

## PEMBUATAN PIGMENT TITANIUM DIOKSIDA ( $\text{TiO}_2$ ) DARI ILMENITE ( $\text{FeTiO}_3$ ) SISA PENGOLAHAN PASIR ZIRCONDENGANPROSES BECHER

Mohammad Taufik Mohar<sup>1</sup>, Dewi Fatmawati<sup>1</sup>, Setia Budi Sasongko<sup>1\*</sup>)

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro  
Jl. Prof. Soedarto, Kampus UNDIP Tembalang, Semarang 50239, Indonesia

### Abstract

Indonesia is a country that has a lot of Ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ), but as yet only plays the role of an exporter of this important raw material. The exact conditions for processing Ilmenite into products for sand proficiency levels as well as industrial raw material pigments are not yet known. Improved grade of titanium dioxide as a separation process should be supported by research on natural raw material sources that can be used. One raw material is waste zircon sand in Central Kalimantan (Borneo), which contains 80-90% of Ilmenite. The purpose of this research was to determine the effect of aeration time and concentration of salt catalyst ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) on the transformation rate of iron ( $\text{Fe}$ ) into iron oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), where iron oxide and titanium dioxide was separated by acid leaching process to produce pure titanium dioxide. The titanium oxide purification process adopted from Becher process which is the process of oxidation, reduction, aeration, leaching, stripping, and calcination. In this experiment, the fixed variables used were time of oxidation and reduction of 3 hours and time of calcination of 3 hours. The changing variables used were aeration time of 2, 4, 6, and 8 hours; and concentration of salt catalyst ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) of 1%, 2%, and 3%. XRD (X-ray Diffraction) qualitative analysis and GSAS (General Structure Analysis System) quantitative analysis on the results showed an increase in  $\text{TiO}_2$  content on all the variables. The process of increasing  $\text{TiO}_2$  content at a variable of 1%  $\text{NH}_4\text{Cl}$  gave the best result. The greater the concentration of  $\text{NH}_4\text{Cl}$  catalyst, the smaller the  $\text{TiO}_2$  increase. The best time for improving the grade of  $\text{TiO}_2$  was 4 hours, proven by a very effective transformation of  $\text{Fe}$  into  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . The result of research gave a potential concentration of titanium dioxide was 45.86% with aeration process time of 4 hours and  $\text{NH}_4\text{Cl}$  concentration of 1%.

**Keywords :**  $\text{TiO}_2$ ; Ilmenite; Aeration process;  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ; Becher process

### 1. PENDAHULUAN

Kebutuhan titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) di Indonesia semakin tinggi sehingga berdampak pada pertumbuhan ekonomi dalam negeri. Untuk itulah harus dicarikan jalan keluar agar jumlah impor  $\text{TiO}_2$  ini dapat kita kurangi dengan mencari alternatif lain yaitu memproduksi  $\text{TiO}_2$  dengan memanfaatkan pasir ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ) yang ada di Indonesia. Mineral ilmenite banyak terdapat dalam hasil samping penambangan timah di Pulau Bangka dengan kandungan ilmenite hingga 90% dan juga dalam pasir besi di pantai selatan Jawa Tengah dengan kandungan Ilmenit hingga 6% (Hendratno 1999; Sumardi 1999). Kandungan titanium pada ilmenite dapat direaksikan dengan beberapa bahan aditif lain dan dapat menghasilkan sifat baru yang sangat baik untuk aplikasi ilmenite.

Penggunaan titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) sintesis baik dalam bentuk tetragonal rutile ataupun anatase sangat banyak dipakai dalam industri antara lain sebagai pigment pemutih, pigmen warna superior (warna putih), bahan utama keramik untuk elektronik ( $\text{BaTiO}_3$ ), bahan baku untuk pembuatan  $\text{TiO}_2$  polimeric precursor yang sangat penting untuk pembuatan bahan-bahan keramik maju, antara lain pelapisan optik (film-optic), bahan electro-optik dan bahan komposit polimer keramik (Ceramer) (Fadli A, 2004).

Metode peningkatan kemurnian titanium dioksidadiantaranya adalah *leaching* dengan sulfat yaitu proses becher, proses sulfat yang diperbaiki oleh BHP Biliton, proses termoklorida, proses leaching klorida, dan proses kaustik (soda) (Zhang, 2011). Proses becher sebagai salah satu proses yang sudah diterapkan di Negara-negara maju seperti Australia, Amerika dan China. Oleh karena itu, pembuatan pabrik  $\text{TiO}_2$  sangat penting diterapkan di Indonesia untuk mengetahui kondisi proses yang potensial sesuai dengan bahan baku pasir ilmenite yang berasal dari Indonesia (Kalimantan tengah), hal ini dikarenakan sumber bahan baku yang melimpah dan industri cat yang sedang berkembang. Pemurnian Ilmenite mempunyai keuntungan yang lebih karena selain menghasilkan pigment  $\text{TiO}_2$ , hasil samping proses yang berupa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  juga dapat menjadi pigment berwarna merah.

