

Pemisahan Titanium Dioksida dari Pasir Besi Kabupaten Lumajang dengan Pelindian H_3PO_4 dan Agen Dekomposisi NaOH

Iva Amelia Vidianti dan Suprpto

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: suprpto@chem.its.ac.id

Abstrak—Pada penelitian ini telah dilakukan ekstraksi TiO_2 dari pasir besi dengan metode pelindian fosfat yang didahului oleh dekomposisi dengan NaOH. Hasil pelindian dianalisa kandungan 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 NaOH/pasir besi sebesar 6/5 yaitu $259,5 \text{ mg.L}^{-1}$ dengan prosentase perolehan titanium sebesar 6,15%. Hasil XRD menunjukkan bahwa residu hasil pelindian berupa Fe_2O_3 dengan sistem rombohedral. Hasil pelindian terbaik diperoleh pada konsentrasi H_3PO_4 7M dengan perolehan titanium mencapai 36,85%

Kata Kunci—Pelindian fosfat, Dekomposisi, TiO_2

I. PENDAHULUAN

PASIR besi merupakan sumber daya mineral yang dapat ditemukan di sepanjang pantai selatan Jawa, Sumatra dan Nusa Tenggara Barat [1]. Beberapa mineral utama yang dikandung pasir besi antara lain magnetit (Fe_3O_4), ilmenit ($FeTiO_3$), rutil (TiO_2) dan hematit (Fe_2O_3) [2]. Adanya kandungan titanium dalam ilmenit inilah yang dapat memberikan nilai tambah yang signifikan pada pasir besi [1]. Hampir 96% kebutuhan titanium di dunia digunakan sebagai bahan baku untuk membuat pigmen TiO_2 karena beberapa keunggulan yang dimilikinya yaitu kemampuan pigmen ini untuk melindungi permukaan (dalam cat) yang lebih baik dibandingkan pigmen biasa (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 TiO_2 semakin berkurang.

Ekstraksi titanium dapat dilakukan menggunakan asam organophosphorus. Islam dkk. [3] memisahkan titanium dari besi dalam ilmenit menggunakan asam di(2-etilheksil)fosfat (D2EHFA). 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. [4] 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 H_2SO_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.

Pemisahan TiO_2 dari bijih ilmenit seringkali dilakukan dengan pelindian asam kuat seperti HCl (Mahmoud dkk. [5]) dan H_2SO_4 (Xiong dkk. [6]) 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 H_3PO_4 . Zhang dkk. [4] memaparkan bahwa efisiensi pelindian menggunakan H_3PO_4 lebih besar 30-40% dibandingkan pelindian dengan asam kuat seperti HCl, H_2SO_4 maupun HF. Selain itu dekomposisi dengan alkali juga diperlukan untuk mempermudah ekstraksi TiO_2 sebelum dilakukan pelindian dengan asam untuk proses *recovery* titania [1]. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan diteliti mengenai efisiensi H_3PO_4 sebagai agen pelindi untuk ekstraksi TiO_2 setelah dilakukan dekomposisi dengan NaOH. Selain itu juga dipelajari mengenai pengaruh variasi rasio massa NaOH /pasir besi dan variasi konsentrasi H_3PO_4 .

II. METODOLOGI PENELITIAN

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

B. Dekomposisi Pasir Besi

Dekomposisi pasir besi dilakukan dengan metode yang diadopsi dari penelitian Dong dkk. [7] 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 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 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.

