



**SKRIPSI**

**PEMISAHAN TITANIUM DIOKSIDA DARI PASIR BESI  
KABUPATEN LUMAJANG DENGAN PELINDIAN  
 $H_3PO_4$  DAN AGEN DEKOMPOSISI NaOH**

**IVA AMELIA VIDIANI  
NRP. 1410 100 075**

**DOSEN PEMBIMBING  
Suprpto, Ph.D.**

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

**SCRIPT**

**EXTRACTION OF TITANIUM DIOXIDE FROM  
LUMAJANG BEACH SAND BY  $H_3PO_4$  LEACHING  
AND NaOH AS DECOMPOSITION AGENT**

**IVA AMELIA VIDIANTI  
NRP. 1410 100 075**

**SUPERVISOR  
Suprpto, Ph.D.**

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

**PEMISAHAN TITANIUM DARI PASIR BESI  
KABUPATEN LUMAJANG DENGAN PELINDIAN  
 $H_3PO_4$  DAN AGEN DEKOMPOSISI NaOH**

**SKRIPSI**

Disusun untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana Program Studi S-1  
Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh :

**IVA AMELIA VIDIANTI**

**NRP. 1410 100 075**

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

**LEMBAR PENGESAHAN**

**PEMISAHAN TITANIUM DARI PASIR BESI  
KABUPATEN LUMAJANG DENGAN PELINDIAN  
 $H_3PO_4$  DAN AGEN DEKOMPOSISI  $NaOH$**

**SKRIPSI**

Oleh :

**IVA AMELIA VIDIANTI**  
**NRP 1410 100 075**

Surabaya, 21 Juli 2014

Disetujui oleh Pembimbing  
**SKRIPSI**

  
**Suprpto, Ph.D.**  
**NIP. 19720919 199800 1 002**

Mengetahui  
**Ketua Jurusan Kimia,**

  
**Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D**  
**NIP. 19691017 199412 1 001**



# PEMISAHAN TITANIUM DIOKSIDA DARI PASIR BESI KABUPATEN LUMAJANG DENGAN PELINDIAN $\text{H}_3\text{PO}_4$ DAN AGEN DEKOMPOSISI $\text{NaOH}$

**Nama** : Iva Amelia Vidianti  
**NRP** : 1410 100 075  
**Jurusan** : Kimia ITS  
**Pembimbing** : Suprpto, Ph.D

## Abstrak

Pada penelitian ini telah dilakukan ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir besi dengan metode pelindian fosfat yang didahului oleh dekomposisi dengan  $\text{NaOH}$ . Hasil pelindian dianalisa kandungan  $\text{TiO}_2$  dalam filtrat dengan ICP-MS. Padatan yang diperoleh dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD). Analisa ICP-MS menunjukkan konsentrasi titanium terbesar diperoleh dari rasio massa  $\text{NaOH}$ /pasir besi sebesar 6/5 yaitu  $259,5 \text{ mg.L}^{-1}$ . Prosentase perolehan titanium mencapai 36,85% pada pelindian dengan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  7M. Hasil XRD menunjukkan bahwa residu hasil pelindian berupa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan sistem rombohedral.

**Kata kunci:** *Pelindian fosfat, Dekomposisi,  $\text{TiO}_2$ .*

# EXTRACTION OF TITANIUM DIOXIDE FROM LUMAJANG BEACH SAND BY $\text{H}_3\text{PO}_4$ LEACHING AND $\text{NaOH}$ AS DECOMPOSITION AGENT

**Name** : Iva Amelia V  
**NRP** : 1410 100 075  
**Department** : Chemistry ITS  
**Supervisor** : Suprpto, Ph.D

## Abstract

$\text{TiO}_2$  was extracted from iron sand by phosphoric acid leaching and fused with sodium hydroxide. Liquid products from leaching process were analyzed by ICP-MS to determine the concentration of  $\text{TiO}_2$  and solid products were characterized by X-ray diffraction. The result showed that ratio 6/5 was optimal ratio of  $\text{NaOH}$ /iron sand with concentration of titanium 259,5  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . The best results of  $\text{H}_3\text{PO}_4$  leaching were obtained by  $\text{H}_3\text{PO}_4$  7M with percentage of titanium 36,85%. XRD pattern of solid products showed the rhombohedral system of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

**Keywords;** *Leaching, Decomposition,  $\text{TiO}_2$ .*

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah segala puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas curahan rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyusun SKRIPSI yang berjudul **“Pemisahan Titanium Dioksida dari Pasir Besi Kabupaten Lumajang dengan Pelindian  $H_3PO_4$  dan Agen Dekomposisi NaOH”**.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dan memberikan dukungan dalam penyusunan SKRIPSI ini. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Suprpto, Ph.D, selaku dosen pembimbing atas semua bimbingan, masukan, arahan dan nasehat yang berharga dalam penyusunan SKRIPSI ini,
2. Dr. rer. nat Fredy Kurniawan, M. Si selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik atas arahan kerja dan masukan-masukannya,
3. Hamzah Fansuri, Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan dalam penyelesaian penelitian ini,
4. Lukman Atmadja, Ph.D, selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi atas ijin yang diberikan dalam hal peminjaman alat laboratorium yang menunjang proses penyelesaian penelitian ini,
5. Djarot Sugiarto K.S, MS selaku Dosen Wali yang telah memberikan banyak petuah dan arahan dalam proses penelitian ini,
6. Djoko Hartanto, M.Si, yang telah memberikan beberapa masukan dalam proses penulisan SKRIPSI ini,

7. Prof. Dr. rer. nat Irmina Kris Murwani yang telah memberikan beberapa arahan dalam proses penulisan SKRIPSI ini,
8. Mbak Fatati, Mbak Is, Pak Agus dan seluruh Laboran Jurusan Kimia yang banyak membantu pencarian bahan penelitian,
9. Nuruz Zawaaid, yang telah memberikan perhatian penuh dan dukungan baik materiil maupun nonmateriil yang sangat berarti dalam penyelesaian SKRIPSI ini,
10. Kedua orang tua, saudaraku dan semua keluargaku tercinta atas dukungan serta doanya selama ini,
11. Teman-teman C28 dan Warga Lab. Instrumen atas kerjasamanya selama ini sehingga SKRIPSI ini selesai,
12. Luluk, Kokom, Mas Keceng, Mas Jek dan rekan warga Lab. KME yang telah memberikan dukungan selama proses penelitian,
13. Semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam SKRIPSI ini masih terdapat kekurangan, oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan. Semoga SKRIPSI ini dapat memberi manfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan.

Surabaya, 10 Juli 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	v
<b>ABSTRAK</b> .....	vi
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	viii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	x
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	4
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Manfaat.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI</b>	
2.1 Titanium.....	7
2.2 Ketersediaan Titanium di Alam dan Persenyawaannya.....	7
2.3 Manfaat Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) dalam industri...	12
2.4 Potensi Titanium dalam Pasir Besi di Kabupaten Lumajang.....	13
2.5 Metode Hidrometalurgi.....	15
2.5.1 Pelindian Sulfat.....	17
2.5.2 Pelindian Klorida.....	18
2.5.3 Pelindian Fosfat.....	19
2.6 Metode Fusi Kaustik.....	20
2.7 Tinjauan Instrumen.....	21
2.7.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	21
2.7.2 <i>Atomic Absorbtion Spectroscopy</i> (AAS).....	23
2.7.3 <i>Inductively Coupled Plasma</i> (ICP).....	24
2.7.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	26

### **BAB III METODOLOGI**

3.1	Alat dan Bahan.....	29
3.1.1	Alat.....	29
3.1.2	Bahan.....	29
3.2	Prosedur Kerja.....	30
3.2.1	Preparasi Pasir Besi.....	30
3.2.2	Dekomposisi Pasir Besi.....	30
3.2.3	Pelindian dengan $H_3PO_4$ .....	30
3.3	Analisis dan Karakterisasi.....	31
3.3.1	Kandungan Pasir Besi dengan XRF.....	31
3.3.2	Kandungan Filtrat Pencucian dengan AAS.....	31
3.3.3	Kandungan Filtrat dengan ICP-MS.....	31
3.3.4	Struktur Padatan Residu dengan XRD.....	32

### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1	Preparasi Awal Pasir Besi.....	34
4.2	Hasil Dekomposisi dengan NaOH.....	36
4.3	Hasil Pelindian dengan $H_3PO_4$ .....	40
4.4	Pengaruh variasi Rasio Massa NaOH/Pasir Besi.....	46
4.5	Pengaruh Variasi Konsentrasi $H_3PO_4$ .....	51

### **BAB V KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1	Kesimpulan.....	57
5.2	Saran.....	57

<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>59</b>
----------------------------	-----------

<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>67</b>
----------------------	-----------

<b>BIODATA PENULIS.....</b>	<b>91</b>
-----------------------------	-----------

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman	
Gambar 2.1	Bentuk fisik kristal rutil	10
Gambar 2.2	Bentuk fisik Kristal ilmenit	12
Gambar 2.3	Lokasi Kabupaten Lumajang, Jawa Timur	14
Gambar 2.4	Cara kerja dasar system XRF	22
Gambar 2.5	Difraksi radiasi sinar-X sesuai Hukum Bragg	27
Gambar 4.1	Kondisi fisik pasir besi pantai selatan Lumajang	33
Gambar 4.2	Separasi magnetik pasir besi (a) proses, (b) hasil dan (c) residu	34
Gambar 4.3	Difaktogram pasir besi Kabupaten Lumajang dibandingkan dengan standart magnetit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	35
Gambar 4.4	Komponen dalam pasir besi	36
Gambar 4.5	Pasir besi sebelum (a) dan sesudah (b) didekomposisi dengan NaOH	37
Gambar 4.6	Perubahan warna larutan dari endapan hasil dekomposisi dari (a)hijau menjadi (b) kuning kemerahan	38
Gambar 4.7	Padatan hasil penyaringan	39
Gambar 4.8	Hasil pelindian dengan $\text{H}_3\text{PO}_4$	42
Gambar 4.9	Padatan hasil kalsinasi	44
Gambar 4.10	Difaktogram padatan hasil kalsinasi dan ICSD $\text{Fe}_2\text{O}_3$ No. 01-058-0599	45
Gambar 4.11	Prosentase perolehan Ti dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi	47
Gambar 4.12	Kadar besi dalam filtrat pencucian aquademin	48
Gambar 4.13	Perbandingan kadar Fe dan Ti dalam filtrat pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi	49

- Gambar 4.14 Padatan hasil kalsinasi pada variasi rasio massa NaOH/pasir besi: (a) 3/5, (b) 5/5, (c) 6/5 dan (d) 7,5/5 50
- Gambar 4.15 Difaktogram padatan hasil kalsinasi dengan variasi rasio massa: (a) 3/5, (b) 5/5, (c) 6/5 dan (d) 7,5/5 50
- Gambar 4.16 Presentase Ti yang diperoleh dari filtrat pelindian pada variasi konsentrasi  $H_3PO_4$  52
- Gambar 4.17 Perbandingan konsentrasi Ti dan Fe yang diperoleh dari proses pelindian dengan variasi konsentrasi  $H_3PO_4$  53
- Gambar 4.18 Konsentrasi Fe dalam filtrat pelindian dengan variasi  $H_3PO_4$  54
- Gambar 4.19 Filtrat hasil pelindian dengan variasi konsentrasi  $H_3PO_4$  (a) 2M, (b) 3M, (c) 5M, dan (d) 7M 55
- Gambar 4.20 Difaktogram padatan hasil kalsinasi dengan variasi konsentrasi  $H_3PO_4$  (a) 2M, (b) 3M, (c) 5M, dan (d) 7M 55

## DAFTAR TABEL

		Halaman
Tabel 2.1	Senyawa penyusun bumi dan kerak bumi	8
Tabel 2.2	Komposisi dari struktur bumi dalam prosen berat	9
Tabel 2.3	Mineral titanium dan komposisi kimianya	11
Tabel 2.4	Data logam yang dapat dideteksi oleh ICP	25
Tabel 2.5	Limit deteksi dari beberapa elemen ICP	26

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pasir besi merupakan sumber daya mineral yang dapat ditemukan di sepanjang pantai selatan Jawa, Sumatra dan Nusa Tenggara Barat (Setiawati dkk., 2013). Pasir besi juga dapat ditemukan di sepanjang pesisir pantai Kalimantan dan Bangka. Beberapa mineral utama yang dikandung pasir besi antara lain magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ), rutil ( $\text{TiO}_2$ ) dan hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) (Zulfalina, 2004). Adanya kandungan titanium dalam ilmenit inilah yang dapat memberikan nilai tambah yang signifikan pada pasir besi (Setiawati dkk., 2013). Titanium merupakan unsur yang menempati peringkat sepuluh besar dari seluruh unsur penyusun kulit bumi (Knittel, 1983; Minkler dan Baroch, 1981). Kelimpahannya sekitar 0,6% dari keseluruhan unsur yang ada pada kulit bumi. Keberadaannya di alam tidak ditemukan dalam bentuk murninya melainkan membentuk persenyawaan dengan oksigen dan atau besi. Mineral sumber dasar titanium berada dalam bentuk rutil dan anatase (keduanya merupakan  $\text{TiO}_2$ ), ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ) dan leukosen. Ilmenit dan leukosen sering ditemukan pada pasir pantai sebagai mineral yang cukup berat. Tidak seperti mineral lainnya, titanium tidak dapat digunakan secara luas dalam bentuk murninya tetapi dalam bentuk pigmen  $\text{TiO}_2$  (Asokan dkk., 2007).

Hampir 96% kebutuhan titanium di dunia digunakan sebagai bahan baku untuk membuat pigmen  $\text{TiO}_2$  karena beberapa keunggulan yang dimilikinya yaitu kemampuan pigmen ini untuk melindungi permukaan (dalam cat) yang lebih baik dibandingkan pigmen biasa ( $\text{ZnO}$ ) dan sifatnya yang anti mikroba. Banyak penelitian yang telah dilakukan untuk meningkatkan produk ilmenit dari persenyawaannya. Hal ini dikarenakan

mineral rutil yang biasa digunakan sebagai bahan baku untuk membuat  $\text{TiO}_2$  semakin berkurang.

Proses yang dilakukan untuk memisahkan  $\text{TiO}_2$  dapat dikategorikan menjadi dua yakni metode pirometalurgi dan hidrometalurgi. Metode pirometalurgi untuk ilmenit merupakan proses pemisahan ilmenit yang meliputi reduksi parsial ilmenit dalam tungku listrik untuk memperoleh lelehan besi dan terak yang kaya akan titanium (Tsuchida, dkk., 1982; Mohanty dan Smith, 1993; Mackey, 1994 dan Mahmoud, dkk., 1997) atau pelelehan dengan natrium sulfida atau natrium hidroksida pada suhu  $600-700^\circ\text{C}$ . Sedangkan untuk bijih ilmenit dengan kemurnian yang cukup rendah biasanya digunakan metode hidrometalurgi. Proses hidrometalurgi merupakan proses pemurnian suatu mineral dengan cara pencucian atau biasa disebut dengan pelindian (Mank, 1980). Pelindian (*leaching*) adalah proses pemekatan kimiawi untuk melepaskan pengotor bijih dari suatu mineral dengan cara pelarutan dengan reagen tertentu.

Nayl dan Aly (2009) telah melakukan penelitian untuk memperoleh titanium dioksida menggunakan agen dekomposisi KOH. Hasil dekomposisinya berupa kalium titanat ( $\text{K}_4\text{Ti}_3\text{O}_8$ ) yang selanjutnya dihidrolisis dengan asam sulfat 8M selama 2,5 jam pada suhu  $80^\circ\text{C}$ . Metode ini dapat memisahkan titanium dari terak titanium sebesar 89%. Lasheen dkk., (2008) juga melakukan penelitian serupa dengan metode pelindian alkali menggunakan larutan NaOH panas ( $60-70^\circ\text{C}$ ). Dari metode tersebut diperoleh rutil sintesis dengan kemurnian sebesar 97%.

Selain pelindian alkali, pelindian sulfat dan pelindian klorida juga telah diteliti. Roche, dkk., (2004) menggunakan agen pelindi asam sulfat dan menambahkan ekstraksi selektif dengan pelarut organik yaitu trioktilfosfin oksida (TOPO) dibutilfosfonat untuk memperbesar kemurnian titanium. Proses ini mampu menghasilkan  $\text{TiO}_2$  dengan kemurnian lebih dari 99%. Sedangkan Mahmoud dkk., (2004) menggunakan agen pelindi asam klorida

dengan variasi konsentrasi 15%-30% untuk memperoleh rutil sintesis dengan cara memisahkan unsur besi dari ilmenit. Pada konsentrasi HCl 15% hanya 72% besi yang dapat dipisahkan dari ilmenit sedangkan pada konsentrasi HCl 20-30% prosentase besi yang dapat dipisahkan mencapai 99%, namun pada konsentrasi 30% sebagian besar titanium larut dalam larutan HCl sehingga konsentrasi optimal untuk pemisahan titanium dioksida adalah HCl 20% dengan prosentase besi yang dipisahkan sebesar 99,4%.

Pelindian sulfat memiliki kelemahan yaitu produk  $TiO_2$  yang dihasilkan lebih buruk kualitasnya dibandingkan dengan pelindian klorida serta menimbulkan hasil samping berupa gas  $SO_x$  yang dapat mencemari lingkungan. Sedangkan pelindian klorida sendiri memiliki beberapa kelemahan yaitu mineral yang digunakan harus memiliki kandungan titanium yang tinggi dan prosesnya dapat menghasilkan gas klorida yang bersifat toksik.

Ekstraksi titanium juga dapat dilakukan menggunakan asam organophosporus. Islam dkk., (1979) memisahkan titanium dari besi dalam ilmenit menggunakan asam di(2-etilheksil)fosfat (D2EHPA). Titanium terekstrak secara optimal pada pH 0,9, akan tetapi sejumlah besi juga ikut terekstrak. Perolehan kembali titanium dilakukan dengan presipitasi  $TiO_2$  dari fasa organik menggunakan  $Na_2CO_3$ . Prosentase perolehan kembali titanium dengan metode ini sebesar 40%.

Zhang dkk., (2012) telah melakukan penelitian menggunakan asam fosfat sebagai agen pelindi untuk menghilangkan kandungan besi dari pasir kuarsa. Penelitian ini menunjukkan bahwa proses pelindian dengan asam fosfat lebih efisien dibandingkan menggunakan asam kuat seperti HCl,  $H_2SO_4$ , dan HF. Hal ini dijelaskan pada variasi penggunaan asam sebagai agen pelindi, prosentase besi yang dapat dipisahkan oleh  $H_3PO_4$  mengalami peningkatan yang sangat besar seiring dengan peningkatan konsentrasi asam dari 0-3M yakni dari 1,22% menjadi 81%. Pada kondisi yang sama, kenaikan prosentase pemisahan besi untuk agen pelindi  $HNO_3$  sebesar 53,26%, HCl

49,83% dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hanya 42,53%. Pada metode ini efisiensi pelindian yang didapatkan sebesar 77,1%. Dengan demikian prosentase efisiensi pelindian fosfat ini sekitar 30-40% lebih besar dibandingkan metode pelindian yang lainnya.

## 1.2 Permasalahan

Pemisahan  $\text{TiO}_2$  dari bijih ilmenit seringkali dilakukan dengan pelindian asam kuat seperti HCl (Mahmoud dkk., 2004) dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Xiong dkk., 2012) dimana dari kedua metode tersebut dapat menghasilkan gas buang yang bersifat toksik. Namun demikian tidak menutup kemungkinan jika pelindian bijih ilmenit dilakukan dengan asam lemah seperti  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Zhang dkk., (2013) memaparkan bahwa efisiensi pelindian menggunakan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  lebih besar 30-40% dibandingkan pelindian dengan asam kuat seperti HCl,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  maupun HF. Selain itu dekomposisi dengan alkali juga diperlukan untuk mempermudah ekstraksi  $\text{TiO}_2$  sebelum dilakukan pelindian dengan asam untuk proses *recovery* titania (Setiawati dkk., 2013). Oleh karena itu, pada penelitian ini akan diteliti mengenai efisiensi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  sebagai agen pelindi untuk ekstraksi  $\text{TiO}_2$  setelah dilakukan dekomposisi dengan NaOH. Selain itu juga dipelajari mengenai pengaruh variasi rasio massa NaOH /pasir besi dan variasi konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$ .

## 1.3 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui efisiensi dari  $\text{H}_3\text{PO}_4$  sebagai agen pelindi dan memperoleh  $\text{TiO}_2$  dari pasir besi melalui pelindian  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang didahului dengan dekomposisi NaOH.

## 1.4 Batasan Masalah

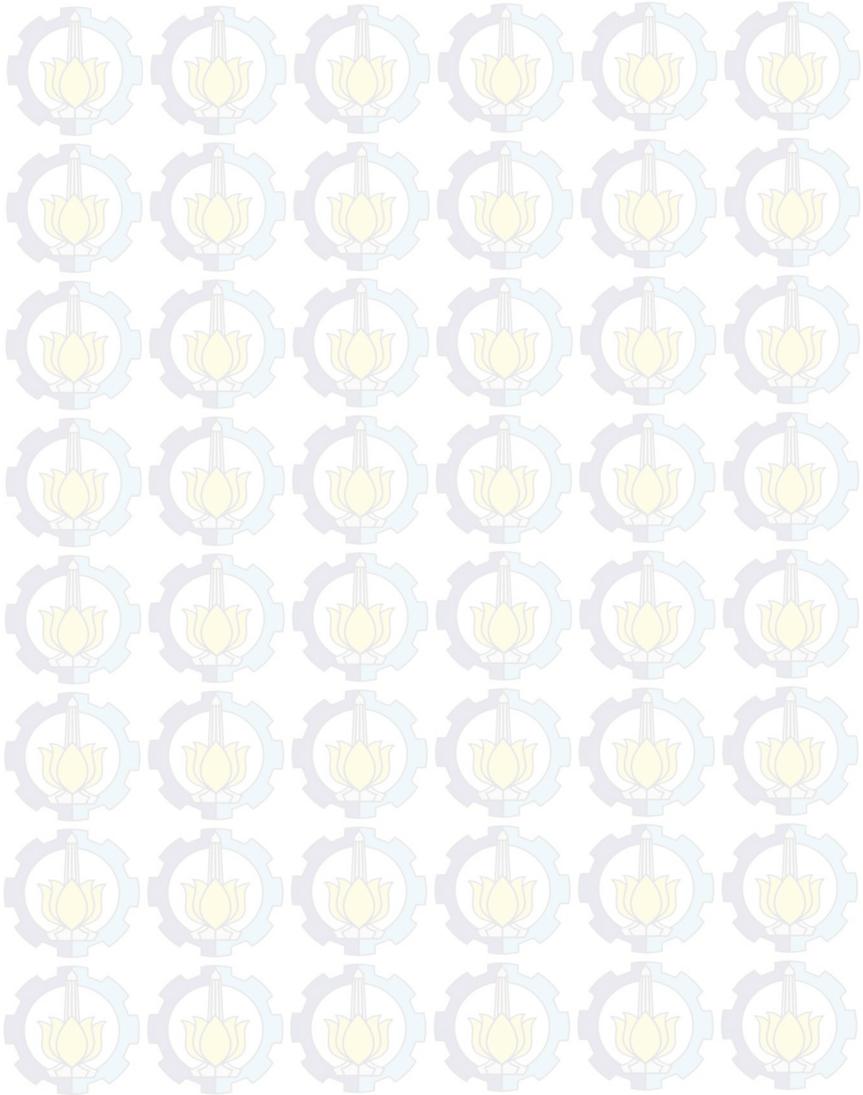
Batasan masalah dalam penelitian ini yaitu ekstraksi titanium dioksida dari pasir besi didahului proses dekomposisi dengan NaOH dan pemanasan dalam *muffle furnace* yang

dilanjutkan proses pelindian dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Produk yang dihasilkan selama proses tersebut dianalisis dengan AAS, XRD dan ICP-MS.

