

**PROSES PEMISAHAN TiO_2 DARI MINERAL ILMENITE
DENGAN *LEACHING* MENGGUNAKAN ASAM KLORIDA**



Skripsi

**Diajukan untuk memenuhi sebagian dari persyaratan memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Ilmu Kimia**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SEBELAS MARET
SURAKARTA**

Juli, 2013

commit to user

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi
PROSES PEMISAHAN TiO_2 DARI MINERAL ILMENITE
DENGAN *LEACHING* MENGGUNAKAN ASAM KLORIDA

HARI HIDAYATTULLAH
M0308012

Skripsi ini dibimbing oleh :
Pembimbing Skripsi

Dr.Sayekti Wahyuningsih, M.Si
NIP. 19711211 199702 2001

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :
Hari : Kamis
Tanggal : 25 Juli 2013

Anggota Tim Penguji :

1. Dr.rer.nat Atmanto Heru Wibowo, M.Si 1.....
NIP.19740813 200003 1001
2. Teguh Endah Saraswati, M.Sc, Ph.D 2.....
NIP.19790326 200501 2001

Disahkan Oleh
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dr.Eddy Heraldry.,M.Si
NIP. 19640305 200003 1002

commit to user

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “PROSES PEMISAHAN TiO_2 DARI MINERAL ILMENITE DENGAN *LEACHING* MENGGUNAKAN ASAM KLORIDA” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.



Surakarta, 17 Juli 2013

HARI HIDAYATTULLAH

PROSES PEMISAHAN TiO_2 DARI MINERAL ILMENITE DENGAN *LEACHING* MENGGUNAKAN ASAM KLORIDA

HARI HIDAYATTULLAH

Jurusan Kimia. Fakultas MIPA. Universitas Sebelas Maret

ABSTRAK

Telah dilakukan proses pemisahan TiO_2 dari ilmenite Bangka dengan *leaching* menggunakan HCl dan penambahan Fe^0 melalui pre-oksidasi. Pre-oksidasi dilakukan variasi suhu kalsinasi dan proses *leaching* dilakukan dengan variasi konsentrasi HCl dan agen pereduksi Fe^0 . Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan difraksi sinar-X (XRD). Pola XRD hasil pre-oksidasi menunjukkan terjadi perubahan fase ilmenite menjadi fase TiO_2 , Fe_2O_3 (hematit) dan Fe_2TiO_5 (Pseudobrookite). Perubahan fase ilmenite menjadi TiO_2 ditandai dengan hilangnya intensitas ilmenite pada $23,95^\circ$, $32,73^\circ$, $35,40^\circ$ dan meningkatnya intensitas TiO_2 pada $25-27^\circ$, sedangkan perubahan fase ilmenite menjadi fase Fe_2O_3 dan Fe_2TiO_5 ditandai dengan hilangnya intensitas ilmenite pada $32,73^\circ$ dan $35,40^\circ$ dan meningkatnya intensitas pada $33-38^\circ$. Pola XRD hasil *leaching* menunjukkan terjadi perubahan fase transisi Fe_2TiO_5 menjadi TiO_2 (rutile sintetis). Rutile sintetis ditandai dengan hilangnya intensitas fase Fe_2TiO_5 pada $26,65^\circ$ dan meningkatnya intensitas rutile sintetis pada $27,49^\circ$. Variasi konsentrasi HCl yang digunakan tidak berpengaruh secara signifikan dalam pelarutan Fe maupun Ti. Sedangkan penambahan agen pereduksi tidak mempengaruhi pemisahan Fe dan Ti, tetapi diperlukan untuk mereduksi Fe(III) terlarut menjadi Fe(II). Pengendapan kembali filtrat setelah *leaching* dengan 2-propanol: H_2O = 8:2 menunjukkan perolehan kembali TiO_2 anatase dari ion Ti^{4+} yang terlarut.

Kata kunci : HCl, Ilmenite, *Leaching*, Pre-oksidasi Ilmenite, Titanium dioksida.

