

**SINTESIS TiOSO_4 SEBAGAI *NEW TANNING AGENT* DARI PASIR
ILMENIT DENGAN TEKNIK *LEACHING* MENGGUNAKAN H_2SO_4**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
Gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Ilmu Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta**



**Diajukan Oleh :
ULUL DUWI YULIANDA
No.Mahasiswa: 16612078**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2021**

**SINTESIS TiOSO_4 SEBAGAI *NEW TANNING AGENT* DARI PASIR
ILMENIT DENGAN TEKNIK *LEACHING* MENGGUNAKAN H_2SO_4**

SKRIPSI

yang diajukan oleh :

ULUL DUWI YULIANDA

No. Mahasiswa : 16612078

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Prodi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Tanggal 29 Desember 2021

Dewan Penguji



1. Prof. Dr.rer.nat. Ir. Agus Taftazani
2. Ir. Muzzaky, M.Si
3. Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc.
4. Salmahaminati, S.Si., M.Sc., Ph.D.

Tanda Tangan

.....

.....

.....

.....

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ulul Duwi Yulianda

NIM 16612078

Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa Skripsi saya dengan judul Sintesis TiOSO_4 sebagai *New Tanning Agent* dari Pasir Ilmenit dengan Teknik *Leaching* Menggunakan H_2SO_4 bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan didalam Skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan di dalam Skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 21 Desember 2021

Yang Menyatakan



Ulul Duwi Yulianda

NIM 16612078

KATA PENGANTAR

Bismillahirrohmanirrahim

Assalamu 'alaikum Warohmatullohi Wabarakatuh

Alhamdulillahirobbil'alamin, puji syukur kepada Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis TiOSO_4 sebagai *New Tanning Agent* dari Pasir Ilmenit dengan Teknik *Leaching* Menggunakan H_2SO_4 ”**. Skripsi ini dibuat dan diajukan untuk memenuhi syarat guna memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam di Universitas Islam Indonesia. Selain itu, tujuan dari penulisan skripsi ini adalah untuk memberikan pengetahuan kepada pembaca sintesis titanil sulfat dari pasir ilmenit menggunakan teknik *leaching*.

Selama penulisan skripsi ini, penulis banyak menerima bantuan dan dukungan sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

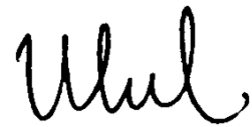
1. Prof. Riyanto, Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
2. Prof. Dr. Is Fatimah selaku Kepala Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Dr. Dwiarso Rubiyanto, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Prof. Dr.rer.nat. Ir. Agus Taftazani selaku dosen pembimbing 1 yang telah memberikan arahan dan masukan selama proses penelitian dan penyusunan skripsi.
5. Ir. Muzzaky, M.Si selaku dosen pembimbing 2 yang telah banyak meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan selama penelitian dan penyusunan skripsi.
6. Kedua orangtua dan keluarga saya yang selalu memberikan dukungan dan doa untuk saya selama kuliah hingga proses penelitian dan penyusunan skripsi.

7. Teman-teman saya yang telah menyemangati, membantu dan menemani saya dalam suka dan duka.
8. Serta semua pihak baik yang tidak dapat dituliskan satu persatu yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung demi terselesaikannya penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna karena adanya keterbatasan ilmu dan pengalaman yang dimiliki. Oleh karena itu, semua kritik dan saran yang bersifat membangun akan penulis terima dengan senang hati. Penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak yang memerlukan.

Wassalamu'alaikum Warohmatullohi Wabarakatuh.

Yogyakarta, 21 Desember 2021



Ulul Duwi Yulianda

DAFAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	ii
KATA PENGANTAR.....	iv
DAFAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR LAMIRAN.....	x
INTISARI	xi
ABSTRACT	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	13
1.1. Latar Belakang.....	13
1.2. Rumusan Masalah	15
1.3. Tujuan Penelitian.....	15
1.4. Manfaat Penelitian.....	15
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	16
2.1 Landasan Teori	16
BAB III DASAR TEORI	20
3.1 Ilmenit	20
3.2 Titanil Sulfat.....	20
3.3 <i>Leaching</i>	21
3.4 <i>X-ray fluorescence</i> (XRF)	23
3.5 <i>Atomic Absorption Spectrophotometry</i> (AAS).....	26
3.6 <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	27
BAB IV METODE PENELITIAN	29
4.1 Alat	29
4.2 Bahan.....	29
4.3 Cara Kerja.....	29
4.3.1 Preparasi Pasir Ilmenit	29
4.3.2 Sintesis Titanil Sulfat dengan Variasi Suhu <i>Leaching</i>	29
4.3.3 Sintesis Titanil Sulfat dengan Variasi Waktu <i>Leaching</i>	30
4.3.4 Sintesis Titanil Sulfat dengan Variasi Berat Ilmenit.....	30