### **1.5 Manfaat**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan mengenai efisiensi pelindian asam fosfat untuk ekstraksi titanium dioksida dari pasir besi.

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



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI**

#### **2.1 Titanium**

Awal era 1900-an titanium digunakan dalam industri baja sebagai bahan penunjang produksi rel kereta api dan stabilisator pada lampu listrik. Konsumsi titanium sampai tahun 1920 masih kurang dari 2.000 metrik ton per tahun. Hal ini dikarenakan pigmen campuran seperti titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) tidak dikenal oleh pasar komersil sampai akhir tahun 1919. Produksi pigmen  $\text{TiO}_2$  mulai dikenal sejak awal tahun 1940-an dan berlanjut hingga pada tahun 2000 konsumsi mineral titanium mencapai 1,42 juta ton (Gambogi, 2010).

Titanium merupakan unsur yang memiliki ciri fisik berwarna putih perak, densitas  $4,506 \text{ g.cm}^{-3}$ , konduktor listrik dan panas yang baik dan tahan terhadap korosi baik di udara maupun di lingkungan berair. Logam ini mampu menahan serangan asam, gas klorin dan beberapa larutan garam. Ketahanan titanium terhadap korosi akan meningkat apabila dipadukan dengan logam mulia seperti emas, perak dan platina. Meskipun termasuk logam yang ringan, titanium mempunyai kekuatan yang hampir sama dengan baja. Titanium ditemukan di alam dengan konsentrasi yang rendah dan umumnya membentuk senyawa terikat dengan unsur besi, contohnya ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ).

#### **2.2 Ketersediaan Titanium di Alam dan Persenyawaannya**

Titanium di alam tidak ditemukan dalam bentuk unsur logamnya tetapi membentuk persenyawaan dengan unsur-unsur lainnya seperti oksida, titanat dan silikotitanat. Titanium menduduki urutan kesembilan dari kebanyakan elemen yang ada pada kulit bumi, Titanium umumnya ditemukan dalam bentuk

batuan dan tanah (Gambogi, 2009). Tabel 2.1 menunjukkan bahwa titanium merupakan unsur dengan kelimpahan terbesar nomor 9 pada kerak bumi.

Tabel 2.1 Senyawa penyusun bumi dan kerak bumi

Unsur	Kelimpahan (ppm)	
	di bumi	di kerak bumi
O	295.000	466.000
Si	152.000	177.200
Al	10.900	81.300
Fe	346.300	50.000
Ca	11.300	36.300
Na	5.700	28.300
K	700	25.900
Mg	127.000	20.900
Ti	500	4.400
H	-	1.400
P	1.000	1.050
Mn	2.200	950
S	19.300	260
Cr	2.600	100
Ni	23.900	75

(Fatimah, 2003)

Dari data tabel 2.1 dapat diketahui bahwa kelimpahan titanium pada kerak bumi sekitar sepuluh kali lebih kecil dibandingkan besi akan tetapi lima kali lebih besar dibandingkan mangan. Awalnya titanium digunakan pada aplikasi struktural 2000 kali lebih jarang dibandingkan besi, namun sejak tahun 1948 permintaan industri akan titanium meningkat pesat. Sedangkan  $\text{TiO}_2$  (rutil) yang terbentuk secara alami semakin menipis. Bijih titanium umumnya mengandung 30% rutil pada tahun 1950, namun pada tahun 1981 kandungannya mengalami penurunan hingga lebih kecil dari 1% (Minkler dan Baroch, 1981). Unsur titanium dioksida jumlahnya hanya sekitar 1,1%

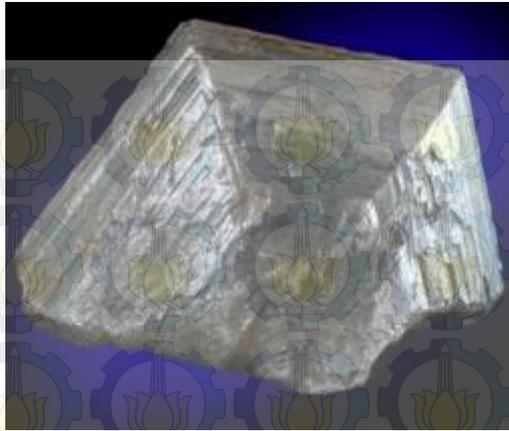
pada kerak benua, 1,5 % pada kerak samudra dan hanya 0,1% dalam mantel. Data ini dapat dilihat dari tabel 2.2 berikut :

Tabel 2.2 Komposisi dari struktur bumi dalam prosen berat

Unsur	Kerak Benua	Kerak samudra	Mantel (rata-rata Batuan Meteorit)	Inti (rata-rata Meteorit Besi)
SiO <sub>2</sub>	60,1	49,9	38,3	
TiO <sub>2</sub>	1,1	1,5	0,1	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,6	17,3	2,5	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,1	2,0		
FeO	3,9	6,9	12,5	
FeS			5,8	
Fe			11,9	90,8
Ni			1,4	8,6
Co			0,1	0,6
MgO	3,6	7,3	24,0	
CaO	5,2	11,9	2,0	
Na <sub>2</sub> O	3,9	2,8	1,0	
K <sub>2</sub> O	3,2	0,2	0,2	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,3	0,2	0,2	

(Mason, 1996)

Titanium dalam bentuk rutil memiliki sistem kristal tetragonal dengan warna coklat kemerahan, kadang-kadang kuning atau hitam (gambar 2.1). Mineral rutil ini biasanya digunakan sebagai mineral pengiring dalam bakuan beku plutonik, granit dalam pegmatite di urat-urat kuarsa juga sebagai mineral pengiring dalam gneiss dan sekis. Selain itu rutil kadang ditemukan dalam endapan batuan sedimen seperti batu pasir (Graha, 1987). Titanium dioksida sintetik dapat digunakan sebagai bahan baku produksi TiO<sub>2</sub> *polimeric precursor* yang secara global digunakan dalam produksi keramik, bahan elektro optik, film optik, komposit polimer dan *solar cell*.



Gambar 2.1 Bentuk fisik kristal rutil (*mindat.org*)

Hansen, dkk., (1995) telah melakukan penelitian mengenai pemisahan titanium dari ilmenit untuk meningkatkan produksi ilmenit dengan prosedur yang didasarkan pada U.S Bureau of Mines (USBM) yaitu menggunakan pelindian fluorida. Komponen fluorida yang digunakan untuk pelindian adalah asam fluorida (HF), asam fluosilika ( $H_2SiF_6$ ), gas HF, basa fluosilika, ammonium fluorida ( $NH_4F$ ), ammonium bifluorida ( $NH_4HF_2$ ), alkali double fluoride, kalsium fluoride ( $CaF_2$ ) dengan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ),  $CaF_2$  dengan ferri klorida ( $FeCl_2$ ) atau HCl. Asam fluosilika (6) dipilih dalam penelitian tersebut karena harganya yang relatif lebih murah dan merupakan produk samping dari perusahaan pupuk sehingga kemungkinan besar alternatif ini mampu memberikan nilai ekonomis tersendiri bagi asam fluosilika.

Produksi titanium dioksida lebih mudah dilakukan dan secara ekonomi juga memakan biaya produksi yang tidak terlalu besar apabila dibandingkan dengan produksi logam titanium. Gambogi (2009) menjelaskan bahwa mineral ilmenit mampu memenuhi sekitar 91% kebutuhan dunia terhadap mineral titanium. Produksi ilmenit pada tahun 2009 mencapai 5,19 juta

metrik ton. Ilmenit tidak hanya dapat ditemukan pada pasir pantai namun juga pada deposit batu keras yang dapat digunakan sebagai sumber cadangan yang cukup besar sekitar 1300 ribu ton. Dari sini dapat dilihat bahwa potensi ilmenit sebagai sumber utama titanium dapat berlanjut untuk mendominasi industri titanium. Berdasarkan data geologinya, ilmenit ( $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  atau  $\text{TiFeO}_3$ ) mengandung 40-65%  $\text{TiO}_2$ . Leukosen ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{TiO}_2$ ) adalah produk iltrasi alami dari ilmenit, biasanya mengandung lebih dari 65%  $\text{TiO}_2$ . Table 2.3 berisi daftar mineral titanium yang paling umum dijumpai dan komposisi kimianya (Barksdale 1966; Rhee dan Sohn 1990; White head 1983). Rutil mengandung sekitar 95%  $\text{TiO}_2$  merupakan mineral paling kaya titanium. Deposit ini sering ditemukan di daerah pantai seperti pada pasir pantai.

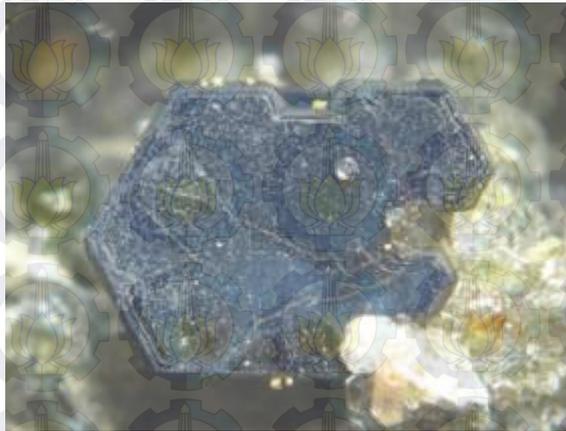
Tabel 2.3 Mineral titanium dan komposisi kimianya

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)

Ilmenit merupakan mineral yang kaya akan titanium, berwarna hitam dan sedikit berkilau (gambar 2.2). Ilmenit dapat dikembangkan menjadi titanium dioksida maupun logam

titanium. Ilmenit ditemukan tahun 1827 dan diberi nama sesuai lokasi pertama ditemukan mineral ini yaitu di danau Ilmen, pegunungan Miask, selatan Ural Rusia. Ilmenit dapat digunakan langsung untuk membuat pigmen atau logam titanium. Ilmenit ditemukan terdapat dalam batuan beku basa seperti gabro dan anorthit sebagai butiran, sebagai seri ilmenit-magnetit atau ilmenit-hematit, endapan letakan di pantai sebagai ilmenit dan titanomagnetit. Ilmenit merupakan unsur terpenting untuk ekstraksi titanium, komposisi ilmenit terdiri atas 36,80% Fe, 31,57% Ti, dan 31,63% O atau 52,66%  $\text{TiO}_2$  dan 47,33% FeO. Batuan maupun pasir ilmenit terbentuk oleh kejadian alam sehingga sering terjadi kerusakan pada struktur kristalnya dan akibatnya presentase massa tersebut tidak sesuai. Umumnya kandungan  $\text{TiO}_2$  dalam ilmenit antara 33-65% (Graha,1987).



Gambar 2.2 Bentuk fisik ilmenit (*mindat.org*)

### 2.3 Manfaat Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dalam Industri

Pigmen  $\text{TiO}_2$  dalam dunia industri memiliki peranan yang cukup besar antara lain :

Dalam industri cat dan pelapisan, pigmen  $\text{TiO}_2$  biasa digunakan dalam peralatan, arsitektural, aplikasi khusus dan

umumnya secara luas digunakan untuk pembuatan cat putih dan warna untuk desain *outdoor*.

Pada industri plastik, pigmen  $\text{TiO}_2$  digunakan sebagai pelapis plastik karena memiliki kemampuan untuk melindungi plastik dari degradasi akibat sinar ultraviolet. Kandungan pigmen  $\text{TiO}_2$  dalam plastik normalnya sekitar 3%-25% tergantung dari berat produk.

Pada industri kertas, pigmen  $\text{TiO}_2$  digunakan sebagai agen pengisi dan pelapis kertas.  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan kecerahan dari kertas. Kandungan  $\text{TiO}_2$  dalam kertas hanya sekitar 5% dari berat kertas kering. Dalam industri ini,  $\text{TiO}_2$  anatase lebih disukai daripada rutil karena tidak bersifat *abrasive* atau mengikis mesin produksi.

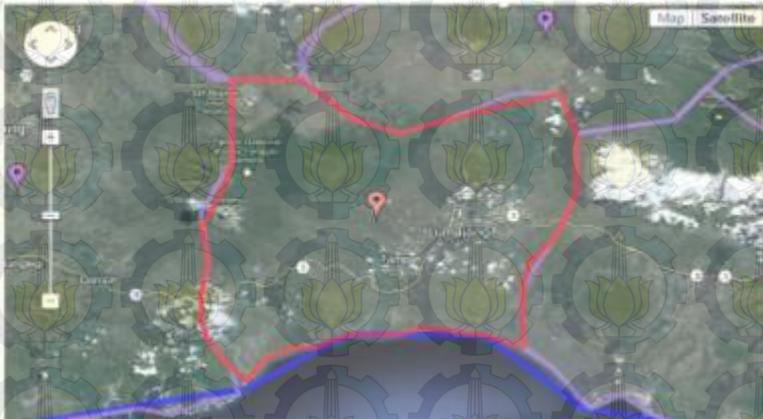
(Gambogi, 2010).

## **2.4 Potensi Titanium dalam Pasir Besi di Kabupaten**

### **Lumajang**

Pasir besi merupakan salah satu sumber daya mineral yang dapat ditemui di sepanjang pantai selatan Pulau Jawa. Unsur titanium dalam pasir besi ditemukan dalam wujud ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ) sehingga untuk pasir besi yang mengandung titanium ini sering disebut dengan pasir besi titan. Pasir besi titan merupakan salah satu sumber daya besi 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 pemanfaatan besi, pasir ini harus dioptimalkan untuk pemanfaatan titan maupun kandungan vanadium sebagai hasil samping (Arif, 2004).

Ginting dan Deddy (2007) menyebutkan pasir besi titan sangat diharapkan untuk dapat menjadi sumber bahan baku besi untuk pembuatan baja. Keberadaan mineral yang tersebar luas di Indonesia seharusnya dapat mencukupi kebutuhan produksi bahan-bahan *stainless steel* dan peralatan lain yang dibuat dari besi ataupun campuran logam/alloy. Secara fisiografis daerah pegunungan selatan Jawa Timur terletak di dalam jalur magmatik Sunda Banda yang dikenal sebagai tempat kedudukan sebaran mineral logam. Kabupaten Lumajang merupakan salah satu wilayah yang batas daerahnya berbatasan langsung dengan pantai selatan Pulau Jawa. Data potensi bahan galian mineral yang ada di Kabupaten Lumajang adalah sebanyak 6 (enam) lokasi, yang terdiri dari satu lokasi potensi bahan galian logam, yaitu pasir besi-titan di sepanjang pantai Pasirian, data produksi tidak diketahui, sumber daya yang potensial sebanyak 6.000.000 ton dan terukur 4.848.117 ton dengan kadar Fe = 59%, TiO<sub>2</sub> = 9,629%. Lima lokasi bahan galian non logam (sirtu), masing-masing adalah Joglo–Pasirian, Pasirjambe, Pronojiwo, Kali Mujur di desa Sumberurip dan Kali Pucing.



Gambar 2.3 Lokasi Kabupaten Lumajang, Jawa Timur (maps.google.com).

Lokasi ketersediaan penambangan pasir dan batu yang masih aktif cukup banyak, diantaranya di sepanjang Sungai/Kali Rejali, Kali Regoyo, dan Kali Glidig. Tepatnya berada di Kecamatan Candipuro, Pasirian, Tempursari dan Pronojiwo Areal bahan tambang/galian pasir dan batu bangunan 82,50 ha dengan volume 5.976.625 m<sup>3</sup>. Areal pasir dan batu yang dieksploitasi baru 15 ha dengan volume 239.065 m<sup>3</sup> atau hanya 4% dari kapasitas yang tersedia (Widodo, 2003).

Sedangkan untuk penambangan pasir besi yang kurang aktif ada di beberapa tempat yakni di Munder yang masuk dalam Kecamatan Yosowilangun dan daerah Tempeh. Pada umumnya cadangan dan data produksi tidak diketahui, hal ini dimungkinkan karena penambangan tersebut tidak dilakukan secara berkala dan intensif mengingat adanya kontroversi penambangan pasir besi yang tidak dikehendaki oleh masyarakat terutama daerah pinggir pantai. Muffit dkk., (2006) menjelaskan hal serupa, yakni di daerah Sumatera Barat penambangan pasir besi yang dimanfaatkan oleh PT Semen Padang dalam bentuk *raw material* sebagai bahan campuran semen juga mendapatkan tanggapan negatif dari masyarakat setempat karena eksploitasi pasir besi secara besar-besaran dikhawatirkan akan mengakibatkan terjadinya kerusakan lingkungan.

## 2.5 Metode Hidrometalurgi

Ilmu yang mempelajari cara memperoleh logam dari sumbernya pada bumi adalah ilmu metalurgi ekstraktif, yaitu cabang ilmu yang menggabungkan kimia, fisika dan teknik dalam metode-metodenya (Oxtoby dkk., 2003). Proses metalurgi dibagi menjadi 3 prinsip pengerjaan: (1) Perlakuan awal, dengan cara melakukan pemekatan bijih (*concentration of ore*) agar bijih yang diinginkan terpisah dari materi pengotor (*gangue*). (2) Proses reduksi, yaitu mereduksi senyawa logam yang ada pada bijih agar berubah menjadi logam bebas. (3) Pemurnian (*refining*), yaitu

melakukan pengolahan logam kotor melalui proses kimia agar diperoleh tingkat kemurnian tinggi (Fatimah, 2003).

Pemekatan bijih bertujuan untuk memisahkan mineral dari pengotornya sehingga diperoleh kadar bijih tinggi. Pemekatan dapat dilakukan melalui dua teknik pemisahan, yaitu pemisahan secara fisis dan pemisahan secara kimia. Pemisahan secara fisis terdiri dari pemisahan pengapungan (*flotation separation*), pemisahan gaya berat (*gravity separation*), pemisahan magnetik (*magnetic separation*), pemisahan pencairan (*liquation separation*), dan pemisahan amalgam (*amalgams separation*). Pemisahan secara kimia terdiri dari proses pelindian (*leaching*) dan proses pemanggangan (*roasting*).

Fatimah (2003) juga menjelaskan bahwa pemisahan magnetik (magnetik separation) adalah proses pemisahan dengan dasar apabila mineral memiliki sifat feromagnetik. Teknik pengerjaannya adalah dengan cara mengalirkan serbuk mineral secara vertikal terhadap medan magnet yang bergerak secara horizontal. Dengan demikian materi yang tidak tertarik magnet akan terpisahkan dari materi yang memiliki sifat feromagnet. Metode ini sering dilakukan untuk memisahkan mineral magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dari pengotor, Kromit  $\text{Fe}(\text{CrO}_2)_2$  dari silikat, rutil ( $\text{TiO}_2$ ) dari apatit  $\text{CaF}_2 \cdot 3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , wolframit  $\text{FeWO}_4$  dari cassiterit  $\text{SnO}_2$ , Zirkon  $\text{ZrSiO}_4$ , pirolisit  $\text{MnO}_2$  dari pengotor.

Proses pelindian (*leaching*) adalah proses pemekatan kimiawi untuk melepaskan pengotor bijih dari suatu mineral dengan cara pelarutan dalam reagen tertentu. Misalnya  $\text{H}_2\text{SO}_4$  digunakan untuk melindi oksida Zn dan Ni. Natrium hidroksida digunakan untuk melindi aluminium oksida dari bijih bauksit. Materi yang tidak larut sebagai pengotor, dipisahkan dengan cara penyaringan (*filtration*), sedangkan larutan ion logam dipadatkan melalui cara pengkristalan seperti pada ekstraksi Al, atau dengan pengendapan (menambahkan ion tertentu agar membentuk senyawa tidak larut). Ada juga logam tertentu seperti emas dapat diperoleh secara langsung melalui reduksi larutan hasil

lindiannya, ataupun dengan mengelektrolisis larutan lindiannya seperti pada Zn.

Metode pelindian yang benefit untuk memperoleh ilmenit adalah dengan pelindian asam karena oksida besi dalam mineral ilmenit akan terpisah dengan melindi ilmenit dengan asam-asam mineral (Chen, 1974). Dalam proses hidrometalurgi sendiri dikenal beberapa proses untuk memproduksi pigmen  $\text{TiO}_2$  dari ilmenit. Proses-proses tersebut antara lain proses pelindian asam meliputi pelindian dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , pelindian dengan  $\text{HCl}$ , dan pelindian dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  serta proses pelindian basa atau metode fusi kaustik.

### **2.5.1 Pelindian Sulfat**

Pelindian sulfat untuk mineral ilmenit dilakukan dengan langkah awal yaitu melarutkan mineral ilmenit kedalam asam sulfat pekat dengan pemanasan pada suhu  $150\text{-}180^\circ\text{C}$  (Barksdale, 1996). Besi dipisahkan dengan cara diubah atau direduksi dari  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dalam larutan sehingga terbentuk ferro sulfat dibawah suhu  $15^\circ\text{C}$ . Larutan yang kaya titanium dipanaskan untuk mengendapkan titanium dioksida. Presipitat yang terbentuk kemudian dikalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan kadar air dan air kristal yang terkandung dalam endapan sehingga diperoleh pigmen titanium dioksida yang berwarna putih. Pelindian sulfat ini merupakan teknologi pertama yang dikomersialisasikan untuk mengkonversi ilmenit menjadi pigmen titanium. Kelebihan dari proses ini yaitu menggunakan teknologi sederhana dengan bahan baku berkadar lebih rendah dan murah, menghasilkan bentuk pigmen anatase (tetragonal, mendekati oktahedral) yang lebih disukai daripada pigmen yang terbentuk dari pelindian klorida untuk digunakan pada kertas, keramik dan tinta. Sedangkan kekurangan dari metode pelindian tradisional dengan sulfat yaitu dapat menghasilkan produk dengan kualitas yang lebih rendah dan jumlah limbah besi sulfat yang banyak. Selain itu, proses sulfat juga memerlukan biaya produksi lebih tinggi untuk pengolahan asamnya daripada proses klorida.

Konversi pada proses sulfat ini terdiri dari reaksi-reaksi di bawah ini:

Pelindian:



Reduksi besi:



Kristalisasi besi sulfat:



Presipitasi titanil sulfat:



Hidrolisis:



Kalsinasi:



### 2.5.2 Pelindian Klorida

Pelindian klorida memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan pelindian sulfat yaitu biaya operasional yang lebih murah dan penanganan limbah yang cukup mudah. Berkovich (1975) menemukan proses pelindian langsung dengan larutan HCl pekat dapat melarutkan kurang dari 80% titanium dan besi yang ada dalam batuan ilmenit. Ion  $\text{Fe}^{3+}$  tereduksi menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  oleh  $\text{SO}_2$  dan menghasilkan  $\text{FeCl}_2$  yang mengkristal dan terpisah. Titanium klorida yang berada dalam larutan dihidrolisis, diendapkan, lalu dimurnikan dan dikalsinasi membentuk pigmen  $\text{TiO}_2$  dengan kadar kurang dari 99,5%. Konversi Fe(III) menjadi Fe(II) diperlukan karena afinitas dari  $\text{TiO}_2$  terhadap Fe(III) dan sulit memisahkan Fe(III) dari  $\text{TiO}_2$ . Sedikit reduktan berlebih juga diperlukan untuk mereduksi  $\text{Ti}^{4+}$  menjadi  $\text{Ti}^{3+}$ . Keberadaan  $\text{Ti}^{3+}$  diperlukan untuk mencegah oksidasi  $\text{Fe}^{2+}$  kembali menjadi  $\text{Fe}^{3+}$  karena  $\text{Fe}^{3+}$  dapat mengkontaminasi  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk.  $\text{Ti}^{3+}$

memiliki afinitas yang lebih besar sehingga lebih mudah teroksidasi dibandingkan dengan  $\text{Fe}^{2+}$ .

