hasil dekomposisi ini menghasilkan natrium titanat dan besi oksida yang kemudian dihidrolisis menggunakan HCl 37%. Dengan metode ini titanium yang terekstrak cenderung rendah.

Pelindian asam mempunyai beberapa kelemahan diantaranya, membutuhkan reagen pereaksi dalam jumlah yang cukup banyak, membutuhkan biaya besar dan kapasitas produksi yang kecil dan membutuhkan bijih titanium dengan kadar titanium tinggi (Zhang, 2011). Oleh karena itu pada penelitian ini digunakan proses dekomposisi pasir besi dengan NaOH yang

dilanjutkan dengan proses elektrolisis. Elektrolit yang digunakan pada elektrolisis ini adalah NaCl, sedangkan elektroda yang digunakan adalah grafit. Mori dan Sobral (2007) telah melakukan penelitian serupa dengan batuan pyrite sebagai sampel. Mori dan Sobral menjelaskan bahwa pada proses elektrolisis, ion  $\text{Cl}^-$  yang berasal dari NaCl teroksidasi menjadi gas  $\text{Cl}_2$  pada anoda. Secara bersamaan, gas  $\text{Cl}_2$  yang terbentuk bereaksi dengan molekul  $\text{H}_2\text{O}$  sehingga membentuk asam hipoklorit ( $\text{HClO}$ ). Selanjutnya asam hipoklorit akan terdissosiasi membentuk ion klorit ( $\text{ClO}^-$ ) dan ion hydrogen ( $\text{H}^+$ ). Selanjutnya, ion  $\text{ClO}^-$  akan mengoksidasi Fe yang terdapat pada pyrite membentuk  $\text{Fe}^{3+}$ .

Zhang dan Nicol (2009) juga melakukan pelindian mineral logam menggunakan proses elektrolisis. Zhang dan Nicol (2009) menjelaskan bahwa pada proses pelindian menggunakan metode elektrolisis selain terdapat pengaruh ion klorida (Mori dan Sobral, 2007) juga terdapat pengaruh ion  $\text{H}^+$ . Pada penelitiannya, Zhang dan Nicol (2009) menggunakan ilmenite sebagai sampel. Ion  $\text{H}^+$  terbentuk dari proses oksidasi  $\text{H}_2\text{O}$  pada anoda. Pada potensial 0.5 V, ion  $\text{H}^+$  akan mengoksidasi  $\text{FeTiO}_3$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{TiO}^{2+}$  yang larut dalam larutan.

Proses elektrolisis dapat mengurangi penggunaan asam karena pada proses elektrolisis akan menghasilkan ion  $\text{H}^+$  dan gas  $\text{Cl}_2$  yang akan berperan menyerupai HCl. Sehingga ada kemungkinan logam-logam dalam pasir besi akan larut. Pada proses elektrolisis juga diharapkan dapat mengekstrak titanium dari bijih titanium dengan kadar titanium rendah. Pada penelitian digunakan pasir besi dari Pasirian, Lumajang yang mempunyai kadar titanium rendah.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Masalah yang diangkat pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh beda potensial dan lama waktu elektrolisis pada proses pelindian pasir besi Pasirian, kabupaten Lumajang, Jawa Timur.

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh beda potensial dan waktu elektrolisis terhadap pelindian pasir besi yang berasal dari kecamatan Pasirian, kabupaten Lumajang, Jawa Timur.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan untuk memberikan informasi tentang cara pelindian pasir besi yang berasal dari kecamatan Pasirian kabupaten Lumajang, Jawa Timur dengan menggunakan metode elektrolisis.

## BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Mineral Titanium

Titanium merupakan logam yang mempunyai kelimpahan terbanyak kesembilan pada permukaan bumi (Zhang, 2011). Titanium mempunyai karakteristik yaitu keras, dapat ditempa, dapat dibentuk, mengkilap, dan tidak mudah terkorosi (Murty, 2007). Oleh karena itu, titanium dimanfaatkan untuk industri pesawat terbang, kapal, dan peluru (Murty, 2007 ; Zhang, 2011). Kelimpahan titanium dalam kerak bumi ditunjukkan pada tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kelimpahan unsur penyusun kerak bumi

Unsur	Kelimpahan (ppm)	
	di bumi	di kerak bumi
O	295000	466000
Si	152000	177200
Al	10900	81300
Fe	346300	50000
Ca	11300	36300
Na	5700	28300
K	700	25900
Mg	127000	20900
Ti	500	4400
H	-	1400
P	1000	1050
Mn	2200	950
S	19300	260
Cr	2600	100
Ni	23900	75

Di alam, sebagian besar titanium terdapat dalam bentuk senyawa titanium seperti rutil dan anatase (keduanya dalam

bentuk  $\text{TiO}_2$ ), ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ), dan leucocxene ( menyeraupai pseudo-rutil  $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$ ) (Murty, dkk, 2007). Ilmenit menyuplai 91% kebutuhan dunia terhadap mineral titanium, dan pada tahun 2009 produksi ilmenite dunia mencapai 5.19 juta meter tons (Gambogi, 2010). Ilmenite mengandung 40%-65%  $\text{TiO}_2$ , sehingga ilmenite merupakan sumber mayoritas titanium dunia (Zhang, 2011). Mineral titanium dan komposisi kimianya di alam ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Mineral titanium dan komposisi kimianya

Mineral	Komposisi	Kandungan $\text{TiO}_2$
Rutil	$\text{TiO}_2$ (tetragonal, <i>twinned</i> )	~ 95%
Anatase	$\text{TiO}_2$ (tetragonal, dekat oktahedral)	~ 95%
Brookite	$\text{TiO}_2$ (ortorombik)	95%
Ilmenit	$\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$	40-65%
Leukosen	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{TiO}_2$	65%
Arizonit	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{TiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$	-
Perovskit	$\text{CaTiO}_3$	-
Geikielit	$\text{MgTiO}_3$	-
Titanit atau spen	$\text{CaTiSiO}_5$	-
Titanifero magnetit	$(\text{Fe-Ti})_2\text{O}_3$	-

(Zhang, dkk., 2011)

## 2.2 Pasir Besi

Pasir besi titan merupakan salah satu sumber besi Indonesia selain dari sumber daya bijih besi laterit dan bijih besi dari jenis skarn/metasomatik. Dilihat dari segi potensi cadangan pasir besi titan dengan jumlah yang mencapai ratusan juta ton menduduki urutan kedua setelah bijih besi laterit yang cadangannya mendekati satu milyar ton. Keduanya jauh melebihi bijih besi jenis skarn yang hanya sekitar 30 juta ton, selain itu skarn tersebar dalam jumlah kecil di berbagai lokasi. Selain

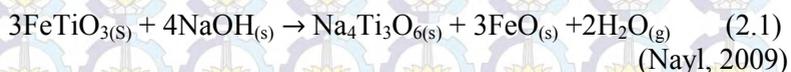
pemanfaatan besi, pasir besi ini harus dioptimalkan untuk pemanfaatan titan maupun kandungan vanadium sebagai hasil samping (Arif, 2004).

Widodo, (2003), telah melakukan potensi bahan galian yang ada di Jawa timur. Menurut penelitian widodo menjelaskan bahwa potensi pasir besi titan terbesar terdapat di sepanjang pantai Pasirian. Sumber daya pasir besi titan di daerah Pasirian terdapat 6.000.000 ton dan terukur 4.848.117 ton dengan kadar Fe = 59%, TiO<sub>2</sub> = 9.629 %.

### 2.2.1 Dekomposisi Pasir Besi

Dekomposisi merupakan salah satu metode untuk meningkatkan perolehan kembali titanium dari pasir besi. Dekomposisi merupakan preparasi awal, sebelum dilakukan pelindian baik dalam media klorida maupun media sulfat. Metode ini dilakukan dengan cara mencampurkan pasir besi dengan basa alkali seperti NaOH atau KOH (Nayl, 2009 ; Xue, 2009). Tujuan utama dari dekomposisi ini adalah untuk mengikat titanium sebagai kalium titanat atau natrium titanat, sehingga terpisah dengan besi. Selain itu, tujuan dekomposisi adalah untuk mengurangi kandungan silika yang terdapat dalam pasir besi. Secara garis besar tahapan dekomposisi anatra lain, homogenisasi pasir besi dengan basa alkali. Kemudian campuran dikalsinasi menggunakan *muffle furnace* dengan suhu tinggi (Nayl, 2009). Hasil dari dekomposisi ini ditandai dengan terbentuknya padatan berwarna coklat kehijauan dan sedikit keras (Sari, 2013).

Cuplikan setelah dikalsinasi, dilarutkan dengan aquademin, sehingga membentuk campuran dengan larutan berwarna hijau dan endapan berwarna coklat. Penambahan aqudest ini bertujuan untuk menurunkan pH larutan dari basa menuju sedikit netral. Sesuai penelitian untuk menetralkan larutan tersebut, dibutuhkan aquadest sekitar 1 liter.



Pada recovery titanium, sodium titanat yang terbentuk dari proses dekomposisi dilindi menggunakan asam.



Dengan metode ini 95-98% titanium dapat terekstrak dari terak titanium dan produk  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk mencapai tingkat kemurnian hingga 99,3% (Zhang, 2011).

### 2.2.2 Rekoveri Titanium dari Pasir Besi

Rekoveri logam dalam batuan logam pada dasarnya melalui beberapa tahapan. Tahap awal adalah proses ekstraksi logam dari bijihnya. Proses ekstraksi logam dapat dilakukan dengan tiga metode pemisahan yaitu proses pirometalurgi, hidrometalurgi dan elektrometalurgi.

#### a. Proses Pirometalurgi

Proses pirometalurgi merupakan proses pemurnian mineral logam dengan cara pemanasan menggunakan agen pereduksi (Ayata, 2005). Proses pemisahan dengan metode pirometalurgi membutuhkan waktu yang relatif singkat, namun harus dilakukan pada suhu tinggi (Syaiffudin, 2010) yang bisa mencapai  $2000^\circ\text{C}$ . Tidak semua alat pemanas mampu memanaskan hingga suhu tersebut, oleh karena itu dibutuhkan pemanas khusus yang mampu memanaskan hingga suhu  $2000^\circ\text{C}$ . Teknik pirometalurgi untuk memisahkan logam seperti emas, nikel, titanium dan tembaga harus dilakukan pada bijih logam dengan kadar yang tinggi. Jika dilakukan pada bijih logam yang berkadar rendah maka penggunaan teknik ini tidak efektif dan efisien. Selain itu, metode pirometalurgi cenderung mencemari lingkungan karena dalam proses pemanasan digunakan agen pereduksi atau disebut pelelehan (Ayata, 2005).

Teknis proses ini melibatkan pengeringan, kalsinasi/reduksi dan peleburan dalam tanur listrik. Metode pirometalurgi meliputi reduksi parsial ilmenit dengan antrasit

dalam tungku listrik untuk memperoleh besi tuang dan terak kaya titanium (Tsuchida, dkk., 1982), (Mohanty dan Smith, 1993), (Mackey, 1994) dan (Mahmoud dan Georges, 1997) atau dengan pelelehan menggunakan natrium sulfida atau hidroksida pada 600-700°C. Secara umum metode pirometalurgi memiliki beberapa kelemahan, antara lain membutuhkan biaya operasional yang besar, membutuhkan waktu percobaan yang lama karena terdiri dari tahapan proses yang banyak serta dapat menyebabkan pencemaran lingkungan (Ayata, 2005).

### **b. Proses Hidrometalurgi**

Hidrometalurgi merupakan teknik pemisahan yang menggunakan larutan atau pereaksi kimia untuk menangkap atau melarutkan logamnya. Teknik ini dapat diterapkan untuk memisahkan logam dari bijih yang berkadar rendah. Hidrometalurgi dilakukan karena semakin sulitnya ditemukan bijih logam kadar tinggi, disamping itu bertujuan untuk mengurangi polusi dari proses pirometalurgi (Habashi, 1997).

Sampai saat ini metode pemisahan yang paling sering digunakan adalah metode hidrometalurgi (metode ekstraksi pelarut) karena efektifitas dan efisiensinya dibandingkan metode pemisahan yang lain. Diantara beberapa metode isolasi logam-logam yang mempunyai nilai ekonomis, metode ekstraksi pelarut adalah suatu metode yang telah banyak aplikasinya dibidang industri saat ini (Mojski, 1979 ; Jensen et al, 1980; Lewis et al, 1975; Mojski, 1980; Zipperian et al., 1998).

Proses hidrometalurgi dapat dibagi ke dalam dua proses utama yaitu:

- Mendapatkan mineral yang diinginkan dari bijih atau konsentrat dengan cara melarutkan dalam larutan. Contohnya adalah *leaching* (pelindian).
- Mendapatkan mineral yang diinginkan dengan cara mengeluarkan dari larutan. Contohnya adalah ekstraksi pelarut, penukar ion, adsorpsi dan pengendapan (Handaru, 2008).

Beberapa jenis metode hidrometalurgi yang digunakan untuk pengolahan pasir besi seperti pada tabel 2.3.

Tabel 2.3 Proses industri untuk ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari ilmenit

1. Proses Becler sulfat			
<i>Pyro-treatment</i>	Pelindian	Keuntungan	Kekurangan
Oksidasi besi menjadi $\text{Fe}_2\text{O}_3$ dan direduksi menjadi Fe logam pada suhu $120^\circ\text{C}$	a) $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{O}_2$ b) 0,5 M $\text{H}_2\text{SO}_4$	Bisa digunakan untuk biji ilmenit yang bermacam-macam	Banyak langkah untuk konversi dan pelindian. Membutuhkan energi yang besar untuk mengemisi $\text{CO}_2$
2. Proses Murso			
<i>Pyro-treatment</i>	Pelindian	Keuntungan	Kekurangan
Serupa dengan proses Becher tetapi membutuhkan <i>fluidies bed</i> untuk konversi	20% HCl	Efisiensi meningkat dengan <i>fluidies bed</i> . HCl lebih mudah di- <i>recycle</i> daripada sistem sulfat	Serupa dengan proses Becher
3. Proses Laporte			
<i>Pyro-treatment</i>	Pelindian	Keuntungan	Kekurangan
Suhu lebih rendah untuk konversi besi menjadi FeO dengan kontrol tekanan $\text{CO}_2$	18% HCl dengan <i>bed contactor</i>	Bebas dari pembentukan partikel halus $\text{TiO}_2$ . Mengurangi pelindian FeO	Serupa dengan proses Becher karena penggunaan suhu rendah

4. Proses Benelite			
<i>Pyro-treatment</i>	Pelindian	Keuntungan	Kekurangan
Konversi besi menjadi bentuk Fe(II) termo-reduksi karbon	18-20% HCl	Sederhana dengan satu langkah konversi besi	Jenis ilmenitnya terbatas
Proses Austpac			
<i>Pyro-treatment</i>	Pelindian	Keuntungan	Kekurangan
Magnetisasi ilmenit pada suhu 800-1000°C	25%.w/w HCl	Pemisahan magnetik menghasilkan lebih dari 97% TiO <sub>2</sub>	Membutuhkan keasaman tinggi untuk pelindian sisa besi magnetik yang terbentuk
5. Proses Dunn			
<i>Pyro-treatment</i>	Pelindian	Keuntungan	Kekurangan
Klorinasi terhadap besi pada ilmenit dengan Cl <sub>2</sub> bersifat selektif	-	Cl <sub>2</sub> dapat dipergunakan kembali dengan mengoksidasi FeCl <sub>2</sub> menjadi Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Perlu penanganan Cl <sub>2</sub> yang sangat korosif
6. Proses Kataoka (di Jepang)			
<i>Pyro-treatment</i>	Pelindian	Keuntungan	Kekurangan
Konversi besi ke bentuk ferro	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Korosifitas lebih rendah dari HCl. Suhu pelindian rendah	Memproduksi limbah sulfat yang banyak

(Zhang, dkk., 2011)

### c. Proses Elektrometalurgi

Teknik lain yaitu dengan elektrometalurgi yang memanfaatkan teknik elektrokimia (elektrolisis) untuk memperoleh logam titanium dari bijih pasir besi.

#### 2.3 Elektrolisis

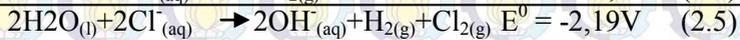
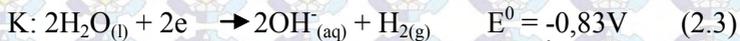
Elektrolisis adalah peristiwa penguraian elektrolit oleh arus listrik searah dengan menggunakan dua macam elektroda. Pada sel elektrolisis energi listrik menyebabkan terjadinya reaksi kimia. Dalam larutan elektrolit, zat terlarut mengalami ionisasi. Kation (ion positif) akan bergerak ke katoda, dan anion (ion negatif) akan bergerak ke anoda. Elektroda tersebut adalah katoda (elektroda yang dihubungkan dengan kutub negatif) dan anoda (elektroda yang dihubungkan dengan kutub positif). Pada anoda terjadi reaksi oksidasi, yaitu anion (ion negatif) ditarik oleh anoda dan jumlah elektronnya berkurang sehingga bilangan oksidasinya bertambah, sedangkan pada katoda terjadi reaksi reduksi. Pada elektrolisis, potensial sel ditentukan untuk mengetahui elektroda mana yang akan berperan sebagai elektroda positif dan negatif. Jika potensial reduksi positif berarti mudah tereduksi, tetapi jika negatif berarti sukar tereduksi (mudah teroksidasi).

Sel elektrolisis adalah sel yang disusun untuk menghasilkan reaksi reduksi-oksidasi dengan mengubah energi listrik menjadi energi kimia. Elektrolisis bereaksi secara tidak spontan ( $E^0$  sel bernilai negatif atau  $\Delta G > 0$ ) karena energi listrik dialirkan dari sumber luar dan disalurkan melalui sel elektrokimia (Svehla, 1990). Faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi kimia elektrolisis antara lain konsentrasi elektrolit yang berbeda dan komposisi kimia elektroda yang berbeda (Wicaksono, 2010).

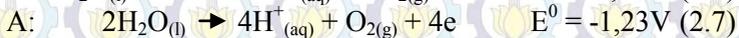
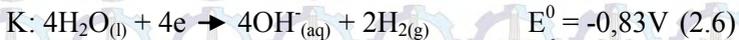
Sel elektrolisis memerlukan energi untuk transfer elektron. Ketika sumber tegangan dialirkan pada elektrolit, ion yang bermuatan positif akan menyerap elektron dan mengalami reaksi reduksi di katoda. Ion yang bermuatan negatif akan melepas elektron dan mengalami reaksi oksidasi di anoda (Brady, 1999). Selama reaksi sel berlangsung, terjadi perpindahan elektron dari anoda ke katoda yang menunjukkan bahwa antara

anoda dan katoda ada selisih tegangan listrik yang disebut tegangan atau  $E^0$  sel (Hartomo dkk., 1995).

