

Hasil karakterisasi XRD ditampilkan pada gambar 3 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 (Fe_2O_3) dengan struktur rombohedral (ICSD No. 01-085-0599). Puncak-puncak difaktogram dari padatan terletak pada 2θ : 24,29; 33,29; 35,76; 41,04; 49,56; 54,22; 62,66 dan $64,12^\circ$. Hal ini menunjukkan bahwa dalam residu hasil pelindian mayoritas kandungannya adalah Fe_2O_3 . Kemungkinan besar Fe_2O_3 ini terbentuk kembali dari oksidasi ion Fe^{2+} yang terlarut dalam larutan H_3PO_4 seperti yang dijelaskan oleh Subagja dkk. [11] bahwa lamanya proses hidrolisis akan mempengaruhi besarnya kadar pengotor Fe_2O_3 dalam endapan. Semakin lama proses hidrolisis maka ion Fe^{2+} yang terlarut dalam larutan teroksidasi membentuk Fe^{3+} (Fe_2O_3). Dengan demikian kemungkinan konsentrasi titanium yang masih ada dalam padatan sangat kecil karena sejumlah besar titanium berhasil terekstrak oleh larutan H_3PO_4 dalam filtrat pelindian.

D. Pengaruh Variasi Rasio Massa NaOH/Pasir Besi

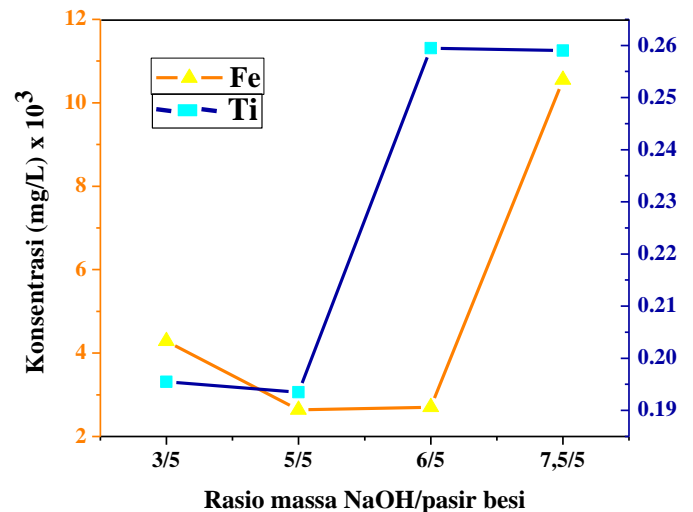
Menurut Dong dkk. [7] ekstraksi titanium meningkat seiring peningkatan rasio massa NaOH-pasir besi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini diberikan variasi penambahan NaOH terhadap pasir besi untuk mempelajari pengaruh variasi rasio massa NaOH/pasir besi terhadap ekstraksi titanium. Variasi rasio massa NaOH/pasir besi yang diberikan adalah 3/5, 5/5, 6/5 dan 7,5/5 dengan lama pelindian 2 jam dan konsentrasi H_3PO_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. [7] 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% .

Dari gambar 4 dapat diketahui perbandingan besar 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.

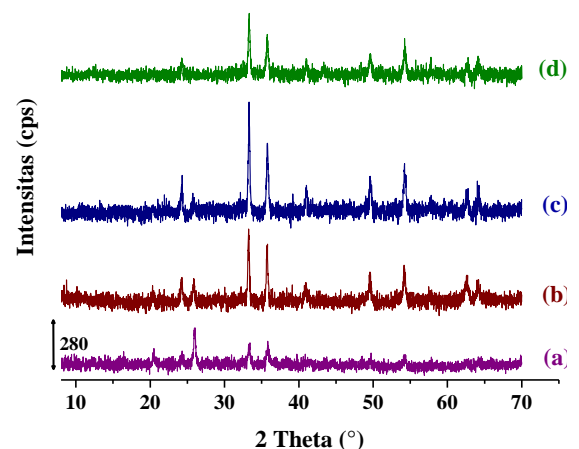
Selain kandungan titanium, dalam penelitian ini juga diperoleh data kadar besi dalam filtrat. Pada rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 3/5 diperoleh kadar Fe dalam filtrat pelindian sebesar $4,29 \times 10^3$ ppm dan selanjutnya untuk rasio massa 5/5, 6/5 dan 7,5/5 secara berurutan yaitu $2,64 \times 10^3$;

$3,70 \times 10^3$; 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. Perbandingan kadar Fe dan Ti dalam filtrat pelindian dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi

Residu selanjutnya dikalsinasi pada suhu $650^\circ C$ selama 2 jam. Padatan hasil kalsinasi dikarakterisasi struktur kristalnya dengan XRD. Gambar 5 menunjukkan bahwa pada semua difaktogram terdapat *noise* yang cukup rapat yang merupakan indikasi bahwa struktur padatan hasil kalsinasi masih belum berbentuk kristal yang sempurna.



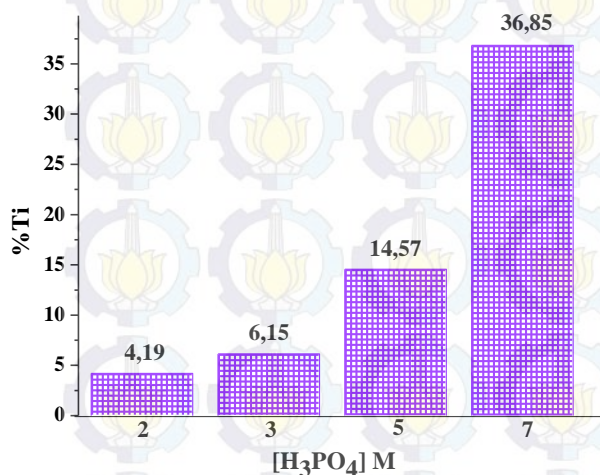
Gambar 5. Difaktogram padatan hasil kalsinasi dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi : (a) 3/5, (b) 5/5, (c) 6/5, dan (d) 7/5.