Karurung (2009) mengemukakan bahwa pada umumnya proses pelindian yang digunakan dalam dunia industri dilakukan pada temperatur dan tekanan yang tinggi sehingga penerapan pelindian pada tekanan atmosfer terus dipelajari. Pelindian klorida cenderung berlangsung lebih selektif pada persen padatan yang lebih tinggi. Dari penelitiannya disebutkan bahwa proses pelindian dikendalikan oleh difusi reagen pelindi melalui produk padat. Kekurangan dari metode ini adalah kandungan titanium yang ada dalam bahan harus cukup besar dan dapat menghasilkan gas klorin yang beracun dalam proses pengerjaannya (Wang, dkk., 2012).

### 2.5.3 Pelindian Fosfat

Zhang, dkk., (2012) mengemukakan bahwa pelindian menggunakan asam fosfat merupakan teknik yang sangat sederhana untuk memurnikan pasir silika dibandingkan metode pelindian lain yang menggunakan asam-asam kuat seperti  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$  dan  $\text{HF}$  yang sering digunakan dalam industri besar. Hal ini dikarenakan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  tidak hanya menyediakan ion  $\text{H}^+$  yang lebih banyak dibandingkan asam-asam kuat lainnya tetapi juga ion  $\text{PO}_4^{3-}$  yang dihasilkan dari disosiasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang memiliki kemampuan membentuk kompleks dengan ion-ion Fe, dimana  $\text{H}_3\text{PO}_4$  termasuk asam poliprotik yang terdisosiasi sebagai berikut:



Dalam penelitiannya, pemisahan besi dari kandungan pasir dilakukan dalam perlakuan radiasi ultrasound efisiensi tinggi. Dari penelitian tersebut diperoleh nilai keoptimalan proses pelindian asam fosfat sebesar 77,1% pada suhu  $80^\circ\text{C}$  dengan rasio

10%. Efisiensi metode pelindian ini memiliki beberapa kelebihan yaitu memiliki prosentase pelindian yang cukup besar, konsentrasi asam yang digunakan cukup rendah, konsumsi energi yang rendah, dan waktu pelindian yang tidak terlalu lama.

Jian-shu (2009) dalam jurnalnya menjelaskan bahwa dalam larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , secara termodinamik ion titanium dapat membentuk kompleks titanium oksida-fosfat. Ion  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  disebutkan sebagai ion yang stabil untuk bereaksi dengan ion titanium dalam bentuk  $\text{Ti}(\text{OH})_2^{2+}$ . Dimana ion titanium hidroksida ini merupakan hasil hidrolisis ion  $\text{Ti}^{4+}$  dengan reaksi sebagai berikut:



Reaksi kompleksasi yang terjadi adalah sebagai berikut:



## 2.6 Metode Fusi Kaustik

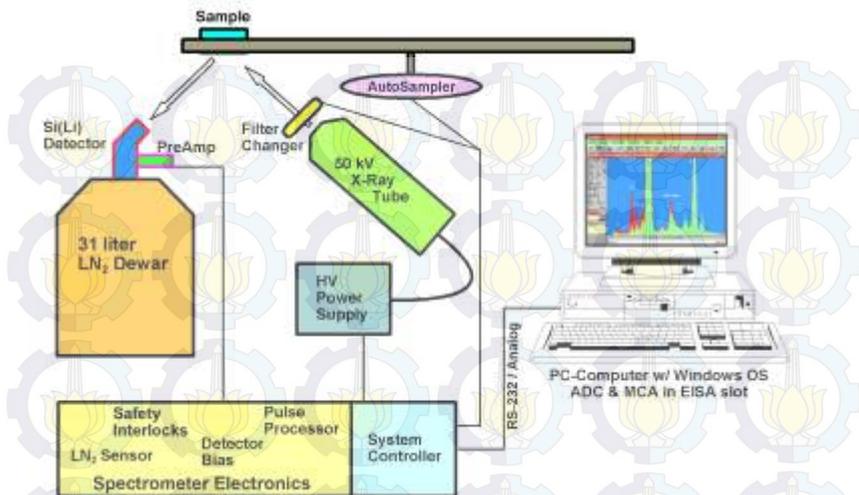
Metode lain yang baru dikembangkan untuk mendapatkan  $\text{TiO}_2$  dari ilmenit adalah fusi kaustik dengan menggunakan lelehan alkali. Fusi kaustik memanfaatkan reaksi yang terjadi antara campuran ilmenit dan sodium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) pada suhu yang telah ditentukan. Penggunaan  $\text{NaOH}$  pada proses fusi kaustik diupayakan untuk dapat menggantikan proses sulfat dan klorinasi dalam mensintesis  $\text{TiO}_2$ . Ananta (2012) melakukan penelitian menggunakan metode ini yang dilanjutkan dengan proses pelindian asam, presipitasi, serta kristalisasi untuk mengolah konsentrat ilmenit menjadi  $\text{TiO}_2$  dengan struktur anatase. Meskipun bukan struktur yang seimbang, anatase stabil secara kinetik. Titanium dioksida dalam struktur ini dapat diubah menjadi rutil dengan kalsinasi pada temperatur 600-900°C tergantung jenis dan banyaknya pengotor yang ada di dalamnya. Dengan metode fusi kaustik ini diperoleh  $\text{TiO}_2$  sebesar 66,4% dari konsentrat ilmenit awal dengan kemurnian kadar  $\text{TiO}_2$  sebesar 73,77%.

## 2.7 Tinjauan Instrumen

### 2.7.1 X-Ray Fluorescence

X-Ray fluorescence (XRF) merupakan salah satu metode analisis non-destruktif yang digunakan untuk analisis unsur dalam suatu bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Teknik analisa dalam XRF seperti yang ditampilkan pada gambar 2.4 sangat sederhana yaitu sinar X mengeksitasi atom dalam sampel, yang menghasilkan emisi sinar X pada energi yang khas untuk masing-masing unsur. Detektor mengukur energi dan intensitas dari emisi sinar X, dari pengukuran ini dapat ditarik kesimpulan unsur apa yang ada dan berapa konsentrasinya. Kriswarini, dkk., (2010) juga menjelaskan bahwa prinsip kerja XRF didasarkan pada terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel atau bahan oleh sinar-X dari sumber sinar. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan dengan adanya puncak spektrum yang mewakili salah satu jenis unsur sesuai dengan karakteristik sinar-X sedangkan untuk analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar.

Dalam analisis kuantitatif, faktor-faktor yang berpengaruh dalam analisis antara lain matriks dari sampel (bahan), kondisi kevakuman, dan konsentrasi unsur dalam bahan serta pengaruh unsur yang mempunyai energi karakteristik berdekatan dengan energi karakteristik unsur yang akan dianalisis (Kriswarini, 2010). Syarat sampel yang dapat dianalisis dengan XRF yaitu apabila sampel berbentuk serbuk, ukuran serbuk tidak boleh melebihi 400 mesh, untuk serbuk padatan, permukaannya yang dilapisi akan meminimalisir efek penghamburan dan sampel harus datar untuk menghasilkan analisis kuantitatif yang optimal. Sedangkan untuk cairan, sampel harus segar ketika dianalisis dan analisis dilakukan secara cepat jika sampel mudah menguap, selain itu sampel juga tidak boleh mengandung endapan.



Gambar 2.4 Cara kerja dasar sistem XRF

XRF memiliki beberapa kelebihan yakni memiliki akurasi yang relatif tinggi, dapat menentukan unsur dalam bahan atau material tanpa adanya standar, dapat menentukan kandungan mineral dalam bahan biologis maupun dalam tubuh secara langsung, dapat dengan mudah mengidentifikasi komponen utama dalam sampel (bahan) yang sederhana dan dapat memperoleh perkiraan konsentrasinya. Kelebihan lainnya yaitu XRF dapat memberikan efek yang cukup penting untuk banyak aplikasi antara lain untuk memperoleh akurasi yang tinggi, mengidentifikasi komponen dengan konsentrasi rendah, dan dapat digunakan pada sampel yang sangat bervariasi. Sedangkan beberapa kelemahan yang dimiliki XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan kita teliti dan tidak dapat menentukan struktur dari atom yang membentuk material itu.

### 2.7.2 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Teknik analisis yang dapat dilakukan untuk mengetahui kadar logam dalam sampel cair yang dihasilkan dalam penelitian ini salah satunya menggunakan spektroskopi serapan atom (AAS). Spektrometri merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Spektrometri serapan atom merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog dkk., 2010). Khopkar (2003) menjelaskan bahwa metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah karena metode serapan sangatlah spesifik. Logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat pula dianalisis dan selain itu tidak selalu diperlukan sumber energi yang besar.

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari hukum Lambert dan hukum Beer yaitu:

1. Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengadsorpsi
2. Hukum Beer : Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut

dari kedua hukum tersebut dapat disimpulkan bahwa adsorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day and Underwood, 1989).

Willard dkk., (1989) menjelaskan dalam metode AAS sampel harus diubah dalam bentuk uap atom yang disebut dengan istilah atomisasi, pada proses ini sampel diuapkan dan didekomposisi untuk membentuk atom dalam bentuk uap. Selanjutnya sel atom mengalami tahap nebulisasi untuk menghasilkan bentuk aerosol yang halus kemudian dilanjutkan tahap disosiasi analit menjadi atom-atom bebas dalam keadaan gas. Sumber cahaya yang digunakan adalah lampu katoda berongga. Ketika diberikan potensial listrik dari lampu ini maka muatan positif ion gas akan menumbuk katoda sehingga terjadi pemancaran spektrum garis logam yang bersangkutan. Berkas cahaya ini kemudian dilewatkan melalui celah sempit dan difokuskan menggunakan cermin menuju monokromator yang memisahkan, mengisolasi dan mengontrol intensitas energi yang kemudian diteruskan ke detektor.

### **2.7.3 Inductively Coupled Plasma (ICP)**

Metcalf (1991) menjelaskan bahwa Inductively Coupled Plasma (ICP) yang sering disebut juga dengan Radiofrequency Plasma (RF) merupakan salah satu teknik yang tersedia untuk analisa spektroskopi atom. Analisis dengan ICP dioperasikan pada level energi tinggi yaitu 0,5-3,0 kW dengan frekuensi 15-50 MHz. Dalam teknik ini digunakan plasma sebagai sumber atomisasi dan eksitasi. Plasma adalah muatan listrik netral dari gas yang terionisasi dan mengandung ion, elektron, dan atom. Energi yang dipergunakan untuk analisa plasma adalah turunan dari energi elektrik atau medan magnet, tidak dari nyala. Kebanyakan analisa plasma dioperasikan dengan argon atau helium murni, yang tidak mudah terbakar. Alat ini mampu menganalisa lebih dari 80 unsur dan salah satu kelebihanannya yakni sangat selektif sehingga dapat digunakan untuk mengukur beberapa unsur sekaligus dalam setiap pengukuran. Beberapa data logam yang dapat dideteksi dengan ICP dapat dilihat pada tabel 2.4.

Tabel 2.4 Data logam yang dapat dideteksi oleh ICP

Alkali dan Alkali Tanah	Logam Tanah Jarang	Logam Transisi	Lainnya
Li, Na, K, Rb, Cs, Be, Mg, Ca, Sr, Ba	Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Th, U	Sc, V, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Y, Nb, Zr, Mo, Ru, Th, Pd, Ag, Cd, La, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg	B, C, N, Al, Si, P, S, Cl, Ga, Ge, As, Se, Br, In, Sn, Sb, Te, I, Tl, Pb, Bi

Prinsip kerja ICP secara umum adalah mengukur intensitas energi/radiasi yang dipancarkan oleh unsur-unsur yang mengalami perubahan tingkat energi atom (eksitasi atau ionisasi). Larutan sampel dihisap dan dialirkan melalui *capillary tube* ke *nebulizer*. *Nebulizer* merubah larutan sampel ke bentuk aerosol yang kemudian diinjeksikan oleh ICP. Pada temperatur plasma, sampel-sampel akan teratomisasi dan tereksitasi. Ion tereksitasi akan terbentuk apabila suhu meningkat atau lebih besar daripada suhu saat atom tereksitasi. Akan tetapi energi yang berlebih akan digunakan untuk mengionisasi atom daripada membentuk keadaan atom tereksitasi dengan demikian atom yang tereksitasi akan kembali ke keadaan awal (*ground state*) sambil memancarkan sinar radiasi. Sinar radiasi ini didispersi oleh komponen optik. Sinar yang terdispersi, secara berurutan muncul pada masing-masing panjang gelombang unsur dan dirubah dalam bentuk sinyal listrik yang besarnya sebanding dengan sinar yang dipancarkan oleh besarnya konsentrasi unsur. Sinyal listrik ini kemudian diproses oleh sistem pengolah data (Nugroho, 2005).

Sensitivitas dari alat ini dinyatakan dalam limit deteksi ICP untuk lebih dari 70 elemen, dalam satuan ppb sebagaimana dapat dilihat dalam Tabel 2.5. Gas inert dan non metal (C, N, O,

H) tidak teranalisa oleh ICP. Kelebihan alat ini adalah sangat selektif dan dapat digunakan untuk mengukur beberapa unsur sekaligus dalam setiap pengukuran sedangkan kelemahannya yaitu kurang sensitive terhadap pengukuran unsur yang mempunyai panjang gelombang dibawah 200 nm. Keterbatasan pengukuran tersebut ditunjukkan dengan nilai limit deteksi yang diperoleh.

Tabel 2.5 Limit deteksi dari beberapa elemen ICP

Elemen	LOD	Elemen	LOD	Elemen	LOD
Ag	0,9	Hg	1	Sb	10
Al	3	Ho	0,4	Sc	0,2
As	50	In	9	Se	50
Au	8	Ir	5	Si	3
B	0,8	K	20	Sn	60
Ba	0,09	La	1	Sr	0,03
Be	0,08	Li	0,3	Ta	10
Bi	30	Lu	0,2	Tb	2
C	75	Mg	0,07	Te	10
Ca	0,02	Mn	0,4	Ti	0,4
Cd	1	Mo	3	Tl	30
Ce	5	Na	3	Ge	20
Ga	4	Re	5	Hf	4
Gd	0,9	Rh	5	Ru	6
S	30				

(Manning dkk., 1997)

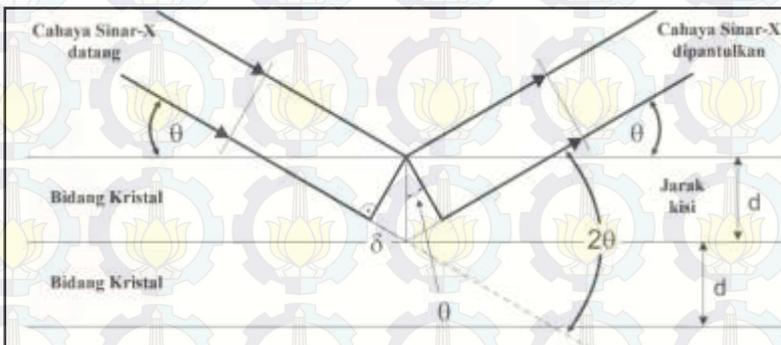
#### 2.7.4 XRD (*X-ray Diffraction*)

XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal (Leofanti dkk., 1997). Namun demikian, metode ini tidak cocok atau tidak mampu menampilkan sifat-sifat yang diperlukan untuk senyawa yang bersifat bukan kristal. Material yang akan dianalisis struktur kristalnya harus berada dalam fasa padat karena dalam kondisi tersebut kedudukan atom-atomnya berada dalam

susunan yang sangat teratur sehingga membentuk bidang-bidang kristal. Ketika suatu berkas sinar-X diarahkan pada bidang-bidang kristal tersebut, maka akan timbul pola-pola difraksi ketika sinar-X melewati celah-celah kecil diantara bidang-bidang kristal tersebut.

Pada XRD yang digunakan untuk karakterisasi, ketika kristal diberi sinar-X yang berasal dari sumber sinar maka sinar tersebut akan dipantulkan kembali oleh kisi kristal, pantulan sinar tersebut kemudian diterima oleh detektor, jika sinar dipantulkan maka akan terdeteksi puncak tertentu. Pemantulan sudut datang sinar-X adalah spesifik dan berhubungan langsung dengan *lattice spacing* dari kristal yang dianalisis. Pola difraksi diplotkan berdasarkan intensitas *peak* yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (*hkl*) sebagai fungsi  $2\theta$ , dimana  $\theta$  menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg (Richardson, 1989).

Prinsip difraksi sinar-X yaitu cahaya monokromatik dari sinar-X diarahkan pada materi kristalin, sehingga mengalami pantulan (refleksi) atau difraksi pada sudut yang berbeda-beda terhadap sinar primer, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Difraksi radiasi sinar-X sesuai Hukum Bragg

Hubungan antara panjang gelombang sinar-X ( $\lambda$ ), sudut difraksi ( $2\theta$ ), dan jarak tiap bidang atomik kisi kristal ( $d$ ) dapat dijelaskan dengan Hukum Bragg berikut ini :

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (2.1)$$

dengan :

$n$  = orde (1,2,3,...)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar ( $\text{\AA}$ )

$d$  = jarak antar bidang kisi kristal ( $\text{\AA}$ )

$\theta$  = setengah sudut deviasi difraksi sinar

Menurut persamaan dari Hukum Bragg ini dapat diketahui jarak antar bidang kisi kristal materi yang dianalisa. Jarak bidang kisi kristal hanya dipengaruhi oleh dimensi sel unit kristal, dimana intensitas sinar yang terdifraksi merupakan fungsi posisi atom dalam sel unit (Sibilia, 1996).

Difraksi sinar-X digunakan untuk mendapatkan informasi mengenai struktur, komposisi dan keadaan polikristalin suatu materi. Difraksi sinar-X ini banyak diaplikasikan untuk identifikasi suatu senyawa (*unknown*) didasarkan pada puncak-puncak (*peak*) kristalin. Kristalinitas material hasil sintesis dapat diperkirakan melalui perbandingan jumlah intensitas relatif puncak material dengan jumlah intensitas relatif puncak standar (Rayalu dkk., 2005), seperti ditampilkan pada persamaan (2.2).

$$\text{Intensitas Relatif} = \frac{\text{Jumlah Int. Relatif Sampel}}{\text{Jumlah Int. Relatif Standar}} \times 100\% \quad (2.2)$$

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir besi. Produk yang dihasilkan selama proses ekstraksi kemudian dianalisa dan dikarakterisasi. Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi pasir besi dengan X-ray fluorescence (XRF), karakterisasi struktur padatan hasil pelindian dengan difraktometer sinar-X (XRD), dan analisis kandungan filtrat dengan Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) dan spektroskopi serapan atom (AAS).

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat-alat gelas, corong buchner, *magnetic stirrer*, oven, seperangkat alat refluks, neraca analitik, pompa vakum, *hot plate*, pH meter dan *muffle furnace*. Instrumen yang digunakan adalah X-Ray fluorescence (XRF) Philips, X-Ray Diffraction X'pert Philips, Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) dan Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).

##### 3.1.2 Bahan

Bahan-bahan kimia yang dibutuhkan dalam penelitian ini antara lain  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (teknis, 64%), NaOH (*Merck*), NaOH teknis, aquademin. Pasir besi yang digunakan dalam penelitian ini diambil dari pantai selatan yang berlokasi di Kecamatan Wotgalih, Kabupaten Lumajang, Jawa Timur.

## 3.2 Prosedur Kerja

### 3.2.1 Preparasi Pasir Besi

Preparasi pasir besi dilakukan dengan cara separasi magnetik menggunakan magnet batang. Pasir besi yang akan dilindi dipisahkan secara fisik dari pengotornya. Pasir besi akan menempel pada magnet sedangkan pengotornya yang tidak bersifat magnet akan tertinggal. Pasir yang menempel pada magnet dimasukkan dalam wadah yang berbeda. Perlakuan ini diulangi beberapa kali agar pasir besi yang diperoleh benar-benar terbebas dari senyawa non magnet.

### 3.2.2 Dekomposisi Pasir Besi

Dekomposisi pasir besi dilakukan dengan metode yang diadopsi dari penelitian Dong dkk., (2012) yaitu pasir besi yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 5 gram kemudian ditambah NaOH padat sebanyak 6 gram untuk memperoleh rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 6/5. Campuran pasir besi dan NaOH dihomogenisasi dengan penggerusan dalam cawan mortar. Campuran yang telah homogen dipindah kedalam cawan porselen dan dipanaskan dalam *muffle furnace* selama 2 jam pada suhu 550°C. Padatan yang terbentuk kemudian dipindahkan kedalam beaker glass dan dicuci dengan aquademin untuk memisahkan endapan dari pengotornya. Filtrat hasil pencucian disimpan dalam botol penyimpanan sedangkan residu yang terpisah pada kertas saring dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 3 jam. Metode ini diulangi dengan variasi penambahan NaOH sebesar 3, 5 dan 7,5 gram untuk perolehan rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 3/5, 5/5 dan 7,5/5.

### 3.2.3 Pelindian dengan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

Residu yang telah kering didinginkan dalam desikator. Residu ditimbang kemudian dimasukkan kedalam labu bundar leher dua. Asam fosfat 3M sebagai agen pelindi ditambahkan

kedalam labu bundar dengan rasio massa residu/volume sebesar 1/10. Pelindian dilakukan selama 2 jam pada suhu 80°C. Hasil pelindian disaring dan filtrat hasil penyaringan kemudian dipisahkan dalam botol sedangkan residu pelindian dicuci dengan aquademin kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 4 jam. Selanjutnya padatan yang diperoleh digerus dalam mortar agat dan dikalsinasi pada suhu 650°C selama 2 jam. Metode ini diulangi dengan variasi konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 2M, 5M dan 7M.

### **3.3 Analisis dan Karakterisasi**

#### **3.3.1 Kandungan Pasir Besi dengan XRF**

Pasir besi yang telah dipisahkan secara fisik melalui separasi magnetik dianalisa unsur-unsur penyusun beserta konsentrasinya menggunakan fluoresensi sinar-X.