Kemurnian kandungan  $\text{TiO}_2$  yang tinggi didapatkan dengan pemisahan Besi dan  $\text{TiO}_2$  yang sempurna. Setelah proses pemisahan, besi perlu dihilangkan dengan mengubah besi menjadi besi oksida lalu dihilangkan dengan proses leaching asam ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) untuk meningkatkan  $\text{TiO}_2$ . Penelitian pengolahan Ilmenite dengan proses becher pernah dilakukan oleh Justin Mark Ward pada tahun 1999 dengan variasi katalis. Dari hasil penelitian disebutkan bahwa katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$  merupakan katalis yang paling baik

\*) Penulis Penanggung Jawab

untuk proses aerasi besi menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sehingga terjadi peningkatan kemurnian  $\text{TiO}_2$  yang signifikan dalam proses aerasi. Oleh karena itu kami menggunakan proses Becher dalam meningkatkan kemurnian  $\text{TiO}_2$  dengan variasi konsentrasi katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan waktu perubahan besi menjadi besi oksida, sehingga didapatkan konsentrasi yang sesuai untuk menghasilkan  $\text{TiO}_2$ .

Dalam penelitian ini akan dikaji cara memisahkan  $\text{TiO}_2$  dengan Fe pada bahan baku Ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ) sisa pasir zircon yang berasal dari Kalimantan Tengah, menganalisa kandungan  $\text{TiO}_2$  padaperubahan konsentrasi katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan waktu aerasi pada proses oksidasi Fe, variabel yang paling potensial, konstanta kecepatan reaksi pada tiap konsentrasi katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , dan *yield* yang dihasilkan.

## 2. BAHANDAN METODE

### Bahan Baku

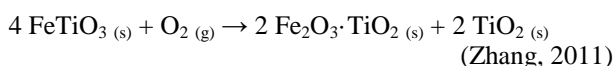
Bahan baku berupa ilmenitesisa pasir zircon yang berada di Kalimantan tengah. Bahan karbon yang dipakai untuk proses reduksi berupa karbon batubara (*coal*) yang di ambil dari provinsi banten. Sulfur,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  diperoleh dari toko kimia di daerah Tangerang Selatan.

### Preparasi Bahan Baku

Bahan baku Ilmenite, carbon, dan sulfur di *milling* didalam *disc mill* dan dilakukan *sieving* dengan ukuran  $\leq 200$  Mesh. Hasil *sieving* bahan baku Ilmenite dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif kandungan bahan baku untuk diproses. Hasil Analisa XRD bahan baku :  $\text{FeTiO}_3$  87,75%,  $\text{ZrSiO}_4$  12,25%.

### Proses Oksidasi

Proses oksidasi dilakukan dengan memasukkan bahan baku ilmenite  $\leq 200$  Mesh ke dalam *tube stainless steel* yang berukuran H = 16 cm, ID= 3.65 cm kemudian dimasukkan ke *tubular furnace* pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 3 jam dengan proses terbuka agar oksigen masuk kedalam *tubular furnace* sehingga dihasilkan senyawa pseudobrookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ).

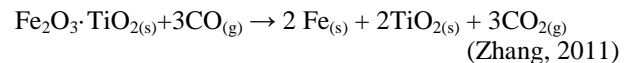


### Proses Mixing

Hasil oksidasi kemudian di *milling* kembali didalam *disc mill* dan dilakukan *sieving* dengan ukuran  $\leq 200$  Mesh. Hasil *sieving* di campurkan dengan karbon sebanyak 18,03% dan sulfur sebanyak 5% dari berat Ilmenite didalam *V shaped mixer* selama 45 menit.

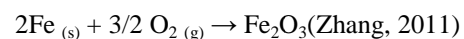
### Proses Reduksi

Hasil *mixing* kemudian di masukan kedalam *tube stainless steel* lalu dimasukan ke dalam *tubular furnace* pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 3 jam tanpa diberikan Oksigen (tertutup) dan diberikan gas inert (Argon). Proses reduksi Besi Oksida akan menghasilkan besi logam (Fe) yang bersifat magnet kuat.