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 20 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 sehingga mengurangi selektivitasnya selama proses dekomposisi.

E. Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan H_3PO_4

Li dkk. [12] menerangkan 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 6. 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 6. 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. [13] 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.

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

Dalam jurnalnya, Li dkk. [12] menunjukkan kelarutan Fe semakin meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi asam. Dalam penelitian ini juga diperoleh hasil yang sama, bahwa semakin tinggi konsentrasi H_3PO_4 yang digunakan dalam pelindian, maka kadar Fe yang diperoleh dalam filtrat pelindian semakin besar. Pada konsentrasi H_3PO_4 2M, kadar Fe yang diperoleh sebesar $1,845 \times 10^3$ ppm dan semakin meningkat pada konsentrasi larutan H_3PO_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. Dengan demikian, pada konsentrasi 5M dan 7M selektivitas H_3PO_4 untuk ekstraksi titanium semakin menurun meskipun konsentrasi titanium yang diperoleh semakin besar. Oleh karena itu, konsentrasi dengan selektivitas paling baik yang diperoleh dari penelitian ini adalah H_3PO_4 3M.

IV. KESIMPULAN

Efisiensi pelindian H_3PO_4 semakin besar seiring bertambahnya konsentrasi ditinjau dari besarnya konsentrasi titanium yang diperoleh. Hasil penelitian menunjukkan rasio massa NaOH/pasir besi optimum yang diperoleh adalah 6/5 dengan perolehan titanium sebesar 6,15% pada konsentrasi H_3PO_4 3M. Perolehan titanium dari pelindian semakin besar seiring kenaikan konsentrasi H_3PO_4 . Kenaikan prosentase perolehan titanium mencapai 32,66% pada kenaikan konsentrasi H_3PO_4 sebesar 7M.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih yang sebesar-besarnya disampaikan kepada tim penelitian pasir besi, Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik dan Jurusan Kimia FMIPA ITS, serta semua pihak yang turut membantu.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Setiawati, L. D., Tito, P. R., Dwi Wahyu N., Nofrizal, Radium I., Suryandaru, Yuswono, Siswanto, Nurul T. R., 2013. Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO_2) Dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung
- [2] Zulfalina dan Azwar Manaf., 2004. Identifikasi Senyawa Mineral dan Ekstraksi Titanium Dioksida dari Pasir

Mineral. *Indonesian Journal of Material Science. ISSN: 1411-1098*. **5**, 46-30

- [3] Islam, M. F., Biswas R.K. M. A. Habib., 1996. Processing of Ilmenite through Salt-Water Vapour Roasting and Leaching. *Hydrometallurgy*. **42**, 367-375
- [4] Zhang, Zhizhen., Jingsheng Li., Xiaoxia Li, Houquan Huang, Lifan Zhou, Tiantian Xiong., 2012. High Efficiency Iron Removal from Quartz Sand Using Phosphoric Acid. *International Journal Of Mineral Processing*. **114-117**, 30-34
- [5] Mahmoud, Y.D., Georges, J.K., 1997. Processing Titanium and Lithium for Reduced-Cost Application. *JOM* **49**, 20-27
- [6] Xiong, Xunhui., Zhixing Wang, Feixiang Wu., Xinhai Li., Huajun Guo., 2012. Preparation of TiO₂ from Ilmenite Using Sulfuric Acid Decomposition of The Titania Residue Combined With Separation of Fe³⁺ With EDTA During Hydrolysis. *Advanced Powder Technology*.
- [7] Dong, Wang., Chu Jinglong., Li Jie., Qi Tao., Weng Weijing., 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.
- [8] Simpraditpan, A., Wirunmongkol, T., Pavasupree, S., Pecharapa, W., 2013., Simple Hydrothermal Preparation of Nanofibers From a Natural Ilmenite Mineral. *Ceramics International*. **39**, 2497-2502.
- [9] Mostafa, Nasser. Y., M. H. H. Mahmoud., Z. K. Heiba., 2013. Hydrolysis of TiOCl₂ Leached and Purified From Low Grade Ilmenite Mineral. *Hydrometallurgy*. **139**, 88-94.
- [10] Scott, R.P.W., 1993, Silica Gel and Bonded Phases, Willey & Sons Ltd., Chichester, 2-14, 23-25, 43-54.
- [11] Subagja, Rudi., Iwan S., Dedy S., F. Firdiyono., 2010. Recovery TiO₂ Dari Larutan TiO(SO₄) Hasil Proses Ekstraksi Bijih Ilmenit Bangka. Pusat Penelitian Metalurgi- Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI).
- [12] Li, Chun., Bin Liang., Hao Song., Jun-qiang Shu., Xiaoqing Wang., 2008. Preparation of Porous Rutile Titania from Ilmenite by Mechanical Activation and Subsequent Sulfuric Acid Leaching. *Microporous and Mesoporous Materials* **115**, 293-300
- [13] Das, G. K., Pranolo Z., C.Y. Cheng., 2013. Leaching Of Ilmenite Ores by Acidic Chloride Solutions. *Hydrometallurgy*. **133**, 94-99
- [14] Middlemas, Scott., Z. Zak. Feng., Peng. Fan., 2013. A New Method for Production Titanium Dioxide Pigment. *Hydrometallurgy*. **131-132**, 107-113