SEPARATION PROCESSING OF TiO_2 IN ILMENITE BY LEACHING USING CHLORIDE ACID

HARI HIDAYATTULLAH

Department of Chemistry, Mathematic and Natural Science Faculty,
Sebelas Maret University

ABSTRACT

Separation processing of TiO_2 in ilmenite Bangka with HCl leaching and addition of Fe^0 by pre-oxidation have been carried out. Pre-oxidation was conducted with variation temperature of calcination and leaching process was conducted with variation of HCl concentration and reducing agent. The products was characterized by X-ray diffraction (XRD). XRD patterns of the pre-oxidation products showed that the phase transition ilmenite to be TiO_2 (anatase), Fe_2O_3 (hematite) and Fe_2TiO_5 (Pseudobrookite) occurred. TiO_2 by the loss of ilmenite intensity at 23.95° , 32.73° , 35.40° and the increasing of TiO_2 intensity at $25-27^\circ$, 32.73° and 35.40° whereas Fe_2O_3 and Fe_2TiO_5 intensity at $33-38^\circ$. XRD patterns of leaching products showed that the phase transition Fe_2TiO_5 to be TiO_2 (synthetic rutile) occurred. Synthetic rutile by the loss of Fe_2TiO_5 intensity at 26.65° and the increasing of synthetic rutile intensity at 27.49° . Various of HCl concentration no significant effected in different dissolved of Fe and Ti. The higher of HCl concentration increases the dissolved of Fe and Ti while the addition of reducing agent doesn't affect the dissolution of Fe and Ti. Re-precipitation by 2-propanol/ H_2O (8:2) mixture on after leaching filtrate were produced TiO_2 from dissolved Ti^{4+} ions.

Key words : HCl, Ilmenite, Leaching, Pre-oxidized Ilmenite, Titanium dioxide.

MOTTO

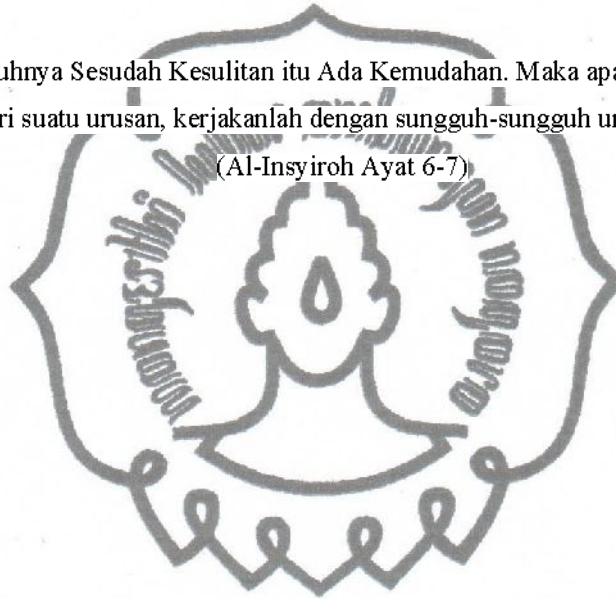
“Saat hidup merobohkanmu, kamu bisa memilih untuk bangkit atau tidak” ~

Jackie Chan

“The only way around is through” ~ Robert Frost

“Sesungguhnya Sesudah Kesulitan itu Ada Kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai dari suatu urusan, kerjakanlah dengan sungguh-sungguh urusan yang lain”

(Al-Insyiroh Ayat 6-7)



PERSEMBAHAN



Karya kecil ini kupersembahkan untuk
Allah SWT atas berkah, rahmat dan hidayahNya. Beserta
Nabi Muhammad SAW panutanku.

Keluargaku Tercinta atas segala pengorbanan yang tak akan pernah
bisa ku membalas setiap tetes keringat, doa dan air mata.