Ketika suatu larutan natrium klorida dielektrolisis, ion klorida akan teroksidasi membentuk gas klor pada anoda sedangkan molekul air akan tereduksi membentuk gas hidrogen pada katoda seperti yang ditunjukkan pada Persamaan 2.3-2.5.



Selain terjadi pembentukan gas klorin, pada anoda juga terjadi reaksi oksidasi molekul air yang membentuk gas oksigen dan ion  $\text{H}^+$  yang dapat menurunkan pH larutan. Perhitungan nilai  $E^0$  sel pada pembentukan gas oksigen ditunjukkan pada Persamaan 2.6 sampai 2.8.



### 2.3.1 Elektrolit

Elektrolit adalah suatu zat yang larut atau terurai ke dalam bentuk ion-ion menjadi penghantar elektrik. Elektrolit merupakan senyawa yang berikatan ion dan kovalen. Ion positif (kation) akan mengalami reduksi di katoda (kutub negatif), dan ion negatif (anion) akan mengalami oksidasi di anoda (kutub positif). Ketika suatu zat padat dilarutkan dalam air, ion-ion yang pada awalnya terikat kuat dalam zat padat tersebut akan terlepas dan melayang-layang bebas di dalam larutan. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa telah terdisosiasi atau melepaskan diri menghasilkan ion-ion yang dapat mengakibatkan larutan menjadi konduktor listrik. Ion-ion senyawa yang terdisosiasi dalam air tidak bebas sepenuhnya karena ion-ion tersebut akan dihalangi oleh molekul-molekul air sehingga akan terhidrasi atau

tersolvasi. Hal ini dinyatakan dengan simbol (aq) dibelakang rumus dari ion-ion tersebut (Brady, 1999).

Larutan elektrolit memiliki daya hantar elektrolit. Daya hantar elektrolit adalah kemampuan elektrolit untuk menghantarkan listrik. Larutan elektrolit menghantarkan arus listrik yang lewat karena terjadi transfer ion ke elektroda. Perubahan daya hantar terjadi karena adanya perubahan konsentrasi atau pengenceran larutan elektrolit. Perubahan daya hantar juga tergantung pada sifat elektrolit dan waktu elektrolisis. Jika elektrolit kuat dan konsentrasinya besar maka daya hantar larutannya juga semakin cepat sehingga kekuatan untuk menarik ion akan semakin besar. Apabila konsentrasi rendah maka kekuatan untuk menarik ion akan semakin berkurang (Marlon dkk., 1974).

### 2.3.2 Elektroda

Elektroda merupakan suatu sistem dua fase yang terdiri dari sebuah penghantar elektrolit (misalnya logam) dan sebuah penghantar ionik (larutan) (Rivai, 1995). Bila elektroda positif dan negatif berada di tempat yang berlainan dalam larutan, ion-ion positif perlahan akan menuju elektroda negatif dan ion-ion negatif juga menuju pada elektroda positif.

Pada penelitian ini elektroda yang digunakan adalah grafit, karena bersifat inert. Elektroda inert merupakan elektroda yang digunakan pada proses yang melibatkan reaksi oksidasi reduksi. Transfer elektron akan terjadi di sekitar elektroda, namun transfer elektron tersebut tidak bersifat *reversible*. Salah satu contoh elektroda inert adalah grafit (Skoog dkk., 2007).

Selain elektroda inert, jenis elektroda antara lain elektroda jenis pertama, elektroda jenis kedua, dan elektroda jenis ketiga. Elektroda jenis pertama merupakan elektroda yang mayoritas berbentuk logam murni dan biasanya memiliki respon pada kation. Kelemahan elektroda ini adalah selektivitas rendah. Elektroda jenis kedua merupakan elektroda berbentuk logam tapi memiliki respon pada anion sehingga membentuk endapan.

Elektroda jenis ketiga adalah elektroda logam yang memiliki respon pada kation yang berbeda (Skoog dkk, 2007).

### 2.3.3 Hukum Faraday

Penelitian Michael Faraday menunjukkan hubungan kuantitatif langsung antara jumlah zat yang bereaksi di katoda dan anoda dan muatan listrik total yang melewati sel. Pengamatan ini merupakan inti dari hukum Faraday, yang kita nyatakan sebagai;

1. Massa zat tertentu yang dihasilkan atau dipakai pada suatu sel elektroda berbanding lurus dengan jumlah muatan listrik yang melalui sel.
2. Massa ekuivalen zat yang berbeda dihasilkan atau dipakai pada elektroda dengan melewati sejumlah tertentu muatan listrik melalui sel.

Hukum ini, yang meringkas stokiometri proses elektrokimia, ditemukan oleh Michael Faraday pada tahun 1833, lebih dari setengah abad sebelum electron ditentukan dan dasar atom kelistrikan dimengerti. Muatan untuk sebuah electron tunggal (dinyatakan dalam coulomb) telah ditentukan dengan akurat menjadi:

$$e = 1,6021773 \times 10^{-19} \quad (2.9)$$

sehingga jumlah muatan yang ditunjukkan oleh 1 mol electron adalah

$$Q = (6,022137 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1})(1,602177 \times 10^{-19} \text{ C}) = 96.48531 \quad (2.10)$$

Jumlah muatan ini disebut tetapan Faraday

$$F = 96.483,31 \text{ mol}^{-1}$$

Arus listrik adalah jumlah muatan yang mengalir melalui sebuah rangkaian per satuan waktu. Jika Q adalah besarnya muatan dalam coulomb dan t adalah waktu dalam detik yang diperlukan untuk melalui sebuah titik dalam rangkaian, maka arus I adalah ;

$$I = \frac{Q}{t} \quad (2.11)$$

Dimana satuan untuk I adalah ampere (A) atau coulomb per detik. Arus I amper yang lewat selama t detik menyebabkan It coulomb muatan melewati rangkaian. Jumlah electron, dalam mol, adalah :

$$\frac{It}{96485,31 \text{ C/mol}} = \text{mol elektron} \quad (2.12)$$

Dari jumlah mol electron yang lewat melalui rangkaian, jumlah mol senyawa yang bereaksi pada elektroda dalam sel elektrokimia dapat dihitung (Oxtoby, 1998).

### 2.3.4 *Electroleaching*

*Electroleaching* merupakan salah satu metode baru yang digunakan untuk memisahkan logam dari bijihnya atau batuan mineral. Prinsip dasar pemisahan logam menggunakan metode ini adalah elektrokimia. Secara garis besar, *electroleaching* merupakan pengembangan dari metode hidrometalurgi dan elektrometalurgi. Jika pada hidrometalurgi umumnya identik dengan penggunaan reagen oksidator untuk proses leaching batuan mineral, misalnya penggunaan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Li, dkk, 2008), HCl (Mahmoud, 2003), dan pelindian basa NaOH (Sari, 2013). Pada *electroleaching* zat yang digunakan untuk pelindian sekaligus berfungsi sebagai larutan elektrolit.

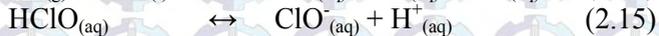
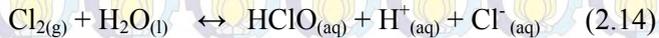
*Electroleaching* merupakan salah satu proses yang menjanjikan untuk memisahkan logam maupun memperoleh kembali logam murni dari campurannya. Penggunaan langsung energi listrik pada proses *electroleaching* memberikan keuntungan besar untuk efisiensi energi. Selain itu proses *electroleaching* juga dapat mengurangi penggunaan asam yang dapat memberikan masalah pada lingkungan (Kim, 2005). *Electroleaching* juga memiliki kelebihan lain yaitu dapat langsung menggunakan material (bijih) dalam bentuk aslinya dengan kadar rendah, memiliki sedikit tahapan dan tidak membutuhkan biaya yang tinggi (Mori dan Sobral, 2007).

Pada penelitian sebelumnya, belum ada yang menggunakan metode *electroleaching* guna memisahkan titanium dari cuplikan pasir besi. Metode *electroleaching* banyak digunakan untuk

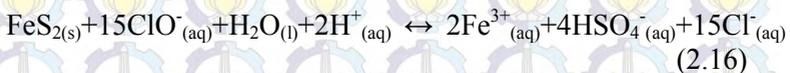
memisahkan mineral tembaga dari cuplikan batuan calcopyrit (Purnamasari, 2013 ; Cetik, 2013 ; Mori dan Sobral, 2007). Mori dan Sobral (2007) menjelaskan bahwa pada proses pelindian calcopyrit digunakan reaktor elektrolisis. Elektrolit yang digunakan pada penelitian ini adalah NaCl, sedangkan elektroda yang digunakan adalah grafit. Pada saat proses elektrolisis, ion  $\text{Cl}^-$  yang berasal dari NaCl akan teroksidasi menjadi gas  $\text{Cl}_2$  sesuai dengan persamaan 2.13. Reaksi tersebut terjadi pada anoda.



Secara bersamaan, gas  $\text{Cl}_2$  yang terbentuk pada anoda akan bereaksi dengan molekul  $\text{H}_2\text{O}$  yang terdapat dalam anolit. Reaksi tersebut menghasilkan asam hipoklorit sesuai persamaan 2.14. selanjutnya asam hipoklorit akan terdissosiasi membentuk ion  $\text{H}^+$  dan ion  $\text{ClO}^-$  sesuai persamaan 2.15.

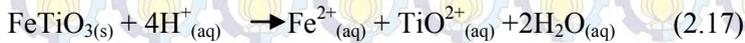


Pada anoda selain terbentuk gas khlor juga terbentuk ion  $\text{H}^+$  hasil dari oksidasi  $\text{H}_2\text{O}$ . Ion  $\text{H}^+$  dan ion  $\text{ClO}^-$  inilah yang melarutkan mineral-mineral logam yang terdapat dalam batuan pyrite sesuai persamaan 2.16. ion  $\text{ClO}^-$  dan  $\text{H}^+$  akan mengoksidasi Fe dalam batuan pyrite menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ .



Zhang dan Nicol (2009) juga melakukan penelitian serupa dengan ilmenite sebagai sampel. Ion  $\text{H}^+$  akan mengoksidasi mineral logam yang terdapat dalam ilmenite. Zhang dalam penelitiannya menyatakan bahwa beda potensial yang digunakan dalam proses elektrolisis adalah 0V sampai 3V. Menurut Zhang,

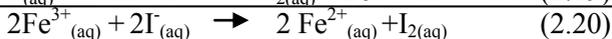
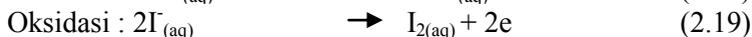
besi yang terdapat dalam ilmenite dalam bentuk  $\text{Fe}^{2+}$ . Sehingga ion  $\text{H}^+$  akan mengoksidasi  $\text{FeTiO}_3$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{TiO}^{2+}$  sesuai persamaan 2.17.



#### 2.4 Analisa Titrasi Iodometri

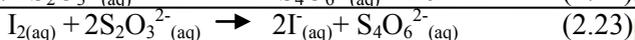
Analisa volumetri adalah salah satu jenis analisa kuantitatif untuk menentukan kadar suatu zat dalam satu bahan dengan mereaksikan analat dengan titran hingga titik ekeivalen. Salah satu metode dari volumetri adalah iodometri. Iodometri adalah salah satu jenis analisa kuantitatif volumetric yang digunakan untuk menentukan kadar suatu zat dimana zat yang ditentukan kadarnya mampu bereaksi dengan larutan Iodium ( $\text{I}_2$ ), selain itu, zat yang ditentukan kadarnya tersebut bila direaksikan dengan kalium iodida (KI) mampu menghasilkan  $\text{I}_2$ .

Kegunaan titrasi iodometri salah satunya adalah untuk menentukan kadar titanium dalam suatu cuplikan. Larutan standart yang digunakan adalah besi(III) ammonium sulfat. Larutan besi(III) ammonium sulfat distandarisasi terlebih dahulu menggunakan larutan natrium thiosulfat 0.1 N. Standarisasi bertujuan untuk menentukan konsentrasi besi(III) ammonium sulfat. Sebelumnya, larutan besi (III) ammonium sulfat direaksikan terlebih dahulu dengan KI di dalam erlenmeyer. Penambahan KI bertujuan agar ion  $\text{I}^-$  dari KI mereduksi ion  $\text{Fe}^{3+}$  dari besi(III) ammonium sulfat menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Sedangkan  $\text{I}^-$  sendiri teroksidasi menjadi  $\text{I}_2$  (persamaan 2.18-2.20).

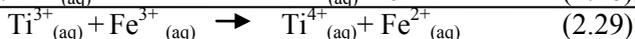
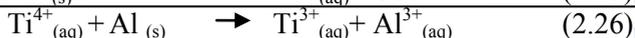


Larutan besi(III) ammonium yang telah direaksikan dengan kalium iodide selanjutnya dititrasi dengan natrium thiosulfat dengan penambahan indikator amilum. Penambahan amilum dilakukan ditengah-tengah titrasi berlangsung, hal ini bertujuan

agar amilum tidak mengadsorpsi partikel analat. Pada titrasi ini terjadi reaksi redoks antara  $I_2$  dengan ion  $S_2O_3^{2-}$  dari natrium tiosulfat (persamaan 2.21-2.23).



Endapan hasil elektrolisis yang telah dilarutkan dititrasi dengan besi (III) ammonium sulfat. Sebelum proses titrasi, aluminium ditambahkan ke dalam larutan hasil elektrolisis. Aluminium komersial yang digunakan mempunyai kemurnian 99.85% (Irwan, 2013). Penambahan aluminium bertujuan mereduksi  $Ti(4+)$  menjadi  $Ti(3+)$ , sehingga saat titrasi titanium dapat bereaksi dengan besi (III) ammonium sulfat (Persamaan 2.24-2.29).



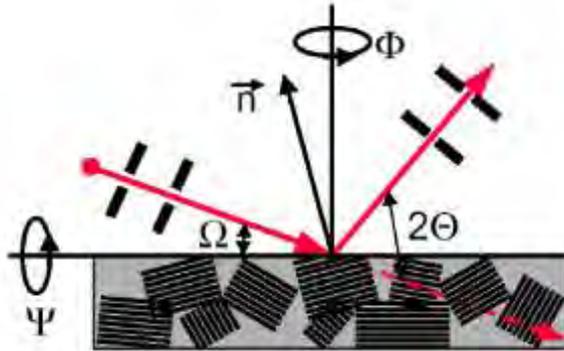
(Kim Y.S, dkk, 2006)

## 2.5 Instrumen Analisis

### 2.5.1 XRD ( Difraktometer Sinar-X)

Difraktometer sinar-X adalah alat yang dapat digunakan untuk sejumlah keperluan uji materi, seperti: analisis fasa, analisis tegangan omega, analisis tegangan psi, analisis film tipis, analisis tekstur, dan analisis fasa suhu non-ambien. Pada difraktometer jenis ini terdapat beberapa komponen difraktometer yaitu

goniometer, tabung sinar-X, detektor. Skema kerja alat XRD ditunjukkan seperti Gambar 2.1



Gambar 2.1 Skema kerja alat XRD

Goniometer merupakan suatu komponen optik primer yang dapat digunakan baik untuk analisa fasa maupun analisa tekstur yang tergantung letak dari goniometer ini. Goniometer yang tersusun tegak lurus terhadap sinar-X, dimana terletak pada sisi kanan, maka digunakan analisa fasa dan tegangan omega. Sedangkan goniometer pada sisi kiri untuk analisa tekstur. Goniometer dalam sistem utama harus terpasang pada posisi yang tepat. Posisi yang tepat untuk goniometer ini bergantung pada tujuannya untuk analisis apa sistem difraktometer ini dipakai. Lengan goniometer dapat bergerak bebas (berputar pada posisinya) sehingga perlu ruangan yang cukup untuk pergerakannya dan tidak boleh ada penghalang.

Tabung sinar yang biasa digunakan ada berbagai macam, tiap tabung sinar-X dipakai untuk tujuan pengukuran cuplikan yang berbeda. Anoda tembaga biasanya untuk analisa semua cuplikan. Anoda kobal biasanya untuk analisa cuplikan yang mengandung besi untuk menghindari efek fluorescence. Tabung anoda Cr untuk analisa material seperti lumpur dan senyawa organik. Tabung anoda Mo untuk dipakai untuk menganalisa cuplikan yang mengandung daya absorpsi tinggi, dan analisa baja.

Tabung anoda Fe dipakai untuk analisa cuplikan yang mengandung Mn untuk menghindari efek fluorescence.

Dalam XRD terdapat komponen optik primer dan komponen optik sekunder. Komponen optik primer merupakan komponen optik pada jalur berkas sinar-X yang berada di antara tabung sinar-X dan cuplikan. Sedangkan optik sekunder merupakan komponen pada jalur berkas sinar-X yang berada di antara cuplikan dan detektor, termasuk detektornya. Kebanyakan eksperimen XRD memerlukan radiasi sinar-X yang monokromatik. Radiasi yang umum dipakai adalah radiasi sinar-X  $K\alpha$ . Berkas yang keluar dari tabung sinar-X mengandung spektrum K dan L serta spektrum kontinu lainnya. Untuk bisa membuat berkas sinar-X yang monokromatik, maka diperlukan komponen optik, yang meliputi Beta filter, monokromator, dan detektor diskriminasi ketegangan pulsa.

Beta filter ini dapat mengurangi intensitas  $K\beta$  dengan memperbesar proporsi intensitas  $K\alpha$ . Monokromator mempunyai fungsi yang serupa dengan beta filter, tapi dapat pula mengurangi radiasi latar (*background*) secara lebih efisien. Monokromator ini memiliki keuntungan sebagai filter dari efek fluorescence cuplikan (Dinebier dan Friese, 2000).

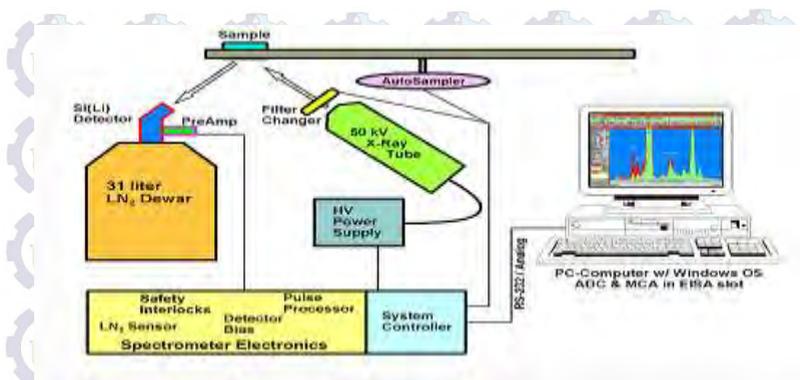
### **2.5.2 X-Ray Fluorescence (XRF)**

Analisis menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) banyak dimanfaatkan untuk analisis batuan. Sampel yang dibutuhkan dalam analisis XRF adalah  $\pm 1$  gram. Analisis dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) merupakan analisis dengan menggunakan metode non destruktif sehingga kandungan unsur dari total sampel dapat diperoleh tanpa terlebih dahulu dilakukan preparasi. Sampel yang digunakan biasanya berupa serbuk (Somogyi et al, 1997). *X-Ray Fluorescence* (XRF) merupakan salah satu metode yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip Kerja metode analisis XRF adalah berdasarkan tumbukan atom-atom yang terjadi pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar-X dari

sumber sinar-X. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya, sedang analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar (Jenkin, 1988). Proton dari sumber sinar X menyinari sampel. Sumber sinar X di sini adalah sebuah tube X-ray dengan anoda Ag. Atom dari sampel tereksitasi kemudian terde-eksitasi dengan emisi sinar X pada energi yang khas dari unsur dalam sampel. Intensitas berhubungan dengan konsentrasi dari masing-masing unsur dan probabilitas eksitasi.