C. Pelindian dengan H_3PO_4

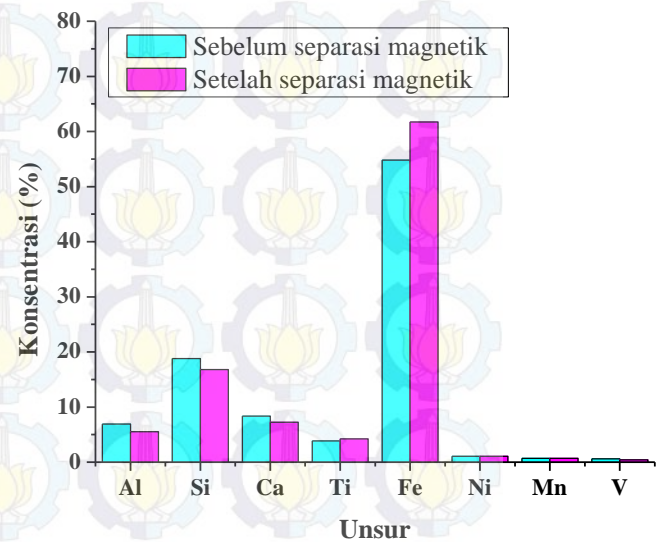
Residu yang telah kering didinginkan dalam desikator. Residu ditimbang kemudian dimasukkan kedalam labu bundar leher dua. Asam fosfat 3M sebagai agen pelindi ditambahkan kedalam labu bundar dengan rasio massa residu/volume sebesar 1/10. Pelindian dilakukan selama 2 jam pada suhu 80°C. Hasil pelindian disaring dan filtrat 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 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. Padatan hasil kalsinasi dikarakterisasi struktur kristalnya menggunakan difraktometer sinar-X. Residu dihaluskan terlebih dahulu dengan penggerusan menggunakan mortar agat sebelum dilakukan karakterisasi. Metode ini diulangi dengan variasi konsentrasi H_3PO_4 2M, 5M dan 7M.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. 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 ($FeO \cdot TiO_2$ atau $TiFeO_3$), titanifero magnetit ($(Fe-Ti)_2O_3$), leukosen ($Fe_2O_3 \cdot nTiO_2$) dan arizonit ($Fe_2O_3 \cdot nTiO_2 \cdot mH_2O$). 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.



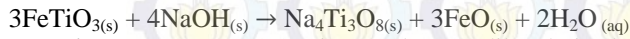
Gambar 1. Grafik komponen dalam pasir besi

Karakterisasi dengan XRF pada pasir besi hasil pemisahan magnetik dapat dilihat pada gambar 1. Dari grafik dapat diketahui bahwa dalam pasir besi terdapat kandungan unsur besi sebagai komponen utama yaitu sebesar $61,72 \pm 0,14\%$ sedangkan komponen Ti sebesar $4,22 \pm 0,02\%$. Prosentase unsur titanium dalam pasir besi masih lebih kecil dibandingkan Si, Al dan Ca namun jauh lebih besar dibandingkan kandungan unsur Ni, Mn dan V.

B. Hasil Dekomposisi dengan NaOH

Dekomposisi pasir besi dengan NaOH dalam penelitian ini merujuk pada jurnal Dong dkk. [7] pada pemisahan 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°C selama 2 jam. Menurut Setyawati dkk. [1] proses dekomposisi ini dilakukan untuk mempermudah ekstraksi TiO_2 , dimana titanium dari ilmenit nantinya akan membentuk sodium titanat, selanjutnya dilakukan proses pelindian untuk memperoleh kembali (*recovery*) titanium. Padatan hasil dekomposisi berwarna merah bata dan terdapat sedikit padatan yang berwarna hijau pada bagian permukaan. Warna merah bata tersebut menunjukkan bahwa senyawa besi dari mineral ilmenit berubah menjadi besi dengan bilangan oksidasi 2+. Padatan dicuci dengan aquademin sampai pH 9. Padatan dipisahkan dari larutan dengan penyaringan. Hasil penyaringan berupa padatan berwarna merah bata dan terdapat sedikit padatan berwarna coklat kehitaman (gambar 4.5) serta filtrat yang tidak berwarna. Warna endapan merah bata ini dijelaskan oleh Simpraditpan dkk. [8] sebagai indikasi bahwa sejumlah besar spesi besi dalam sampel telah dipisahkan oleh adanya penambahan NaOH (pada proses dekomposisi). Sedangkan

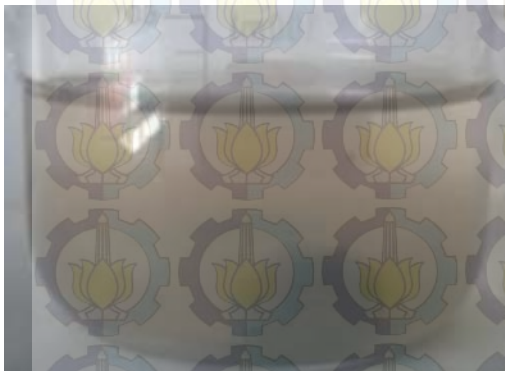
padatan coklat kehitaman yang terbentuk merupakan FeO yang dihasilkan dari reaksi antara ilmenit dan NaOH (Persamaan 4.1).