Fauchi Anatolia Ariyanti terimakasih untuk semua doa, waktu,
semangat, perhatian *and everything you have done to me.*

Teman-teman seperjuangan **Kimia angkatan 2008 (KIDAL)** dan
adik-adik **angkatan 2009** terimakasih atas transfer ilmu, doa, energi,
maupun materi yang selalu mendukung kelancaran perjalanan penulis

commit to user

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan hidayahNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi. Sholawat dan salam senantiasa penulis haturkan kepada Rosulullah SAW sebagai pembimbing seluruh umat manusia.

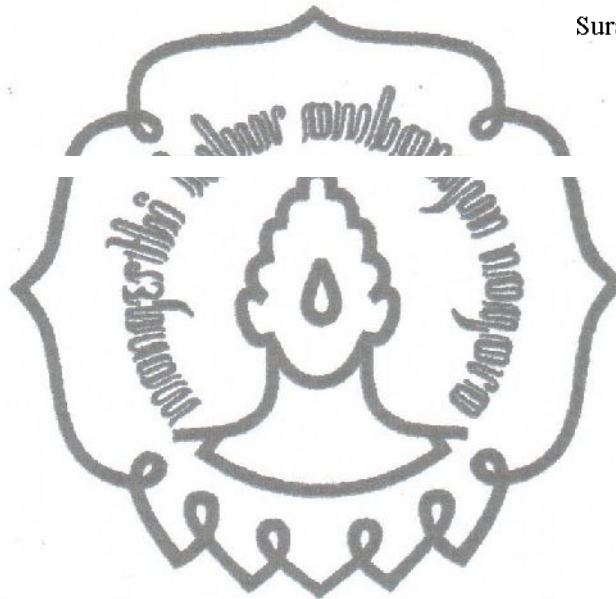
Skripsi ini tidak akan selesai tanpa adanya bantuan dari banyak pihak, karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Ir. Ari Handono Ramelan, M.Sc, (Hons) Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA UNS
2. Bapak Dr. Eddy Heraldly, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA UNS
3. Ibu Dr. Sayekti Wahyuningsih, M.Si selaku Pembimbing Akademik dan Pembimbing skripsi
4. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan kimia UNS yang telah memberikan ilmunya kepada penulis yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu
5. Bapak Edi Pramono, M.Si selaku ketua Laboratorium Kimia Dasar FMIPA UNS
6. Dr. rer. nat. Atmanto Heru Wibowo, M.Si selaku ketua Sub Laboratorium Kimia Laboratorium Pusat FMIPA UNS
7. Staf Laboratorium Kimia FMIPA dan Sub Lab Kimia Pusat UNS Surakarta
8. Bapak, Ibu dan adik yang selalu memberikan kasih sayang, semangat, dukungan, dan doa kepada penulis
9. Fauchi Anatolia Ariyanti yang selalu memberikan semangat, perhatian, dukungan dan doa kepada penulis
10. Teman-teman seperjuangan kimia 2008 yang telah membantu penulis dalam segala hal, serta semua pihak yang telah membantu sampai dengan skripsi ini selesai.

commit to user

Penulis menyadari bahwa banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran untuk menyempurnakannya. Namun demikian, penulis berharap semoga karya kecil ini bermanfaat bagi pembaca

Surakarta, Juli 2013



Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN ABSTRAK	iv
HALAMAN <i>ABSTRACT</i>	v
HALAMAN MOTTO	vi
PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Perumusan Masalah	3
1. Identifikasi Masalah	3
2. Batasan Masalah	5
3. Rumusan Masalah	5
C. Tujuan Penelitian	6
D. Manfaat Penelitian	6
BAB II LANDASAN TEORI	7
A. Tinjauan Pustaka	7
1. Ilmenite Alam	7
a. Keseimbangan Fase Ilmenite (FeOTiO_2), Rutile (TiO_2) Dan Hematit (Fe_2O_3)	8
b. Pre-oksidasi Ilmenite	10
c. Proses <i>Leaching</i> Ilmenite Dengan Asam Klorida	10
d. Serbuk Besi (Fe^0) Sebagai Agen Pereduksi Dalam Proses <i>Leaching</i>	11