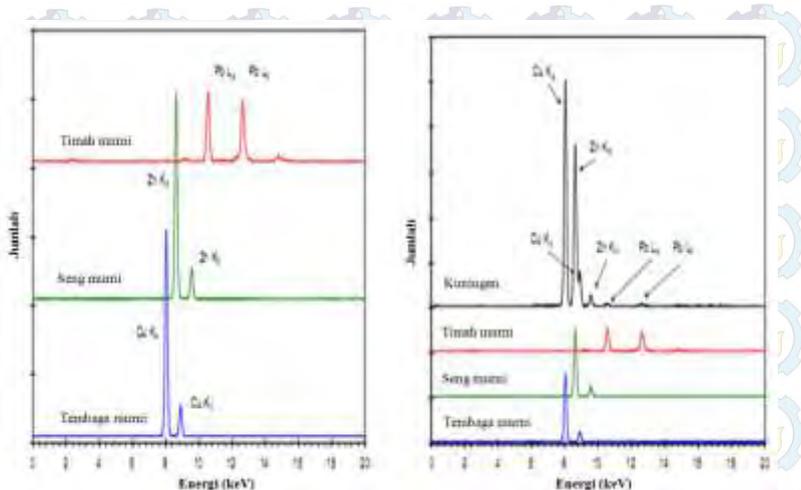
Sifat sinar X berpengaruh pada detektor. Masing-masing sinar X melepaskan gelombang muatan yang sesuai dengan energi yang tersimpan. Sinyal diproses dengan peralatan elektronik menunjukkan total muatan (misal total energi) dari masing-masing gelombang, ini adalah sinar X khas masing-masing.

Sinyal yang diproses secara elektronik merupakan jumlah dari semua interaksi dalam histogram, menunjukkan jumlah kejadian dari banyak energi yang tersimpan. Ini adalah spektrum energi. Puncak dalam spektrum sesuai dengan unsur dalam sampel. Jumlah dari sinar X dalam masing-masing puncak sebanding dengan jumlah atom. Software analisa mendeteksi puncak yang ada dan menemukan intensitas dari masing-masing puncak dan menghitung konsentrasi dari masing-masing unsur dalam sampel. Cara kerja dasar sistem XRF ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Cara kerja dasar sistem XRF

Grafik kiri menunjukkan spektra yang dihasilkan sampel tembaga, seng dan timah dengan kemurnian 99%. Masing-masing elemen mengemisikan spektrum yang unik dari sinar X yang khas untuk unsur tersebut. Cu memiliki puncak yang kuat pada 8,05 keV, sedangkan Zn memiliki puncak yang kuat pada 8,64 keV. Pb memiliki dua puncak yang kuat pada 10,55 dan 12,61 keV. Grafik yang kanan menunjukkan spektra dari unsur yang murni tersebut bersama dengan spektrum yang dihasilkan sampel kuningan. Puncak-puncak yang dihasilkan sampel menampilkan semua puncak dari ketiga elemen. Puncak Cu dan Zn adalah yang paling kuat dengan intensitas yang hampir sama, sehingga campuran kuningan ini hampir 50:50 dari Cu dan Zn. Puncak Pb sangat lemah, mengindikasikan bahwa Pb ada dalam campuran tersebut namun dalam jumlah yang sangat kecil. Spektrum hasil analisa XRF ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Redus, 2008).



Gambar 2.3. Spektrum hasil analisis XRF

### 2.6.3 AAS (Atomic Absorption Spectrofotometry)

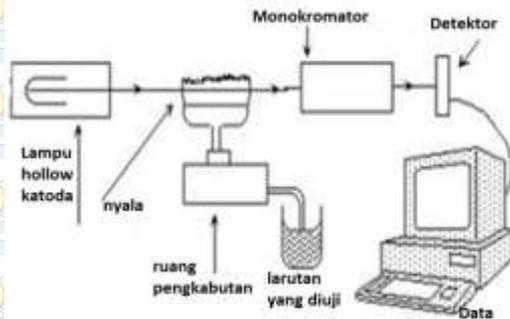
Metode spektrometri serapan atom berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Cahaya pada panjang gelombang tertentu mempunyai energy yang cukup untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom tertentu. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik. Dengan absorpsi energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan tingkat energinya ke tingkat eksitasi. Panjang gelombang yang dipilih harus menghasilkan garis spektrum yang tajam dan dengan intensitas maksimum. Inilah yang dikenal dengan garis resonansi.

Prinsip kerja dari AAS adalah sumber cahaya dari lampu katoda yang berasal dari elemen yang sedang diukur kemudian akan dilewatkan ke dalam nyala api yang berisi cuplikan yang teratomisasi, kemudian radiasi tersebut diteruskan ke detektor melalui monokromator (Hernainnz et al., 2004).

Cuplikan cair dialirkan sebagian ke dalam nyala *burner* menggunakan pipa kapiler. Diatas nyala burner, cuplikan akan teratomisasi karena suhu pada nyala yang sangat tinggi. Setelah

teratomisasi, atom-atom diberi energi dari eksternal berupa sinar (radiasi) dari *Hollow Cathode Lamp* (HCL). Setelah dikenai energi, energi akan diserap oleh atom, elektron pada atom-atom akan tereksitasi ke kulit yang lebih tinggi, karena energi pada atom terkuantisasi (bertingkat). Besarnya energi yang diserap oleh atom untuk bereksitasi sebanding dengan energi yang dipancarkan saat elektron kembali ke tingkat dasar (*ground state*). Energi yang dipancarkan akan ditangkap oleh detektor. Detektor akan mengubah gelombang sinyal ini menjadi sinyal elektronik yang akan terbaca dalam *visual display*.

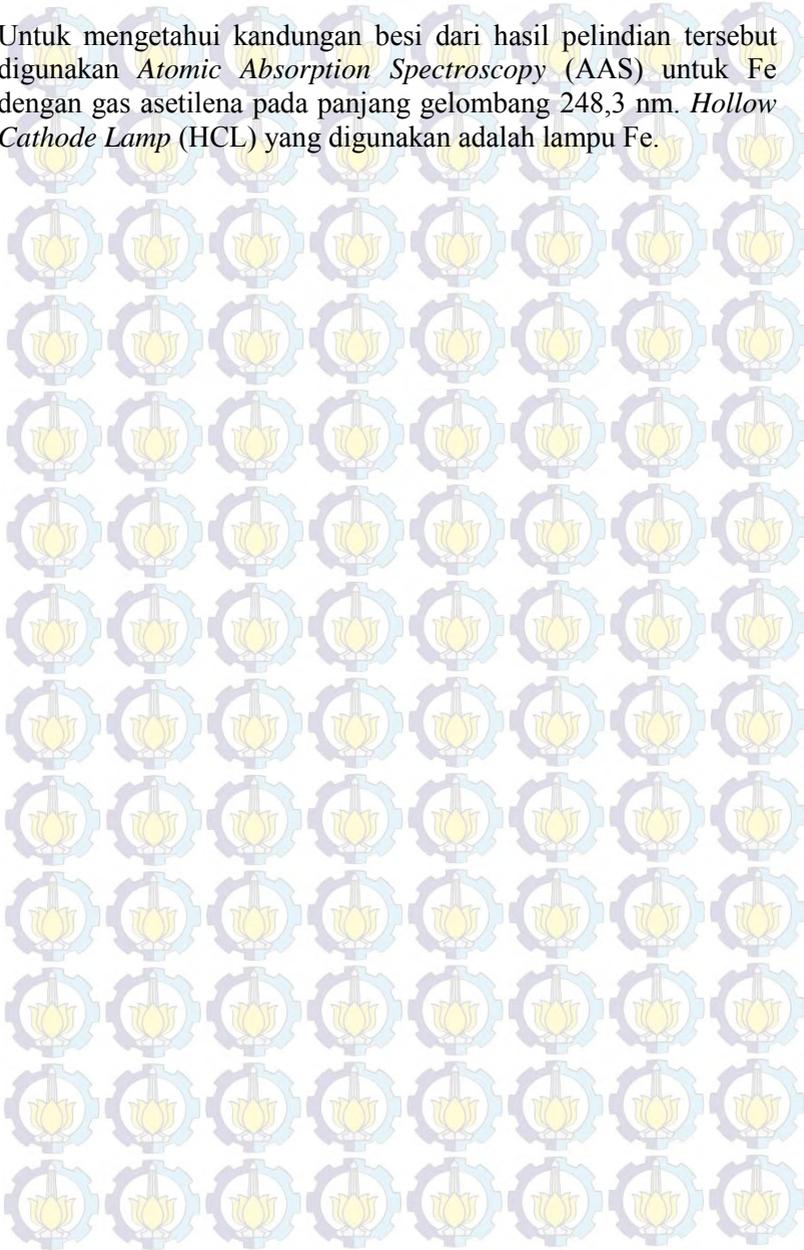
Chopper digunakan untuk membedakan radiasi yang berasal dari sumber radiasi, dan radiasi yang berasal dari nyala api. Penyerapan energi oleh atom terjadi pada panjang gelombang tertentuesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom tersebut, skema alat AAS sebagaimana Gambar 2.4. (Khopkar, S.M., 2002).



Gambar 2.4 Skema alat AAS

*Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dapat digunakan untuk mengetahui kandungan besi hasil proses pelindian pasir besi. Misalnya Sari (2013) yang melakukan penelitian tentang pelindian pasir besi dengan menggunakan metode hidrometalurgi.

Untuk mengetahui kandungan besi dari hasil pelindian tersebut digunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) untuk Fe dengan gas asetilena pada panjang gelombang 248,3 nm. *Hollow Cathode Lamp* (HCL) yang digunakan adalah lampu Fe.



## BAB 3 METODOLOGI

### 3.1 Alat dan Bahan

#### 3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain reaktor elektrolisis dengan membran polivinil asetal komersial (kanebo) dengan menggunakan elektroda batang grafit sebagai anoda dan katoda, *power supply*, *stopwatch*, kabel penghantar listrik, penjepit buaya gelas beker, gelas ukur, erlenmeyer, labu ukur, pipet tetes, pipet ukur, pipet volume, buret, pro pipet, spatula, corong, kaca arloji, mortar, alu, mesin ayakan, oven dan neraca analitik. Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi serta analisis adalah *X-Ray Diffractions* (XRD) di Laboratorium Material dan Metalurgi ITS, *X-Ray fluorescence* (XRF) laboratorium Central Universitas Negeri Malang dan AAS (*Atomic Absorption Spectrofotometry*) di Laboratorium Kimia-FMIPA Universitas Negeri Surabaya.

#### 3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain cuplikan pasir besi yang berasal dari kecamatan Pasirian, kabupaten Lumajang, Jawa Timur, garam NaCl, NaOH padat,  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , KI,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , HCl, Alumunium komersial, KSCN, Natrium tiosulfat, indikator amilum, aqua DM, kertas saring, membran polivinil asetal komersil, batang grafit.

### 3.2 Prosedur Kerja

#### 3.2.1 Penentuan Komposisi Awal Pasir Besi

Pasir besi dipreparasi menggunakan magnet batang untuk memisahkan bagian yang bersifat magnet dari pasir besi. Perlakuan ini diulangi 3 kali agar pasir besi yang diperoleh terpisah dari senyawa yang tidak bersifat magnet. Hasil pemisahan kemudian dianalisis dengan *X-Ray fluorescence* (XRF) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

### 3.2.2 Dekomposisi Pasir Besi Menggunakan NaOH

Pasir besi yang telah dipreparasi, ditimbang sebanyak 25 gram ditambah dengan 15 gram NaOH padat kemudian digerus dengan mortar hingga homogen. Campuran dimasukkan dalam cawan porselen dan dipanaskan dalam tanur selama 2 jam dengan suhu  $600^{\circ}\text{C}$ . Padatan yang terbentuk dicuci dengan 500 mL aquademin untuk menghilangkan pengotornya. Kemudian dilakukan penyaringan dengan cawan *Buchner*. Residu yang terbentuk dikeringkan dalam oven dengan suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam.

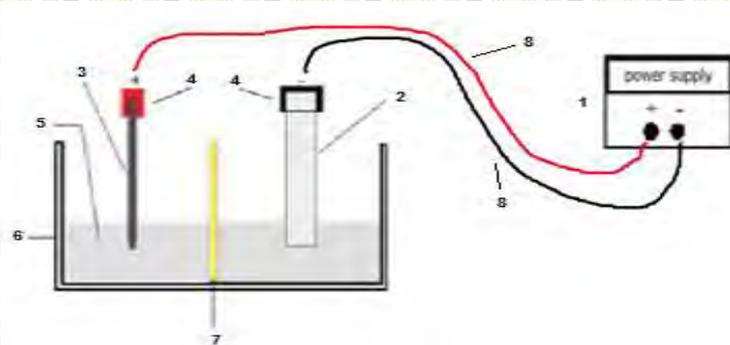
### 3.2.3 Pembuatan Larutan Garam NaCl

Garam NaCl ditimbang 146,25 g, kemudian dilarutkan dengan aqua DM hingga volumenya 500 mL. Sehingga didapatkan larutan NaCl dengan konsentrasi 5M.

### 3.2.4 Proses Elektrolisis

Proses elektrolisis dilakukan pada reaktor yang terbuat dari kaca dengan ukuran panjang 10 cm, lebar 10 cm dan tinggi 8 cm dengan penyekat polivinil asetal komersial yang memisahkan antara anoda dan katoda seperti pada Gambar 3.1. Katoda dan anoda yang digunakan adalah batang grafit. Diameter grafit sebesar 0,4 cm dan tinggi 8,5 cm. Namun, tinggi grafit yang tercelup hanya 1,5 cm. Elektrolit yang digunakan adalah larutan NaCl dengan konsentrasi 5M. Pada masing-masing ruang reaktor ditambahkan 125 mL larutan NaCl. Pada anolit, dimasukkan 12 gram cuplikan pasir besi yang telah didekomposisi. Katoda dan anoda dimasukkan dalam elektrolit dengan ujung elektroda tidak mencapai cuplikan. Kemudian elektroda dihubungkan dengan multimeter dan arus DC yang berasal dari *power supply*. Sumber arus DC yang terhubung dengan elektroda diatur beda potensialnya dengan beberapa variasi yaitu 2 V, 4 V, 6 V dan 8 V. Proses elektrolisis dilakukan selama 8 jam. Selain variasi beda potensial, pada proses elektrolisis juga digunakan variasi waktu elektrolisis yaitu selama 2, 4, 6 dan 8 jam. Beda potensial yang

digunakan sebesar 8 V. Setelah proses elektrolisis, endapan yang terbentuk disaring lalu dikeringkan dalam oven selama 1 jam dengan suhu  $105^{\circ}\text{C}$  hingga didapat berat konstan. Endapan hasil elektrolisis kemudian dianalisis menggunakan instrumen XRD guna mengetahui jenis mineral yang terkandung dalam endapan. Selain itu, endapan dianalisa menggunakan AAS dan titrasi iodometri guna mengetahui kadar besi dan kadar titanium dalam endapan.



Gambar 3.1 Reaktor sel *elektrolisis*

keterangan Gambar:

1. Power Supply
2. Batang Grafit Sebagai Katoda
3. Batang Grafit Sebagai Anoda
4. Penjepit Buaya
5. Larutan NaCl
6. Reaktor
7. Penyekat (Kanebo)
8. Kabel

### 3.2.5 Penentuan Kadar Ti dan Fe total

Ditimbang endapan sebanyak 0,25 gram, kemudian dianalisa dengan AAS (*Atomic Absorption Spectrofotometry*) dan titrasi iodometri.

#### a. Penentuan Kadar Fe Menggunakan Instrumen AAS

Endapan ditimbang masing-masing 0,5 gram, kemudian dilarutkan dengan aquaest panas sebanyak 10 mL, kemudian dipanaskan. Kemudian ditambahkan 5 mL  $H_2SO_4$ , hingga endapan larut. Larutan diencerkan dalam labu ukur 50 mL., selanjutnya dianalisa kadar Fe menggunakan AAS. Panjang gelombang yang digunakan 248,3 nm dengan menggunakan lampu Fe. Kemudian dihitung kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis.

#### b. Penentuan Kadar Ti Menggunakan Metode Titrasi Iodometri

##### b.1 Standarisasi Besi (III) ammonium sulfat.

Besi (III) ammonium sulfat ditimbang sebanyak 6,025 gram. Selanjutnya, besi (III) ammonium sulfat dimasukkan dalam erlenmeyer dan dilarutkan dalam 75 mL aquadest dengan penambahan 1,5 mL  $H_2SO_4$ . Besi (III) ammonium sulfat yang telah larut, dimasukkan dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan aquadest hingga tanda batas. Larutan Besi (III) ammonium sulfat dipipet sebanyak 40 mL dan dimasukkan dalam erlenmyer. Ditambahkan 3 gram kalium iodide dalam 10 mL aquadest kedalam larutan. Kemudian, larutan besi (III) ammonium sulfat dititrasi dengan titran natrium tiosulfat 0,1N. Indikator amilum ditambahkan ditengah-tengah titrasi sebanyak 1 mL. Dicatat volume titran yang dibutuhkan hingga mencapai titik akhir titrasi untuk menghitung konsentrasi besi (III) ammonium sulfat. Kemudian dihitung konsentrasi larutan besi (III) ammonium sulfat.

### **b.2 Penentuan Kadar Ti dalam Endapan Hasil Elektrolisis**

Endapan hasil elektrolisis ditimbang masing-masing 0,5 gram, kemudian dilarutkan dengan aquademin panas sebanyak 10 mL, kemudian dipanaskan. Kemudian ditambahkan 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , hingga endapan larut. Endapan yang telah larut dipipet sebanyak 5 mL dan dimasukkan dalam Erlenmeyer. Kemudian, dimasukkan 0,05 gram alumunium komersial yang telah dihaluskan, dan ditambahkan indikator kalium tiosianat (KSCN). Kemudian dititrasi dengan besi (III) ammonium sulfat. Dicatat volume titran yang dibutuhkan hingga mencapai titik akhir titrasi yang ditandai dengan terbentuk larutan berwarna coklat kemerahan. Kemudian dihitung kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis.