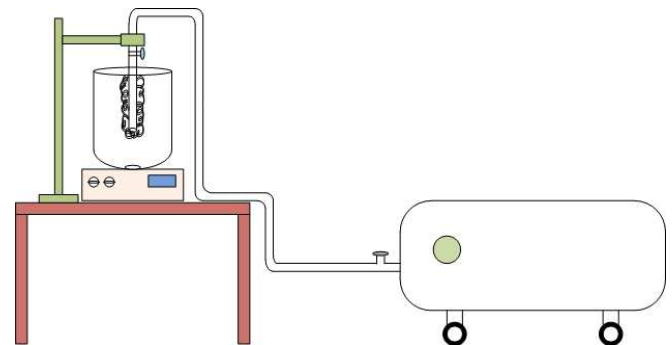


### Proses Aerasi pada reaktor *Bubble Batch*

Hasil reduksi di *milling* kembali didalam *disc mill* dan dilakukan *sieving* dengan ukuran  $\leq 325$  Mesh. Hasil *sieving* kemudian ditimbang sebanyak 100gr/sampel, jumlah variabel adalah 12 sehingga dibutuhkan 1,2 kg hasil reduksi yang sudah berukuran  $\leq 325$  Mesh. Buat larutan ammonium klorida sesuai dengan variabel ubah yaitu : 1%, 2%, dan 3%. Masukan 100 gr hasil reduksi yang sudah berukuran 325 mesh ke dalam beaker glass (reaktor) yang berisi larutan ammonium klorida sesuai dengan variabel ubah dengan penambahan udara yang sudah terinstalasi di berikan melalui kompresor. Terjadi agitasi di dalam reaktor sehingga besi akan semakin cepat berkarat dan mengendap ke bawah menjadi partikel yang sangat halus.



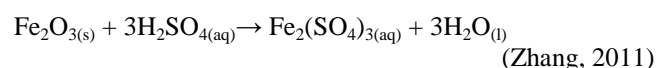
Proses Aerasi dilakukan sesuai variabel konsentrasi katalis garam  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1%, 2% dan 3% selama 2, 4, 6 dan 8 Jam dengan Volume larutan 700 ml pada suhu  $80^\circ\text{C}$ .



Gambar 1. Gambar Rangkaian Alat Proses Aerasi

### Proses Leaching

Hasil reaksi pada Aerasi dilanjutkan dengan proses penghilangan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan melakukan *leaching* asam dalam larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M pada suhu  $90^\circ\text{C}$  selama 90 menit. Larutan tersebut disaring dan didapatkan filtrat tersebut adalah  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  dan padatan tersebut adalah  $\text{TiO}_2$ .



### Proses Stripping

Hasil padatan dari leaching asam adalah  $\text{TiO}_2$  yang masih banyak mengandung asam sehingga harus di larutkan dengan aquades agar sifat asam hilang, padatan dilarutkan dalam aquadest dengan volume 800 ml. Larutan didiamkan selama 1 hari hingga padatan terpisah dan mengendap ke bawah.

### Proses Kalsinasi

Padatan hasil stripping dimasukan kedalam cawan porselen, dandilakukan kalsinasi dalam furnace dengan suhu  $800\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Timbang berat akhir padatan hasil kalsinasi. Analisis hasil kalsinasi yang telah ditimbang berat dengan menggunakan XRD.

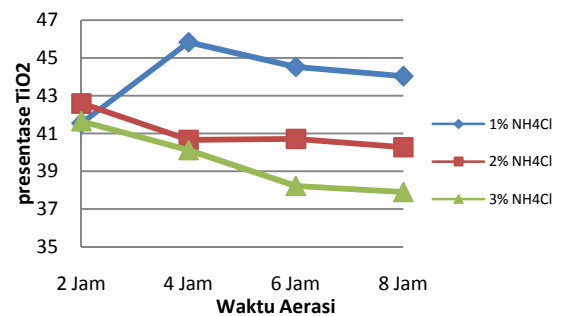
### Metode Analisis

Analisa Hasil dilakukan dengan alat instrumentasi X-Ray Diffraction (XRD) Shimadzu 7000 di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) Pusat Penelitian Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (PUSPIPTEK)Serpong, Tangerang Selatan. Proses hasil analisis dilakukan dengan cara kualitatif dan kuantitatif. Analisa kualitatif dilakukan dengan mencocokkan hasil peak dari XRD lalu di samakan peaknya dengan jenis mineral yang sama, dilakukan dengan bantuan software Match yang dilengkapi dengan database kristal. Analisa kuantitatif menggunakan software GSAS (general structure analysis system) dengan kalibrasi parameter material (kisi, sudut, dan ordinat kristal) terlebih dahulu.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

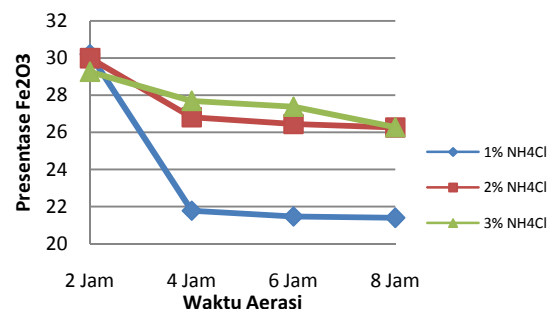
### Pengaruh Waktu dan Katalis $\text{NH}_4\text{Cl}$ terhadap Persentase $\text{TiO}_2$ pada Proses Aerasi

Grafik1 menunjukan bahwa penambahan katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang berlebih justru mengurangi Persentase  $\text{TiO}_2$ . Hal ini dikarenakan penambahan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang berlebih mengakibatkan kandungan oksigen didalam larutan semakin kecil sehingga mempengaruhi terbentuknya besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) yang selanjutnya akan dipisahkan dengan proses *leaching*. Pada proses aerasi,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  tidak beraksi dengan Fe dan  $\text{TiO}_2$  akan tetapi berfungsi sebagai katalis karena laju korosi akan semakin cepat ketika ada penghantar electron didalamnya seperti  $\text{NH}_4^+$  dan  $\text{Cl}^-$  yang berfungsi untuk mencegah pasivasi. Namun demikian penggunaan larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  harus sesuai dengan konsentrasinya yaitu pada kondisi konsentrasi rendah 1 % yang mana akan lebih menguntungkan dalam proses aerasi (Paten US, 1997).