commit to user

2. Titanium Dioksida (TiO_2).....	12
3. Manfaat Titanium Dioksida (TiO_2).....	13
4. Karakterisasi dan Identifikasi Ilmenite Bangka.....	14
a. Difraksi Sinar-X (XRD).....	15
b. Fluorescence Sinar-X (XRF).....	16
c. Spektroskopi Infra Merah (FT-IR).....	16
d. Spektrofotometer UV-Vis.....	17
e. Spektroskopi Serapan Atom.....	19
B. Kerangka Pemikiran.....	19
C. Hipotesis.....	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	22
A. Metode Penelitian.....	22
B. Waktu dan Tempat Penelitian.....	22
C. Alat dan Bahan Yang Digunakan.....	22
1. Alat.....	22
2. Bahan.....	23
D. Prosedur Penelitian.....	23
1. Karakterisasi mineral Ilmenite Bangka sebelum Proses <i>Leaching</i>	23
2. Pre-oksidasi Ilmenite Bangka.....	23
3. Proses <i>Leaching</i> Ilmenite Bangka.....	24
4. <i>Recovery</i> Ti Terlarut pada Filtrat Hasil <i>Leaching</i> Ilmenite.....	24
5. Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe.....	24
6. Pengukuran Konsentrasi Fe total dengan AAS.....	25
7. Pembuatan Kurva Kalibrasi TiO_2	25
8. Pembuatan Larutan Pereaksi untuk Pengukuran Konsentrasi Ti dengan UV-Vis.....	25
9. Pengukuran Konsentrasi Ti dalam Filtrat Hasil <i>Leaching</i> Dengan UV-Vis.....	26
1. Teknik Pengumpulan Data.....	26
2. Analisis Data.....	27

commit to user







BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	29
A. Karakterisasi Ilmenite Bangka	29
B. Pre-oksidasi Ilmenite Bangka.....	31
C. Proses <i>Leaching</i> Ilmenite Bangka	34
1. Pengaruh Konsentrasi HCl dan Penambahan Fe^0 pada Proses <i>Leaching</i> Ilmenite	35
2. Pengaruh Penambahan Serbuk Besi (Fe^0) pada Proses <i>Leaching</i> Ilmenite Bangka	36
3. Pengaruh Konsentrasi HCl pada Proses <i>Leaching</i> Ilmenite Bangka	38
4. <i>Recovery</i> Ti Terlarut pada Filtrat Hasil <i>Leaching</i> Ilmenite Bangka	39
BAB V PENUTUP	44
A. Kesimpulan	44
B. Saran	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	49

DAFTAR TABEL

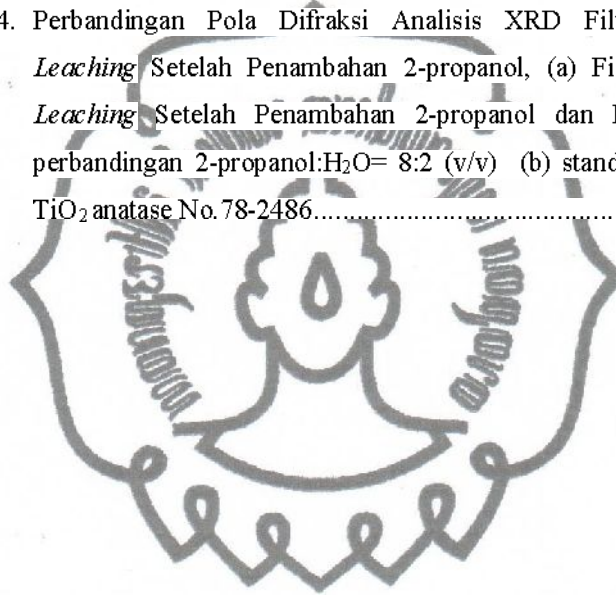
	Halaman
Tabel 1 Data Analisis XRF Ilmenite Bangka	29