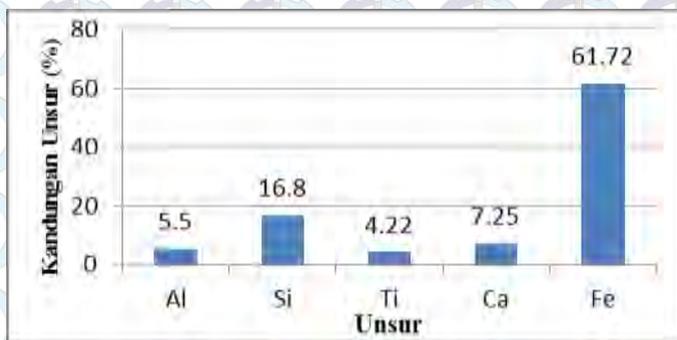
***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

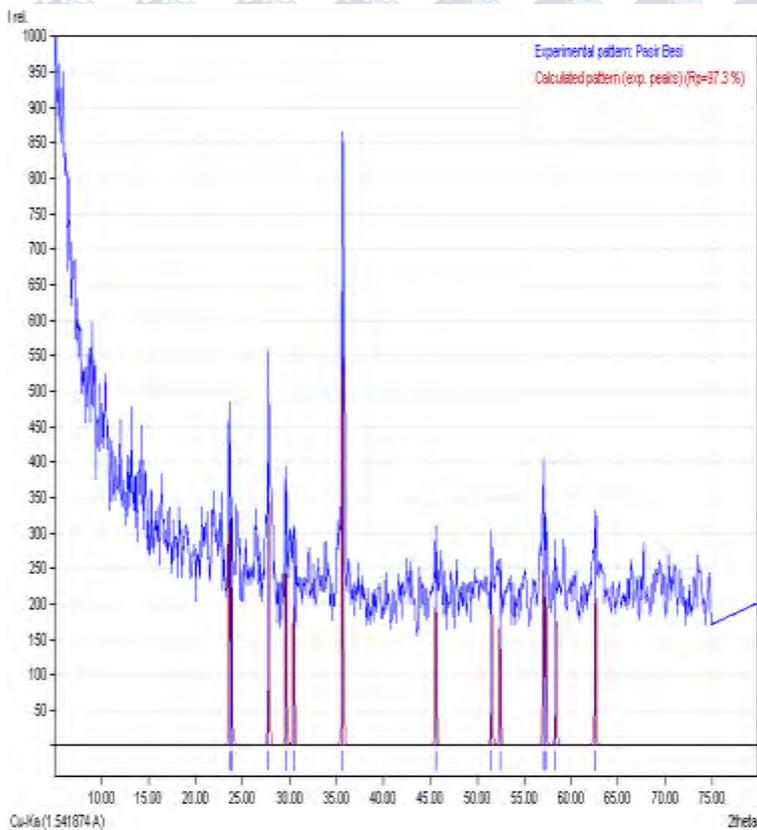
Penelitian ini mempelajari metode elektrolisis untuk pelindian pasir besi. Pasir besi yang digunakan berasal dari Pasirian, Lumajang, Jawa Timur. Pasir besi didekomposisi menggunakan NaOH pada suhu  $600^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Rasio massa NaOH dengan pasir besi adalah 3 : 5 w/w (Sari, 2013). Proses elektrolisis dilakukan dengan menggunakan larutan elektrolit NaCl dengan konsentrasi 5 M dan elektroda batang grafit. Variasi beda potensial yang digunakan adalah 2, 4, 6 dan 8 V, sedangkan variasi waktu elektrolisis yang digunakan adalah 2, 4, 6 dan 8 jam. Hasil elektrolisis dianalisis menggunakan metode titrasi dan AAS untuk mengetahui kadar titanium dan besi yang terdapat dalam endapan.

### 4.1 Preparasi Sampel

Pasir besi dari Pasiran Lumajang, Jawa timur, dari analisis XRF mempunyai kandungan utama besi, silika, kalsium, aluminium dan titanium. Gambar 4.1 menunjukkan bahwa komposisi utama dalam pasir besi adalah besi yaitu 61,72%.



Gambar 4.1. Komposisi pasir besi Pasirian Lumajang setelah pemisahan magnetik



Keterangan : = — : Spektra Pasir besi awal  
— : Spektra  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Gambar 4.2 Spektra XRD Pasir besi Pasirian Lumajang dibandingkan dengan spectra magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa besi pada pasir besi dari Pasirian Lumajang merupakan mineral magnetit. Terdapat beberapa kesamaan puncak dari difraktogram pasir besi Pasirian Lumajang dengan difraktogram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Perbandingan puncak pasir besi dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Perbandingan Spektra XRD pasir besi Pasirian Lumajang dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

2 $\theta$ (°)	
Pasir besi	$\text{Fe}_3\text{O}_4$
21,95	
23,65	23,63
24,46	23,89
27,81	27,80
29,68	29,64
33,81	30,49
35,70	35,66
42,36	
45,60	45,59
51,57	51,52
52,40	52,42
57,06	57,03
59,19	58,36
62,61	62,54

Hasil perbandingan spektra XRD pasir besi dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat diketahui bahwa terdapat kesamaan puncak spektra, sehingga dapat disimpulkan bahwa kandungan besi pada pasir besi mayoritas dalam bentuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

#### 4.2 Dekomposisi Pasir Besi

Pasir besi didekomposisi dengan NaOH, dengan perbandingan NaOH : pasir besi (3 : 5) (Sari, 2013). Kemudian campuran NaOH dan pasir besi digerus menggunakan mortar hingga homogen (Gambar 4.3). Setelah homogen, cuplikan dimasukkan dalam cawan porselen dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 2 jam dalam *muffle furnace*. Setelah 2 jam, cuplikan di angkat dan didinginkan dalam desikator, sehingga didapatkan cuplikan berwarna coklat kehijauan dan keras (Gambar 4.4). Perubahan warna ini terjadi, disebabkan oleh perubahan

bentuk senyawa besi dari ilmenit menjadi besi dengan bilangan oksidasi 2+ dengan persamaan reaksi sebagaimana persamaan 4.1 (Nayl, 2009).



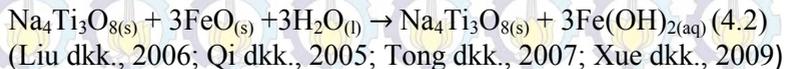
Gambar 4.3 Dekomposisi pasir besi dan NaOH sebelum *difurnace*



Gambar 4.4 Dekomposisi pasir besi dan NaOH setelah *difurnace*

Cuplikan setelah dikalsinasi, dilarutkan dengan aquademin, terbentuk cairan berwarna hijau dan endapan berwarna coklat (Gambar 4.5). Larutan berwarna hijau

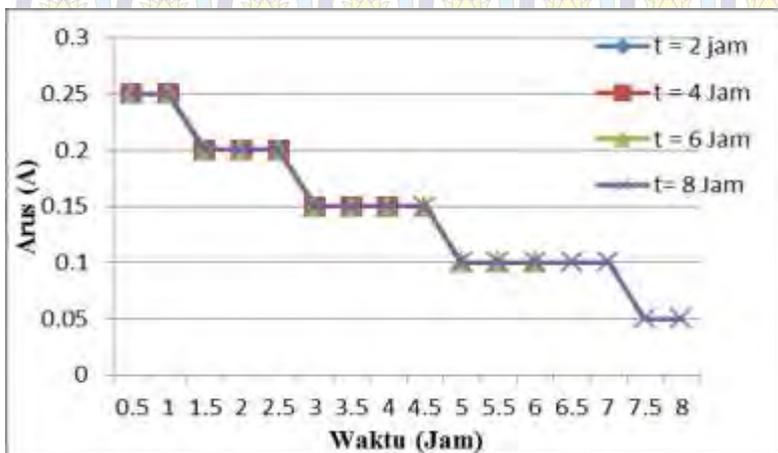
menunjukkan bahwa FeO dalam cuplikan hasil kalsinasi larut membentuk  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  sesuai persamaan 4.2.



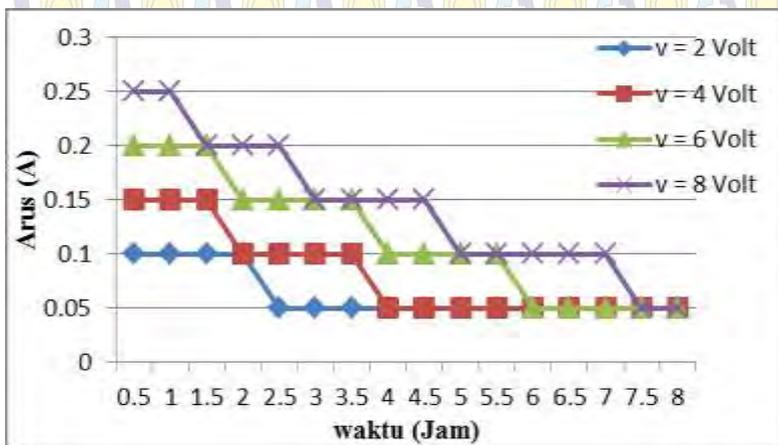
Gambar 4.5 Cuplikan hasil dekomposisi setelah dilarutkan dengan aquades

### 4.3 Proses Elektrolisis

Residu hasil pencucian dengan aquademin, dielektrolisis dengan metode elektrolisis menggunakan elektrolit  $\text{NaCl}$  5 M, dan elektroda batang grafit. Rangkaian sel elektrolisis seperti pada Gambar 3.1. Diameter grafit sebesar 0,4 cm dan tinggi 8,5 cm. Letak grafit pada reaktor diatur agar dapat tercelup ke dalam larutan elektrolit. Tinggi grafit yang tercelup ke dalam larutan elektrolit 1,5 cm. Hasil arus listrik selama proses elektrolisis ditunjukkan pada Gambar 4.6 dan 4.7.



Gambar 4.6. Kurva arus sebagai fungsi waktu pada elektrolisis dengan variasi waktu pada beda potensial = 8 Volt



Gambar 4.7. Kurva arus sebagai fungsi waktu pada elektrolisis dengan variasi beda potensial pada waktu elektrolisis 8 jam.

Berdasarkan hasil yang didapat pada Gambar 4.6, dapat diketahui bahwa variasi waktu elektrolisis mempengaruhi arus yang mengalir pada saat proses elektrolisis. Pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa semakin lama waktu elektrolisis, arus yang dihasilkan semakin berkurang. Persamaan 2.11 menunjukkan bahwa arus yang mengalir dalam suatu rangkaian berbanding terbalik dengan waktu yang digunakan (Oxtoby, 2001). Pada penelitian ini selain pengaruh waktu elektrolisis juga dipengaruhi beda potensial yang mengalir. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa variasi beda potensial mempengaruhi besarnya arus yang mengalir saat proses elektrolisis. Semakin besar beda potensial yang digunakan maka arus yang dihasilkan semakin besar. Berdasarkan teori listrik dinamis, diketahui bahwa beda potensial berbanding lurus dengan arus yang mengalir pada suatu rangkaian (Oxtoby, 2001).

Hasil dekomposisi pasir besi Pasirian Lumajang dielektrolisis pada beda potensial 2, 4, 6 dan 8V. Selain itu juga digunakan variasi waktu elektrolisis 2, 4, 6 dan 8 jam. Penggunaan variasi beda potensial dan waktu bertujuan untuk mengetahui pengaruh beda potensial dan waktu terhadap pelindian mineral titanium dan besi melalui proses elektrolisis. Volume larutan NaCl yang digunakan sebanyak 125 mL per anolit maupun katolit. Massa cuplikan hasil dekomposisi yang digunakan sesuai Tabel 4.2 dan 4.7. Pada saat proses elektrolisis, larutan anolit berubah warna dari bening menjadi kuning keruh, sedangkan katolit tetap bening. Perbedaan warna larutan yang dihasilkan saat proses elektrolisis ditunjukkan pada Gambar 4.8.

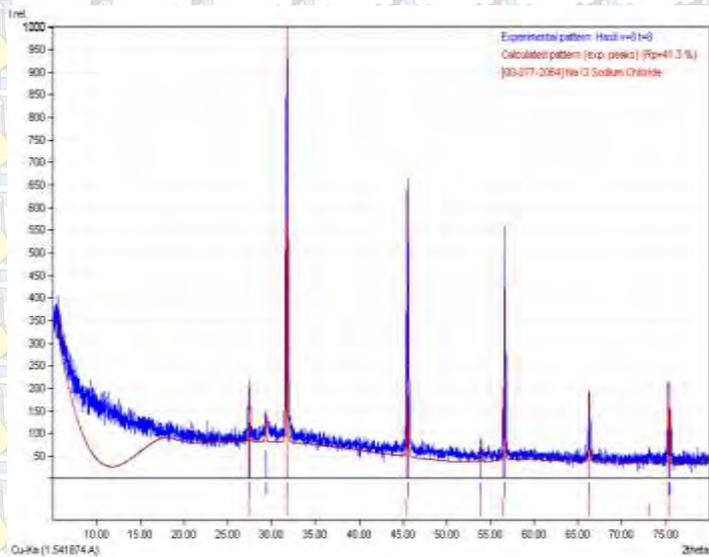


Gambar 4.8 Perbedaan anolit dan katolit pada saat proses elektrolisis berlangsung.

Setelah proses elektrolisis selesai, anolit dan katolit dicampur dalam wadah yang berbeda, sehingga terbentuk endapan. Endapan yang terbentuk selanjutnya disaring dengan kertas saring guna memisahkan endapan dengan filtrat hingga terbentuk endapan berwarna coklat seperti Gambar 4.9. Endapan coklat tersebut selanjutnya dioven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Tujuan dari pengeringan ini yaitu untuk menghilangkan kadar air yang terkandung dalam endapan tersebut. Kemudian endapan coklat tersebut dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractions (XRD)* yang bertujuan untuk mengetahui jenis mineral yang terkandung dalam endapan tersebut. Hasil yang diperoleh berupa difraktogram yang berisi puncak-puncak yang ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.9 Endapan hasil elektrolisis setelah disaring



Keterangan : =  : Spektra Endapan Hasil elektrolisis  
 : Spektra NaCl

Gambar 4.10 Spektra XRD endapan hasil elektrolisis dibandingkan dengan spektra NaCl

Hasil Uji XRD endapan pada Gambar 4.10 menunjukkan bahwa masih terdapat NaCl dalam endapan.

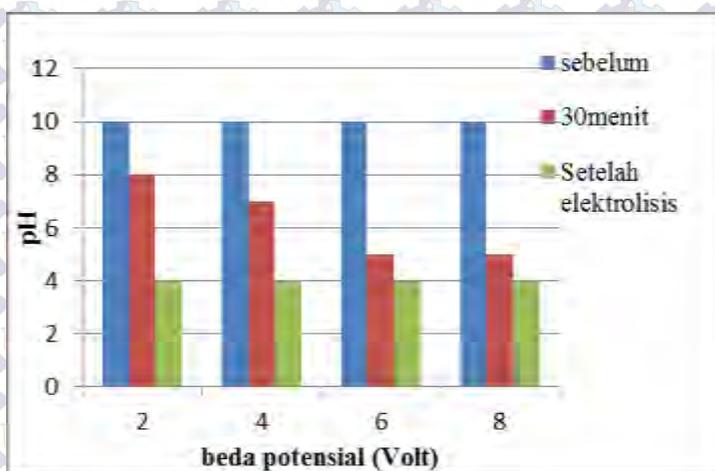
#### 4.3.1 Proses Elektrolisis dengan Variasi Beda Potensial

Proses elektrolisis menggunakan variasi beda potensial bertujuan untuk mengetahui pengaruh beda potensial terhadap pelindian pasir besi. Massa cuplikan hasil dekomposisi yang ditimbang sesuai dengan Tabel 4.2

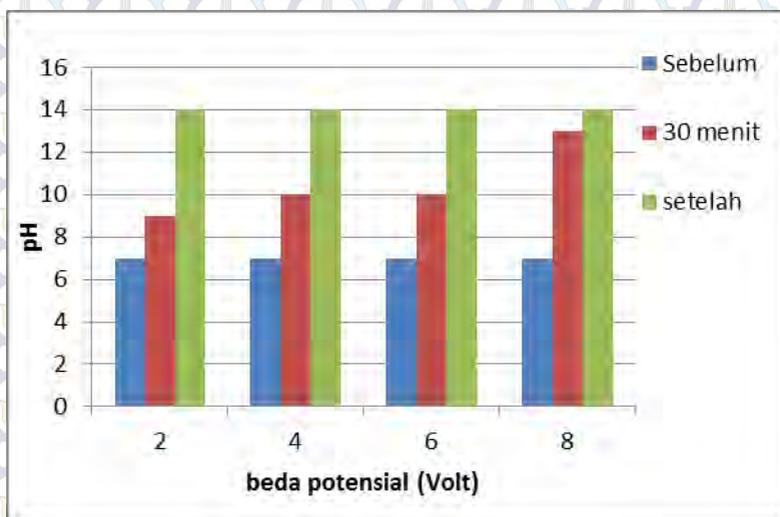
Tabel 4.2 Massa Cuplikan hasil dekomposisi yang ditimbang sesuai variasi beda potensial

Beda Potensial (V)	Waktu Elektrolisis (jam)	Massa Cuplikan yang ditimbang (gram)
2	8	12,0042
4	8	12,0019
6	8	12,0060
8	8	12,0037

Cuplikan dimasukkan dalam anolit NaCl 5 M dan dialiri arus listrik searah. Pada penelitian ini juga dilakukan pengukuran pH anolit dan katolit sebelum proses elektrolisis, menit ke 30 proses elektrolisis dan setelah proses elektrolisis sesuai dengan Gambar 4.11 dan 4.12.



Gambar 4.11. Pengaruh beda potensial terhadap pH anolit pada  $t=8$  jam



Gambar 4.12 Pengaruh beda potensial terhadap pH katolit,  $t=8$ jam

Berdasarkan Gambar 4.11, variasi beda potensial menyebabkan pergeseran nilai pH elektrolit. Ketika proses elektrolisis berlangsung, pada anolit terjadi reaksi oksidasi  $\text{H}_2\text{O}$  yang menghasilkan ion  $\text{H}^+$ . Adanya ion  $\text{H}^+$  tersebut mengakibatkan larutan pada anolit bersifat asam. Menurut hukum Faraday, semakin besar beda potensial, ion  $\text{H}^+$  yang dihasilkan dalam larutan semakin besar, sehingga konsentrasi anolit semakin asam. Berdasarkan hasil data yang terdapat pada Gambar 4.11, ketika sebelum elektrolisis, pH pada anolit yaitu 10. Ketika menit ke 30 proses elektrolisis, nilai pH pada anolit turun. Setelah dilakukan proses elektrolisis selama 8 jam, pH yang dihasilkan pada larutan anoda dengan beda potensial 2, 4, 6 dan 8 V besarnya sama yaitu pH 4.