#### **3.3.2 Kandungan Filtrat Pencucian dengan AAS**

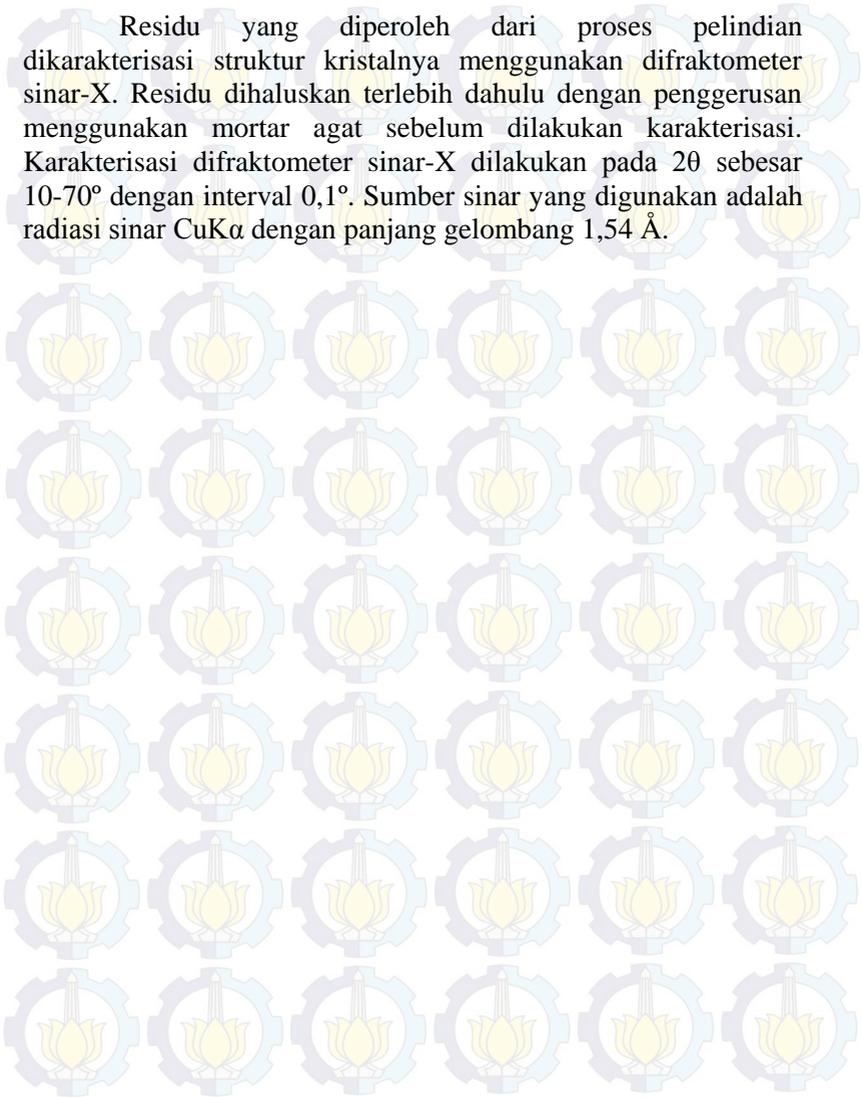
Filtrat hasil pencucian endapan dekomposisi dianalisa kandungan unsur besinya menggunakan spektroskopi serapan atom. Sebelum dianalisa, filtrat terlebih dahulu diencerkan dengan aquademin. Pengenceran dari setiap filtrat disesuaikan dengan kebutuhan analisa.

#### **3.3.3 Kandungan Filtrat dengan ICP-MS**

Filtrat yang diperoleh dari hasil pelindian dianalisis kandungan unsur logam titanium menggunakan ICP-MS. Sebelum dilakukan analisis, filtrat diencerkan terlebih dahulu dengan aquademin. Sebanyak 1 mL filtrat diambil dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL lalu ditambahkan aquademin sampai tanda batas. Analisis dilakukan menggunakan spektrometri massa ICP di PT. Angler Biochemlab, Surabaya.

### 3.3.4 Struktur Padatan Residu dengan XRD

Residu yang diperoleh dari proses pelindian dikarakterisasi struktur kristalnya menggunakan difraktometer sinar-X. Residu dihaluskan terlebih dahulu dengan penggerusan menggunakan mortar agat sebelum dilakukan karakterisasi. Karakterisasi difraktometer sinar-X dilakukan pada  $2\theta$  sebesar  $10-70^\circ$  dengan interval  $0,1^\circ$ . Sumber sinar yang digunakan adalah radiasi sinar  $\text{CuK}\alpha$  dengan panjang gelombang  $1,54 \text{ \AA}$ .

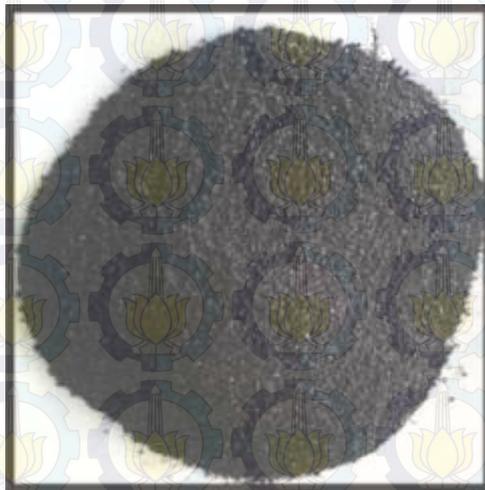


## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir besi dengan pelindian  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang didahului dengan proses dekomposisi  $\text{NaOH}$  dan diamati pengaruh rasio massa dan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  untuk ekstraksi  $\text{TiO}_2$ . Produk hasil pelindian dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraktometer sinar-X (XRD) dan filtrat yang diperoleh selama proses ekstraksi dianalisis dengan spektroskopi serapan atom (AAS) dan Inductively Coupled Plasma- Mass Spectrometry (ICP-MS).

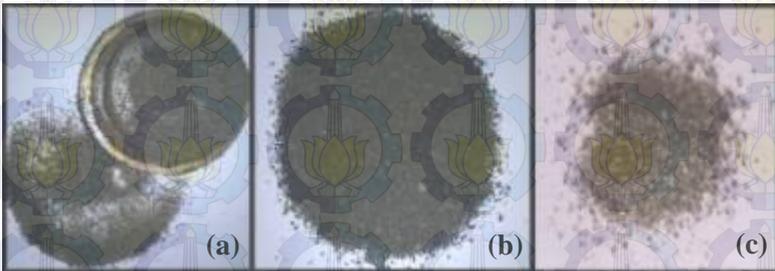
Pasir besi yang digunakan pada penelitian ini diambil dari pantai Laut Selatan, Kabupaten Lumajang. Kondisi fisik pasir besi dapat dilihat pada gambar 4.1. Pasir besi berwarna hitam mengkilap dan memiliki butiran yang lebih halus dan massa yang lebih besar daripada pasir biasa.



Gambar 4.1 Kondisi fisik pasir besi pantai selatan Lumajang

#### 4.1 Preparasi Awal pasir Besi

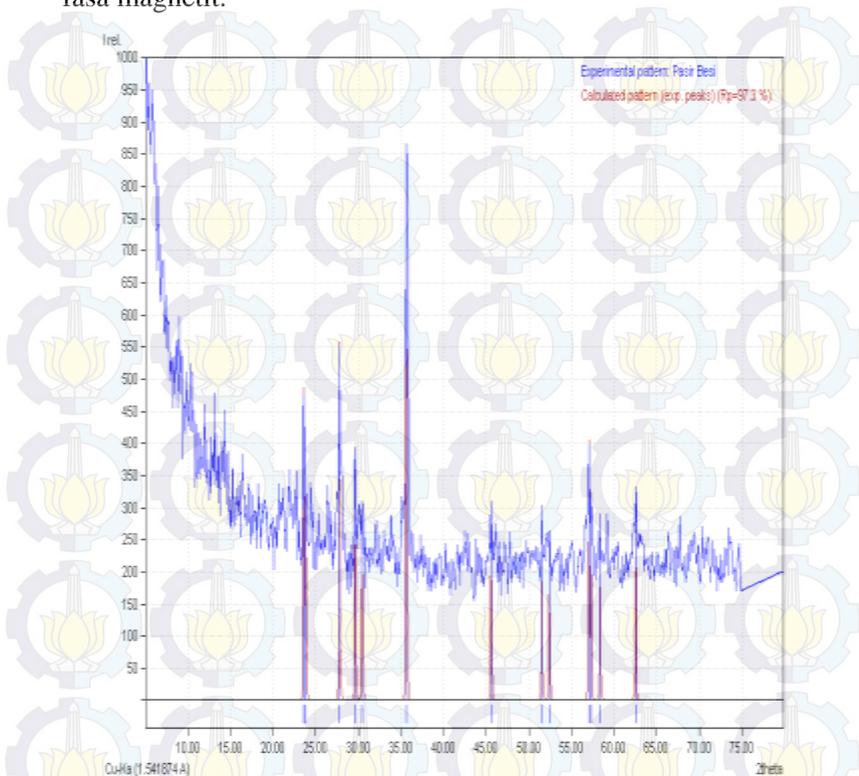
Preparasi awal terhadap pasir besi dalam penelitian ini dilakukan untuk memisahkan senyawa lain yang dapat mengganggu proses ekstraksi titanium dioksida dari pasir besi. Preparasi awal pasir besi ini didasarkan pada sifat titanium yang cenderung membentuk persenyawaan dengan unsur lain seperti besi, antara lain berupa mineral ilmenit ( $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  atau  $\text{TiFeO}_3$ ), titanifero magnetit ( $(\text{Fe-Ti})_2\text{O}_3$ ), leukosen ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{TiO}_2$ ) dan arizonit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{TiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ ). Besi merupakan unsur yang memiliki sifat kemagnetan yang besar (bersifat feromagnetik). Oleh karena itu pada preparasi ini dilakukan separasi pasir menggunakan batang magnet untuk mengambil persenyawaan titanium dengan besi. Ilmenit yang terkandung dalam pasir besi akan menempel pada batang magnet dan terpisah dengan senyawa lain dalam pasir besi yang tidak bersifat magnet. Gambar 4.2 menunjukkan proses separasi pasir besi dimana hasil pemisahan magnetik berwarna hitam mengkilap sedangkan residunya berupa padatan kecoklatan yang dimungkinkan adalah kuarsa dan sedikit padatan hitam pasir yang tertinggal.



Gambar 4.2 Separasi magnetik pasir besi : (a) proses, (b) hasil, (c) residu

Pasir besi hasil separasi magnetik dikarakterisasi strukturnya dengan difraksi sinar-X. Difaktogram hasil karakterisasi dapat dilihat pada gambar 4.3. dari difaktogram tersebut diperoleh intensitas dan puncak-puncak pada nilai  $2\theta$  yang memiliki kesamaan dengan difaktogram standart dari magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Dengan demikian dapat diketahui bahwa pasir

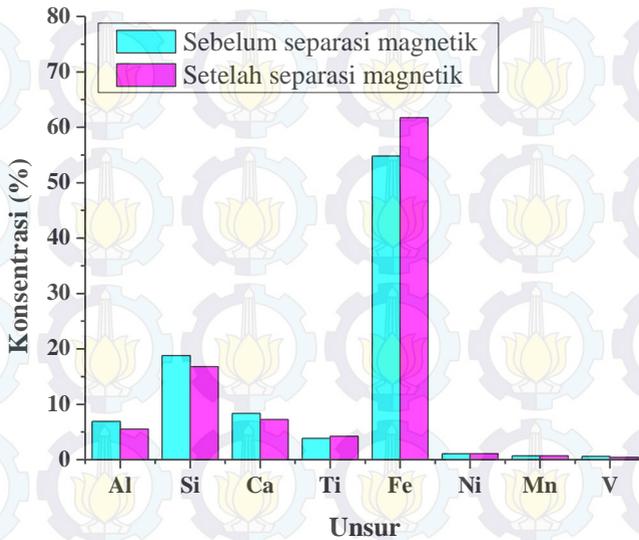
besi dari Kabupaten Lumajang mengandung oksida besi dalam fasa magnetit.



Keterangan : = — : Difaktogram pasir besi

— : Difaktogram standart  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Gambar 4.3 Difaktogram pasir besi Kabupaten Lumajang dibandingkan dengan difaktogram standart magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

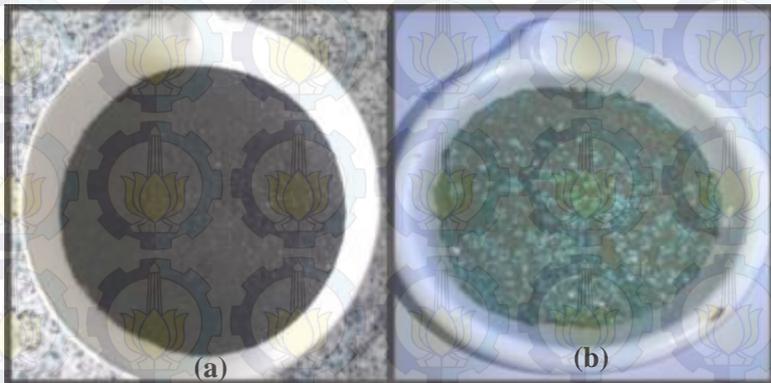


Gambar 4.4 Komponen dalam pasir besi

Karakterisasi dengan XRF pada pasir besi hasil pemisahan magnetik dapat dilihat pada gambar 4.4. Dari gambar dapat diketahui bahwa dalam pasir besi sebelum dan sesudah separasi magnetik terdapat kandungan unsur besi sebagai komponen utama. Sejumlah unsur dalam pasir besi seperti Al, Si, Ca, Ni, Mn dan V mengalami penurunan konsentrasi setelah pemisahan dengan magnet batang. Sementara itu, konsentrasi unsur besi mengalami kenaikan dari  $54,78 \pm 0,56$  % menjadi  $61,72 \pm 0,14$  % dan komponen Ti mengalami kenaikan konsentrasi dari  $3,83 \pm 0,08$  % menjadi  $4,22 \pm 0,02$  %. Prosentase unsur titanium dalam pasir besi setelah pemisahan magnetik masih lebih kecil dibandingkan Si, Al dan Ca namun jauh lebih besar dibandingkan kandungan unsur Ni, Mn dan V.

## 4.2 Hasil Dekomposisi dengan NaOH

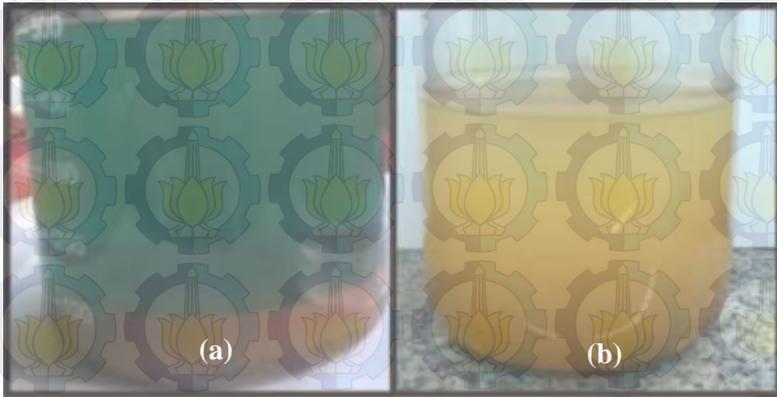
Dekomposisi pasir besi dengan NaOH dalam penelitian ini merujuk pada jurnal Dong dkk., (2012) pada pemisahan  $\text{TiO}_2$  dari bijih ilmenit dengan *grade* yang rendah. Hasil pemisahan magnetik pasir besi dihomogenisasi dengan padatan NaOH dalam cawan porselen kemudian dipanaskan dalam *muffle furnace* pada suhu  $550^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Menurut Setyawati dkk., (2013) proses dekomposisi ini dilakukan untuk mempermudah ekstraksi  $\text{TiO}_2$ , dimana titanium dari ilmenit nantinya akan membentuk sodium titanat, selanjutnya dilakukan proses pelindian untuk memperoleh kembali (*recovery*) titanium. Dari penelitian tersebut, *recovery* titanium hasil pelindian dari pasir besi yang telah diseparasi menggunakan magnetik separator sebesar 21%. Padatan hasil dekomposisi berwarna merah bata dan terdapat sedikit padatan yang berwarna hijau pada bagian permukaan (gambar 4.5). Warna merah bata tersebut menunjukkan bahwa senyawa besi dari mineral ilmenit berubah menjadi besi dengan bilangan oksidasi  $2+$ .



Gambar 4.5 Pasir besi sebelum (a) dan sesudah (b) didekomposisi dengan NaOH

Padatan diambil dari dalam cawan dengan cara dilarutkan dengan aquademin karena padatan menempel pada dinding cawan. Pada saat dilarutkan dengan aquademin larutan berwarna

merah bata kehijauan. Apabila larutan didiamkan beberapa saat maka padatan merah bata mengendap di dasar gelas beker dan larutan berubah warna menjadi hijau. Hal ini menunjukkan adanya spesi besi (II) yang larut dalam aquademin. Menurut Yu dan Jiayong (1989) spesi besi dalam larutan merupakan pengotor yang harus dipisahkan sebelum dilakukan proses perolehan kembali logam yang diinginkan dalam larutan. Oleh karena itu, bagian larutan yang berwarna hijau ini kemudian dipisahkan dan dilakukan pencucian terhadap endapan untuk mengurangi spesi besi yang masih banyak terkandung dalam endapan. Pencucian juga dilakukan untuk menurunkan pH dimana pH awal dari larutan adalah 14. Penurunan pH dilakukan sampai pH 9 untuk mengurangi penggunaan asam pada saat proses pelindian dimana kondisi pelindian harus berada pada pH 1.



Gambar 4.6 Perubahan warna larutan dari endapan hasil dekomposisi dari (a) hijau menjadi (b) kuning kemerahan

Pada saat pencucian warna larutan berangsur menjadi kuning yang menunjukkan adanya spesi  $\text{Fe}^{3+}$  dalam larutan (gambar 4.6). Warna tersebut menandakan adanya perubahan bilangan oksidasi besi terlarut dari 2+ menjadi 3+ dimana bentuk spesi besi (III) lebih stabil dibandingkan besi (II). Padatan dipisahkan dari larutan dengan penyaringan. Hasil penyaringan

berupa padatan berwarna merah bata dan terdapat sedikit padatan berwarna coklat kehitaman (gambar 4.7) serta filtrat yang tidak berwarna. Warna endapan merah bata ini dijelaskan oleh Simpraditpan dkk., (2013) sebagai indikasi bahwa sejumlah besar spesi besi dalam sampel telah dipisahkan oleh adanya penambahan NaOH (pada proses dekomposisi). Sedangkan padatan coklat kehitaman yang terbentuk merupakan FeO yang dihasilkan dari reaksi antara ilmenit dan NaOH (Persamaan 4.1).



Dari persamaan 4.1 juga dapat diketahui bahwa dekomposisi pasir besi dengan NaOH menghasilkan sodium titanat ( $\text{Na}_4\text{Ti}_3\text{O}_8$ ). Selain itu juga didapati padatan yang berwarna hitam yang kemungkinan besar adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .



Gambar 4.7 Padatan hasil penyaringan

Middlemas dkk., (2013) memaparkan bahwa dengan membentuk sodium titanat, secara kimawi  $\text{TiO}_2$  akan terpisah dari besi oksida dan pengotor lainnya. Dalam jurnalnya juga dijelaskan jika sodium titanat yang terkandung dalam endapan

tidak ikut terlarut saat pencucian dengan aquademin sehingga kandungan titanium dalam sampel akan tetap tertinggal dalam endapan saat dilakukan proses penyaringan. Dengan demikian, dalam filtrat pencucian hanya terdapat spesi-spesi pengotor yang kemungkinan besar konsentrasi terbesar adalah spesi Fe. Oleh karena itu, selanjutnya filtrat hasil pencucian dianalisa kandungan unsur besinya dengan spektroskopi serapan atom (AAS). Dari hasil AAS dapat diketahui bahwa kandungan besi dalam filtrat sebesar 2,2112 ppm. Kandungan besi yang mampu dipisahkan dengan pencucian aquademin sangat kecil. Hal ini dimungkinkan karena besi tidak terhidrolisis sempurna dalam air sehingga kandungan besi dalam endapan masih cukup besar.

Residu hasil pencucian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C sampai masa padatan konstan. Langkah selanjutnya adalah pelindian dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3M pada pH 1 karena pada nilai pH ini titanium berada pada spesi kation dengan valensi empat dimana pada kondisi ini titanium biasanya mampu membentuk berbagai macam kompleks dengan ion lain.

### **4.3 Hasil Pelindian dengan $\text{H}_3\text{PO}_4$**

Metode pelindian ini dirujuk dari penelitian yang telah dilakukan oleh Zhang dkk., (2012) dan Mostafa dkk., (2012). Dalam jurnalnya, Zhang dkk., (2012) menjelaskan bahwa efisiensi pelindian pasir dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  lebih besar 30-40% dibandingkan pelindian dengan asam-asam kuat seperti HCl dan  $\text{HNO}_3$ . Efisiensi ini ditinjau dari besarnya prosentase besi yang mampu dipisahkan dari sampel pasir selama proses pelindian, dimana dalam penelitiannya diperoleh prosentase Fe yang mampu dipisahkan oleh  $\text{H}_3\text{PO}_4$  mencapai 80% sedangkan dengan pelindian HCl hanya sebesar 42,53% dan  $\text{HNO}_3$  49,83% pada kenaikan konsentrasi masing-masing asam 0-3M. Selain itu, pelindian dengan asam fosfat juga memberikan banyak keuntungan yaitu biaya yang dibutuhkan cukup rendah, proses yang mudah, dan tidak menghasilkan hasil samping yang berbahaya sebagaimana pelindian dengan asam-asam kuat seperti

$\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$  dan  $\text{HNO}_3$  yang dapat menghasilkan gas buang yang sangat beracun ( $\text{SO}_x$ ,  $\text{Cl}_2$  dan  $\text{NO}_x$ ).

Mostafa dkk., (2012) melakukan proses pelindian asam untuk memisahkan  $\text{TiO}_2$  dari ilmenit dengan *grade* yang rendah menggunakan perlengkapan refluks untuk meningkatkan efektivitas pelarut selama proses pelindian. Pelindian dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  memungkinkan titanium yang terkandung dalam residu terhidrolisis dan bereaksi dengan molekul air membentuk hidrat yang tidak larut dalam air. Middlemas dkk., (2013) menjelaskan bahwa titanium akan membentuk senyawa hidrat pada saat proses hidrolisis baik pada suhu rendah maupun suhu tinggi. Pada proses hidrolisis dengan suhu rendah ( $20\text{-}80^\circ\text{C}$ ) kemungkinan produk yang terbentuk adalah asam ortotitanat ( $\text{Ti}(\text{OH})_4$  atau  $\text{TiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) sedangkan pada suhu tinggi ( $80\text{-}110^\circ\text{C}$ ) titanium cenderung membentuk senyawa hidrat asam metatitanat ( $\text{TiO}(\text{OH})_2$  atau  $\text{TiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). Dalam jurnalnya juga dijelaskan apabila hidrolisis dilakukan menggunakan asam lemah pada suhu rendah, maka kemungkinan besar titanium juga akan membentuk asam ortotitanat  $\text{Ti}(\text{OH})_4$ . Dengan demikian reaksi yang mungkin terjadi pada proses hidrolisis dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  adalah sebagai berikut:



Pigmen  $\text{Ti}(\text{OH})_4$  yang terbentuk dari proses pelindian memiliki kualitas yang lebih rendah dibandingkan titanium dalam bentuk pigmen  $\text{TiO}(\text{OH})_2$  karena akan lebih sulit memperoleh pigmen  $\text{TiO}_2$  dari bentuk  $\text{Ti}(\text{OH})_4$  dibandingkan  $\text{TiO}(\text{OH})_2$  pada proses kalsinasi.