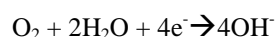
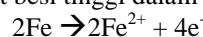


Grafik 1. Pengaruh Persentase  $\text{TiO}_2$  pada Waktu Aerasi  
Salah satu proses yang meningkatkan kandungan  $\text{TiO}_2$  adalah kesempurnaan pemisahan antara  $\text{TiO}_2$  dengan besi (Fe), oleh karena itu proses oksidasi besi harus berjalan sempurna yang selanjutnya akan di leaching dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Faktor yang mempengaruhi laju oksidasi besi adalah kelarutan oksigen. Oksigen yang terlarut akan menyebabkan terjadinya korosi pada besi. korosi pada besi akan bertambah dengan meningkatnya kandungan oksigen dalam air. Kelarutan oksigen dalam air merupakan fungsi dari tekanan, temperatur dan kandungan klorida. Untuk tekanan 1 atm dan temperatur kamar, kelarutan oksigen adalah 10 ppm dan kelarutannya akan berkurang dengan bertambahnya temperatur dan konsentrasi garam (Junaidi, 2012). Penambahan Ammonium Klorida lebih dari 1% akan menghambat reaksi Aerasi. Hal ini juga dikarenakan semakin tinggi konsentrasi Ammonium maka akan semakin rendah kadar oksigen yang terlarut dalam proses pengkaratan tersebut (Walter Hoecker, 1997).

### Pengaruh Waktu dan Katalis $\text{NH}_4\text{Cl}$ terhadap Persentase $\text{Fe}_2\text{O}_3$ pada Proses Aerasi



Pengkaratan mengacu pada proses di mana oksida besi mengendap di dalam pori-pori ilmenite sehingga kadar total zat besi tinggi dalam produk rutil sintetik ( $\text{TiO}_2$ ).



Grafik 2. Pengaruh Persentase  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada Waktu Aerasi

Dapat dilihat pada grafik 2 bahwa setiap jam akan terjadi penurunan persentase  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang terdapat pada hasil akhir proses adalah Fe yang tidak berubah menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada saat reaksi di reaktor bubble batch sehingga saat

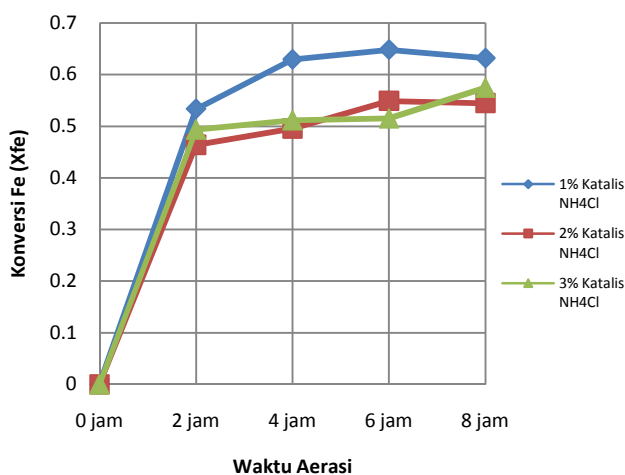
proses kalsinasi Fe, Fe berubah menjadi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Dari grafik 2, dapat disimpulkan bahwa pada waktu 4 jam Fe sudah tidak signifikan bereaksi menjadi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sehingga dapat dilihat perancangan yang optimum pada proses di reaktor batch adalah 4 jam. Pada pemilihan konsentrasi katalis, konsentrasi katalis yang paling efektif adalah konsentrasi katalis NH<sub>4</sub>Cl sebesar 1%.

Proses oksidasi besi (Fe) oleh oksigen terlarut terjadi dalam larutan NH<sub>4</sub>Cl encer. Amonium klorida memberikan manfaat dalam peningkatan laju korosi besi, tindakan pengikatan NH<sub>4</sub><sup>+</sup> ini sangat penting untuk mencegah pasivasi (Mandyczewsky, 1997). Ion amonium mampu menghapus lapisan pasif udara yang terbentuk pada logam besi selama proses aerasi.

Ammonium klorida ditambahkan sebagai katalis untuk mempercepat proses aerasi. Pengaruh ion amonium dan klorida tentu saja sangat relevan dengan proses Becher. Dalam proses aerasi, besi teroksidasi cepat menjadi ion besi kompleks dengan penambahan ammonium dan kemudian keluar dari pori-pori (Kim et al, 1997). Molekul ammonium berinteraksi langsung dengan atom besi untuk menghapus lapisan aktif yang terbentuk di permukaan besi, sehingga kadar total komponen besi tinggi (pembentukan korosi tinggi).