Dari persamaan 2.1 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 Fe_2O_3 . Residu hasil pencucian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C sampai masa padatan konstan. Langkah selanjutnya adalah pelindian dengan H_3PO_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.

C. Hasil Pelindian dengan H_3PO_4

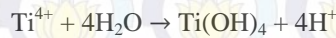
Metode pelindian ini dirujuk dari penelitian yang telah dilakukan oleh Zhang dkk. [4] dan Mostafa dkk. [9]. Dalam jurnalnya, Zhang dkk. [4] mengungkapkan bahwa efisiensi pelindian pasir dengan H_3PO_4 lebih besar 30-40% dibandingkan pelindian dengan asam-asam kuat seperti HCl dan HNO_3 . Efisiensi ini ditinjau dari besarnya prosentase besi yang mampu dipisahkan dari sampel pasir selama proses pelindian, dimana dalam penelitiannya diperoleh prosentase Fe yang mampu dipisahkan oleh H_3PO_4 mencapai 80% sedangkan dengan pelindian HCl hanya sebesar 42,53% dan 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 H_2SO_4 , HCl dan HNO_3 yang dapat menghasilkan gas buang yang sangat beracun (SO_x , Cl_2 dan NO_x).



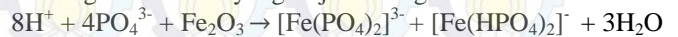
Gambar 2. Hasil pelindian dengan H_3PO_4

Hasil pelindian berupa larutan berwarna kekuningan dengan endapan berwarna abu-abu dan terdapat sedikit bagian yang berwarna putih (gambar 4.6). 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 TiO_2 sebesar 5,19 mg/L (sertifikat No 141796-3) sehingga dari perhitungan

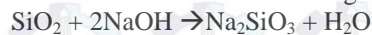
diperoleh kandungan TiO_2 dalam filtrat hasil pelindian sebesar 259,5 mg/L. Perolehan konsentrasi TiO_2 dari analisa ICP-MS tersebut dihitung berdasarkan konsentrasi logam titanium dalam filtrat. Dengan demikian prosentase Ti yang diperoleh adalah sebesar 6,15%. Selain itu, kadar logam besi dalam filtrat 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. Reaksi yang mungkin terjadi pada proses hidrolisis dengan H_3PO_4 adalah sebagai berikut:



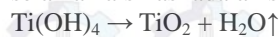
Sedangkan senyawa Fe_2O_3 (berupa padatan hitam) yang terkandung dalam endapan bereaksi dengan H_3PO_4 dengan kemungkinan reaksi yang terjadi sebagai berikut:



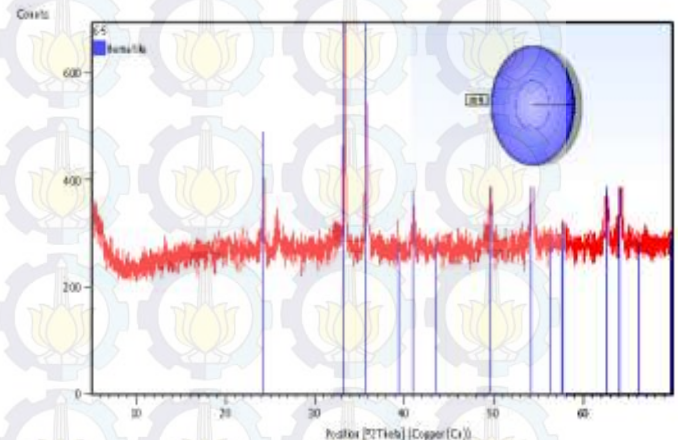
Selanjutnya residu yang diperoleh dicuci dengan aquademin, hal ini dilakukan karena dimungkinkan masih terdapat Fe^{3+} yang tertinggal pada endapan. Pada saat pencucian dengan aquademin, terbentuk endapan putih yang cukup banyak. Endapan putih ini merupakan sodium silikat yang terbentuk dari reaksi silika dengan NaOH pada proses dekomposisi. Hal ini dijelaskan oleh Scott [10] dalam penelitiannya bahwa NaOH akan bereaksi dengan silika membentuk natrium silikat dengan reaksi:



Residu dioven pada suhu 110°C untuk menghilangkan kadar air dan sisa-sisa pelarut. Setelah kering padatan digerus dalam mortar agat supaya homogen. Padatan yang telah homogen kemudian dikalsinasi pada suhu 650°C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air kristal dan membentuk pigmen TiO_2 . Reaksi yang mungkin terjadi selama kalsinasi adalah sebagai berikut:



Selanjutnya padatan dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraksi sinar-X (XRD).