Senyawa hidrat dari titanium yang terbentuk dapat pula bereaksi dengan ion fosfat dalam larutan membentuk kompleks titanium oksida-fosfat seperti yang dijelaskan oleh Jian Shu (2008) dalam jurnalnya bahwa secara termodinamika titanium dalam bentuk ion  $\text{Ti}(\text{OH})_2^{2+}$  dapat bereaksi dengan ion  $\text{HPO}_4^{2-}$

membentuk sistem larutan Ti-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dalam suatu reaksi kompleks dengan urutan reaksi sebagai berikut:

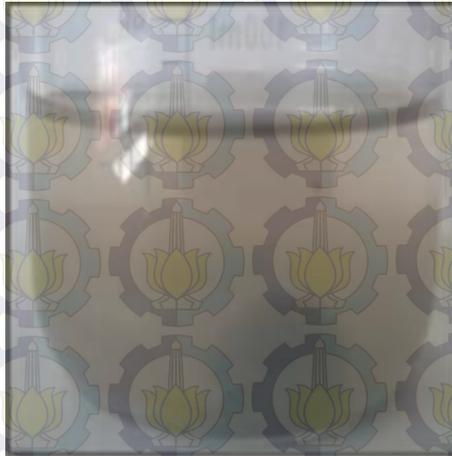
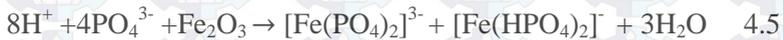
Hidrolisis ion Ti<sup>4+</sup>:



Reaksi Kompleksasi:



Sedangkan senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (berupa padatan hitam) yang terkandung dalam endapan bereaksi dengan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dengan kemungkinan reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Gambar 4.8 Hasil pelindian dengan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

Hasil pelindian berupa larutan berwarna kekuningan dengan endapan berwarna abu-abu dan terdapat sedikit bagian yang berwarna putih (gambar 4.8). Warna kekuningan dalam filtrat mengindikasikan adanya spesi Fe yang ikut terlarut dalam

larutan selama proses pelindian. Endapan dipisahkan dari larutan dengan penyaringan kemudian filtratnya dimasukkan kedalam botol penyimpanan. Filtrat diencerkan sebanyak 50 kali pengenceran kemudian hasil pengenceran dianalisis kandungan logam titaniumnya dengan ICP-MS. Dari analisa dengan ICP-MS diperoleh kandungan  $\text{TiO}_2$  sebesar 5,19 mg/L (sertifikat No 141796-3) sehingga dari perhitungan diperoleh kandungan  $\text{TiO}_2$  dalam filtrat hasil pelindian sebesar 259,5 mg/L. Perolehan konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dari analisa ICP-MS tersebut dihitung berdasarkan konsentrasi logam titanium dalam filtrat. Dengan demikian prosentase Ti yang diperoleh adalah sebesar 6,15%.

Selain itu, kadar logam besi dalam filtrat hasil pelindian juga dianalisa dengan AAS. Hasil analisa filtrat dengan AAS menunjukkan bahwa konsentrasi Fe dalam filtrat pelindian jauh lebih besar dibandingkan konsentrasi Fe dalam filtrat pencucian. Konsentrasi Fe yang diperoleh dalam filtrat pelindian sebesar  $3,7 \times 10^3$  ppm. Hal ini menunjukkan bahwa pelindian dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  memiliki efisiensi yang cukup besar untuk memisahkan besi dari padatan seperti yang dijelaskan oleh Zhang dkk., (2012) dalam jurnalnya bahwa  $\text{H}_3\text{PO}_4$  tidak hanya menyediakan ion  $\text{H}^+$  yang lebih banyak dibandingkan asam-asam kuat lainnya tetapi juga ion  $\text{PO}_4^{3-}$  yang dihasilkan dari disosiasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang memiliki kemampuan membentuk kompleks dengan ion-ion Fe, dimana  $\text{H}_3\text{PO}_4$  termasuk asam poliprotik yang terdisosiasi sebagaimana reaksi disosiasinya pada sub bab 2.5.3. Ion  $\text{PO}_4^{3-}$  yang dihasilkan dari disosiasi tersebut bereaksi dengan ion Fe mengikuti persamaan reaksi 4.5 sedangkan ion  $\text{H}^+$  bereaksi dengan senyawa besi oksida dan sodium titanat dalam padatan dengan kemungkinan reaksi sebagai berikut:



residu yang diperoleh berwarna abu-abu.

Selanjutnya residu yang diperoleh dicuci dengan aquademin, hal ini dilakukan karena dimungkinkan masih terdapat  $\text{Fe}^{3+}$  yang tertinggal pada endapan. Pada saat pencucian dengan aquademin, terbentuk endapan putih yang cukup banyak. Endapan putih ini merupakan sodium silikat yang terbentuk dari reaksi silika dengan NaOH pada proses dekomposisi. Hal ini dijelaskan oleh Scott (2013) dalam penelitiannya bahwa NaOH akan bereaksi dengan silika membentuk natrium silikat dengan reaksi:



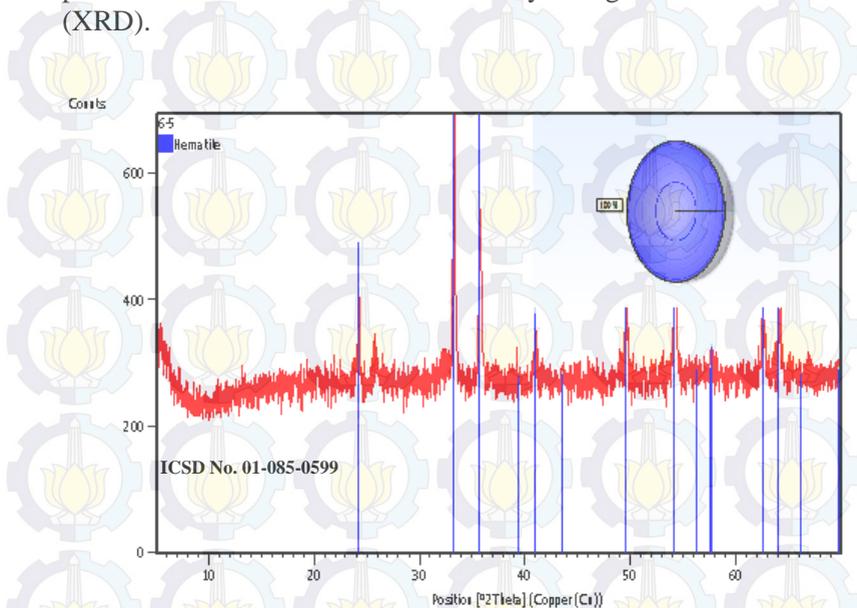
Residu dioven pada suhu  $110^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan kadar air dan sisa-sisa pelarut. Setelah kering padatan digerus dalam mortar agak supaya homogen. Padatan yang telah homogen kemudian dikalsinasi pada suhu  $650^\circ\text{C}$  selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air kristal dan membentuk pigmen  $\text{TiO}_2$ . Reaksi yang mungkin terjadi selama kalsinasi adalah sebagai berikut:



Gambar 4.9 Padatan hasil kalsinasi

Pengamatan secara fisik menunjukkan bahwa padatan hasil kalsinasi berwarna abu kemerahan (gambar 4.9) yang

mengindikasikan adanya spesi Fe dalam padatan. Selanjutnya padatan dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraksi sinar-X (XRD).



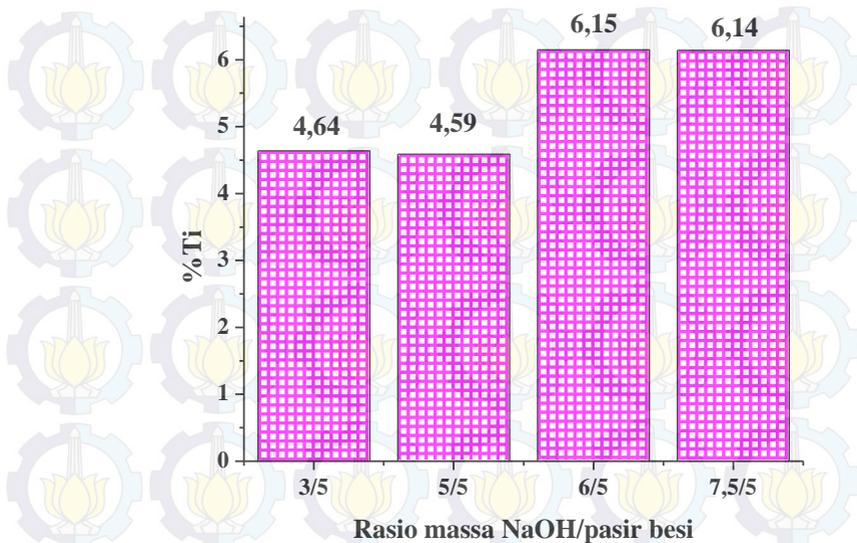
Gambar 4.10 Difaktogram padatan hasil kalsinasi dan ICSD  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  No. 01-058-0599

Hasil karakterisasi XRD ditampilkan pada gambar 4.8. Dari difaktogram tersebut dapat diketahui bahwa padatan hasil kalsinasi masih belum memiliki struktur kristal yang sempurna karena masih banyak pengotor yang terdapat dalam padatan yang ditunjukkan oleh adanya *noise* yang cukup rapat pada difaktogram. Analisa kualitatif dari difaktogram dilakukan dengan mencocokkan data difaktogram dengan database *ICSD-International Center of Diffraction Data (ICDD) POWD-12++* Tahun 2004 dan hasilnya menunjukkan bahwa puncak-puncak pada difaktogram memiliki kesesuaian dengan puncak-puncak database dari hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan struktur rombohedral (ICSD No. 01-085-0599). Puncak-puncak difaktogram dari padatan

terletak pada 20: 24,29; 33,29; 35,76; 41,04; 49,56; 54,22; 62,66 dan 64,12°. Hal ini menunjukkan bahwa dalam residu hasil pelindian fasa yang terbentuk adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Kemungkinan besar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ini terbentuk kembali dari oksidasi ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang terlarut dalam larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  seperti yang dijelaskan oleh Subagja dkk., (2010) bahwa lamanya proses hidrolisis akan mempengaruhi besarnya kadar pengotor  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dalam endapan. Semakin lama proses hidrolisis maka ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang terlarut dalam larutan teroksidasi membentuk  $\text{Fe}^{3+}$  ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Dengan demikian kemungkinan konsentrasi titanium yang masih ada dalam padatan sangat kecil karena sejumlah besar titanium berhasil terekstrak oleh larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dalam filtrat pelindian.

#### 4.4 Pengaruh Variasi Rasio Massa NaOH/Pasir Besi

Menurut Dong dkk., (2012) ekstraksi titanium meningkat seiring peningkatan rasio massa NaOH-pasir besi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini diberikan variasi penambahan NaOH terhadap pasir besi untuk mempelajari pengaruh variasi rasio massa NaOH/pasir besi terhadap ekstraksi titanium. Variasi rasio massa NaOH/pasir besi yang diberikan adalah 3/5, 5/5, 6/5 dan 7,5/5 dengan lama pelindian 2 jam dan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3M. Dari hasil analisa filtrat dengan ICP-MS diperoleh konsentrasi titanium terbesar dari rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 6/5 yaitu sebesar 5,19 mg/L (sertifikat No 141796-3) setelah pengenceran 50 kali sehingga dari perhitungan diperoleh konsentrasi titanium sebesar 259,5 mg/L dengan prosentase perolehan titanium sebesar 6,15% dari kadar titanium total dalam pasir besi. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Dong dkk., (2012) dimana pada rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 6/5 ini diperoleh fraksi titanium dari proses ekstraksi terbesar yaitu 97,5% dengan prosentase kenaikan kadar titanium sebesar 11% .

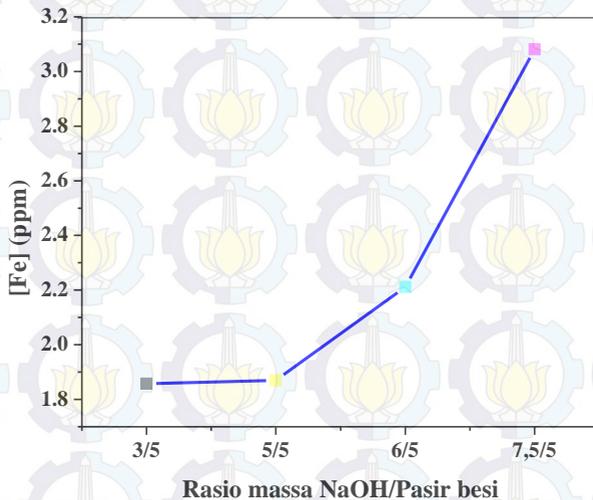


Gambar 4.11 Prosentase perolehan Ti dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi

Dari gambar 4.11 dapat diketahui besarnya prosentase perolehan Ti dari variasi rasio massa. Prosentase Ti terkecil yang diperoleh dari pelindian dengan  $H_3PO_4$  dihasilkan dari rasio massa NaOH/pasir besi 5/5 yaitu sebesar 4,59%, sedangkan untuk rasio massa 3/5 diperoleh Ti sebesar 4,64%. Oleh karena itu, dalam penelitian ini rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 6/5 digunakan sebagai acuan selanjutnya untuk mempelajari pengaruh konsentrasi  $H_3PO_4$  sebagai agen pelindi terhadap hasil ekstraksi titanium.

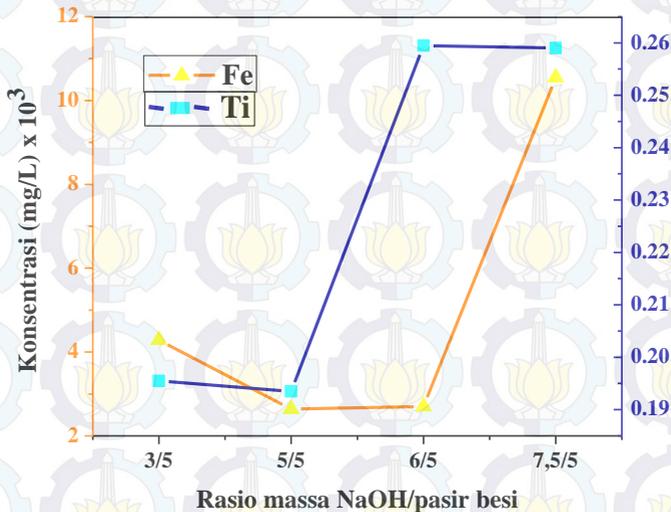
Selain kandungan titanium, dalam penelitian ini juga diperoleh data kadar besi dalam filtrat pencucian dengan aquademin dan pelindian dari analisa filtrat dengan AAS. Dari analisa dengan AAS untuk filtrat pencucian dengan aquademin diperoleh data kadar Fe yang mampu dipisahkan dari padatan

sangat rendah yaitu 1,86 ppm untuk rasio massa 3/5, dan selanjutnya untuk rasio massa 5/5, 6/5 dan 7,5/5 secara berurutan adalah 1,87 ; 2,21 dan 3,08 ppm. Namun secara garis besar dapat diketahui bahwa konsentrasi Fe dalam filtrat meningkat seiring dengan peningkatan rasio massa NaOH/pasir besi, seperti yang ditunjukkan oleh gambar 4.12. Sedangkan pada analisa filtrat hasil pelindian menunjukkan kadar Fe yang sangat besar. Sebagaimana yang dijelaskan oleh Middlemas dkk., (2013) dalam jurnalnya bahwa Fe dan senyawa lain yang terkandung dalam padatan akan ikut terekstrak oleh pelarut selama proses pelindian. Besarnya kadar Fe yang terlarut dalam filtrat hasil pelindian menunjukkan bahwa pada saat didekomposisi, spesi Fe tidak bereaksi secara optimum dengan NaOH sehingga kandungan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dimungkinkan masih banyak terdapat dalam padatan hasil dekomposisi.



Gambar 4.12 Kadar besi dalam filtrat pencucian aquademin

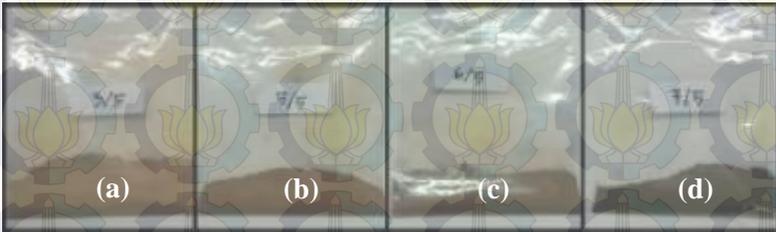
Pada rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 3/5 diperoleh kadar Fe dalam filtrat pelindian sebesar  $4,29 \times 10^3$  ppm dan selanjutnya untuk rasio massa 5/5, 6/5 dan 7,5/5 secara berurutan yaitu  $2,64 \times 10^3$ ;  $3,70 \times 10^3$ ; dan  $10,55 \times 10^3$  ppm. Pada rasio massa 3/5 konsentrasi Fe yang diperoleh jauh lebih besar dibandingkan pada rasio massa 5/5 dan 6/5. Hal ini dimungkinkan rasio massa 3/5 adalah rasio massa NaOH/pasir besi optimum untuk pemisahan spesi besi dari padatan, meskipun nilainya masih lebih kecil dibandingkan konsentrasi besi yang diperoleh pada rasio massa 7,5/5. Akan tetapi, secara garis besar kadar Fe dalam filtrat semakin besar seiring kenaikan rasio massa NaOH/pasir besi.



Gambar 4.13 Perbandingan kadar Fe dan Ti dalam filtrat pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi

Dari gambar 4.13 dapat diketahui bahwa kenaikan konsentrasi titanium dalam filtrat pelindian juga diikuti oleh kenaikan konsentrasi besi dengan nilai yang jauh lebih besar dibandingkan konsentrasi titanium, hal ini dikarenakan

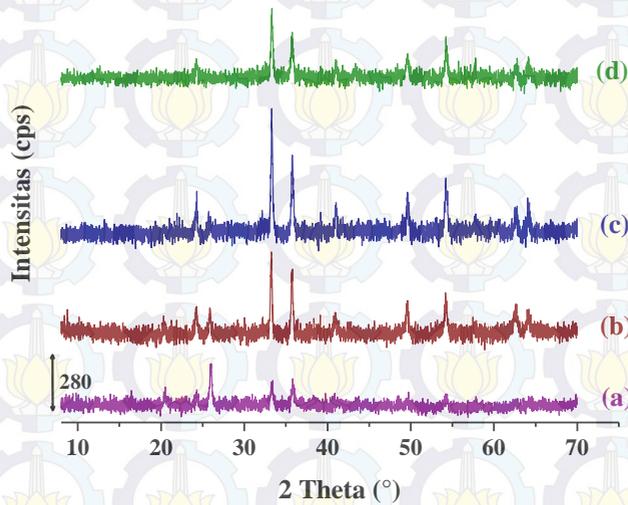
kandungan titanium dalam pasir besi jumlahnya hanya sekitar 6,8% dari kandungan besi. Besarnya kadar Fe dalam filtrat mengindikasikan konsentrasi Fe dalam padatan yang semakin kecil. Hal ini ditunjukkan oleh pengamatan fisik dari warna padatan hasil kalsinasi dari kemerahan menjadi semakin gelap seiring peningkatan rasio massa NaOH/pasir besi (gambar 4.14). Selanjutnya padatan hasil kalsinasi dikarakterisasi strukturnya dengan XRD.



Gambar 4.14 Padatan hasil kalsinasi pada variasi rasio massa NaOH/pasir besi: (a) 3/5, (b) 5/5, (c) 6/5 dan (d) 7,5/5

Gambar 4.15 menunjukkan bahwa pada semua difaktogram terdapat *noise* yang cukup rapat yang merupakan indikasi bahwa struktur padatan hasil kalsinasi masih belum berbentuk kristal yang sempurna sebagaimana yang telah dijelaskan pada sub bab 4.3. Dari difaktogram tersebut dapat diketahui bahwa ada pengaruh rasio massa NaOH/pasir besi terhadap intensitas puncak. Pada rasio 6/5 terdapat intensitas puncak yang jauh lebih besar dibandingkan dengan ketiga variasi rasio massa NaOH/pasir besi lainnya. Intensitas puncaknya hampir 3 kali lebih besar dibandingkan intensitas puncak pada rasio massa 3/5 yang sangat rendah. Intensitas puncak pada nilai-nilai  $2\theta$  tersebut semakin meningkat seiring kenaikan rasio massa NaOH/pasir besi sampai pada rasio 6/5 karena pada rasio massa 7/5 intensitas puncak kembali menurun. Hal ini kembali menunjukkan bahwa dalam penelitian ini rasio massa 6/5 merupakan rasio massa NaOH/pasir besi optimal. Penurunan intensitas pada rasio massa 7/5 dimungkinkan karena NaOH

dengan jumlah yang besar bereaksi dengan berbagai unsur dalam pasir besi selain ilmenit seperti Si.



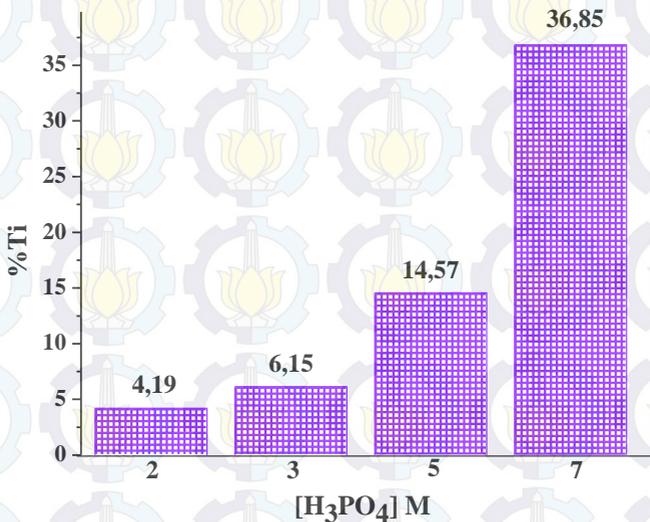
Gambar 4.15 Difaktogram padatan hasil kalsinasi dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi : (a) 3/5, (b) 5/5, (c) 6/5, dan (d) 7/5.

#### 4.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan $H_3PO_4$

Li dkk., (2008) menjelaskan bahwa konsentrasi asam memiliki pengaruh yang signifikan dalam proses pelindian baik pada titanium maupun besi dari ilmenit. Dalam penelitian tersebut dijelaskan bahwa titanium dan besi sama-sama terlarut pada proses pelindian, perbedaan tingkat kelarutan Ti dan Fe tergantung pada reaksi hidrolisis dari Ti yang terlarut dalam larutan asam. Oleh karena itu, dalam penelitian ini juga dipelajari pengaruh variasi konsentrasi larutan  $H_3PO_4$  sebagai agen pelindi untuk ekstraksi titanium. Variasi konsentrasi  $H_3PO_4$  yang

diberikan yaitu 2, 3, 5, dan 7M dengan rasio massa NaOH/pasir besi 6/5 dan lama pelindian 2 jam.

Dari Gambar 4.16 dapat diketahui besarnya perolehan titanium dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi konsentrasi  $H_3PO_4$ . Massa titanium dalam filtrat terbesar diperoleh pada variasi konsentrasi  $H_3PO_4$  7M yaitu sebesar 77,75 mg dengan prosentase perolehan titanium sebesar 36,85%. Hal ini menunjukkan pada konsentrasi  $H_3PO_4$  tersebut lebih dari sepertiga kandungan titanium berhasil dipisahkan dari pasir besi.