### Pengaruh Waktu Aerasi terhadap Konversi Fe

Plot Konversi Besi (Fe) sebagai fungsi waktu ditunjukkan pada grafik 3. Dapat dilihat setiap jam reaksi maka konversi akan terus meningkat, akan tetapi terjadi pelambatan setelah 4 jam dan mulai stabil. Dari grafik tersebut dapat dilihat peningkatan konversi yang tajam pada saat reaksi berlangsung selama 4 jam. katalis yang efektif digunakan adalah dengan komposisi 1% NH<sub>4</sub>Cl.

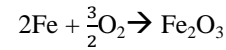


Grafik 3. Hubungan Konversi Fe dengan Waktu

$$\text{Konversi } (X_{\text{Fe}}) = \frac{\text{banyaknya Fe yang bereaksi}}{\text{banyaknya Fe mula-mula}} \quad (1)$$

\*) Penulis Penanggung Jawab

Dari Persamaan (1) di sebutkan bahwa konversi diperoleh dari berat Fe yang bereaksi dibagi dengan banyaknya berat Fe mula-mula, dimana Fe yang bereaksi merupakan berat besi mula-mula dikurangi besi sisa. Berat Fe sisa dapat dihitung dari jumlah Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk pada hasil kalsinasi dengan menganggap reaksi yang terjadi adalah sempurna.



Pada reaksi di reaktor, Fe bereaksi menjadi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lalu di leaching dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sehingga Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan hilang karena bereaksi menghasilkan senyawa Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>. Pada akhir proses, Fe yang masih belum berubah menjadi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> masih berada pada padatan yang basah (padatan hasil leaching) yang kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa asam yang masih tersisa. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan kembali terbentuk ketika proses kalsinasi pada suhu 800°C dilakukan. Sehingga hasil akhir Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> merupakan Fe sisa yang tidak bereaksi di dalam reaktor.

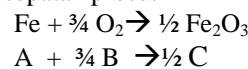
Hasil analisa GSAS XRD dapat dinyatakan dalam persentase, sedangkan berat awal dan akhir sudah ditimbang, sehingga diketahui berat awal dan akhir (setelah reaksi).

Tabel 1. Jumlah Massa (gr) Sampel akhir (produk)

Konsentrasi NH <sub>4</sub> Cl	Komposisi	BERAT (gr)			
		2 Jam	4 Jam	6 Jam	8 Jam
1%	TiO <sub>2</sub> Rutile	30,727	37,369	34,978	36,316
	ZrSiO <sub>4</sub>	10,237	8,568	11,154	12,207
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22,354	17,763	16,865	17,651
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub>	10,652	17,820	15,553	16,306
	Σ	<b>73,970</b>	<b>81,520</b>	<b>78,553</b>	<b>82,480</b>
2%	TiO <sub>2</sub> Rutile	36,495	36,684	33,276	33,477
	ZrSiO <sub>4</sub>	9,974	13,305	12,160	13,123
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	25,707	24,192	21,623	21,833
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub>	13,513	16,020	14,661	14,677
	Σ	<b>85,69</b>	<b>90,200</b>	<b>81,720</b>	<b>83,110</b>
3%	TiO <sub>2</sub> Rutile	34,561	33,958	32,450	29,403
	ZrSiO <sub>4</sub>	9,288	13,133	15,007	13,833
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24,286	23,431	23,249	20,396
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub>	14,865	14,098	14,175	13,949
	Σ	<b>83,000</b>	<b>84,620</b>	<b>84,880</b>	<b>77,580</b>

### Prediksi Model Kinetika Reaksi

Pada proses oksidasi besi reaksidimungkinkan terjadi pada fase gas (udara O<sub>2</sub>) dan fase solid (Fe), akan tetapi menurut Lascaray (1949) reaksi pada fase solid lah yang dominan sehingga kinetika reaksi ditentukan oleh kecepatan difusi gas ke dalam fase solid dan reaksi antara gas dan solid di fase solid yang dapat disajikan ke dalam persamaan kecepatan proses



### Kecepatan difusi gas ke fase solid:

$$-r_B = k_p (C_B^* - C_{B1}) \text{ mgrek/gsolid/menit} \quad (2)$$



Dengan :

$C_B^*$  = konsentrasi gas di fase solid yang seimbang dengan konsentrasi gas difase solid atau  $C_B^* = k C_{B2}$

$C_{B1}$  = konsentrasi gas di fase solid, mgrek / g solid

$C_{B2}$  = konsentrasi gas di fase gas

$k_b$  = konstanta kecepatan difusi gas ke fase solid, menit<sup>-1</sup>

**Kecepatan reaksi di fase solid:**

$$r_B = r_A = k_1 C_A C_{B1} \quad (3)$$

dengan :  $C_{B1}$  = konsentrasi gas di fase solid

$C_A$  = konsentrasi solid (Fe)