Perbedaan beda potensial juga menyebabkan perubahan pH pada katolit sesuai dengan Gambar 4.12. Ketika proses elektrolisis berlangsung, pada anoda terbentuk ion  $\text{H}^+$  sedangkan pada katoda terjadi reaksi reduksi  $\text{H}_2\text{O}$  yang menghasilkan ion  $\text{OH}^-$ . Adanya ion  $\text{OH}^-$  tersebut mengakibatkan larutan pada katolit bersifat basa. Menurut hukum Faraday, semakin besar beda potensial, ion  $\text{OH}^-$  yang dihasilkan dalam larutan semakin besar. Berdasarkan hasil data yang terdapat pada Gambar 4.12, ketika sebelum elektrolisis, pH pada katolit yaitu 7. Ketika menit ke 30 proses elektrolisis, nilai pH pada katolit naik. Setelah dilakukan proses elektrolisis selama 8 jam, pH yang dihasilkan pada larutan katoda dengan beda potensial 2, 4, 6 dan 8 V besarnya sama yaitu pH 14.

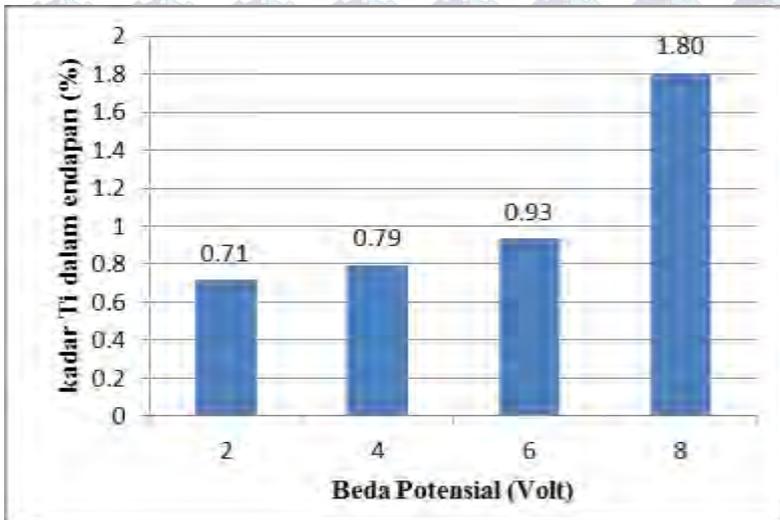
Selain mengalami perubahan nilai pH, cuplikan hasil dekomposisi akan terlindi sesuai dengan persamaan 2.17. Ion  $\text{H}^+$  dan gas klor yang terbentuk di anoda akan membantu mengoksidasi mineral Ti dan Fe yang terkandung dalam cuplikan. Semakin banyak ion  $\text{H}^+$ , dan gas klor yang terbentuk, maka semakin banyak mineral Ti dan Fe yang terlindi (Zhang, 2011). Mineral Ti akan teroksidasi menjadi  $\text{TiO}^{2+}$ , sedangkan mineral Fe akan teroksidasi menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Ion Ti dan Fe akan mengendap

ketika bereaksi dengan ion  $\text{OH}^-$  hasil elektrolisis pada katoda. Sehingga bertambahnya beda potensial menyebabkan semakin banyak titanium dan besi yang terakumulasi dalam endapan. Massa endapan hasil elektrolisis ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Selanjutnya endapan yang terbentuk disaring dan dioven selama 2 jam dengan suhu  $105^\circ\text{C}$ . Endapan ditimbang hingga berat konstan. Endapan hasil elektrolisis selanjutnya dihitung kadar titanium yang terekstrak menggunakan metode titrasi iodometri. Endapan ditimbang masing-masing sesuai dengan Lampiran B, kemudian dilarutkan dengan aquademin panas sebanyak 10 mL, kemudian dipanaskan. Kemudian ditambahkan 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , hingga endapan larut. Larutan diencerkan dalam 50 mL. Endapan yang telah larut dianalisa menggunakan titrasi iodometri. Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis ditunjukkan pada Gambar 4.13.

Tabel 4.3 Hasil pelindian titanium dalam pasir besi sesuai dengan variasi beda potensial

Variasi beda potensial (V) / t = 8 Jam	Massa endapan hasil elektrolisis (mg)	Massa Ti yang terendapkan (mg)	Kadar Ti dalam endapan hasil elektrolisis (%)
2	1994,1	14,26	0,71
4	3712	29,38	0,79
6	4688	43,71	0,93
8	5377,4	97,13	1,80



Gambar 4.13 Pengaruh beda potensial terhadap kadar Ti dalam endapan pada  $t = 8$  jam

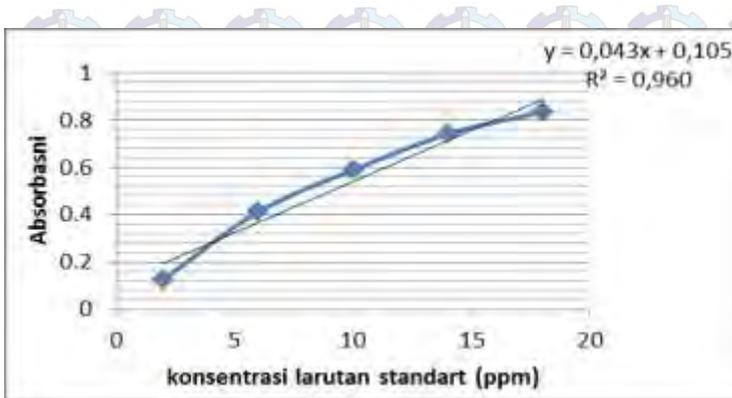
Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa massa endapan hasil elektrolisis paling besar diperoleh ketika dilakukan proses elektrolisis dengan menggunakan beda potensial 8 V dan waktu elektrolisis selama 8 jam. Beda potensial berbanding lurus dengan arus yang dihasilkan, sehingga semakin besar beda potensial maka semakin besar pula arus yang mengalir, sehingga jumlah ion  $H^+$  yang terbentuk semakin banyak (Oxtoby, 2001). Semakin banyak ion  $H^+$ , semakin banyak sampel yang larut atau terlindi, sehingga endapan yang terbentuk semakin banyak. Selain itu,  $Cl_2$  yang terbentuk juga meningkat sebanding dengan meningkatnya beda potensial. Klor membantu mengoksidasi mineral yang terdapat dalam pasir besi sehingga sampel terlarut semakin banyak.

Penelitian ini menunjukkan bahwa hasil pelindian titanium meningkat dengan peningkatan beda potensial sesuai dengan Gambar 4.13. Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis mencapai nilai maksimum pada beda potensial 8 V

dengan waktu elektrolisis 8 jam. Pada beda potensial 8 V dan waktu elektrolisis 8 jam massa titanium yang terendapkan mencapai 97,13 mg. Kadar titanium dalam endapan sebesar 1,80%. Sehingga semakin besar beda potensial yang digunakan, maka titanium yang terlindi semakin besar.

Menurut Sari, 2013, pada pH lebih dari 3,3 spesi fasa dari Ti (IV) dalam media klorida cenderung dalam bentuk  $Ti(OH)_4$ . Sehingga titanium yang terlindi cenderung akan mengendap dalam bentuk  $Ti(OH)_4$ . Kecilnya kadar Ti yang mengendap karena terbentuknya NaCl dalam endapan. Selain itu, menurut Cornell dan Schwertmann, 2003 : FAO, 2006, mineral titanium mempunyai kelarutan yang tinggi pada pH kurang dari 1,3. Pada penelitian ini pH yang terukur pada anolit adalah 4, hal ini disebabkan sampel hasil dekomposisi pasir besi dengan NaOH masih bersifat basa sehingga ion  $H^+$  yang dihasilkan pada saat elektrolisis bereaksi dengan ion  $OH^-$  dari basa sehingga keasaman larutan berkurang. Selain itu faktor suhu juga mempengaruhi ekstraksi titanium. Menurut Lakshmanan (2002), pelindian pasir besi menggunakan media klorida dilakukan pada suhu lebih dari  $90^\circ C$ .

Pada penelitian ini selain data kadar titanium juga diperoleh data kadar besi dalam endapan hasil pelindian. Penentuan kadar besi dalam endapan ditentukan menggunakan instrumen AAS pada panjang gelombang 248,3 nm dengan menggunakan lampu Fe. Endapan hasil elektrolisis ditimbang sesuai dengan lampiran B. Endapan dilarutkan dengan aquaes panas sebanyak 10 mL, kemudian dipanaskan. Kemudian ditambahkan 5 mL  $H_2SO_4$ , hingga endapan larut. Larutan diencerkan dalam 50 mL, selanjutnya diuji menggunakan AAS. Larutan standar Fe yang digunakan adalah 0, 2, 6, 10, 14 dan 18 ppm. Dari larutan standar tersebut dibuat kurva kalibrasi Fe seperti pada Gambar 4.14.



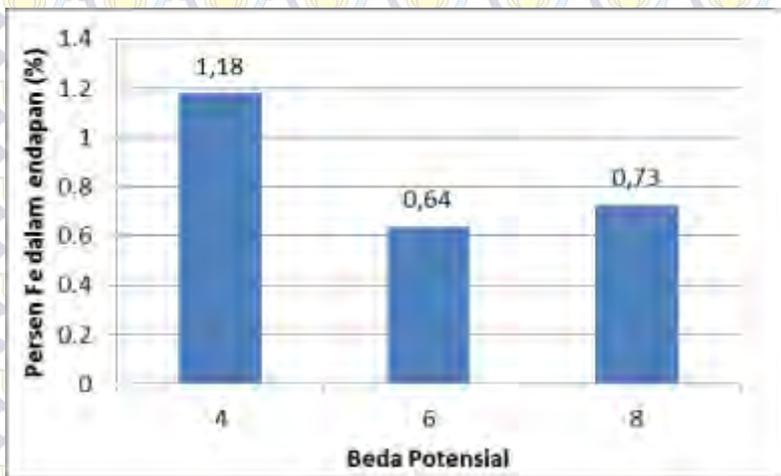
Gambar 4.14. Kurva kalibrasi standart Fe menggunakan AAS

Kurva kalibrasi Fe merupakan kurva nilai absorbansi sebagai fungsi konsentrasi larutan standar. Dari kurva kalibrasi pada Gambar 4.17 diperoleh persamaan garis  $y = 0,043x + 0,105$  dengan koefisien korelasi ( $r^2$ ) = 0,960. Dari nilai  $r^2$  dapat diketahui bahwa linearitas yang terbentuk antara konsentrasi larutan standar Fe dengan absorbansi baik. Kurva tersebut layak digunakan sebagai kurva kalibrasi karena memenuhi kisaran nilai  $r^2$  sebesar  $0,9 \leq r^2 \leq 1$ . Kadar Fe yang terendapkan dalam endapan ditunjukkan pada Tabel 4.4. Sedangkan perhitungan kadar Fe dalam endapan hasil elektrolisis ditunjukkan pada lampiran D.

Tabel 4.4 Hasil pelindian besi dalam pasir besi sesuai dengan variasi beda potensial

Variasi beda potensial (V) / t = 8 Jam	Massa endapan hasil elektrolisis (mg)	Massa Fe yang terendapkan (mg)	Kadar Fe dalam endapan hasil elektrolisis (%)
4	3712	43,76	1,18
6	4688	29,87	0,64
8	5377,4	39,11	0,73

Berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan bahwa massa besi yang terendapkan dalam endapan cenderung menurun dengan peningkatan beda potensial. Massa besi dalam endapan mencapai nilai maksimum pada beda potensial 4 V dengan waktu elektrolisis selama 8 jam. Pada kondisi ini massa besi dalam endapan mencapai 43,72 mg. Sehingga kadar besi dalam endapan mencapai nilai maksimum pada beda potensial 4 V dengan waktu elektrolisis 8 jam, sesuai dengan Gambar 4.15.



Gambar 4.15. Pengaruh beda potensial terhadap kadar Fe dalam endapan hasil elektrolisis pada  $t = 8$  jam

Berdasarkan Gambar 4.15 menunjukkan bahwa kadar besi dalam endapan cenderung berbanding terbalik dengan peningkatan beda potensial. Pada beda potensial 4 V dengan waktu elektrolisis 8 jam kadar besi dalam endapan sebesar 1,18%. Sedangkan pada beda potensial 6 V dan 8 V, kadar besi mengalami penurunan menjadi 0,64% dan 0,73%.

Kadar besi yang terlindi cenderung relatif kecil. Sari pada tahun 2013 telah melakukan penelitian tentang pengaruh dekomposisi pasir besi dengan penambahan NaOH. Penelitian tersebut menunjukkan bahwa kecilnya kadar besi yang terlindi disebabkan karena sebagian besi telah larut dalam aquademin setelah proses dekomposisi. Larutan yang diperoleh dari pencucian padatan hasil dekomposisi berwarna hijau, ini menunjukkan adanya besi (II) yang larut dalam aquademin sesuai persamaan 4.2. Sehingga besi yang terdapat dalam endapan elektrolisis berkurang.

Selain itu, menurut Ogasawara, dkk. (2000) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa ekstraksi besi sangat dipengaruhi oleh konsentrasi asam dalam proses pelindian. pH optimal dalam pelindian besi adalah sekitar pH 1 sampai 3. Sedangkan nilai pH maksimum pada anolit sesuai Gambar 4.11 adalah pH 4. Sehingga dimungkinkan besi masih terdapat pada residu. Menurut persamaan 4.1, besi dalam sampel merupakan besi dalam bentuk besi (II) oksida hasil dekomposisi pasir besi dengan NaOH. Besi (II) oksida dapat larut dalam asam. Pada penelitian ini, semakin besar beda potensial maka ion  $H^+$  yang dihasilkan juga semakin banyak sehingga larutan semakin bersifat asam. Sehingga  $FeO$  dalam sampel akan larut menjadi  $Fe^{2+}$ . Ketika  $Fe^{2+}$  bereaksi dengan ion klor pada elektrolit maka akan terbentuk  $FeCl_2$ .  $FeCl_2$  larut dalam air dan menghasilkan larutan filtrat berwarna kuning. Sehingga selain membentuk endapan  $Fe(OH)_3$  juga membentuk  $FeCl_2$  yang larut dalam filtrat. Hal itulah yang menyebabkan kandungan besi yang terendapkan cenderung mengalami penurunan (Cornell dan Schwertmann, 2003).

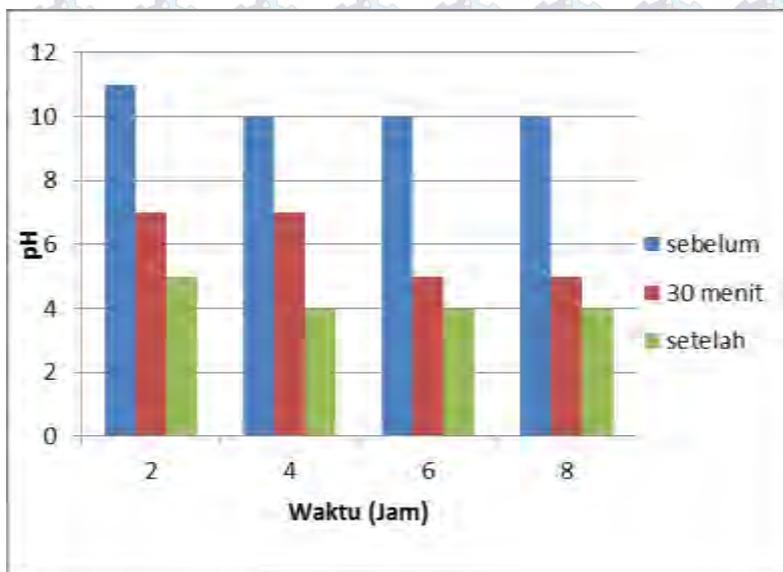
### 4.3.2 Proses Elektrolisis dengan Variasi Waktu

Proses elektrolisis menggunakan variasi waktu bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap pelindian pasir besi. Massa cuplikan hasil dekomposisi yang ditimbang sesuai dengan Tabel 4.5.

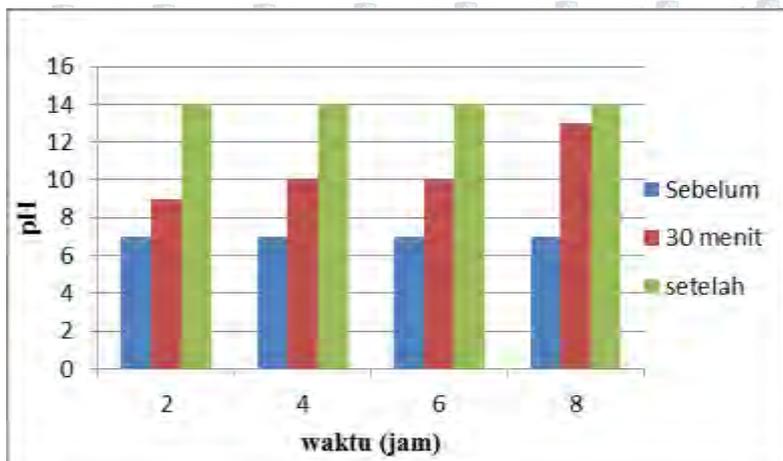
Tabel 4.5 Massa Cuplikan hasil dekomposisi yang ditimbang sesuai variasi waktu

Beda Potensial (V)	Waktu Elektrolisis (jam)	Massa Cuplikan yang ditimbang (gram)
8	2	12,0040
8	4	12,0023
8	6	12,0095
8	8	12,0037

Setelah itu, cuplikan dimasukkan dalam anolit NaCl 5 M, dan dialiri arus listrik searah. Berdasarkan persamaan 2.6 dan 2.7, katoda mengalami reduksi H<sub>2</sub>O dan pada anoda terjadi oksidasi H<sub>2</sub>O. Pada penelitian ini juga dilakukan pengukuran pH anolit dan katolit sebelum proses elektrolisis, menit ke 30 proses elektrolisis dan setelah proses elektrolisis sesuai dengan Gambar 4.16 dan Gambar 4.17.



Gambar 4.16. Pengaruh Waktu terhadap pH anolit pada  $V=8$  Volt



Gambar 4.17 Pengaruh waktu terhadap pH katolit pada  $V=8$  Volt

Berdasarkan Gambar 4.16, variasi waktu elektrolisis menyebabkan pergeseran nilai pH elektrolit. Ketika proses elektrolisis berlangsung, pada anolit terjadi reaksi oksidasi  $\text{H}_2\text{O}$  yang menghasilkan ion  $\text{H}^+$ . Adanya ion  $\text{H}^+$  tersebut mengakibatkan larutan pada anolit bersifat asam. Menurut hukum Faraday, volume ion  $\text{H}^+$  yang dihasilkan berbanding lurus dengan waktu elektrolisis (Oxtoby, 2001). Semakin lama waktu elektrolisis maka ion  $\text{H}^+$  yang dihasilkan semakin banyak. Sehingga konsentrasi anolit semakin asam. Berdasarkan hasil data yang terdapat pada Gambar 4.16, ketika sebelum elektrolisis, pH pada anolit yaitu 10. Ketika menit ke 30 proses elektrolisis, nilai pH pada anolit turun. Setelah dilakukan proses elektrolisis sesuai variasi waktu, pH yang dihasilkan pada larutan anoda dengan waktu elektrolisis 2, 4, 6 dan 8 jam besarnya sama yaitu pH 4.