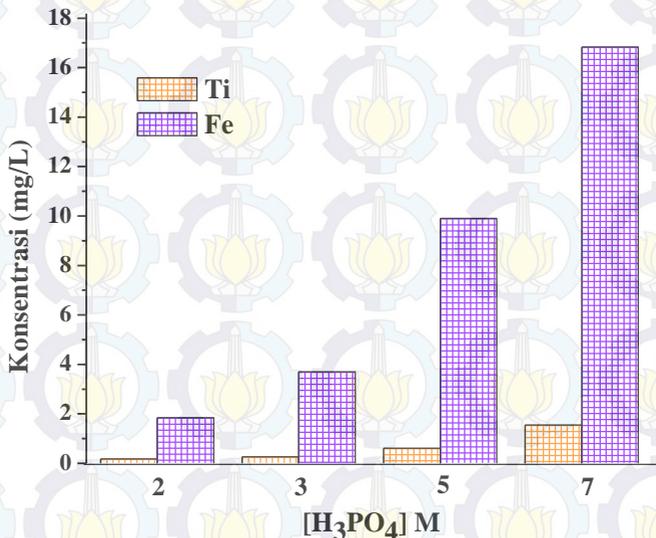


Gambar 4.16 Prosentase Ti yang diperoleh dari filtrat pelindian pada variasi konsentrasi  $H_3PO_4$

Dari grafik tersebut dapat diketahui juga bahwa seiring kenaikan konsentrasi  $H_3PO_4$  (2M sampai 7M), maka prosentase titanium yang diperoleh dalam filtrat pelindian semakin besar. Das dkk., (2013) juga mengemukakan hasil yang sama untuk pelindian ilmenit dengan agen pelindi HCl bahwa konsentrasi Ti

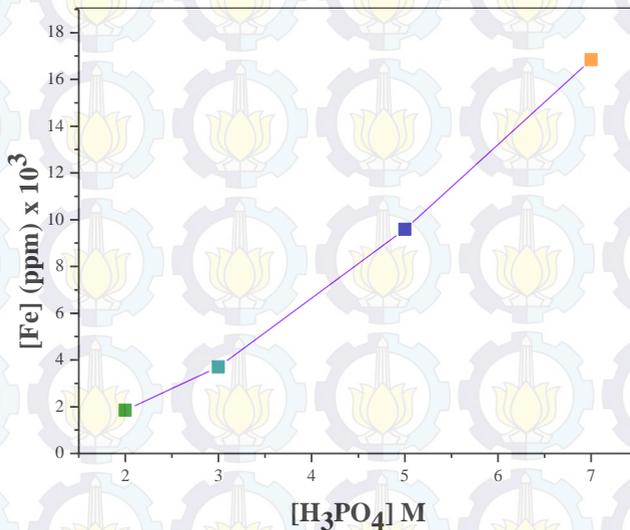
yang diperoleh dari proses pelindian semakin meningkat seiring peningkatan konsentrasi HCl yang diberikan pada range konsentrasi HCl 5 sampai 7,5 M. Hal ini dijelaskan dalam jurnalnya bahwa konsentrasi asam yang semakin tinggi akan mengakibatkan besarnya kelarutan Fe dari bijih ilmenit sehingga kemungkinan titanium untuk terekstrak semakin besar.

Pada penelitian ini besarnya kenaikan kadar titanium dalam filtrat seiring kenaikan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  mencapai 32,66%. Apabila dibandingkan dengan variasi penambahan NaOH dalam rasio massa NaOH/pasir besi pada proses dekomposisi, variasi konsentrasi agen pelindi lebih memberikan pengaruh yang cukup signifikan untuk ekstraksi titanium dari ilmenit. Akan tetapi, kenaikan kadar Ti dalam filtrat pelindian juga diikuti oleh kenaikan kadar Fe (gambar 4.17).

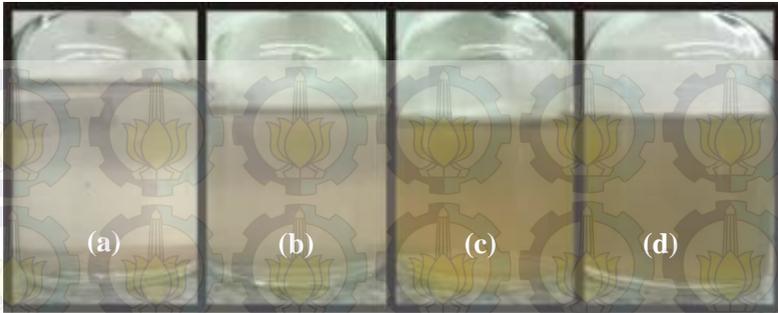


Gambar 4.17 Perbandingan konsentrasi Ti dan Fe yang diperoleh dari proses pelindian dengan variasi konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$

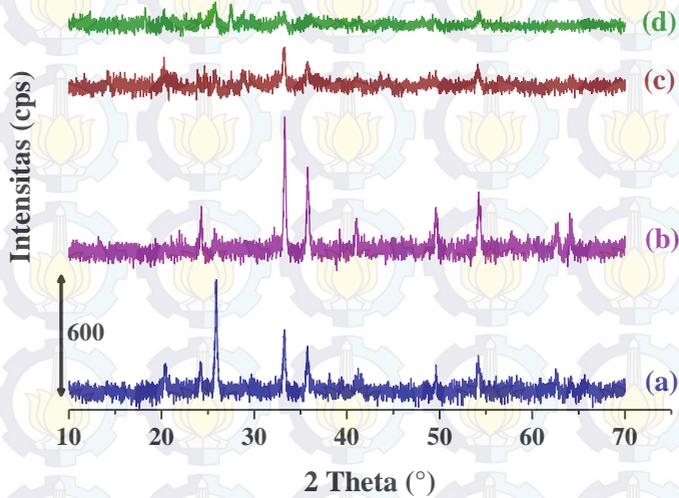
Dalam jurnalnya, Li dkk., (2008) menunjukkan kelarutan Fe semakin meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi asam. Dalam penelitian ini juga diperoleh hasil yang sama, dari gambar 4.18 dapat diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang digunakan dalam pelindian, maka kadar Fe yang diperoleh dalam filtrat pelindian semakin besar. Pada konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  2M, kadar Fe yang diperoleh sebesar  $1,845 \times 10^3$  ppm dan semakin meningkat pada konsentrasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3M, 5M dan 7M yaitu secara berurutan sebesar  $3,70 \times 10^3$ ;  $9,59 \times 10^3$ ; dan  $16,84 \times 10^3$  ppm. Kandungan  $\text{Fe}^{3+}$  dapat dilihat secara fisik dari warna filtrat pelindian yang semakin pekat seiring dengan peningkatan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang digunakan dalam proses pelindian (gambar 4.19). Hal ini menunjukkan jumlah spesi Fe dalam filtrat pelindian yang semakin besar.



Gambar 4.18 Konsentrasi Fe dalam filtrat pelindian dengan variasi konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$

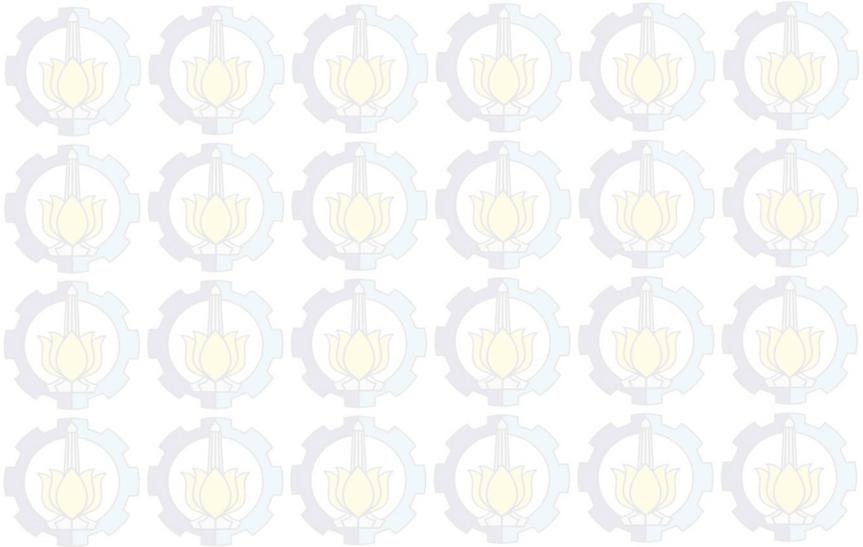


Gambar 4.19 Filtrat hasil pelindian dengan variasi konsentrasi  $H_3PO_4$ :  
(a) 2M, (b) 3M, (c) 5M dan (d) 7M



Gambar 4.20 Difaktogram padatan hasil kalsinasi dengan variasi konsentrasi  $H_3PO_4$ : (a) 2M, (b) 3M, (c) 5M, dan (d) 6M

Hasil karakterisasi padatan dengan XRD pada gambar 4.18 menunjukkan bahwa konsentrasi mempengaruhi intensitas puncak difaktogram dari padatan yang diperoleh dari proses pelindian. Pada konsentrasi asam yang tinggi (5 dan 7M), intensitas puncak sangat kecil dan difaktogram menunjukkan fasa yang amorf dari padatan. Hal ini menunjukkan tingginya konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dapat merusak struktur dari fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sehingga unsur Fe lebih mudah terekstrak kedalam larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  selama proses pelindian. Hal ini sesuai dengan hasil analisa ICP-MS yang menunjukkan bahwa konsentrasi Fe semakin besar seiring kenaikan konsentrasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Hal ini juga dijelaskan oleh Middlemas dkk., (2013) pada penelitiannya dengan HCl sebagai agen pelindi memberikan hasil bahwa waktu pelindian dan konsentrasi pelarut memiliki pengaruh yang sama yaitu semakin besar konsentrasi pelarut dan lama pelindian, maka pengotor yang terkandung dalam bijih semakin besar pula kelarutannya sehingga akan ikut terekstrak kedalam pelarut bersama titanium dan besi.



## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

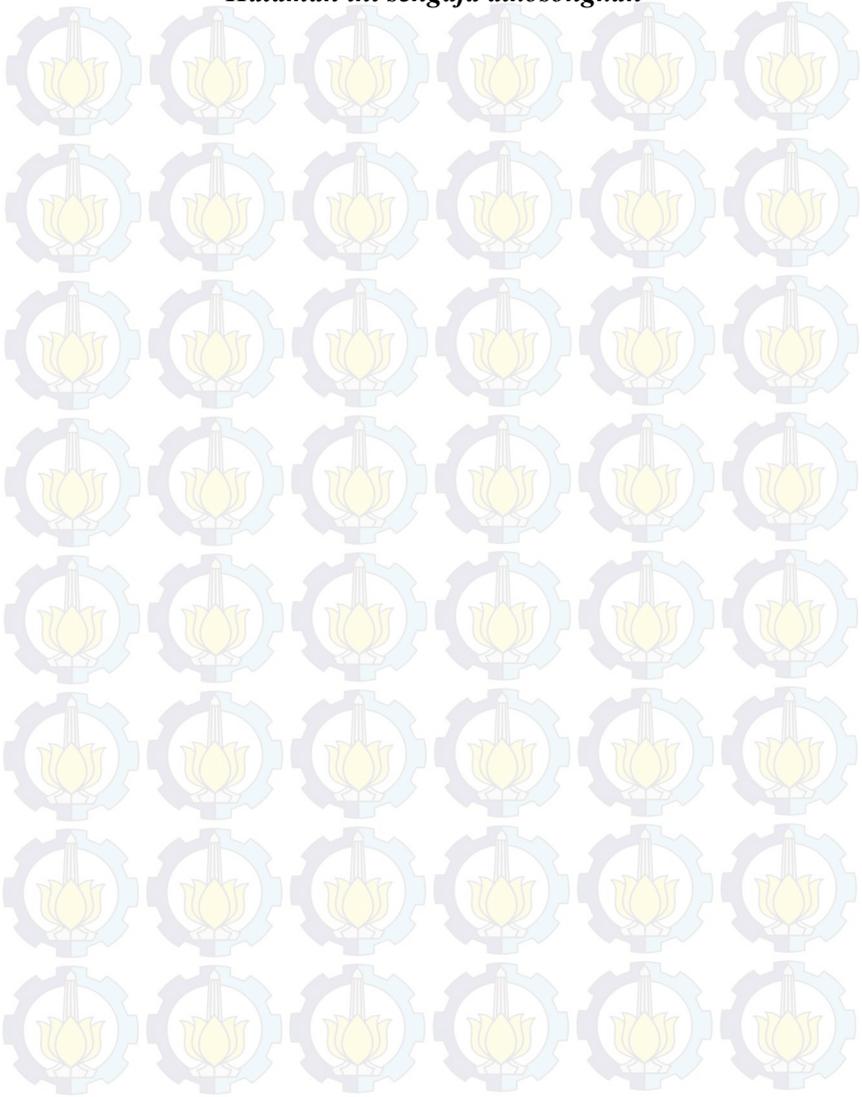
#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa efisiensi pelindian  $\text{H}_3\text{PO}_4$  semakin besar seiring bertambahnya konsentrasi ditinjau dari besarnya konsentrasi titanium yang diperoleh. Hasil penelitian menunjukkan rasio massa  $\text{NaOH}$ /pasir besi optimum yang diperoleh adalah 6/5 dengan perolehan titanium sebesar 6,15% pada konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3M. Perolehan titanium dari pelindian semakin besar seiring kenaikan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Kenaikan prosentase perolehan titanium mencapai 32,66% pada kenaikan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  sebesar 7M.

#### **5.2 Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah perlu dipelajari konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  optimum untuk perolehan titanium, proses hidrolisis untuk pembentukan  $\text{Ti}(\text{OH})_2$  dan pengendapan kembali  $\text{TiO}_2$  dari filtrat hasil pelindian.

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



## DAFTAR PUSTAKA

- Arif, A., 2004. Keberadaan Pasir Titan di Indonesia dan Kemungkinan Pemanfaatannya Kedepan. LIPI (Tangerang)
- Barksdale, J., 1966. Titanium: its Occurrence, Chemistry and Technology, Second edition. The Ronald Press Company, New York
- Berkovich, S.A., 1975. Recovery of Titanium from Ores. US Patent, 3903239
- Chamber, C., Holliday, A. K., 1975. Modern Inorganic Chemistry. Butterworth & Co Publishers Ltd (London)
- Charnet, T., 1999. Applied Mineralogical Studies on Australian Sand Ilmenite Concentrate with Special Reference to Its Behavior in The Sulphate Process. *Min.Eng.* **12** (5).
- Chen, G., Jin C., Zengkai S., C Srinivasakannan., Jinhui P., 2013. A New Highly Efficient Method for Synthesis of Rutile TiO<sub>2</sub>. *Journal of Alloys and Compounds*.
- Chen, J. H., C. Christi, Tex., 1974. Pre Leaching or Reduction Treatment In The Beneficiation Of Titaniferous Iron Ores. Benilite Corporation Of Amerika (New York)
- Das, G. K., Pranolo Z., C.Y. Cheng., 2013. Leaching Of Ilmenite Ores by Acidic Chloride Solutions. *Hydrometallurgy*. **133**, 94-99
- Day, R. A dan A. L. Underwood. 1989. Analisis Kimia Kuantitatif. Erlangga. Jakarta
- Dong, W., Chu J., Li J., Qi T., Weng W., 2012. Anti Caking in The Production of Titanium Dioxide Using Low Grade Titanium Slag Via the NaOH Molten Salt Methode. *Powder Technology*. **232**, 99-105.
- Fatimah, S.S., 2003. Sebaran Dan Ekstraksi Unsur-Unsur Logam. Universitas Pendidikan Indonesia (Bandung)
- 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.
- Ginting, I dan Deddy S., 2007. Penelitian Pembuatan Pelet Pasir Besi Titan Tegal Buleud Sukabumi Selatan. *Metalurgi.* **22**, 41-48
- Graha, D.S., 1987. Batuan dan Mineral. Penerbit NOVA (Bandung)
- Hansen, D. A., D. E. Traut., G. T. Fisher., 1995. Extraction Of titanium and Iron From Ilmenite With Fluosilic Acid. Report Of Investigation. United States Bureau Of Mines. ISSN 1066-5552
- Hou, X dan B. T. Jones., 2000. “Inductively Coupled Plasma/Optical Emission Spectrometry” in Encyclopedia of Analytical Chemistry. John Willey and Sons Ltd (Chichester)
- Imami, W.N., 2008, Sintesis Silika Gel dari Kaca Dengan Menggunakan NaOH dan HCl, Skripsi, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Islam, M. F., Biswas R.K. M. A. Habib., 1996. Processing of Ilmenite trough Salt-Water Vapour Roasting and Leaching. *Hydrometallurgy.* **42**, 367-375
- Jagasekera, S., Marinovich, Y., Avraamides, J., Baily, S.I., 1995. Pressure Leaching of Reduced Ilmenite. *Hydrometallurgy* **39**, 183–199.
- Jian-Shu, L., 2009. Corrosion of Titanium in Phosphoric Acid at 250°C. *Transaction Nonferrous Metals Society Of China.* **19**, 552-556.
- Karurung, S. A., 2009. Studi Pendahuluan Pelindian Biji Limonit dari Sulawesi Tenggara Dalam Larutan Asam Klorida dan Recoveri Nikel dari Larutan Hasil Pelindian dengan Resin Penukar Ion Lewatit TP 207. Undergraduate Theses. ITB (Bandung)

- Khopkar, S. M., 2003. Konsep Dasar Kimia Analitik. Penerbit Universitas Indonesia (UI Press). Jakarta
- Knittel, D., 1983. Titanium and Titanium Alloys. In: Grayson, M. (Ed.), 3<sup>rd</sup> edition. Encyclopaedia of Chemical Technology, 23. John Wiley and Sons, pp.98–130.
- Kriswarini, R., D. Anggraini. dan A. Djamaludin., 2010. Validasi Metoda XRF (X-Ray Fluorescence) Secara Tunggal dan Simultan Untuk Analisis Unsur Mg, Mn dan Fe Dalam Paduan Aluminium. Seminar Nasional VI SDM Teknologi Nuklir. ISSN 1978-0176
- 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
- Lasheen, T.A., 2008. Soda Ash Roasting of Titania Slag Product from Rosetta Ilmenite. *Hydrometallurgy* **93**, 124-128
- Leofanti G., Tozzola G., Padovan M., Petrini G., Bordiga S., dan Zecchina A. 1997. “Catalyst Characterization: Applications”. *Catalysis Today*. **34**, 329-352.
- Li, C., Bin L., Hao S., Jun-qiang S., Xiao-qing W., 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., Qi, T., Chu, J., Tong, ., Zhang, Y., 2006. Decomposition of Ilmenite by Concentrated KOH Solution Under Atmospheric Pressure. *Int. J. Miner. Process.* **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.

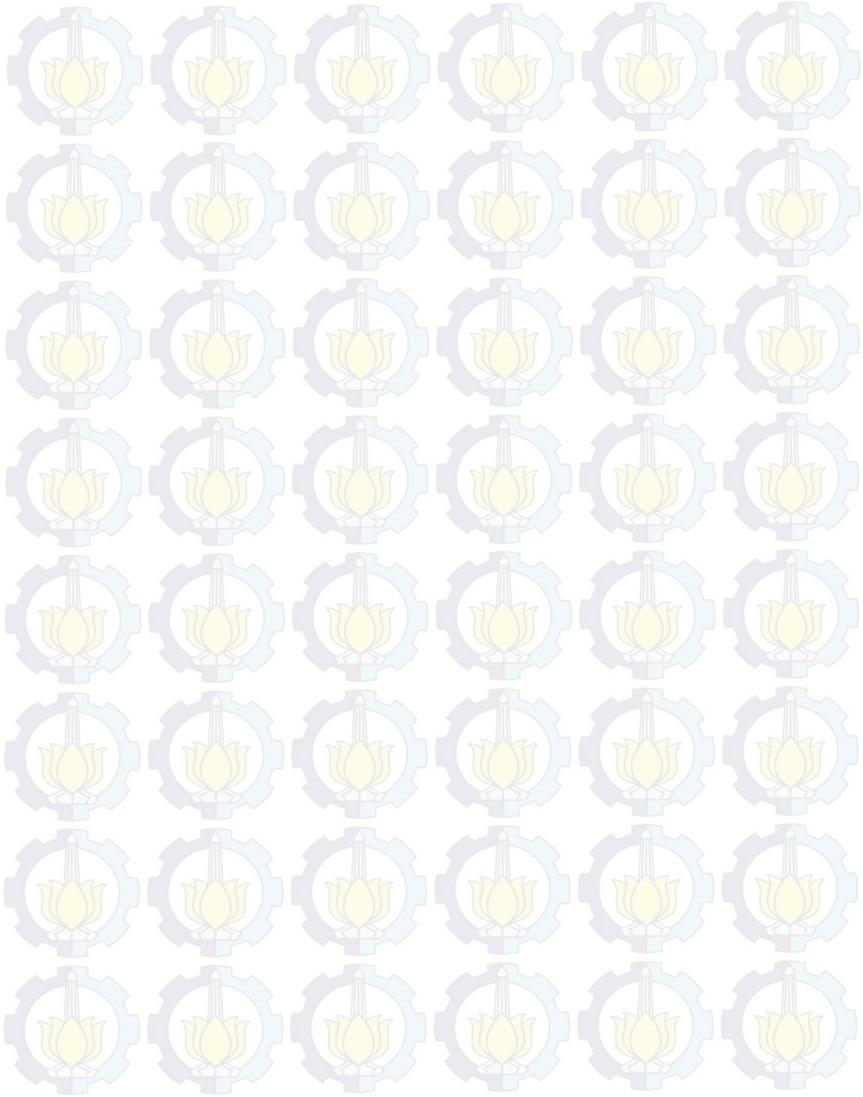
- Manning, T. J., Grow, William R., 1997. Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry. The Chemical Educator. 2
- Mason, B. 1996., Principle of Geochemistry. John Willey and Sons (Singapore)
- Metcalf, Ed. 1991., Atomic Absorption and Emission Spectroscopy. John Willey and Sons (Singapore)
- Middlemas, S., Z. Z. Feng., Peng. F., 2013. A New Method for Production Titanium Dioxide Pigment. *Hydrometallurgy*. **131-132**, 107-113
- Minkler, W.W., Baroch, E.F., 1981. The Production of Titanium, Zirconium and Hafnium. In: Tien, J.K., Elliott, J.F. (Eds.), Metallurgical Treatises. *AIME*, pp.171–189.
- Mohanty, S.P., Smith, K.A., 1993. Alkali Metal Catalysis of Carbo-Thermicreaction of Ilmenite. *Trans. Inst. Min. Metall.* **102**, C163–C173
- Mostafa, Nasser. Y., M. H. H. Mahmoud., Z. K. Heiba., 2013. Hydrolysis of  $TiOCl_2$  Leached and Purified From Low Grade Ilmenite Mineral. *Hydrometallurgy*. **139**, 88-94.
- Murty, C. V. G. K., Upadhyay R., Asokan S., 2007. Electro Smelting Of Ilmenite for Production Of  $TiO_2$  Slag-Potential Of India as A Global Player. Innovation in Ferro Alloy Industry
- Mufit, F., Fadhillah., Harman A., Satria B., 2006. Kajian Tentang Sifat Magnetik Pasir Besi dari Pantai Sumur, Pariaman, Sumatera Barat. *Jurnal Geofisika*. **1**, 2-5
- Nayl, A.A., Aly, H.F., 2009. Acid Leaching of Ilmenite Decomposed by KOH. *Hydrometallurgy* . **97**, 86–93
- Nugroho, A., Wahyono, H., Fatimah, S., 2005. Pengembangan Metode Analisis Menggunakan Alat ICP AES Plasma 40 Untuk Penentuan Unsur As dan Sb. EBN
- Oxtoby D.W., Gillis P. H., dan Nachtrieb N.H., 2003. Principles of Modern Chemistry, Fourth Edition. Harcourt Inc.
- Prastiyanto, A., Azmiyawati, C., Darmawan, A., 2008. Pengaruh Penambahan Merkaptobenzotiazol (MBT) Terhadap

- Kemampuan Adsorpsi Gel Silika dari Kaca pada Ion Logam Kadmium. Universitas Diponegoro (Semarang)
- Qi, B., Liangzhan W., Yang Z., Qinghui Z., Jinfang Z., 2010. Low Temperature and One-Step Synthesis of Rutile  $\text{TiO}_2$  Aqueous Sol by Heterogeneous Nucleation Method. *Journal of Colloid and Interface Science*. **345**, 181-186
- Rayalu S. S., Udhoji J. S. and Meshram S. U., 2005. Estimation of Crystallinity in Fly-ash Based Zeolite-A using XRD and IR Spectroscopy. *Current Science*. **89**, 2147-2151.
- Rhee, K.I., Sohn, H.Y., 1990. The Selective Chlorination of Iron from Ilmenite Ore by  $\text{CO}-\text{Cl}_2$  mixtures: Part1. *Intrinsic kinetics. Metall. Trans B2 1B*, 321-330.
- Richardson J. T., 1989. Principles of Catalyst Development. Plenum Press. (New York).
- Roche, E.G., Stuart, A.D., Grazier, P.E., 2004. Production of Titania. WO2004035841-A1.
- Scott, R.P.W., 1993, Silica Gel and Bonded Phases, Willey & Sons Ltd., Chichester, 2-14, 23-25, 43-54.
- Setiawati, L. D., Tito, P. R., Dwi W. N., Nofrizal, Radyum I., Suryandaru, Yuswono, Siswanto, Nurul T. R., 2013. Ekstraksi Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) Dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung
- Shu, L. J., 2009. Corrosion of Titanium in Phosphoric acid at  $250^\circ\text{C}$ . *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*. **19**, 552-556
- Sibilia P. 1996. Guide To Material Characterization and Chemical Analysis. Second Edition. Jhon willey-VCH. (New York).
- Silva, G. C., Jose W. S. D. da Cunha., Jo D., Julio C. Afonso., 2008. Liquid Liquid Extraction (LLE) of Iron and Titanium by Bis-(2-ethyl-hexyl) Phosphoric Acid (D2EHPA). *Minerals Engineering*. **21**, 416-419.