Untuk mencari langkah yang mengontrol pada kinetika reaksi, disusun neraca massa gas dan neraca massa solid di fase solid sebagai berikut :

$$\frac{dC_{B1}}{dt} = k_b (C_B^* - C_{B1}) - k_1 C_A C_{B1} \quad (4)$$

Bila jumlah gas berlebihan dan transfer massa gas ke fase solid sangat cepat, maka fase solid dianggap selalu jenuh dengan gas, maka  $C_{B1} = C_B^*$  yang bernilai konstan pada suhu tertentu,

$$\frac{dC_A}{dt} = -k_1 C_A C_{B1} \quad (5)$$

Karena udara yang diberikan berlebihan, maka reaksi menjadi orde 1 semu,  $k_1 C_{B1} = k'$  sehingga :

$$\frac{dC_A}{dt} = -k' C_A \quad (6)$$

$$\ln \frac{C_A}{C_{A0}} = -k' t \quad (7)$$

$$\ln(1 - X) = -k' t \quad (8)$$

$$-\ln(1 - X) = k' t \quad (9)$$

$$y = m x \quad (10)$$

dimana:

$k'$  = konstanta kecepatan reaksi orde satu semu, 1/jam

$t$  = waktu reaksi, jam

(Levenspiel, 1999)

Tabel 2. Hasil Perhitungan Konstanta Kecepatan Reaksi

Konsentrasi NH <sub>4</sub> Cl	t(x)	Xa
1%	0	0
	2	0,534
	4	0,629
	6	0,648
2%	8	0,632
	0	0
	2	0,464
3%	4	0,495
	6	0,549
	8	0,545
3%	0	0

\*) Penulis Penanggung Jawab

2	0,493
4	0,511
6	0,515
8	0,575

Dari tabel2, diperoleh hasil konstanta kecepatan reaksi orde satu semu sebagai berikut:

$k'$  Fe pada variabel NH<sub>4</sub>Cl 1% = 0,113995/jam

$k'$  Fe pada variabel NH<sub>4</sub>Cl 2% = 0,087379/jam

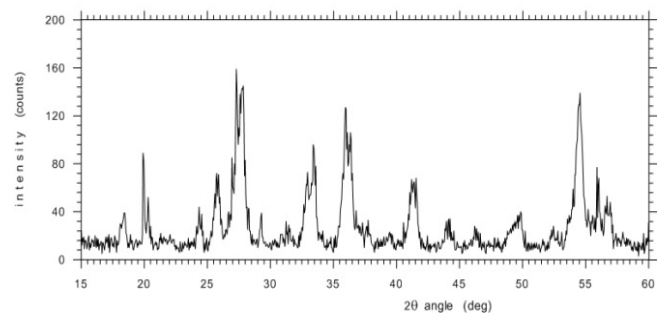
$k'$  Fe pada variabel NH<sub>4</sub>Cl 3% = 0,087785/jam

**Variabel yang Potensial**

Pada Tabel 3 menunjukkan bahwa kondisi yang paling potensial terdapat pada variabel 4 jam dengan katalis NH<sub>4</sub>Cl 1% karena mengandung 45,84% TiO<sub>2</sub>. Berat awal sama dengan variabel lain yaitu 100 gr dan berat akhir setelah proses adalah 81,52 gr, terlihat dari tabel 1 variabel 4 jam dengan katalis NH<sub>4</sub>Cl 1%.

Tabel 3. Persentase Sampel Ilmenite hasil Akhir

Konsentrasi NH <sub>4</sub> Cl	Komposisi	Persentase (%)			
		2 Jam	4 Jam	6 Jam	8 Jam
1%	TiO <sub>2</sub> Rutile	41,54	<b>45,84</b>	44,53	44,03
	ZrSiO <sub>4</sub>	13,84	10,51	14,20	14,80
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30,22	21,79	21,47	21,40
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub>	14,40	21,86	19,80	19,77
2%	TiO <sub>2</sub> Rutile	42,59	40,67	40,72	40,28
	ZrSiO <sub>4</sub>	11,64	14,75	14,88	15,79
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30,00	26,82	26,46	26,27
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub>	15,77	17,76	17,94	17,66
3%	TiO <sub>2</sub> Rutile	41,64	40,13	38,23	37,9
	ZrSiO <sub>4</sub>	11,19	15,52	17,68	17,83
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	29,26	27,69	27,39	26,29
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub>	17,91	16,66	16,70	17,98