Gambar 3. Difaktogram padatan hasil kalsinasi

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°. 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

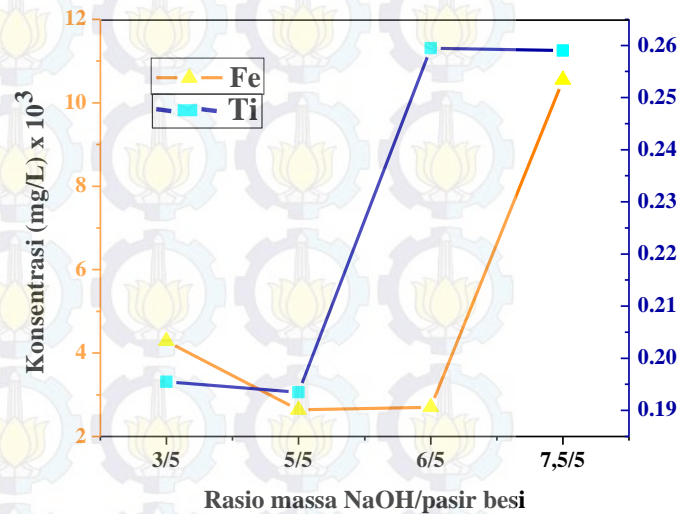
Menurut Dong dkk. [7] ekstraksi titanium meningkat seiring peningkatan rasio massa NaOH-pasir besi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini diberikan variasi penambahan NaOH terhadap pasir besi untuk mempelajari pengaruh variasi rasio massa NaOH/pasir besi terhadap ekstraksi titanium. Variasi rasio massa 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.

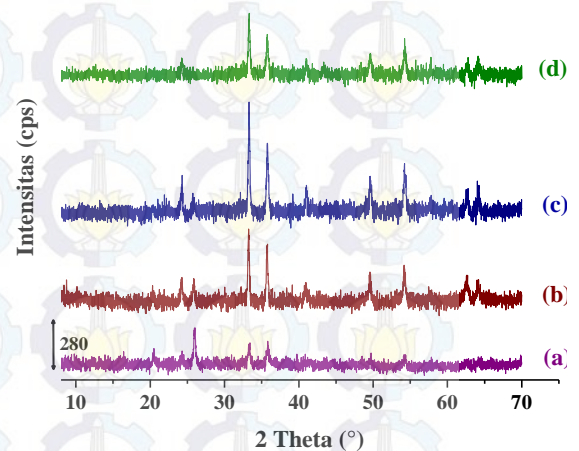
Selain kandungan titanium, dalam penelitian ini juga diperoleh data kadar besi dalam filtrat. Pada rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 3/5 diperoleh kadar Fe dalam filtrat pelindian sebesar $4,29 \times 10^3$ ppm dan selanjutnya untuk rasio massa 5/5, 6/5 dan 7,5/5 secara berurutan yaitu $2,64 \times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

$3,70 \times 10^3$; 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 °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.



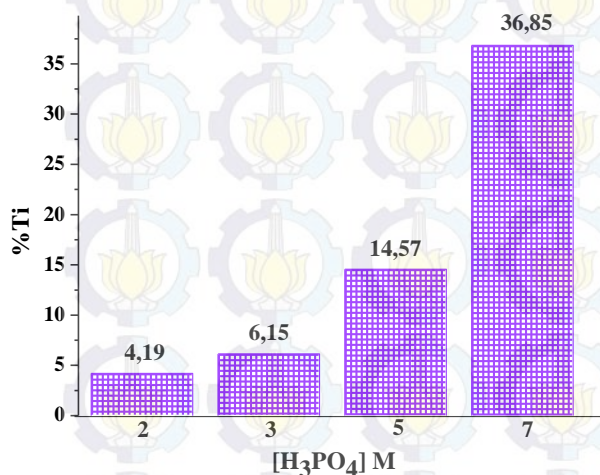
Gambar 5. Difaktogram padatan hasil kalsinasi dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi : (a) 3/5, (b) 5/5, (c) 6/5, dan (d) 7/5.

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