- Simpraditpan, A., Wirunmongkol, T., Pavasupree, S., Pecharapa, W., 2013., Simple Hydrothermal Preparation of Nanofibers From a Natural Ilmenite Mineral. *Ceramics International*. **39**, 2497-2502
- Skoog. D. A., Donald M. W., James H., Stanley R. Crouch., 2000. Fundamentals of Analytical Chemistry. Brooks Cole. (London)
- Subagja, R., Iwan S., Dedy S., F. Firdiyono., 2010. Recovery TiO<sub>2</sub> Dari Larutan TiO(SO<sub>4</sub>) Hasil Proses Ekstraksi Bijih Ilmenit Bangka. Pusat Penelitian Metalurgi-Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI).
- Svehla, G., 1979. Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis. Longman Group Limited (London)
- Toromanoff, I., Habashi, F., 1985. The Dissolution of Activated Titanium Slag in Dilute Sulphuric Acid. *Can. J. Chem. Eng.* **63**, 288–293
- 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.
- Wang, X., Bin L., Li L., Pan W., Chun L., Jin M., 2012. Simultaneous Oxidation and Extraction of Iron From Simulated Ilmenite Hydrochloric Acid Leachate. *Hydrometallurgy*. **129-130**, 105-110
- White Head, J., 1983. Titanium Compounds (Inorganic), In: Grayson, M. (Ed.), 3<sup>rd</sup> edition.
- 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.

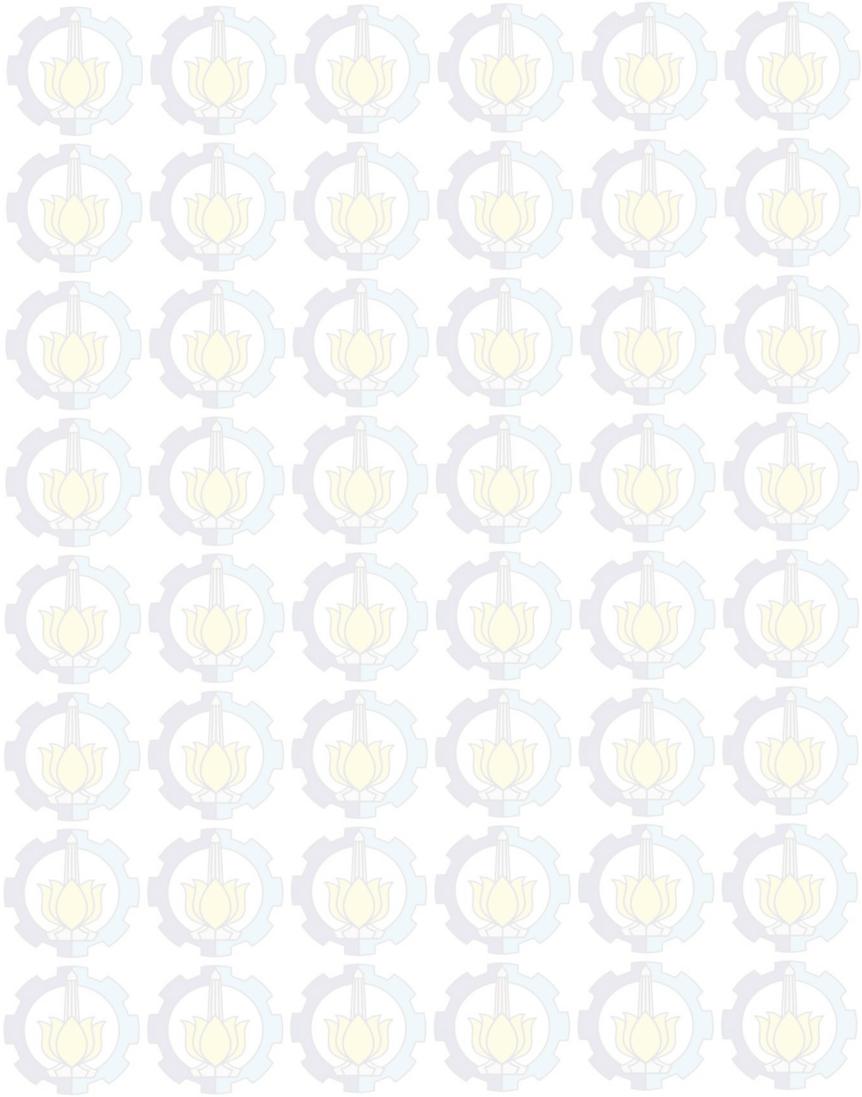
- Xiong, X., Zhixing W, Feixiang W., Xinhai L., Huajun G., 2012. Preparation of TiO<sub>2</sub> from Ilmenite Using Sulfuric Acid Decomposition of The Titania Residue Combined With Separation of Fe<sup>3+</sup> With EDTA During Hydrolysis. *Advanced Powder Technology*.
- Yu, S dan Jiayong C., 1989. Stripping of Fe (III) Extracted by Di-2-ethylhexyl Phosphoric Acid from Sulfate Solutions with Sulfuric Acid. *Hydrometallurgy*. **22**, 267-272
- 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
- Zhang, Z., Jingsheng L., Xiaoxia L, Houquan H, Lifen Z, Tiantian X., 2012. High Efficiency Iron Removal from Quartz Sand Using Phosphoric Acid. *International Journal Of Mineral Processing*. **114-117**, 30-34
- Zhang, Y., Qi, T., Zhang, Y., 2009. A Novel Preparation of Titanium Dioxide from Titanium Slag. *Hydrometallurgy*. **96**, 52–56.
- Zhu, Z., Zhang, W., Cheng, C.Y., 2011. A Literature Review of Titanium Solvent Extraction in Chloride Media. *Hydrometallurgy*. **105**, 304–313
- Zhu, Z; Zhang, Wensheng; Cheng, ChuYong, 2011. A Literature Review of Titanium Solvent Extraction in Chloride Media. *Hydrometallurgy*. **105**, 304–313
- Zulfalina dan Azwar M., 2004. Identifikasi Senyawa Mineral dan Ekstraksi Titanium Dioksida dari Pasir Mineral. *Indonesian Journal of Material Science*. ISSN: 1411-1098. **5**, 46-30.

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



## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
<b>LAMPIRAN A : SKEMA KERJA</b>	
1. Ekstraksi TiO <sub>2</sub> dari pasir besi.....	67
<b>LAMPIRAN B : HASIL ANALISA DENGAN XRF</b>	
1. Data kandungan senyawa dalam pasir besi pantai selatan Kabupaten Lumajang.....	69
2. Data kandungan senyawa dalam pasir besi pantai selatan Kabupaten Lumajang setelah pemisahan magnetik.....	70
<b>LAMPIRAN C : HASIL ANALISA DENGAN ICP-MS</b>	
1. Sertifikat hasil analisis ICP-MS.....	71
2. Data Konsentrasi TiO <sub>2</sub> dalam filtrat hasil pelindian.....	78
<b>LAMPIRAN D: DATA BASE ICDD</b>	
1. Hematit (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ).....	80
<b>LAMPIRAN E : HASIL ANALISA DENGAN AAS</b>	
1. Data absorbansi Fe dalam filtrat pencucian awal...	83
2. Absorbansi Fe dalam filtrat hasil pelindian .....	83
<b>LAMPIRAN F : KURVA KALIBRASI</b>	
1. Kurva kalibrasi Fe.....	84
<b>LAMPIRAN G : PERHITUNGAN</b>	
1. Standarisasi larutan Asam Fosfat.....	85
2. Pembuatan larutan H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 2M, 3M dan 7M.....	86
3. Perhitungan prosen perolehan titanium dalam filtrat hasil pelindian.....	87



## LAMPIRAN

### LAMPIRAN A : SKEMA KERJA

#### 1. Ekstraksi $\text{TiO}_2$ dari Pasir Besi





- dikeringkan dalam oven pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam
- didinginkan dalam desikator
- dikalsinasi pada suhu  $650^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam
- diambil secukupnya lalu digerus dalam cawan agat
- dikarakterisasi dengan XRD

Hasil 3

**Keterangan:**

\*Dengan variasi massa NaOH 3, 5 dan 7,5g untuk konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3M

\*\*Dengan variasi konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  sebesar 2, 5 dan 7M untuk rasio massa NaOH/pasir besi 6/5

**LAMPIRAN B : HASIL ANALISA DENGAN XRF****1. Data kandungan senyawa dalam pasir pantai selatan,  
Kabupaten Lumajang**

No.	Jenis Persenyawaan	Konsentraasi (%)
1.	Fe	$54,78 \pm 0,56$
2.	Si	$18,8 \pm 0,1$
3.	Ca	$8,35 \pm 0,08$
4.	Al	$6,9 \pm 0,5$
5.	Ti	$3,83 \pm 0,08$
6.	Ni	$1,08 \pm 0,03$
7.	K	$1,03 \pm 0,02$
8.	Mn	$0,71 \pm 0,03$
9.	Eu	$0,58 \pm 0,07$
10.	V	$0,60 \pm 0,04$
11.	P	$0,37 \pm 0,02$
12.	Re	$0,3 \pm 0,04$
13.	Cu	$0,29 \pm 0,006$
14.	Cr	$0,11 \pm 0,003$
15.	Zn	$0,04 \pm 0,009$

**2. Data kandungan senyawa dalam pasir pantai selatan,  
Kabupaten Lumajang setelah pemisahan magnetik**

No.	Jenis Persenyawaan	Konsentrasi (%)
1.	Fe	$61,72 \pm 0,14$
2.	Si	$16,80 \pm 0,04$
3.	Ca	$7,25 \pm 0,05$
4.	Al	$5,50 \pm 0,05$
5.	Ti	$4,22 \pm 0,02$
6.	Ni	$1,05 \pm 0,01$
7.	K	$0,94 \pm 0,01$
8.	Mn	$0,69 \pm 0,03$
9.	Eu	$0,50 \pm 0,1$
10.	V	$0,41 \pm 0,03$
11.	P	$0,34 \pm 0,03$
12.	Re	$0,30 \pm 0,01$
13.	Cu	$0,18 \pm 0,009$
14.	Cr	$0,10 \pm 0,0005$
15.	Zn	$0,07 \pm 0,005$

## LAMPIRAN C : HASIL ANALISA DENGAN ICP-MS

### 1. Sertifikat Hasil Analisis ICP-MS

#### 1.1 Sertifikat analisis filtrat pelindian rasio massa 3/5


**PT. Angler BioChem-Fab**  
 Committed to Global Standard  
 Independent Analytical Laboratory in Indonesia



  
 ISO 17025:2005 Certified

Certificate No. 141796-1      page 1 of 1      May 23, 2014

### REPORT OF ANALYSIS

**CLIENT**      Irs Amalia V  
**RECEIVED ON**      May 18, 2014  
**TEST REQUIRED**      Titanium dioxide Analysis  
**VOLUME RECEIVED**      130 grams sample liquid in package was submitted by client  
**DESCRIPTION OF SAMPLE**      Rasio massa NaOH/Pasir jenis SS  
**METHOD & EQUIPMENT**      Analyzed by microwave digestion and inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

**TEST RESULT**

Measurand	Unit	Result
Titanium dioxide (TiO <sub>2</sub> )	mg/L	3.91

Note:  
 1. Valid for 10 years or until the next Recalibration.  
 2. Results of the analysis shall not be used as a basis for legal or regulatory compliance unless specifically stated otherwise.  
 3. All test methods follow ISO/IEC 17025:2005.

Quality Assurance Manager  
  
**PT. Angler BioChem-Fab**  
 Yvonna Ema B., ST

The result refers to the sample submitted only.

  
 AK0174C

Place Order Formly C-25, Sudirman Road, Indonesia • <http://www.anglerlab.com>  
 Tel: +62-21-724-4111 • Fax: +62-21-724-5111 • Email: [angler@the-angler.com](mailto:angler@the-angler.com) • [www.anglerlab.com](http://www.anglerlab.com)

## 1.2 Sertifikat analisis filtrat pelindian rasio massa 5/5


**PT. Angler BioChem Lab**  
 Committed to Global Standard  
 Independent Analytical Laboratory In Indonesia


**KAN**  
 International Standard  
 Laboratory Program  
 L.P. 504 - 004  
 ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 141785-Z page 1 of 1 May 23, 2014

### REPORT OF ANALYSIS

**CLIENT** : Iva Anella V  
**RECEIVED ON** : May 19, 2014  
**TEST REQUIRED** : Titanium dioxide Analysis  
**VOLUME RECEIVED** : 140 grams sample liquid in package was submitted by client  
**DESCRIPTION of SAMPLE** : Rasio massa NaOH/Paer Basal 5/5  
**METHOD & EQUIPMENT** : Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)  
**TEST RESULT**

Measurand	Unit	Result
Titanium dioxide (TiO <sub>2</sub> )	mg/L	3.87

This Report is the property of PT. Angler BioChem Lab  
 It should not be analyzed, copied, reprinted, distributed, or otherwise used without the written consent of PT. Angler BioChem Lab  
 (2014) | 1 | All other rights reserved

KAJ 140112092  
 KCA 140228154976  
This result should be the certificate submitted only.

Quality Assurance Manager  
  
**Veronika Erna S., ST**

  
 AKR017411

PT. Angler BioChem Lab, Jl. Tugu Pahlawan 9/2201, Indralaya • 29161 www.anglerlab.com  
 Telp: +62-8131-7344121 • Fax: +62-8131-7343111 • Email: angler@anglerlab.com • info@anglerlab.com

### 1.3 Sertifikat analisis filtrat pelindian rasio massa 6/5

**PT. Angler BioChemlab**  
Committed to Global Standard  
Independent Analytical Laboratory in Indonesia

ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 141796-3 page 1 of 1 May 23, 2014

## REPORT OF ANALYSIS

**CLIENT** Iva Amelia V

**RECEIVED ON** May 16, 2014

**TEST REQUIRED** Titanium dioxide Analysis

**VOLUME RECEIVED** 160 grams sample liquid in package was submitted by client

**DESCRIPTION of SAMPLE** Rasio massa NaOH:Pasir Basal 6:5

**METHOD & EQUIPMENT** Analyzed by microwave digestion and inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

**TEST RESULT**

Measurand	Unit	Result
Titanium dioxide (TiO <sub>2</sub> )	mg/L	5.19

Note:  
Residue for ICP-MS analysis was obtained from Titanium  
Portion of the grab-sample has been checked and is listed for detection Limit only. Control Sample  
(in mL) (1) is a standard solution control solution

Lab: 1402170003  
ECL: 1402170003

This result related to the samples submitted only.

Quality Assurance Manager  
**PT. Angler BioChemlab**  
Veronika Erna B., ST

  
ALL1037484

Plaza Graha Family C-25, Sunter Jaya, NG226, Surabaya • <http://www.anglerlab.com>  
Telp: +62 (0)31-734 4111 • Fax: +62 (0)31-734 2111 • Email: [angler@angler-biochemlab.com](mailto:angler@angler-biochemlab.com) • [info@anglerlab.com](mailto:info@anglerlab.com)

## 1.4 Sertifikat analisis filtrat pelindian rasio massa 7,5/5


**PT. Angler BioChemfab**  
 Committed to Global Standard  
 Independent Analytical Laboratory in Indonesia  


Certificate No. 141706-4      page 1 of 1      May 23, 2014

**REPORT OF ANALYSIS**

**CLIENT** : Iva Amelia V  
**RECEIVED ON** : May 19, 2014  
**TEST REQUIRED** : Titanium dioxide Analysis  
**VOLUME RECEIVED** : 145 grams sample liquid in package was submitted by client  
**DESCRIPTION OF SAMPLE** : Rasio massa NaOH/Pasir Beal 7,5/5  
**METHOD & EQUIPMENT** : Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).  
**TEST RESULT**

Measurand	Unit	Result
Titanium dioxide (TiO <sub>2</sub> )	mg/L	5.18

Note:  
 100% of Ti<sub>2</sub> based on titanium base. Titanium  
 Preparation by analysis with halogenated and sulfur by chemical laboratory (Luigi) Control Group  
 10.101 - 1.1 for chemical industry (technical data)

No. Tel: 021-2333488  
 No. Fax: 021-2333478

This report related to the sample submitted only

Quality Assurance Manager  
  
**Veronica Ema B., ST**

  
 A11637485

Jalan Geagra Fanny, C-120, Bungkaya RT1220, Tegayaman \* RTK, Tanna, an, Negeri.com  
 Telp: +62-0123-734-8111 • Fax: +62-0121-734-2119 • E-mail: lab@anglerbiotech.net.id • info@anglerbiotech.com

## 1.5 Sertifikat analisis filtrat pelindian variasi konsentrasi $H_3PO_4$ 2M


**PT. Angler BioChem-fab**  
 Committed to Global Standard  
 Independent Analytical Laboratory in Indonesia

  
 KAN  
 LABORATORY QUALITY  
 LP-111-134  
 ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 141760-5 page 1 of 1 May 23, 2014

### REPORT OF ANALYSIS

**CLIENT** : Iva Amela V  
**RECEIVED ON** : May 19, 2014  
**TEST REQUIRED** : Titanium dioxide Analysis  
**VOLUME RECEIVED** : 137 grams sample liquid in package was submitted by client  
**DESCRIPTION of SAMPLE** : Konsentrasi Asam Fosfat 2M  
**METHOD & EQUIPMENT** : Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).  
**TEST RESULT** :

Measurand	Unit	Result
Titanium dioxide (TiO <sub>2</sub> )	mg/L	3.34

Note:  
 Result for TiO<sub>2</sub> based on digestion from Titanium.  
 Precision of the method verified by inter-laboratory (ILM) by external Laboratory Quality Control Criteria (LQC) - 1.34 (within 100% relative standard deviation).

KCU 14022206  
 #CA 14082301-0707

This result relates to the sample submitted only.

  
 Quality Assurance Manager  
**PT. Angler BioChem-fab**  
 Veronika Ema B., ST

  
 AK007306

Plaza Citra Family C-25, Gandasari Alor, Surabaya • <http://www.anglerlab.com>  
 Telp: +62-031-734 4111 • Fax: +62-031-734 2711 • Email: [angler@anglab.net.id](mailto:angler@anglab.net.id) • [info@anglab.com](mailto:info@anglab.com)

## 1.6 Sertifikat analisis filtrat pelindian variasi konsentrasi $H_3PO_4$ 5M


**PT. Angler BioChem Lab**  
 Committed to Global Standard  
 Independent Analytical Laboratory in Indonesia


**YKAN**  
 Laboratorium Terakreditasi  
 ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 141798-6      page 1 of 1      May 23, 2014

### REPORT OF ANALYSIS

**CLIENT** : Iva Amelia V.  
**RECEIVED ON** : May 19, 2014  
**TEST REQUIRED** : Titanium dioxide Analysis  
**VOLUME RECEIVED** : 140 grams sample liquid in package was submitted by client  
**DESCRIPTION OF SAMPLE** : Konsentrasi Asam Fosfat 5M  
**METHOD & EQUIPMENT** : Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

**TEST RESULT**

Measurand	Unit	Result
Titanium dioxide (TiO <sub>2</sub> )	mg/L	12.3

Note:  
 Result by TQ, based on calculation from Titanium.  
 Precision of the analysis method has been checked and fulfilled the defined Laboratory Quality Control Criteria.  
 N.B. : (-) is not applicable to this analysis.

KAU 140103096  
 BCP 14020802-W3M

Quality Assurance Manager  
  
 Verotika Erna B. ST

This result related to the samples submitted only.