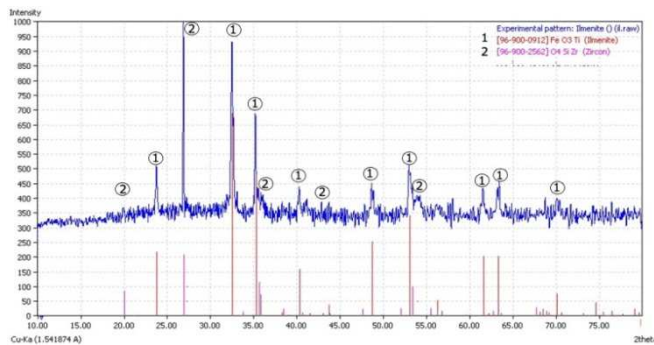


Gambar 1. Hasil Analisa XRD, Ilmenite variabel 1% NH<sub>4</sub>Cl 4 jam

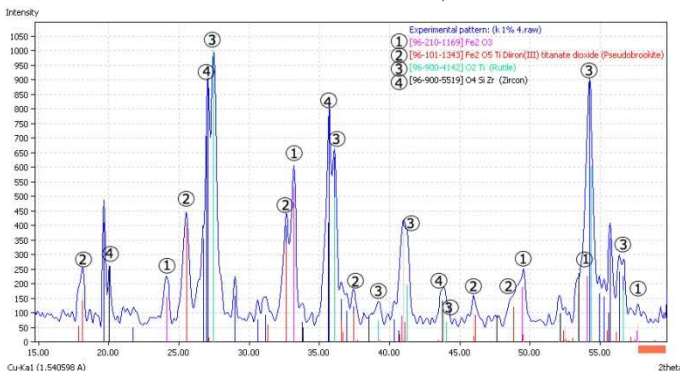
Dari gambar 1, banyak peak puncak yang terlihat. Peak puncak tersebut dimiliki oleh komponen-komponen senyawa tertentu. TiO<sub>2</sub> berada pada sudut 27,5 yang mana intensitas peak tersebut sangat tinggi. Untuk menentukan semua jenis senyawa yang ada pada powder perlu di analisa kualitatif dengan software match.

Berikut ini adalah hasil analisa kualitatif Match pada bahan baku Ilmenite dan hasil produk yang potensial, untuk

menentukan komponen yang terkandung didalam hasil variabel tersebut.:

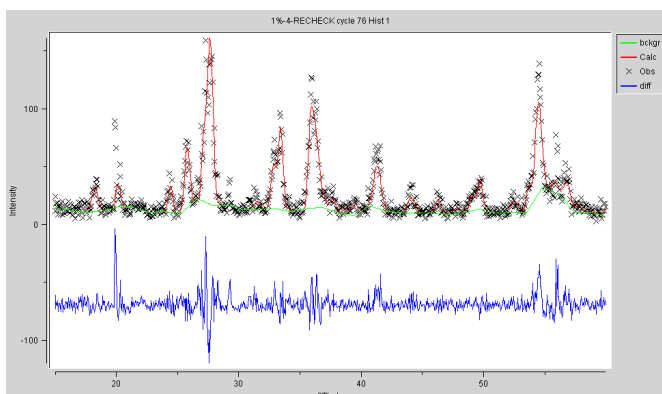


Gambar 2. Hasil Analisa Kualitatif Match, bahan baku Ilmenite



Gambar 3. Hasil Analisa Kualitatif Match, Ilmenite variabel 1% NH<sub>4</sub>Cl 4 jam

Dari gambar 2 dan 3 dapat dilihat TiO<sub>2</sub> dapat didapatkan dari bahan baku Ilmenite. Pada gambar 4.2 peak tersebut dimiliki oleh 2 komponen, yaitu Ilmenite (FeTiO<sub>3</sub>) pada peak nomor 1 dan ZrSiO<sub>4</sub> pada peak nomor 2. Pada gambar 4.3 peak tersebut dimiliki oleh 4 komponen yaitu TiO<sub>2</sub> pada peak nomor 3, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada peak nomor 1, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.TiO<sub>2</sub> (Fe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>) pada peak nomor 2, dan ZrSiO<sub>4</sub> pada peak nomor 4. Pada gambar 4.3 TiO<sub>2</sub> merupakan komponen yang intensitasnya paling terlihat diantara komponen yang lain. Untuk mengetahui presentase jumlah komponen tersebut harus melakukan uji analisa kuantitatif dengan GSAS (general structure analysis system) yang mana setiap senyawa harus dikalibrasi dengan parameter kristalografi masing – masing. Yaitu jenis kristal, sudut kristal, kisi kristal dan nilai x, y, z nya.



\*) Penulis Penanggung Jawab

$$CHI^{**2} = 1.732$$

GENLES Version Win32 Jun 13 02:16:45 2013

Gambar 4. Hasil Analisa Kuantitatif GSAS, Ilmenite variabel 1% NH<sub>4</sub>Cl, 4 jam

Dari tabel 4 hasil analisa GSAS, terlihat masih terdapat kandungan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.TiO<sub>2</sub> pada hasil akhir produk. Hal ini menunjukkan proses reduksi yang kurang sempurna sehingga menyebabkan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.TiO<sub>2</sub> tidak terkonversi total menjadi Fe dan TiO<sub>2</sub> sehingga pada akhir produk menjadi impuritas pada hasil produk TiO<sub>2</sub>.