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur Kristal Ilmenite.....	7
Gambar 2. Diagram Fase Ilmenite (FeTiO_3), Rutile (TiO_2) dan Hematit (Fe_2O_3).....	9
Gambar 3. Struktur Kristal <i>Anatase</i> TiO_2	13
Gambar 4. Struktur Kristal Rutile TiO_2	13
Gambar 5. Perbandingan Pola Difraksi Analisis XRD (a) Ilmenite Bangka (b) JCPDS Ilmenite (75-0519) (c) JCPDS TiO_2 Rutile (87-0710) (d) Hematit (87-0599).....	30
Gambar 6. Perbandingan Pola Difraksi Analisis XRD (a) Ilmenite Bangka dan Ilmenite Bangka setelah Pre-oksidasi pada Suhu (b) 400 °C (c) 500 °C (d) 600 °C (e) 700 °C (f) 800 °C (g) 900 °C (h) 1000 °C (i) 1100 °C.....	33
Gambar 7. Persentase Ilmenite Terlarut Hasil <i>Leaching</i> menggunakan HCl pada Konsentrasi  HCl 4M,  HCl 6M dan  HCl 8M dengan Perbandingan Ilmenite: Fe^0	35
Gambar 8. Perbandingan Pola Difraksi Analisis XRD Ilmenite Hasil <i>Leaching</i> dengan HCl 6M Perbandingan Ilmenite: Fe^0 (a) 5:1 (b) 4:1, (c) 3:1 dan (d) 2:1. Ilmenite dilakukan pre-oksidasi pada suhu 900 °C.....	35
Gambar 9. Persentase (a) Fe Terlarut (%) dan Ti Terlarut (%) Hasil <i>Leaching</i> Ilmenite Bangka pada Konsentrasi  HCl 4M,  HCl 6M dan  HCl 8M.....	37
Gambar 10. Presentase Fe dan Ti Terlarut (%) Hasil <i>Leaching</i> Ilmenite pada Perbandingan Ilmenite: Fe^0 = 5:1 (b/b).....	38
Gambar 11. Perbandingan Pola Difraksi Analisis XRD Ilmenite (a) Ilmenite Hasil Pre-oksidasi 1100 °C Setelah <i>Leaching</i> (b) Ilmenite Hasil Pre-oksidasi 1100 °C.....	39

- Gambar 12. Spektra Elektronik Filtrat Hasil *Leaching* pada Variasi Perbandingan 2-propanol:H₂O (v/v), (a) FeCl₂ (b) 9:1 (v/v) (c) 8:2 (v/v) (d) 7:3 (v/v) (e) 6:4 (v/v) dan (f) 5:5 (v/v) 40
- Gambar 13. Spektra FT-IR (a) TiO₂ Anatase (Prasetyawati, 2012) dan (b) Endapan yang Terbentuk setelah Penambahan 2-propanol dan H₂O pada Perbandingan 2-propanol:H₂O= 8:2 (v/v) 41
- Gambar 14. Perbandingan Pola Difraksi Analisis XRD Filtrat Hasil *Leaching* Setelah Penambahan 2-propanol, (a) Filtrat Hasil *Leaching* Setelah Penambahan 2-propanol dan H₂O pada perbandingan 2-propanol:H₂O= 8:2 (v/v) (b) standar JCPDS TiO₂ anatase No. 78-2486..... 42



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Proses <i>Leaching</i> Ilmenite Bangka dan <i>Recovery</i> Ti Terlarut pada Filtrat Hasil <i>Leaching</i>	49
Lampiran 2. Diagram Proses Perolehan TiO_2	51
Lampiran 3. Perhitungan Komposisi Larutan pada saat <i>Leaching</i>	52
Lampiran 4. Kurva Standar Fe Serta Perhitungan Presentase Fe Terlarut Hasil Analisis AAS	53
Lampiran 5. Kurva Standar Ti Serta Perhitungan Presentase Ti Terlarut Hasil Analisis UV-Vis	58