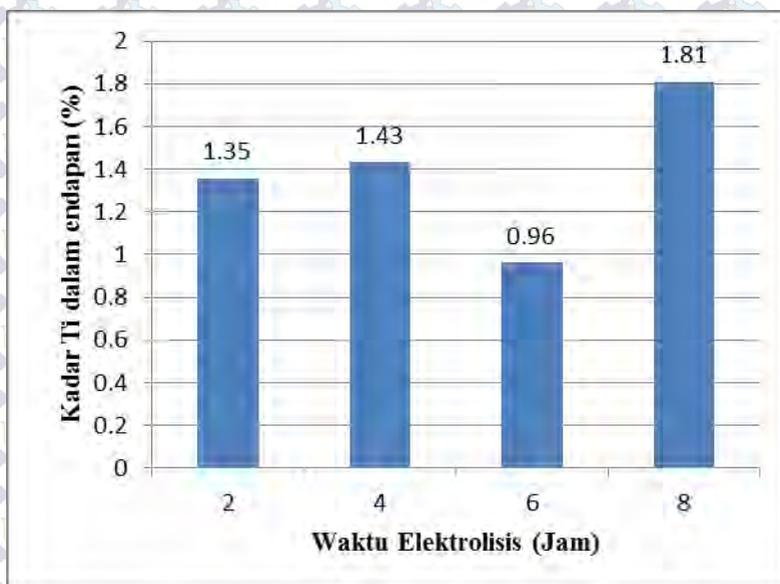
Variasi waktu elektrolisis juga menyebabkan perubahan pH pada katolit sesuai dengan Gambar 4.17. Ketika proses elektrolisis berlangsung, pada anoda terbentuk ion  $\text{H}^+$  sedangkan pada katoda terjadi reaksi reduksi  $\text{H}_2\text{O}$  yang menghasilkan ion  $\text{OH}^-$ . Adanya ion  $\text{OH}^-$  tersebut mengakibatkan larutan pada katolit bersifat basa. Menurut hukum Faraday, waktu elektrolisis berbanding lurus dengan jumlah ion  $\text{OH}^-$  yang dihasilkan. Berdasarkan hasil data yang terdapat pada Gambar 4.17, ketika sebelum elektrolisis, pH pada katolit yaitu 7. Ketika menit ke 30 proses elektrolisis, nilai pH pada katolit naik. Setelah dilakukan proses elektrolisis sesuai variasi waktu, pH yang dihasilkan pada larutan katoda dengan waktu elektrolisis 2, 4, 6 dan 8 jam besarnya sama yaitu pH 14.

Selain mengalami perubahan nilai pH, cuplikan hasil dekomposisi akan terlindi sesuai dengan persamaan 2.17. Ion  $\text{H}^+$  dan gas klor yang terbentuk di anoda akan membantu mengoksidasi mineral Ti dan Fe yang terkandung dalam cuplikan. Ion Ti dan Fe yang terdapat dalam anolit akan mengendap ketika bereaksi dengan ion  $\text{OH}^-$  pada katolit. Massa endapan yang terbentuk ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Selanjutnya endapan yang terbentuk disaring dan dioven selama 2 jam dengan suhu  $105^{\circ}\text{C}$ . Endapan ditimbang hingga berat konstan. Endapan hasil elektrolisis selanjutnya dihitung kadar titanium yang terekstrak menggunakan metode titrasi iodometri. Endapan ditimbang masing-masing sesuai dengan Lampiran B, kemudian dilarutkan dengan aquademin panas sebanyak 10 mL, kemudian dipanaskan. Kemudian ditambahkan 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , hingga endapan larut. Larutan diencerkan dalam 50 mL. Endapan yang telah larut dianalisa menggunakan titrasi iodometri. Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis ditunjukkan pada gambar 4.18.

Tabel 4.6 Hasil pelindian titanium dalam pasir besi sesuai dengan variasi waktu elektrolisis

Variasi waktu elektrolisis (Jam) / $v = 8 \text{ V}$	Massa endapan hasil elektrolisis (mg)	Massa Ti yang terendapkan (mg)	Kadar Ti dalam endapan hasil elektrolisis (%)
2	813,7	11,03	1,35
4	1815,9	25,99	1,43
6	2900,1	27,87	0,96
8	5377,4	97,13	1,80



Gambar 4.18. Pengaruh waktu elektrolisis terhadap kadar Ti dalam endapan pada elektrolisis pada  $v=8$  volt

Berdasarkan Tabel 4.6 dapat diketahui bahwa massa endapan hasil elektrolisis paling besar diperoleh ketika dilakukan proses elektrolisis dengan menggunakan waktu elektrolisis 8 jam dan beda potensial 8 V. Menurut hukum Faraday, volume ion  $H^+$  yang dihasilkan berbanding lurus dengan waktu elektrolisis (Oxtoby, 2001). Semakin lama waktu elektrolisis maka ion  $H^+$  yang dihasilkan semakin banyak. Semakin banyak ion  $H^+$ , semakin banyak sampel yang larut atau terlindi sesuai persamaan 2.17. Sehingga endapan yang terbentuk semakin banyak. Selain itu,  $Cl_2$  yang terbentuk juga meningkat sebanding dengan meningkatnya beda potensial. Klor membantu mengoksidasi mineral yang terdapat dalam pasir besi sehingga sampel yang terlarut semakin banyak.

Penelitian ini menunjukkan bahwa hasil pelindian titanium meningkat dengan peningkatan waktu elektrolisis sesuai

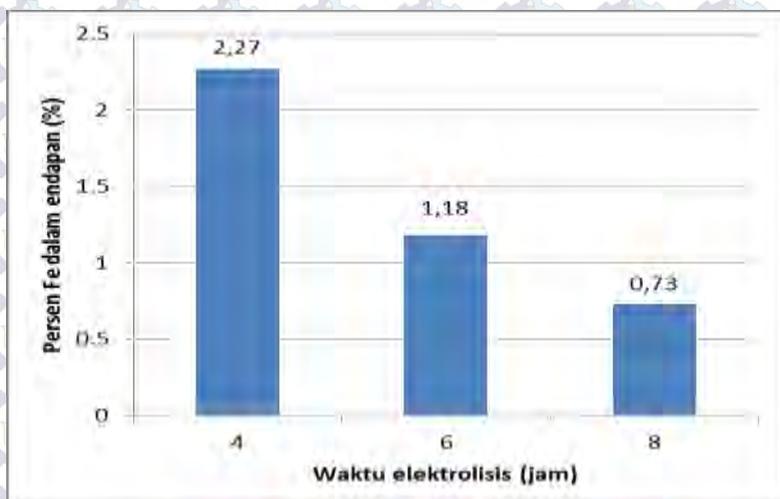
dengan Gambar 4.18. Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis mencapai nilai maksimum pada waktu elektrolisis 8 jam dengan beda potensial 8 V. Pada beda potensial 8 V dan waktu elektrolisis 8 jam massa titanium yang terendapkan mencapai 97,13 mg. Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis sebesar 1,81%.

Pada penelitian ini selain data kadar titanium juga diperoleh data kadar besi dalam endapan hasil pelindian. Penentuan kadar besi dalam endapan ditentukan menggunakan instrumen AAS pada panjang gelombang 248,3 nm dengan menggunakan lampu Fe. Kadar Fe yang terendapkan dalam endapan ditunjukkan pada Tabel 4.7. Sedangkan perhitungan kadar Fe dalam endapan hasil elektrolisis ditunjukkan pada lampiran D.

Tabel 4.7 Hasil pelindian besi dalam pasir besi sesuai dengan variasi waktu elektrolisis

Variasi waktu elektrolisis (Jam) / $v = 8$ V	Massa endapan hasil elektrolisis (mg)	Massa Fe yang terendapkan (mg)	Kadar Fe dalam endapan (%)
4	1815,9	41,29	2,27
6	2900,1	34,27	1,18
8	5377,4	39,81	0,73

Berdasarkan Tabel 4.7 menunjukkan bahwa massa besi yang terendapkan dalam endapan cenderung menurun dengan peningkatan waktu elektrolisis. Massa besi dalam endapan mencapai nilai maksimum pada waktu elektrolisis 4 jam dengan beda potensial sebesar 8 V. Pada kondisi ini massa besi dalam endapan mencapai 41,29 mg. Sehingga kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis mencapai nilai maksimum pada beda potensial 8 V dengan waktu elektrolisis 4 jam, sesuai dengan Gambar 4.19.



Gambar 4.19 Pengaruh waktu terhadap kadar Fe dalam endapan hasil elektrolisis pada  $v = 8$  Volt

Berdasarkan Gambar 4.19 menunjukkan bahwa kadar besi dalam endapan cenderung berbanding terbalik dengan peningkatan waktu elektrolisis. Pada waktu elektrolisis 4 jam dengan beda potensial 8 V kadar besi dalam endapan sebesar 2,27%. Sedangkan pada beda potensial 6 V dan 8 V, kadar besi mengalami penurunan menjadi 1,18% dan 0,73%.

Sari pada tahun 2013 telah melakukan penelitian tentang pengaruh dekomposisi pasir besi dengan penambahan NaOH. Penelitian tersebut menunjukkan bahwa kecilnya perolehan kembali besi disebabkan karena sebagian besi telah larut dalam aquademin setelah proses dekomposisi. Larutan yang diperoleh dari pencucian padatan hasil dekomposisi berwarna hijau, ini menunjukkan adanya besi (II) yang larut dalam aquademin sesuai persamaan 4.2. Sehingga besi yang terdapat dalam endapan elektrolisis berkurang.



## **BAB V KESIMPULAN**

### **5.1 Kesimpulan**

Kesimpulan yang diperoleh pada penelitian ini berdasarkan hasil dan pembahasan antara lain:

1. Dekomposisi pasir besi dengan NaOH yang dilanjutkan proses pelindian menggunakan elektrolisis dengan variasi beda potensial dan waktu elektrolisis 8 jam dapat meningkatkan titanium yang terlindi dari pasir besi. Pelindian titanium maksimal terjadi pada beda potensial 8 V dan waktu elektrolisis 8 jam dengan kadar titanium dalam endapan 1,81%. Sedangkan pelindian besi maksimal terjadi pada beda potensial 4 V dan waktu elektrolisis 8 jam dengan kadar besi dalam endapan 1,18%.
2. Dekomposisi pasir besi dengan NaOH yang dilanjutkan proses pelindian menggunakan elektrolisis dengan variasi waktu elektrolisis dan beda potensial 8 volt meningkatkan titanium yang terlindi dari pasir besi. Pelindian titanium maksimal terjadi pada waktu elektrolisis 8 jam dan beda potensial 8 V dengan kadar titanium dalam endapan 1,81%. Sedangkan pelindian besi maksimal terjadi pada waktu elektrolisis selama 4 jam dan beda potensial 8 V dengan kadar besi dalam endapan 2,27%.

### **5.2 Saran**

Perlu dilakukan studi lebih lanjut tentang elektrolit yang digunakan dalam proses elektrolisis, sehingga larutan elektrolit tidak ikut mengendap dalam endapan. Sehingga pelindian pasir besi menggunakan metode elektrolisis lebih optimal. Selain itu, perlu dilakukan pengukuran terhadap filtrat dan endapan hasil dekomposisi.



## DAFTAR PUSTAKA

- Arif, A., 2004. Keberadaan Pasir Titan di Indonesia dan Kemungkinan Pemanfaatannya Kedepan. LIPI (Tangerang).
- Ayata S., Yildiran H., 2005. Optimization of Extraction of Silver from Silver Sulphide Concentrate by Thiosulphate Leaching, *Mineral engineering* 18, 898-900.
- Ashok, Bacon G.W., and Osborne C.R., 2004. Thee Past and future of nickel laterites. Flavelle Boulevard, Sheridan park, Mississauga, Ontario, Canada 1-27.
- Berkovich, S.A., 1975. Recovery of Titanium from Ores. US Patent, 3903239
- Brady, J. E. 1999. General Chemistry Principles Emisi and Structure. Jakarta : Binarupa Aksara.
- Cornell, R. M., Schwertmann, U., 2003. The Iron Oxides: Structure, Properties, Occurences and Uses. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA (Weiheim)
- Dinnebier, R. E., & Friese, K. (2000). Modern XRD Methods In Mineralogy. Max-Planck-Institute for Solid State Research, Stuttgart. FRG
- Gambogi, J., 2009a. Titanium, 2007 Minerals Year Book. *US Geological Surv.* 176–178.
- Gambogi, J., 2009b. Titanium Mineral Concentrates. *US Geological Surv.* 172–173.
- Gambogi, J., 2010. Titanium and Titanium Dioxide, Mineral Commodity Summaries. *US Geological Surv.* 176–178.
- Habashi F., 1985. Trends in the hydrometallurgical treatment of copper oxides ores, *Arab minig journal* 4, 46-52
- Habashi, F. 1997. Handbook of Extractive Metallurgy. Weinheim: Wiley-VCH.
- Handaru S., 2008. Recovery nikel dari bijih limonite tereduksi oleh leaching amonium bikarbonat. Dept. Teknik metalurgi, Fakultas teknik, UI.

- Hartomo, A. J., Kaneko, T. 1995. Mengenai Pelapisan Logam (Electroplating). Yogyakarta : Andi Offset.
- Irawan, R., Sulardjaka, 2013. Pengaruh Temperatur Tuang terhadap Distribusi Serbuk Fly Ash pada komposit Al-Cu Diperkuat Serbuk Fly Ash. Thesis. Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Jensen G.A., Ronmann C.A., dan Perriyo L.D.,1980. Recovery and use of fission product Nuble Metals, 1-2, batella memorial Institute, Las Vegas, nevada 392.
- Jenkin, Ron. (1988) *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. New York : John Wiley & Sons
- Khopkar, S. M. 2002. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI-Pres
- Kim, M.S., Park, K.H., and Kim, H.I. 2005. "Electroleaching of Fe-Ni-Cu-Co alloy". Proceedings of the sixth Isope Ocean Mining Symposium Changsha. Hunan : Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources Daejeon.
- Kim, Y.S., Kim, B.M., and Park, S.C. 2006. A Novel Volumetric Method for Quantitation Of Titanium Dioxide in Cosmetics. Corporation R&D Center, 314-1. Bora-dong Gibeung-gu Yongin-Si Gyeonggi do, 446-729, Korea
- Lakshmanan, V.I., Sridhar, R., Rishia, M.M., Joseph, D.E., Laat R., 2002. Separation of Titanium Halides from Aqueous Solutions. U.S. patent 2002/6500396
- Lewis P.A., Morris D.F.C., dan Short E.L., 1975. Application of solvent extraction of the refining of precious metals, J. Ars Common Metals, 45. 193-214
- Li, C., Liang, B., Song, H., Xu, J.Q, Wang, X.Q. 2008. Preparation of porous rutile titania from ilmenite by mechanical activation and subsequent sulfuric acid leaching. Microporous and Mesoporous Materials **115**, 293-300

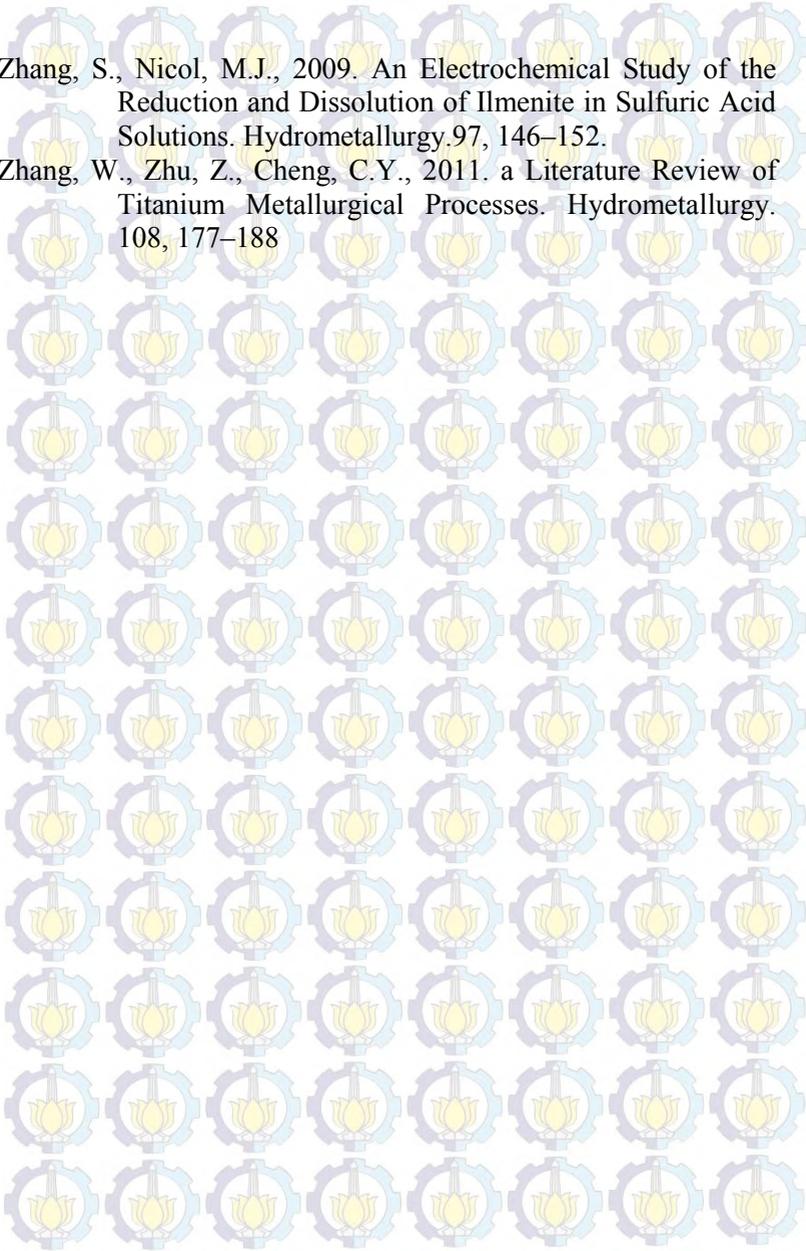
- Liu, Y. M., Qi, T., Chu, J. L., Tong, Q., Zhang, Y. (2006) Decomposition of ilmenite by concentrated KOH solution under atmospheric pressure. *International J. Mineral Processing* **81**, 79–84.
- Mackey, T.S., 1994. Upgrading Ilmenite Into A High-Grade Synthetic Rutile. *JOM*, April, 59–64.
- Mahmoud, M.H.H., Afifi, A.A.I., Ibrahim, I.A., 2004. Reductive Leaching of Ilmenite Ore in Hydrochloric Acid for Preparation of Synthetic Rutile. *Hydrometallurgy* **73**, 99–109
- Mahmoud, Y.D., Georges, J.K., 1997. Processing Titanium and Lithium for Reduced-Cost Application. *JOM* **49**, 20–27.
- Mohanty, S.P., Smith, K.A., 1993. Alkali Metal Catalysis of Carbo-Thermicreaction of Ilmenite. *Trans. Inst. Min. Metall.* **102**, C163–C173
- Mojski M., 1979. Extraction of Noble metals with neutral sulfur containing Organic compound, *chemia Analizyza*, **24**, 207-208.
- Mojski m., 1980. Solvent Extraction of platinum metals, *Chemia Analizyza*, **25**, 919-943
- Mori, V., Sobral, L. G. S. 2007. “Copper Extraction by Electroleaching of Metallic Sulphides Flotation Concentrates”. Centro de Tecnologia Mineral-CETEM
- Murty, C.V.G.K., Upadhyuy, .R., Asokan, S., 2007. Electro Smelting Of Ilmenite for Production Of TiO<sub>2</sub> Slag Potential Of Indian As a Global Player. The Indian Ferro Alloy Producer Association.
- Nayl, A.A., Aly, H.F., 2009. Acid Leaching of Ilmenite Decomposed by KOH. *Hydrometallurgy* . **97**, 86–93
- Ogasawara, T., Araujo, R.V.V., 2000. Hydrochloric Acid Leaching of a Pre-reduced Brazilian Ilmenite Concentrate in an Auto Clave. *Hydrometallurgy*. **56**, 203–216