  
 661137507

Plaza Graha Family C-125, Surabaya 60226, Indonesia • <http://www.anglerlab.com>  
 Telp: +62-(0)31-734-8111 • Fax: +62-(0)31-734-3111 • Email: [angler@skyinet.net.id](mailto:angler@skyinet.net.id) • [info@anglerlab.com](mailto:info@anglerlab.com)

## 1.7 Sertifikat analisis filtrat pelindian variasi konsentrasi $H_3PO_4$ 7M

**PT. Angler BioChem-fab**  
Committed to Global Standard  
Independent Analytical Laboratory in Indonesia

**ISO 17025:2005 Accredited**

**KAN**  
Kantor Nasional  
Laboratorium Fasilitas  
LP - 318 - 008

Certificate No. 141793 page 1 of 1 May 23, 2014

### REPORT OF ANALYSIS

**CLIENT** : Ibu Amelia V

**RECEIVED ON** : May 17, 2014

**TEST REQUIRED** : Titanium dioxide Analysis

**VOLUME RECEIVED** : 135 grams sample liquid in package was submitted by client

**DESCRIPTION OF SAMPLE** : Konsentrasi Asam Fosfat 7M

**METHOD & EQUIPMENT**  
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

**TEST RESULT**

Measurand	Unit	Result
Titanium dioxide (TiO <sub>2</sub> )	mg/L	31.1

Note:  
Result for TiO<sub>2</sub> based on calculation from Titanium  
Precision of the analysis result has been reviewed and fulfilled the internal Laboratory Quality Control Criteria  
(KAL) : 1.146 (for each individual sample analysis)

KAL 1403067  
KCA-1403067/WATR

This result valid to the sample submitted only

Quality Assurance Manager  
**PT. Angler BioChem-fab**  
Veronika Erma B. ST

AK0017481

Plaza Graha Family C - 23, Sundarya 60228, Indonesia • <http://www.anglerfab.com>  
Telp: +62 (0)31-734 4111 • Fax: +62 (0)31-734 2111 • Email: [angler@only-thru.net.id](mailto:angler@only-thru.net.id) • [info@anglerfab.com](mailto:info@anglerfab.com)

## 2. Data konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam filtrat hasil pelindian

Dari hasil analisis ICP-MS diperoleh data konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam larutan setelah dilakukan pengenceran sebanyak 50 kali. Maka konsentrasi TiO<sub>2</sub> sesungguhnya dalam filtrat dapat dihitung sebagai berikut:

Contoh perhitungan konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam filtrat hasil pelindian pada rasio massa NaOH/pasir besi 6/5 konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 3M:

$$\begin{aligned} [\text{TiO}_2] &= \text{Konsentrasi dari Analisa ICP-MS} \times \text{jumlah pengenceran} \\ &= 5,19 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 259,5 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Jadi konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam filtrat adalah 259,5 mg/L. dengan cara yang sama dapat diperoleh konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam filtrat pelindian dari semua sampel sebagai berikut:

### 2.1 Data konsentrasi TiO<sub>2</sub> dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi

Rasio Massa NaOH/Pasir Besi	Konsentrasi (mg/L)
3/5	195,5
5/5	193,5
6/5	259,5
7,5/5	259

\*\*Konsentrasi larutan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> adalah 3M

## 2.2 Konsentrasi $\text{TiO}_2$ dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi konsentrasi $\text{H}_3\text{PO}_4$

Konsentrasi $\text{H}_3\text{PO}_4$ (M)	Konsentrasi (mg/L)
2	177
3	259,5
5	615
7	1.555

\*\*Rasio massa NaOH/pasir besi adalah 6/5

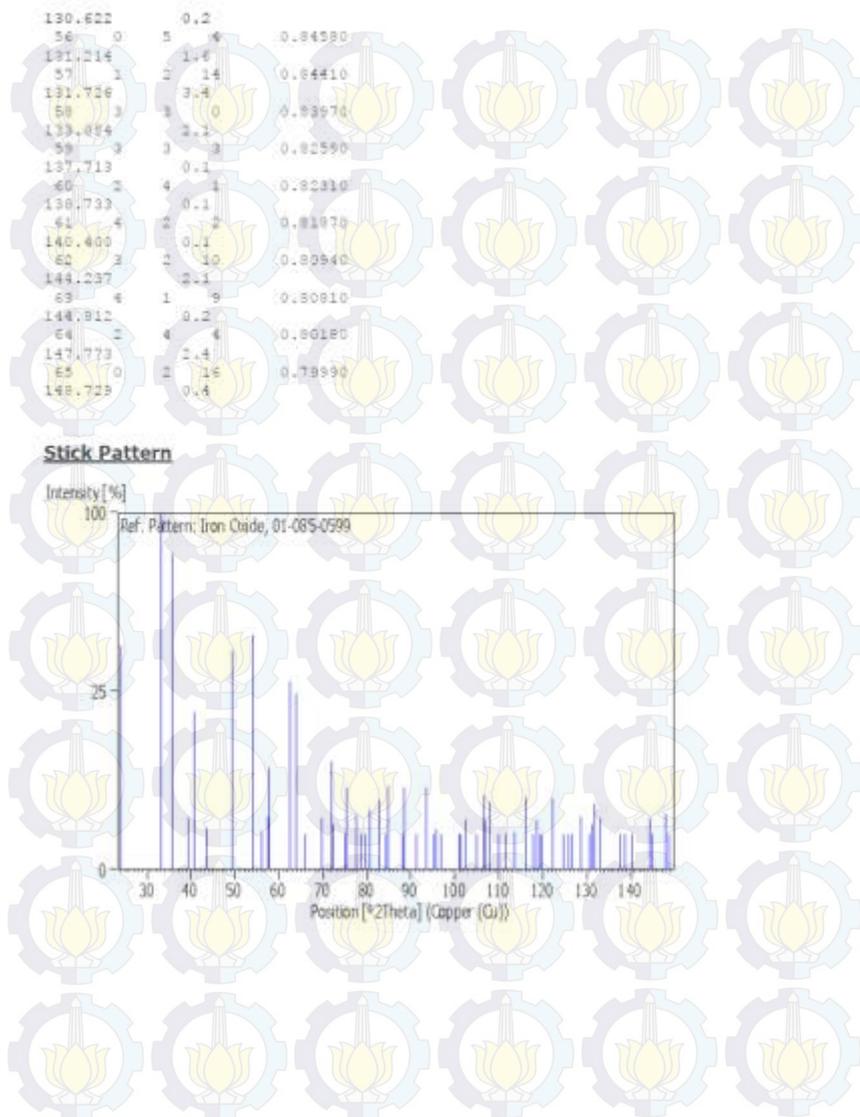
## LAMPIRAN D : DATA BASE ICDD

### 1. Hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

<u>Name and formula</u>		<u>Comments</u>	
Reference code:	01-085-0599	ANX:	A2X3
Mineral name:	Hematite	Creation Date:	11/16/2010
Compound name:	Iron Oxide	Modification Date:	1/19/2011
Common name:	iron(III) oxide	ANX:	A2X3
Empirical formula:	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	ICSD Collection Code:	24004
Chemical formula:	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	Calculated Pattern Original Remarks:	Stable above 773 K (2nd ref., Tomaszewski), below $\text{Ia}\bar{3}$ , m.p. 1523 K. Atoms shifted by 1/4 1/4 1/4 Order-disorder structure
<u>Crystallographic parameters</u>		<u>Structures</u>	
Crystal system:	Rhombohedral	Test from external database:	The coordinates given in the paper contain an error. The values in the database have been corrected.
Space group:	R-3c	Minor Warning:	Minor test comments from ICSD exist. No R factors reported/abstracted
Space group number:	167	Unit Cell Data Source:	Single Crystal.
a (Å):	5.0381	<u>References</u>	
b (Å):	5.0381	Primary reference:	Calculated from ICSD using POWD-12++, (2004)
c (Å):	13.1656	Structure:	Pauling, L., Hendricks, S.B., <i>J. Am. Chem. Soc.</i> , <b>47</b> , 781, (1925)
Alpha (°):	90.0000		
Beta (°):	90.0000		
Gamma (°):	120.0000		
Volume of cell ( $10^6 \text{ pm}^3$ ):	302.137		
Z:	6.00		
RIR:	2.51		
<u>Status, subfiles and quality</u>			
Status:	Alternate Pattern		
Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic		
	Common Phase		
	Excipient		
	Forensic		
	ICSD Pattern		
	Inorganic		
	Mineral		
	Pharmaceutica		
	I		
	Pigment/Dye		
	Indexed (1)		
Quality:			

**Peak list**

No.	h	k	l	d [Å]	No.	h	k	l	d [Å]
1	0	1	2	3.68430	27	1	3	4	1.14250
2	1	0	4	2.70080	28	3	1	5	1.10770
3	1	1	0	2.51940	29	2	2	6	1.10350
4	0	0	6	2.25260	30	0	4	2	1.07730
5	1	1	3	2.12070	31	1	1	10	1.05630
6	2	0	2	2.07950	32	1	1	12	1.04340
7	0	2	4	1.84220	33	4	0	3	1.03970
8	1	1	6	1.69590	34	1	3	7	1.03040
9	2	1	1	1.63740	35	2	1	1	0.99830
10	1	2	2	1.60360	36	1	2	11	0.99640
11	0	2	2	1.55970	37	3	1	8	0.98960
12	2	1	4	1.48700	38	2	2	9	0.97200
13	3	0	0	1.45440	39	2	2	4	0.96110
14	1	2	5	1.41440	40	0	1	14	0.95850
15	2	0	8	1.35040	41	4	1	0	0.95210
16	1	0	10	1.32190	42	2	3	5	0.94060
17	1	1	8	1.30070	43	1	4	3	0.93220
18	2	1	7	1.28320	44	0	4	8	0.92310
19	3	2	0	1.23820	45	3	1	10	0.90860
20	3	0	6	1.22810	46	3	0	12	0.90030
21	2	2	2	1.21450	47	2	0	14	0.89590
22	1	3	1	1.20590	48	3	2	7	0.89190
23	3	1	2	1.19100	49	2	1	13	0.89060
24	1	2	3	1.19020	50	1	4	6	0.87930
25	0	2	10	1.16360	51	3	1	11	0.86960
26	0	0	12	1.14630	52	2	0	8	0.86510
					53	1	1	15	0.86170
					54	4	0	10	0.85470
					55	2	2	12	0.84780



## LAMPIRAN E : HASIL ANALISA DENGAN AAS

### 1. Data Absorbansi Fe dalam Filtrat Pencucian Awal

Rasio Massa NaOH/Pasir Besi	Absorbansi
3/5	0.0020
5/5	0.0022
6/5	0,0077
7,5/5	0,0217

### 2. Absorbansi Fe dalam Filtrat Hasil Pelindian

#### 2.1 Pelindian dengan Variasi Rasio Massa NaOH/Pasir Besi

Rasio Massa NaOH/Pasir Besi	Absorbansi
3/5	0,1101
5/5	0,1420
6/5	0,2105
7,5/5	0,3118

\*\*Pengenceran yang dilakukan tidak sama untuk setiap sampel

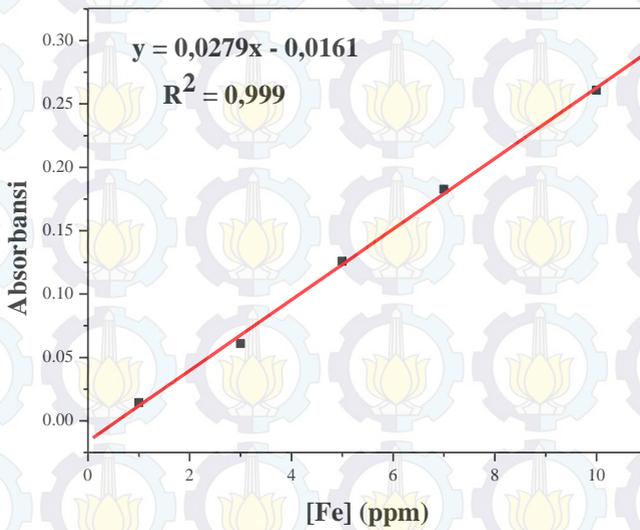
#### 2.2 Pelindian dengan Variasi Konsentrasi $H_3PO_4$

Konsentrasi $H_3PO_4$ (M)	Absorbansi
2	0,0911
3	0,2105
5	0,1265
7	0,2432

\*\*Pengenceran yang dilakukan tidak sama untuk setiap sampel

**LAMPIRAN F : KURVA KALIBRASI****1. Kurva Kalibrasi Fe**

Konsentrasi Fe (ppm)	Absorbansi (a.u)
1	0,0122
3	0,0579
5	0,1226
7	0,1783
10	0,2521

**Gambar 1 Kurva Kalibrasi Fe**

## LAMPIRAN G : PERHITUNGAN

### 1. Standarisasi Larutan Asam Fosfat

Larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang digunakan distandarisasi terlebih dahulu dengan larutan NaOH. Larutan NaOH 1N disiapkan untuk standarisasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Larutan NaOH ini distandarisasi terlebih dahulu dengan larutan asam oksalat.

- Standarisasi larutan NaOH

$$[\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4] = 0,2 \text{ N}$$

Volume  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$  yang dibutuhkan untuk titrasi = 6,9 mL

$$V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}} = V_{\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4} \cdot N_{\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4}$$

$$10 \text{ mL} \cdot N_{\text{NaOH}} = 6,9 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ N}$$

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{1,38}{10} = 0,138 = 0,14 \text{ N}$$

Jadi konsentrasi larutan NaOH yang digunakan untuk standarisasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  adalah 0,14 N.

- Standarisasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$

$$N_{\text{NaOH}} = 0,14 \text{ N}$$

Volume titran = 3,6 mL

Volume analat = 5 mL

$$V_{\text{H}_3\text{PO}_4} \cdot N_{\text{H}_3\text{PO}_4} = V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}}$$

$$5 \text{ mL} \cdot N_{\text{H}_3\text{PO}_4} = 3,6 \text{ mL} \cdot 0,14 \text{ N}$$

$$N_{\text{H}_3\text{PO}_4} = \frac{0,504}{5} = 0,1 \text{ N}$$

Sehingga, Molaritasnya dapat dihitung sebagai berikut:

$$N = M \times \text{mol ekuivalen}$$

$$0,1 = M \times 3$$

$$M = 0,03 \text{ M}$$

Jadi, molaritas larutan asam fosfat yang dititrasi adalah 0,03 M.

Larutan yang dititrasi adalah larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang telah diencerkan sebanyak 2 kali pengenceran dari larutan stok, sehingga untuk konsentrasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  stok dapat dihitung sebagai berikut:

➤ Pengenceran 2

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$5\text{mL} \cdot M_1 = 100 \cdot 0,03\text{M}$$

$$M_1 = \frac{3}{5} = 0,6\text{M}$$

➤ Pengenceran 1

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$5\text{mL} \cdot M_1 = 100 \cdot 0,6\text{M}$$

$$M_1 = \frac{60}{5} = 12\text{M}$$

Jadi, konsentrasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  stok adalah 12M.

## 2. Pembuatan Larutan $\text{H}_3\text{PO}_4$ 2M, 3M, 5M, dan 7M

➤ Pembuatan Larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  2M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \cdot 12 = 50 \cdot 2\text{M}$$

$$V_1 = \frac{100}{12} = 8,3\text{mL}$$

➤ Pembuatan Larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \cdot 12 = 100 \cdot 3\text{M}$$

$$V_1 = \frac{300}{12} = 25\text{mL}$$

➤ Pembuatan Larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  5M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \cdot 12 = 50 \cdot 5\text{M}$$

$$V_1 = \frac{250}{12} = 20,8\text{mL}$$

➤ Pembuatan Larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  7M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \cdot 12 = 50 \cdot 7\text{M}$$

$$V_1 = \frac{350}{12} = 29,2\text{mL}$$

### 3. Perhitungan Prosen Perolehan Titanium dalam Filtrat Hasil Pelindian

Diketahui:

Massa pasir besi 5 gram

Kandungan titanium dalam pasir besi 4,22%

- Massa titanium dalam pasir besi:

$$\begin{aligned} m &= \frac{4,22}{100} \times 5 \text{ g} \\ &= 0,211 \text{ g} \\ &= 211 \text{ mg} \end{aligned}$$

Volume filtrat untuk semua sampel yang dianalisis adalah 50 mL (pengenceran 50 kali).

Contoh perhitungan prosen titanium pada pelindian dengan rasio massa NaOH/pasir besi 6/5 dan konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3M :

Diketahui:

Volume filtrat 50 mL

Konsentrasi titanium dalam filtrat 259,5 mg/L

- Massa titanium dalam filtrat:

$$\begin{aligned} m &= 259,5 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 12,975 \text{ mg} = 12,98 \text{ mg} \end{aligned}$$

- Perolehan titanium dalam filtrat:

$$\% \text{ titanium} = \frac{12,98 \text{ mg}}{211 \text{ mg}} \times 100\% = 6,15\%$$

Dengan cara yang sama, dapat diketahui juga besarnya prosentase perolehan titanium dari semua filtrat hasil pelindian sebagai berikut:

#### 3.1 Prosentase titanium dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi

Rasio Massa NaOH/Pasir Besi	Massa Titanium dalam Filtrat (mg)	% Ti
3/5	9,78	4,64
5/5	9,68	4,59

Rasio Massa NaOH/Pasir Besi	Massa Titanium dalam Filtrat (mg)	% Ti
6/5	12,98	6,15
7,5/5	12,95	6,14

### 3.2 Prosentase titanium dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi konsentrasi $H_3PO_4$

Konsentrasi $H_3PO_4$ (M)	Massa Titanium dalam Filtrat (mg)	% Ti
2	8,85	4,19
3	12,98	6,15
5	30,75	14,57
7	77,75	36,85

- Kenaikan % titanium dari konsentrasi  $H_3PO_4$  2M  
 Kenaikan % = % titanium (7M) - % titanium (2M)  
 $= 36,85\% - 4,19\%$   
 $= 32,66\%$

### 4. Perhitungan Konsentrasi Fe dalam Filtrat Hasil Pencucian Aquademin dan Pelindian

Persamaan regresi linear Fe yang diperoleh :

$$y = 0,0279x - 0,0161$$

dimana :

$$y = A + Bx$$

$$x = \frac{y-A}{B} \quad \text{dengan, } x = \text{Konsentrasi (ppm)}$$

$$y = \text{Absorbansi}$$

Contoh perhitungan konsentrasi Fe dalam filtrat hasil pencucian aquademin pada sampel dengan rasio massa 6/5:

Dari tabel data AAS diketahui absorbansinya sebesar 0,0077, maka konsentrasinya dapat dihitung sebagai berikut:

$$x = \frac{0,0077 - (-0,0279)}{0,0161} = 2,2112 \text{ ppm}$$

jadi, konsentrasi Fe yang terdapat dalam filtrat sebesar 2,2112 ppm. Dengan cara yang sama dapat diketahui pula besarnya konsentrasi Fe dalam semua filtrat yang diuji sebagai berikut:

#### 4.1 Konsentrasi Fe dalam filtrat hasil pencucian aquademin

Rasio Massa NaOH/Pasir Besi	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
3/5	0,0020	1,8571
5/5	0,0022	1,8696
6/5	0,0077	2,2112
7,5/5	0,0217	3,0807

#### 4.2 Konsentrasi Fe dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi

Rasio Massa NaOH/Pasir Besi	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
3/5	0,1101	$4,2857 \times 10^3$
5/5	0,1420	$2,6382 \times 10^3$
6/5	0,2105	$3,7019 \times 10^3$
7,5/5	0,3118	$10,5497 \times 10^3$

\*Untuk rasio 5/5 dan 6/5 dilakukan pengenceran 250 kali

\*\*Untuk rasio 3/5 dan 7,5/5 dilakukan pengenceran 500kali

#### 4.3 Konsentrasi Fe dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi rasio konsentrasi larutan $H_3PO_4$

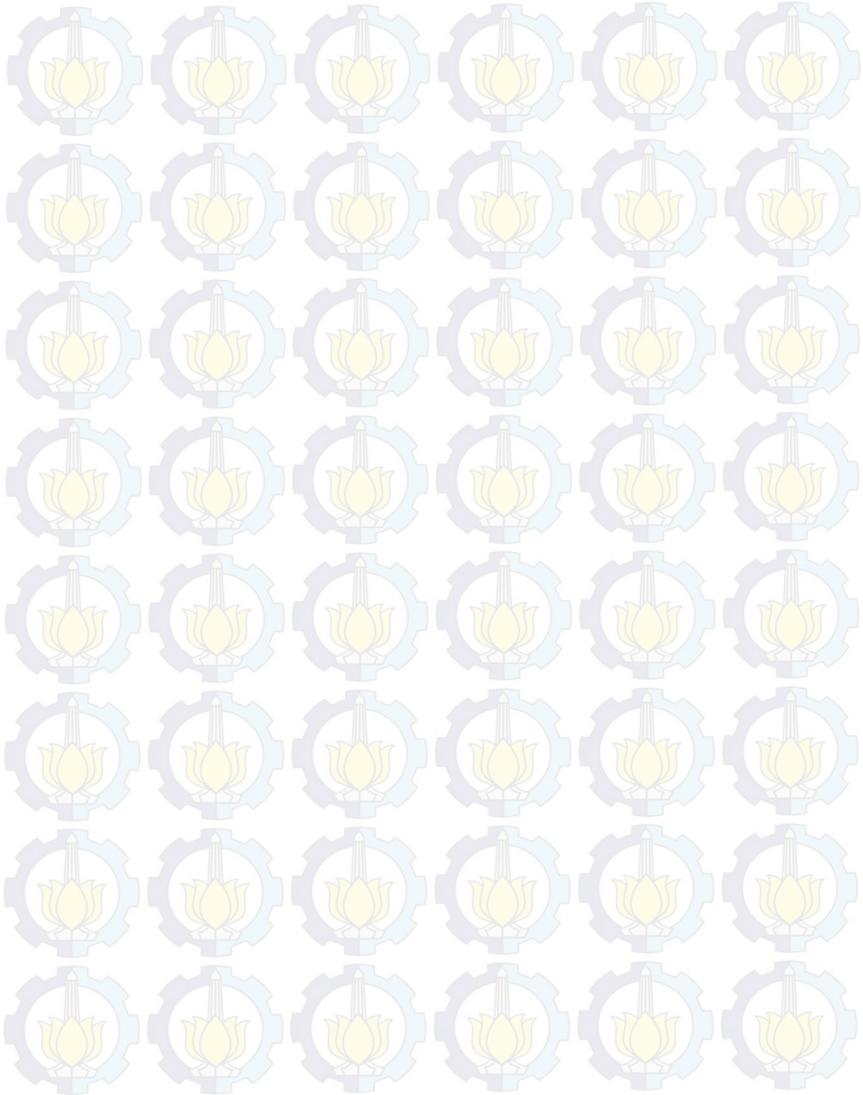
Konsentrasi $H_3PO_4$ (M)	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
2	0,0911	$1,8478 \times 10^3$
3	0,2105	$3,7019 \times 10^3$
5	0,1265	$9,5901 \times 10^3$
7	0,2432	$16,8385 \times 10^3$

\*Untuk konsentrasi 2M dan 3M dilakukan pengenceran 250 kali

\*\*Untuk konsentrasi 5M dan 7M dilakukan pengenceran 1.000

kali

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



## BIODATA PENULIS



Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara yang dilahirkan di Lumajang, 21 September 1991. Penulis mengenyam pendidikan kanak-kanak di TK Muslimat NU Yosowilangun Lor dan meneruskan pendidikan formal di SDN 01 Yosowilangun Lor, SMPN 1 Yosowilangun, dan diterima di SMAN 2 Lumajang lewat jalur PSBA (Penerimaan

Siswa Berprestasi Akademik). Penulis diterima di Jurusan Kimia FMIPA di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur SNMPTN (Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri) dan terdaftar dengan NRP 1410100075. Selama masa perkuliahan, penulis aktif mengikuti kegiatan baik yang diadakan oleh jurusan, fakultas maupun institut, selain itu penulis juga aktif mengajar di beberapa Lembaga Bimbingan Belajar (LBB). Penulis mengambil bidang minat Kimia Instrumentasi dan Sains Analitik dibawah bimbingan Bapak Suprpto, Ph.D ([suprpto@chem.its.ac.id](mailto:suprpto@chem.its.ac.id)). Penulis sempat aktif dalam organisasi Forum Sosial dan Mahasiswa di Rungkut (FOSMA-LK Jatim), Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) menjabat sebagai staf Divisi Entrepreneur sebagai penanggung jawab pengadaan barang kebutuhan laboratorium (lab equipment) pada periode 2010/2011 dan pernah menjadi asisten praktikum pada mata kuliah Metode Pemisahan (MP) dan Metode Pemisahan dan Pemurnian (MPP). Penulis dapat dihubungi melalui email [ameliazaw@gmail.com](mailto:ameliazaw@gmail.com).