Tabel 4. Hasil Analisa GSAS pada variabel Optimum (1% NH<sub>4</sub>Cl, 4 jam)

Spesifikasi	Fasa/Unsur Fraksi			
	TiO <sub>2</sub>	ZrSiO <sub>4</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub>
Nomer Fasa	1	2	3	4
Fraksi	7,77	0,39	0,62	0,62
Penggeseran	-0,16	0,37	-0,02	-0,01
Fraksi berat	<b>0,46</b>	<b>0,11</b>	<b>0,22</b>	<b>0,22</b>

### Yield tiap Variabel

Berat reaktan mula-mula = 100 gr

Tabel 5. Yield Ilmenite tiap Variabel

Variabel	Produkt	Yield = Produkt / reaktan	
			Konsentrasi
1%	2	73,97	0,7397
	4	81,52	0,8152
	6	78,55	0,7855
	8	82,48	0,8248
2%	2	85,69	0,8569
	4	90,20	0,9020
	6	81,72	0,8172
	8	83,11	0,8311
3%	2	83,00	0,8300
	4	84,62	0,8462
	6	84,88	0,8488
	8	77,58	0,7758

Dari Tabel 5, terlihat bahwa yield dari masing - masing variabel yang dihasilkan sebesar 70-90%, namun TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan masih sedikit. Hal ini disebabkan karena proses yang dilakukan kurang efektif sehingga TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan sedikit. Untuk meningkatkan hasil kandungan TiO<sub>2</sub>, perlu penambahan 3 buah alat yang membantu ke efektifan peningkatan kemurnian TiO<sub>2</sub> yaitu penambahan magnetic separator pada pemisahan raw material dengan zircon, hydrocyclone untuk memisahkan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk setelah proses di reaktor bubble batch dan spiral classifier untuk memastikan larutan Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> tidak terbawa kembali setelah proses leaching.

#### 4. KESIMPULAN

Dari hasil analisa XRD, titanium dioksida terbentuk dari bahan baku Ilmenit dengan kemurnian mencapai 45,84%, variabel yang potensial pada Proses Aerasi menggunakan Katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1% dan waktu proses selama 4 jam. Penambahan Katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang berlebih justru mengurangi Persentase  $\text{TiO}_2$  karena dapat menghambat reaksi oksidasi pada proses aerasi. Waktu yang paling baik untuk peningkatan  $\text{TiO}_2$  adalah 4 jam karena terjadi perubahan Fe menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  secara efektif sehingga konsentrasi  $\text{TiO}_2$  tinggi. Konstanta kecepatan reaksi besidengan katalis  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1%, 2%, 3% yaitu 0,114/jam; 0,0874/jam; 0,0878/jam dan yield yang dihasilkan dari masing-masing variabel berkisar 70-90%.

#### Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih kami sampaikan kepada seluruh tim Nano Center Indonesia, khususnya Bapak Dr. Nurul Taufiqqu Rachman, M.Eng yang sudah membantu penulis dalam pembiayaan penelitian, peminjaman lab di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI dan juga pengujian sampel di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) serta Bapak Ir. Yuswono yang sudah membantu penulis selama melakukan penelitian.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] El-Hazek, N., A. T., El Sheikh, R., (2007), Hydrometallurgical criteria for  $\text{TiO}_2$  leaching from Rosetta ilmenite by hydrochloric acid. *Hydrometallurgy.*, 87, 45-90.
- [2] Fadli, A., (2004), Pembuatan Pigment Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dari Ilmenit Hasil Samping Pengolahan Timah Di PT Tambang Timah Bangka. Skripsi, Teknik Kimia FT UNRI, Indonesia.
- [3] Hendratno, A., (1999), Pengembangan Industri Pertambangan di Wilayah DIY Bagian Selatan. *Prosiding Lokakarya Eksploitasi, Eksplorasi dan pengolahan Sumberdaya Mineral*, Fakultas Teknik, Jurusan Teknik Geologi. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- [4] Hoecker, W., (1997), Process for the production of synthetic rutile. *United States Patent*, No. 5601630.
- [5] Hugo, v., (2012), synthetic Rutile Production. *Iluka's*, Australia.
- [6] Levenspiel, O., (1999), *Chemical Reaction Engineering Third Edition*. John Wiley & Sons : USA Amerika.
- [7] Mark, J. W., (1999), Catalysed Aeration of Reduced Ilmenite. Curtin University of Technology. Australia.
- [8] Mandyczewsky, R., (1964), *Honours Thesis*, University of Western Australia.
- [9] Sasikumar, C., S. D., Srikanth, S., K. N., P. S., (2007), Dissolution studies of mechanically activated Manavalakurichi ilmenite with HCl and  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . *Hydrometallurgy.*, 88, 154-169.
- [10] Sumardi, C., (1999), Pembuatan Rutil ( $\text{TiO}_2$ ) Sintesis dari Ilmenit Hasil Samping Penambangan Timah Bangka. *Prosiding Lokakarya Eksploitasi, Eksplorasi dan Pengolahan Sumberdaya Mineral*. Fakultas Teknik, Jurusan Teknik Geologi Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- [11] Zhang, W., Zhu, Z., Yong, C., (2011), A literature review of titanium metallurgical processes. *Hydrometallurgy.*, 106, 177-188.