- Oxtoby, D. W. 2001. Prinsip-Prinsip Kimia Modern. Jakarta: Erlangga.
- Panda S.C., Sukla L.B., dan Jena P.K., 1980. Extraction of nickel through reduction roasting and ammoniacal leaching of lateritic nickel ores, transactions Indian Institute of Metals 33, 161-165
- Purnamasari S.W. 2013. *Recovery Tembaga dari Batuan Mineral dengan menggunakan Metode Electroleaching*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Qi, T., Liu, Y. M., Chu, J. L., Li, H. J., and Li, Z. H. (2005) Preparation of potassium titanate using sub-molten salt method. China patent, CN 200510059715.5.
- Rahayu, C. 2013. Pengaruh Komposisi Anoda Grafit-Polivinil Asetal Terhadap Reistansi Anoda dan *Recovery Tembaga* pada *Electroleaching* Batuan Mineral. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Redus, R., 2008. Amptek Application Note XRF-1: XRF Spectra and Spectra Analysis Software. Amptek Inc
- Rivai, H. 1995. Asas Pemeriksaan Kimia. Jakarta : UI Press
- Rofi'ah, H. 2012. "Rekoveri Tembaga dari Batuan Mineral Menggunakan Metode Elektrolisis". Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Sari A., 2013, Studi Pengaruh Dekomposisi Pasir Besi dengan NaOH terhadap Hasil Ekstraksi Titanium. Intitut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya (Surabaya).
- Skoog, D. A., Holler, F.J., Cro, S.R. 2007. Principles of Instrumental Analysis 6th Edition. USA: Thomson Brooks.

- Somogyi, A., Braun, M., and Posta. J. (1997) Comparison between X-ray fluorescence and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry in the analysis of sediment samples. *Spectrochimica Acta Part B. Atomic Spectroscopy* **52**, 2011-2017
- Svehla, G., 1979. Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis. Longman Group Limited (London)
- Tong, Q. J., Qi, T., Liu, Y. M. (2007) Preparation of potassium titanate whiskers and titanium dioxide from titaniferous slag using KOH sub-molten salt method. *Chinese J. Process Engineerin* **7**(1), 85–89.
- Tsuchida, H., Narita, E., Takeuchi, H., Adachi, M., Okabe, T., 1982. Manufacture of High Pure Titanium(IV) Oxide by the Chloride Process:1. Kinetic Study on Leaching of Ilmenite Ore Inconcentrated Hydrochloric Acid Solution. *Bull.Chem. Soc. Jpn.* **55**, 1934–1938.
- Wicaksono, A. D. 2010. “Peningkatan Kualitas Emisi dan Penghematan Bahan Bakar Pada Sepeda Motor Melalui Elektrolit NaOH”. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Widodo,W., 2003. Inventarisasi Bahan Galian Logam di Kab. Malang dan Kab. Lumajang dan Eksplorasi Lanjutan Mineralisasi Logam di Daerah Tempursari (Kab. Lumajang), Seweden (Kab. Blitar) dan Suren lor (Kab. Trenggalek), Prov. Jawa Timur. ESDM
- Xue, T., Wang, L., Qi, T., Chu, J., Qu, J., Liu, C.,2009. Decomposition Kinetics of Titanium Slag in Sodium Hydroxide System. *Hydrometallurgy.* **95**, 22–27
- Yumin Liu, Tao Qi, Jinglong Chu, Qijie Tong, Yi Zhang, 2006. Decomposition of ilmenite by concentrated KOH solution under atmospheric pressure .*Int .J.Miner .Process.***81**,79–84.

Zhang, S., Nicol, M.J., 2009. An Electrochemical Study of the Reduction and Dissolution of Ilmenite in Sulfuric Acid Solutions. *Hydrometallurgy*.97, 146–152.

Zhang, W., Zhu, Z., Cheng, C.Y., 2011. a Literature Review of Titanium Metallurgical Processes. *Hydrometallurgy*. 108, 177–188



**BIODATA PENULIS**

Mempunyai nama lengkap Rizky Prananda. Penulis dilahirkan di kabupaten Magetan, pada 06 September 1992 sebagai anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Bina Putra (1998), SDN Genengan 02 (2004), SMPN 1 Magetan (2007) dan SMKN 3 Madiun (2010). Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Institut Teknologi Sepuluh Nopember di jurusan Kimia ITS pada tahun 2010 dengan NRP 1410 100 005. Di Jurusan Kimia FMIPA ITS ini, penulis mengambil bidang Studi Analitik dan Instrumentasi. Penulis sempat menempuh kerja praktek di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Ditjen Bea dan Cukai Surabaya. Selama masa perkuliahan, penulis pernah aktif sebagai anggota Departemen Riset dan Teknologi HIMKA ITS, Kepala Departemen Riset dan Teknologi HIMKA ITS dan Anggota Forum Mahasiswa Madiun di Surabaya. Penulis pernah menjadi asisten praktikum Metode Pengukuran Instrumen. Penulis menyelesaikan studi S1 dengan mengambil Tugas Akhir di bawah bimbingan Bapak Suprpto, Ph.D. ([suprpto@chem.its.ac.id](mailto:suprpto@chem.its.ac.id)). Penulis dapat dihubungi melalui email [Rizky.prananda@yahoo.com](mailto:Rizky.prananda@yahoo.com)

## DAFTAR LAMPIRAN

No. Tabel	Judul Tabel	Halaman
A	Skema Kerja	67
B	Massa endapan yang ditimbang guna uji kadar Fedan Ti	70
C	Hasil Analisis XRF	71
D	Perhitungan kadar besi dalam endapan	72
E	Perhitungan kadar titanium dalam endapan	76

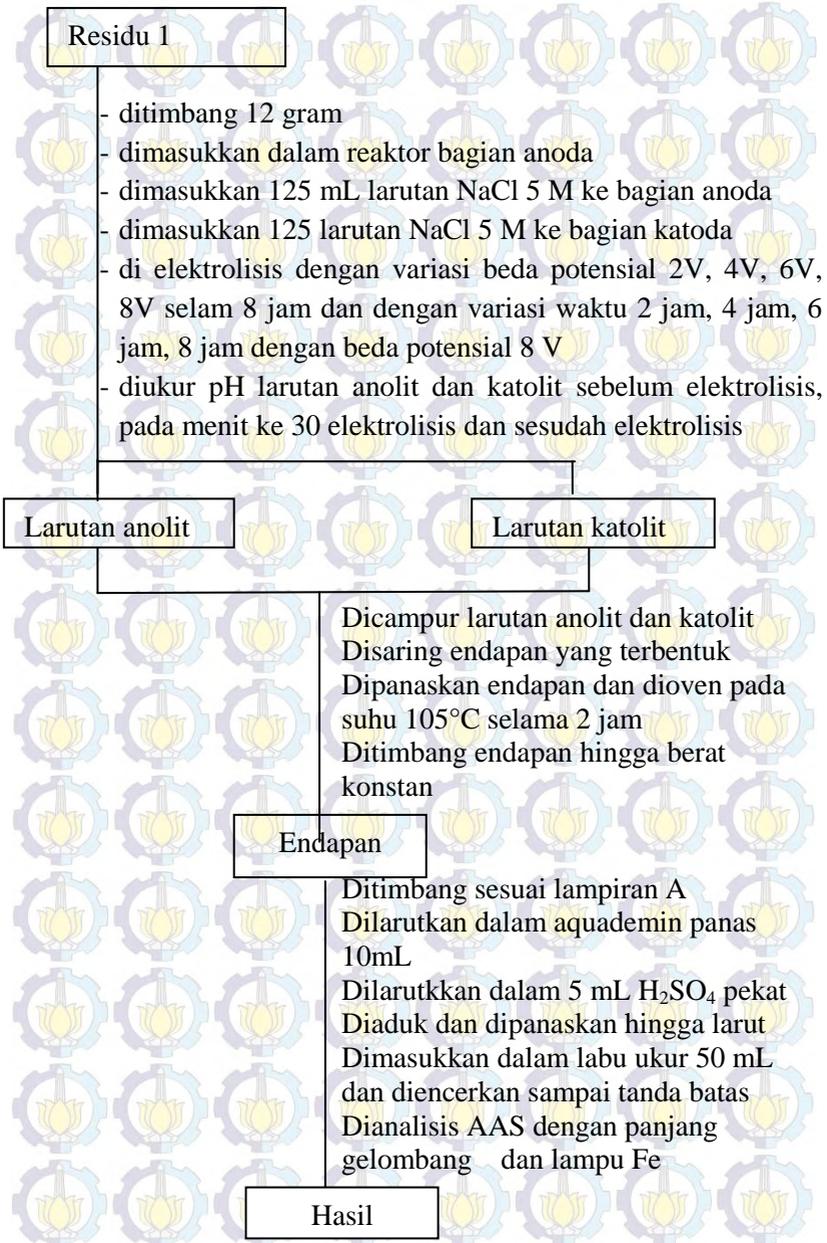
## LAMPIRAN A SKEMA KERJA

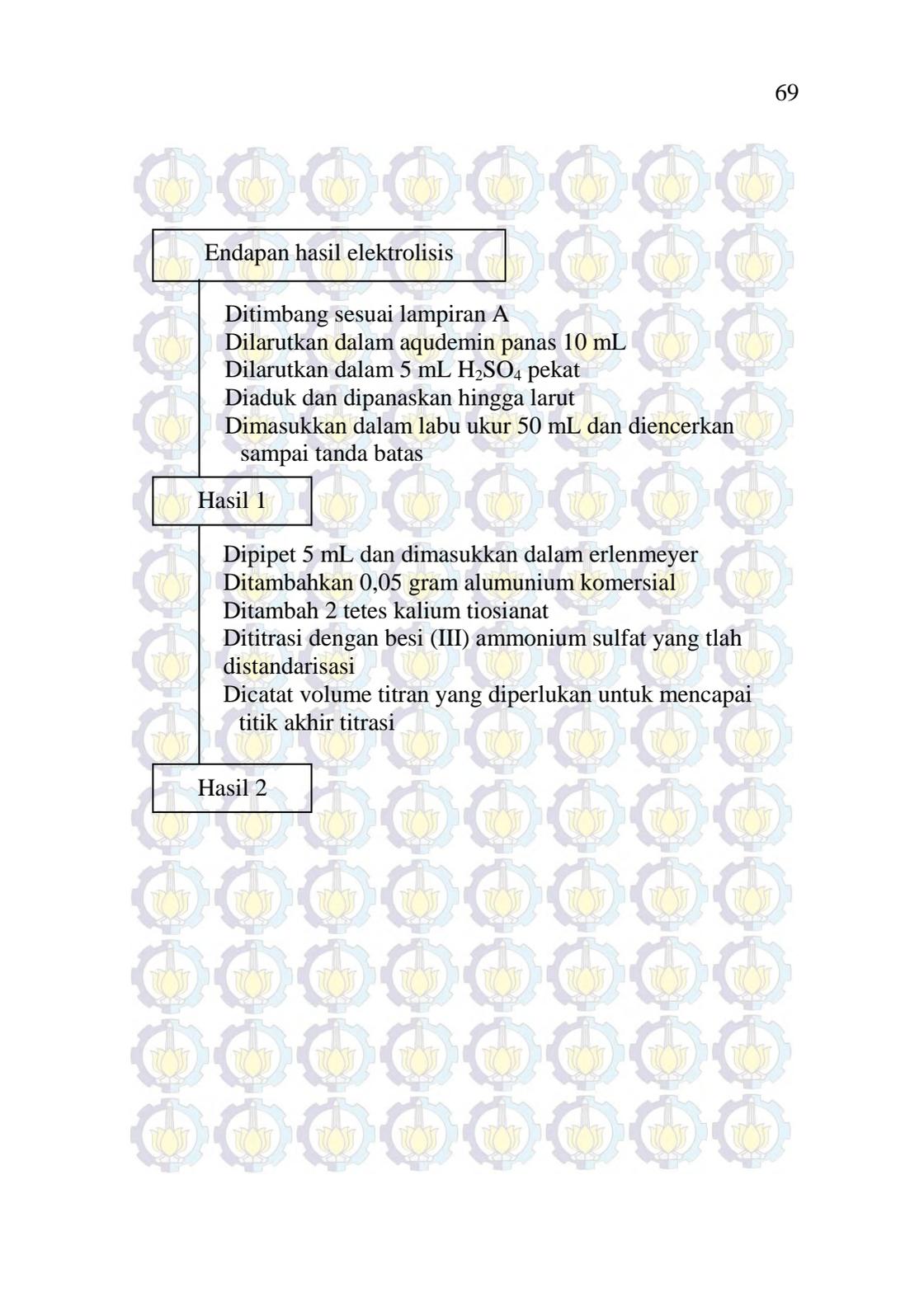
Pasir besi

- dipisahkan pasir besi dengan magnet
- ditimbang pasir besi sebanyak 25 gram, lalu dimasukkan ke dalam pestle
- ditambah NaOH padat sebanyak 15 gram
- dihomogenkan campuran dengan mortar
- dimasukkan campuran ke dalam cawan porselen
- dipanaskan campuran dalam furnace dengan suhu  $600^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam
- ditambahkan aquadest pada cuplikan yang telah difurnace
- disaring untuk memisahkan residu dengan filtrat

Filtrat 1

Residu 1





### Endapan hasil elektrolisis

Ditimbang sesuai lampiran A  
Dilartukan dalam aquademin panas 10 mL  
Dilartukan dalam 5 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat  
Diaduk dan dipanaskan hingga larut  
Dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan sampai tanda batas

### Hasil 1

Dipipet 5 mL dan dimasukkan dalam erlenmeyer  
Ditambahkan 0,05 gram alumunium komersial  
Ditambah 2 tetes kalium tiosianat  
Dititrasi dengan besi (III) ammonium sulfat yang tlah distandarisasi  
Dicatat volume titran yang diperlukan untuk mencapai titik akhir titrasi

### Hasil 2

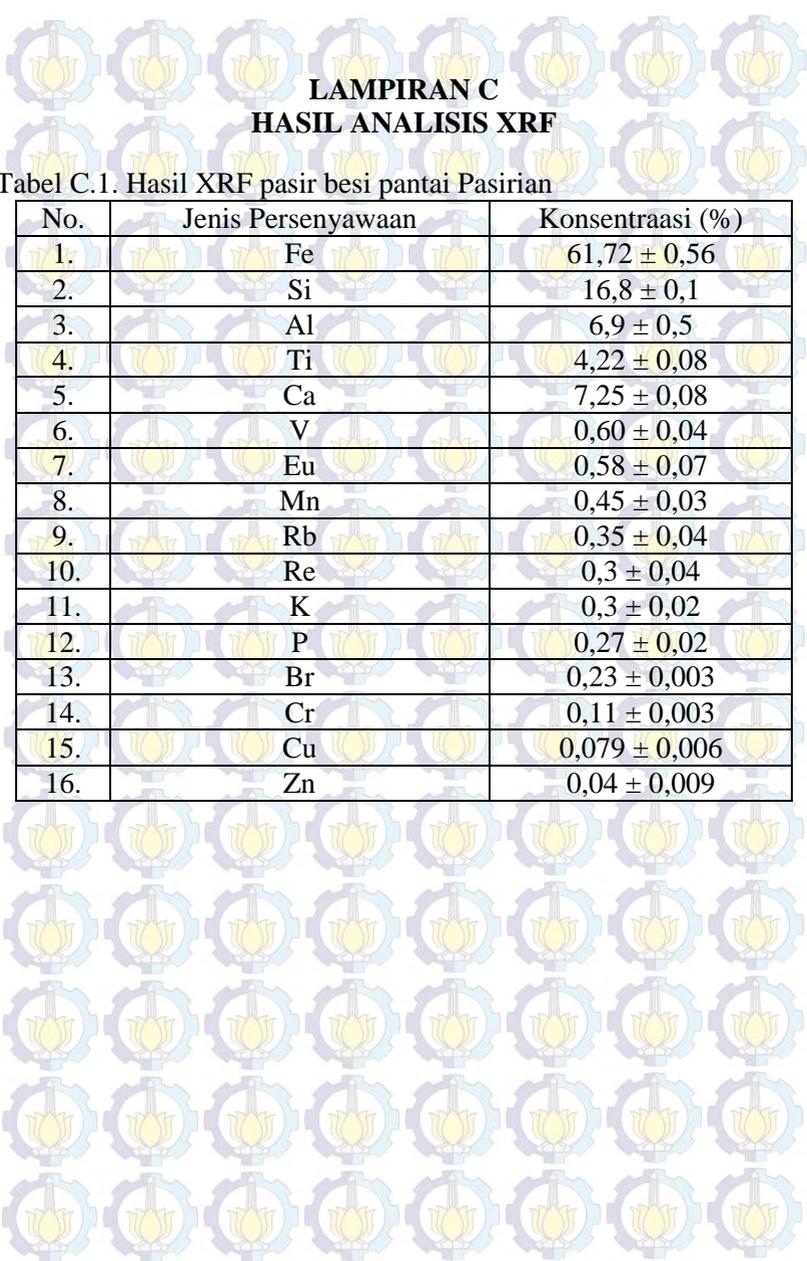
**LAMPIRAN B**

Tabel B.1 Massa endapan hasil elektrolisis yang ditimbang untuk analisa titrasi dan AAS guna mengukur kadar Ti dan Fe dalam endapan sesuai variasi beda potensial

Variasi beda potensial (V) / t = 8 Jam	Massa endapan yang ditimbang (gram)
2	0,1568
4	0,7656
6	0,7885
8	1,0065

Tabel B.2 Massa endapan hasil elektrolisis yang ditimbang untuk analisa titrasi dan AAS guna mengukur kadar Ti dan Fe dalam endapan sesuai variasi waktu elektrolisis

Variasi waktu (Jam) / V= 8 Volt	Massa endapan yang ditimbang (gram)
2	0,1789
4	0,2540
6	0,5044
8	1,0065



**LAMPIRAN C**  
**HASIL ANALISIS XRF**

Tabel C.1. Hasil XRF pasir besi pantai Pasirian

No.	Jenis Persenyawaan	Konsentraasi (%)
1.	Fe	$61,72 \pm 0,56$
2.	Si	$16,8 \pm 0,1$
3.	Al	$6,9 \pm 0,5$
4.	Ti	$4,22 \pm 0,08$
5.	Ca	$7,25 \pm 0,08$
6.	V	$0,60 \pm 0,04$
7.	Eu	$0,58 \pm 0,07$
8.	Mn	$0,45 \pm 0,03$
9.	Rb	$0,35 \pm 0,04$
10.	Re	$0,3 \pm 0,04$
11.	K	$0,3 \pm 0,02$
12.	P	$0,27 \pm 0,02$
13.	Br	$0,23 \pm 0,003$
14.	Cr	$0,11 \pm 0,003$
15.	Cu	$0,079 \pm 0,006$
16.	Zn	$0,04 \pm 0,009$

## LAMPIRAN D

### PERHITUNGAN KADAR BESI DALAM ENDAPAN

D.1 Hasil kadar besi dalam Endapan dengan Variasi beda potensial dan waktu elektrolisis 8 jam

Diketahui:

Massa Fe dalam Pasir besi :  $61,72\% \times 25\text{gram} = 15,43 \text{ gram}$

Tabel D.1 Massa endapan hasil yang terbentuk.

Beda potensial (Volt)	Waktu elektrolisis (Jam)	Massa Endapan Hasil elektrolisis (gram)
2	8	1,9941
4	8	3,7120
6	8	4,6680
8	8	5,3774

Tabel D.2 Hasil analisis AAS endapan hasil elektrolisis

Beda potensial (Volt)	Waktu elektrolisis (Jam)	Konsentrasi besi (mg/L) Pengenceran 10x
4	8	18,05
6	8	9,939
8	8	14,64

#### 1. Perhitungan kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 4 volt dan waktu elektrolisis 8 jam

Volume filtrate = 50 mL

Massa endapan hasil elektrolisis = 3,712 gr = 3712 mg

Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Fe = 765 mg

Pengenceran 10 kali

Konsentrasi besi dalam endapan  $18,05 \text{ ppm} \times 10 = 180,5 \text{ ppm}$

- Massa besi dalam endapan:

$$m = 180,5 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} \\ = 9,025 \text{ mg}$$

- Massa besi dalam endapan total :

$$m = \frac{9,025 \text{ mg} \times 3712 \text{ mg}}{765 \text{ mg}} = 43,76 \text{ mg}$$

- Kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ besi} = \frac{43,76 \text{ mg}}{3712 \text{ mg}} \times 100\% = 1,18\%$$

## 2. Perhitungan kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 6 volt dan waktu elektrolisis 8 jam

Volume filtrat 50 mL

Massa endapan hasil elektrolisis = 4,6880 gr = 4688 mg

Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Fe = 780 mg

Pengenceran 10 kali

Konsentrasi besi dalam endapan 9,939 ppm x 10 = 99,39 ppm

- Massa besi dalam endapan:

$$m = 99,39 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} \\ = 4,9695 \text{ mg}$$

- Massa besi dalam endapan total :

$$m = \frac{4,9695 \text{ mg} \times 4688 \text{ mg}}{780 \text{ mg}} = 29,87 \text{ mg}$$

- Kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ besi} = \frac{29,87 \text{ mg}}{4688 \text{ mg}} \times 100\% = 0,64\%$$

## 3. Perhitungan kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 8 volt dan waktu elektrolisis 8 jam

Volume filtrat 50 mL

Pengenceran 10 kali

Massa endapan hasil elektrolisis = 5,3774 gr = 5377,4 mg

Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Fe = 1006,5 mg

Konsentrasi besi dalam endapan 14,64 ppm x 10 = 146,4 ppm

- Massa besi dalam endapan:  
 $m = 146,4 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}$   
 $= 7,32 \text{ mg}$
- Massa besi dalam endapan total :  
 $m = \frac{7,32 \text{ mg} \times 5377,4 \text{ mg}}{1006,5 \text{ mg}} = 39,11 \text{ mg}$
- Kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis:  
 $\% \text{ besi} = \frac{39,11 \text{ mg}}{5377,4 \text{ mg}} \times 100\% = 0,73\%$

#### D.2 Hasil kadar besi dalam Endapan dengan Variasi waktu elektrolisis dan beda potensial 8 jam

Tabel D.3 Massa endapan hasil yang terbentuk.

Beda potensial (Volt)	Waktu elektrolisis (Jam)	Massa Endapan Hasil elektrolisis (gram)
8	2	0,8137
8	4	1,8159
8	6	2,9001
8	8	5,3774

Tabel D.4 Hasil analisis AAS endapan hasil elektrolisis

Beda potensial (Volt)	Waktu elektrolisis (Jam)	Konsentrasi besi (mg/L) Pengenceran 10x
8	4	11,55
8	6	11,92
8	8	14,64

#### 1. Perhitungan kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 8 volt dan waktu elektrolisis 4 jam

Volume filtrat 50 mL

Pengenceran 10 kali

Massa endapan hasil elektrolisis = 1,8159 gr = 1815,9 mg

Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Fe = 254 mg  
 Konsentrasi besi dalam endapan  $11,55 \text{ ppm} \times 10 = 115,5 \text{ ppm}$

- Massa besi dalam endapan:

$$m = 115,5 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} \\ = 5,775 \text{ mg}$$

- Massa besi dalam endapan total :

$$m = \frac{5,775 \text{ mg} \times 1815,9 \text{ mg}}{254 \text{ mg}} = 41,29 \text{ mg}$$

- Kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ besi} = \frac{41,29 \text{ mg}}{1815,9 \text{ mg}} \times 100\% = 2,27\%$$

## 2. Perhitungan kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 8 volt dan waktu elektrolisis 6 jam

Volume filtrat 50 mL

Pengenceran 10 kali

Massa endapan hasil elektrolisis = 2,9001 gr = 2900,1 mg

Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Fe = 504,4 mg

Konsentrasi besi dalam endapan  $11,92 \text{ ppm} \times 10 = 119,2 \text{ ppm}$

- Massa besi dalam endapan:

$$m = 119,2 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} \\ = 5,96 \text{ mg}$$

- Massa besi dalam endapan total :

$$m = \frac{5,96 \text{ mg} \times 2900,1 \text{ mg}}{504,4 \text{ mg}} = 34,27 \text{ mg}$$

- Kadar besi dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ besi} = \frac{34,27 \text{ mg}}{2900,1 \text{ g}} \times 100\% = 1,18\%$$

## LAMPIRAN E

### PERHITUNGAN KADAR TITANIUM DALAM ENDAPAN

E.1 Standarisasi Larutan Besi (III) ammonium sulfat dengan metode titrasi iodometri

Diketahui : Volume  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  : 40 mL  
 Konsentrasi Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  : 0,1 N  
 Volume Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  : 20,2 mL

Perhitungan : Normalitas :  $\frac{\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{N Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}$   
 Normalitas  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  :  $\frac{20,2 \times 0,1}{40} = 0,0505 \text{ N}$

Jadi normalitas Besi (III) ammonium sulfat adalah 0,0505 N

E.2 Penentuan kadar Titanium dalam endapan hasil elektrolisis dengan metode titrasi.

E.2.1. Penentuan kadar Titanium dalam endapan hasil elektrolisis dengan variasi beda potensial dan waktu elektrolisis 8 Jam dengan metode titrasi..

Diketahui :

Massa Titanium dalam pasir besi :  
 $4,22\% \times 25 \text{ gram} = 1,055 \text{ gram} = 1055 \text{ mg}$

Tabel E.1 Massa endapan hasil yang terbentuk.

Beda potensial (Volt)	Waktu elektrolisis (Jam)	Massa Endapan Hasil elektrolisis (gram)
2	8	1,9941
4	8	3,7120
6	8	4,6680
8	8	5,3774

### 1. Perhitungan Massa dan kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 2 volt dan waktu elektrolisis 8 jam

Diketahui :

Massa Ti dalam Pasir besi	: 1055 mg
Massa endapan hasil elektrolisis	: 1994,1 mg
Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Ti	: 156,8 mg
Normalitas $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,0505 N
Volume $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,05 mL
Volume analat	: 5 mL
Volume Sampel larutan induk	: 50 mL = 0,05 L
Massa Relatif Titanium	: 48

Perhitungan : Konsentrasi analat :  $\frac{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times \text{N FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}{\text{mL Sampel}}$

$$\text{Konsentrasi analat} : \frac{0,05 \times 0,0505}{5} = 5,05 \times 10^{-4} \text{ N}$$

➤ Massa Ti dalam endapan :  $\text{N} = \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \text{bil. ekivalen}$

$$5,05 \times 10^{-4} = \frac{\text{gr}/48}{0,05 \text{ mL}} \times 1$$

Sehingga Massa Ti = 0,001212 gram = 1,212 mg

➤ Massa titanium dalam endapan total :

$$m = \frac{1,212 \text{ mg} \times 1994,1 \text{ mg}}{156,8 \text{ mg}} = 14,26 \text{ mg}$$

➤ Kadar titaanium dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ titanium} = \frac{14,26 \text{ mg}}{1994,1 \text{ mg}} \times 100\% = 0,72\%$$

### 2. Perhitungan Massa dan kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 4 volt dan waktu elektrolisis 8 jam

Diketahui :

Massa Ti dalam Pasir besi	: 1055 mg
Massa endapan hasil elektrolisis	: 3712 mg
Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Ti	: 765 mg
Normalitas $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,0505 N
Volume $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,25 mL

Volume analat : 5 mL  
 Volume Sampel larutan induk : 50 mL = 0,05 L  
 Massa Relatif Titanium : 48

Perhitungan : Konsentrasi analat :  $\frac{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times \text{N FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}{\text{mL Sampel}}$   
 Konsentrasi analat :  $\frac{0,25 \times 0,0505}{5} = 2,525 \times 10^{-3} \text{ N}$

➤ Massa Ti dalam endapan :  $\text{N} = \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \text{bil. ekivalen}$   
 $2,525 \times 10^{-3} = \frac{\text{gr}/48}{0,05 \text{ mL}} \times 1$

Sehingga didapatkan Massa Ti = 0,00606 gram = 6,06 mg

➤ Massa titanium dalam endapan total :

$$m = \frac{6,06 \text{ mg} \times 3712 \text{ mg}}{765 \text{ mg}} = 29,38 \text{ mg}$$

➤ Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ titanium} = \frac{29,38 \text{ mg}}{3712 \text{ mg}} \times 100\% = 0,79\%$$

### 3. Perhitungan Massa dan kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 6 volt dan waktu elektrolisis 8 jam

Diketahui :

Massa Ti dalam Pasir besi : 1055 mg  
 Massa endapan hasil elektrolisis : 4688 mg  
 Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Ti : 780 mg  
 Normalitas  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  : 0,0505 N  
 Volume  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  : 0,3 mL  
 Volume analat : 5 mL  
 Volume Sampel larutan induk : 50 mL = 0,05 L  
 Massa Relatif Titanium : 48

Perhitungan : Konsentrasi analat :  $\frac{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times \text{N FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}{\text{mL Sampel}}$

$$\text{Konsentrasi analat} : \frac{0,3 \times 0,0505}{5} = 3,03 \times 10^{-3} \text{ N}$$

➤ Massa Ti dalam endapan :  $\text{N} = \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \text{bil. ekivalen}$   
 $3,03 \times 10^{-3} = \frac{\text{gr}/48}{0,05 \text{ mL}} \times 1$

Sehingga didapatkan Massa Ti = 0,007272 gram = 7,27 mg

- Massa titanium dalam endapan total :

$$m = \frac{7,27 \text{ mg} \times 4688 \text{ mg}}{780 \text{ mg}} = 43,71 \text{ mg}$$

- Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ titanium} = \frac{43,71 \text{ mg}}{4688 \text{ mg}} \times 100\% = 0,93\%$$

#### 4. Perhitungan Massa dan kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 8 volt dan waktu elektrolisis 8 jam

Diketahui :

Massa Ti dalam Pasir besi : 1055 mg

Massa endapan hasil elektrolisis : 5377,4 mg

Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Ti : 1006,5 mg

Normalitas  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  : 0,0505 N

Volume  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  : 0,75 mL

Volume analat : 5 mL

Volume Sampel larutan induk : 50 mL = 0,05 L

Massa Relatif Titanium : 48

Perhitungan : Konsentrasi analat :  $\frac{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times \text{N FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}{\text{mL Sampel}}$

$$\text{Konsentrasi analat} : \frac{0,75 \times 0,0505}{5} = 7,575 \times 10^{-3} \text{ N}$$

- Massa Ti dalam endapan :  $\text{N} = \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \text{bil. ekivalen}$

$$7,575 \times 10^{-3} = \frac{\text{gr}/48}{0,05 \text{ mL}} \times 1$$

Sehingga didapatkan Massa Ti = 0,01818 gram = 18,18 mg

- Massa titanium dalam endapan total :

$$m = \frac{18,18 \text{ mg} \times 5377,4 \text{ mg}}{1006,5 \text{ mg}} = 97,13 \text{ mg}$$

- Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ titanium} = \frac{97,13 \text{ mg}}{5377,4 \text{ mg}} \times 100\% = 1,81\%$$

E.2.2. Penentuan kadar Titanium dalam endapan hasil elektrolisis dengan variasi waktu elektrolisis dan beda potensial 8 volt dengan metode titrasi.

Tabel E.2 Massa endapan hasil yang terbentuk

Beda potensial (Volt)	Waktu elektrolisis (Jam)	Massa Endapan Hasil elektrolisis (gram)
8	2	0,8137
8	4	1,8159
8	6	2,9001
8	8	5,3774

### 1. Perhitungan Massa dan kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 8 volt dan waktu elektrolisis 2 jam

Diketahui :

Massa Ti dalam Pasir besi : 1055 mg  
 Massa endapan hasil elektrolisis : 813,7 mg  
 Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Ti : 178,9 mg  
 Normalitas  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  : 0,0505 N  
 Volume  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$  : 0,1 mL  
 Volume analat : 5 mL  
 Volume Sampel larutan induk : 50 mL = 0,05 L  
 Massa Relatif Titanium : 48

Perhitungan : Konsentrasi analat :  $\frac{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times \text{N FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}{\text{mL Sampel}}$

$$\text{Konsentrasi analat} : \frac{0,1 \times 0,0505}{5} = 1,01 \times 10^{-3} \text{ N}$$

$$\begin{aligned} \text{➤ Massa Ti dalam endapan : } N &= \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \text{bil. ekivalen} \\ 1,01 \times 10^{-3} &= \frac{\text{gr}/48}{0,05 \text{ mL}} \times 1 \end{aligned}$$

Sehingga didapatkan Massa Ti = 0,0024242 gram = 2,42 mg

➤ Massa titanium dalam endapan total :

$$m = \frac{2,42 \text{ mg} \times 813,7 \text{ mg}}{178,9 \text{ mg}} = 11,03 \text{ mg}$$

- Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ titanium} = \frac{11,03 \text{ mg}}{813,7 \text{ mg}} \times 100\% = 1,35\%$$

## 2. Perhitungan Massa dan kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 8 volt dan waktu elektrolisis 4 jam

Diketahui :

Massa Ti dalam Pasir besi	: 1055 mg
Massa endapan hasil elektrolisis	: 1815,9 mg
Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Ti	: 254 mg
Normalitas $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,0505 N
Volume $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,15 mL
Volume analat	: 5 mL
Volume Sampel larutan induk	: 50 mL = 0,05 L
Massa Relatif Titanium	: 48

Perhitungan : Konsentrasi analat :  $\frac{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times \text{N FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}{\text{mL Sampel}}$

$$\text{Konsentrasi analat} : \frac{0,15 \times 0,0505}{5} = 1,515 \times 10^{-3} \text{ N}$$

- Massa Ti dalam endapan :  $\text{N} = \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \text{bil. ekivalen}$

$$1,515 \times 10^{-3} = \frac{\text{gr}/48}{0,05 \text{ mL}} \times 1$$

Sehingga didapatkan Massa Ti = 0,003636 gram = 3,63 mg

- Massa titanium dalam endapan total :

$$m = \frac{3,63 \text{ mg} \times 1815,9 \text{ mg}}{254 \text{ mg}} = 25,99 \text{ mg}$$

- Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ titanium} = \frac{25,99 \text{ mg}}{813,7 \text{ mg}} \times 100\% = 1,43\%$$

### 3. Perhitungan Massa dan kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis pada variasi beda potensial 8 volt dan waktu elektrolisis 6 jam

Diketahui :

Massa Ti dalam Pasir besi	: 1055 mg
Massa endapan hasil elektrolisis	: 1815,9 mg
Massa endapan yang ditimbang untuk analisa Ti	: 254 mg
Normalitas $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,0505 N
Volume $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$	: 0,2 mL
Volume analat	: 5 mL
Volume Sampel larutan induk	: 50 mL = 0,05 L
Massa Relatif Titanium	: 48

Perhitungan : Konsentrasi analat :  $\frac{\text{mL FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times \text{N FeNH}_4(\text{SO}_4)_2}{\text{mL Sampel}}$

$$\text{Konsentrasi analat} : \frac{0,2 \times 0,0505}{5} = 2,02 \times 10^{-3} \text{ N}$$

➤ Massa Ti dalam endapan :  $\text{N} = \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \text{bil. ekuivalen}$

$$2,02 \times 10^{-3} = \frac{\text{gr}/48}{0,05 \text{ mL}} \times 1$$

Sehingga didapatkan Massa Ti = 0,004848 gram = 4,85 mg

➤ Massa titanium dalam endapan total :

$$m = \frac{4,85 \text{ mg} \times 2900,1 \text{ mg}}{504,4 \text{ mg}} = 27,87 \text{ mg}$$

➤ Kadar titanium dalam endapan hasil elektrolisis:

$$\% \text{ titanium} = \frac{27,87 \text{ mg}}{2900,1 \text{ mg}} \times 100\% = 0,96\%$$