4.4	Karakterisasi dan Analisis Hasil.....	30
4.4.1	Karakterisasi Pasir Ilmenit dengan XRF dan FTIR	30
4.4.2	Kandungan Residu <i>Leaching</i> dengan AAS.....	30
4.4.3	Analisis Filtrat Hasil Pemisahan Metanol dengan FTIR.....	30
4.5	Skema Penelitian	31
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN		32
5.1	Preparasi dan Karakterisasi Pasir Ilmenit.....	32
5.2	Proses <i>Leaching</i> Menggunakan H_2SO_4	33
5.3	Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu pada Proses <i>Leaching</i>	34
5.4	Pengaruh Variasi Berat Sampel Ilmenit	37
5.5	Analisis <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	38
5.6.1	Ilmenit	38
5.6.2	Titanil Sulfat ($TiOSO_4$)	39
5.6.3	Fero Sulfat ($FeSO_4$).....	42
5.6	Kinetika <i>Leaching</i> $FeSO_4$	45
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN.....		49
6.1.	Kesimpulan.....	49
6.2.	Saran	49
DAFTAR PUSTAKA		50
LAMPIRAN.....		55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Perbandingan Kekuatan Asam antar Senyawa	17
Gambar 3.1 Mineral Ilmenit	200
Gambar 3.2 Struktur Titanil Sulfat	200
Gambar 3.3 <i>Shrinking Core Model</i>	222
Gambar 3.4 Prinsip XRF	244
Gambar 3.5 Instrumentasi XRF	244
Gambar 3.6 Instrumentasi AAS.....	266
Gambar 3.7 “Interfotometer Michelson” dalam FTIR	288
Gambar 4.1 Skema Penelitian	311
Gambar 5.1 Hasil <i>Leaching</i> dengan H ₂ SO ₄	34
Gambar 5.2 Berat Residu Ilmenit pada Variasi Suhu dan Waktu <i>Leaching</i>	35
Gambar 5.3 Prosen Efisiensi <i>Leaching</i> pada Variasi Suhu dan Waktu <i>Leaching</i> .	36
Gambar 5.4 Konsentrasi Besi (Fe) Residu pada Suhu dan Waktu <i>Leaching</i>	36
Gambar 5.5 Diagram Hubungan Berat Sampel dengan Prosen Efisiensi Ti	38
Gambar 5.6 Spektra FTIR Ilmenit Sebelum dan Sesudah <i>Leaching</i>	39
Gambar 5.7 Spektra Titanil Sulfat pada Suhu 100°C dan Variasi Waktu Proses <i>Leaching</i>	40
Gambar 5.8 Spektra Titanil Sulfat pada Suhu 120°C dan Variasi Waktu Proses <i>Leaching</i>	41
Gambar 5.9 Spektra Titanil Sulfat pada Suhu 140°C dan Variasi Waktu Proses <i>Leaching</i>	42
Gambar 5.10 Spektra Ferro Sulfat pada Suhu 100°C dan Variasi Waktu Proses <i>Leaching</i>	43
Gambar 5.11 Spektra Ferro Sulfat pada Suhu 120°C dan Variasi Waktu Proses <i>Leaching</i>	44
Gambar 5.12 Spektra Ferro Sulfat pada Suhu 140°C dan Variasi Waktu Proses <i>Leaching</i>	44

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Perbandingan Metode Pembuatan Titanil Sulfat.....	19
Tabel 3.1 Mekanisme dan Persamaan <i>Shrinking Core Model</i> (SCM)	23
Tabel 5.1 Hasil Analisa Pasir Ilmenit dengan XRF.....	33
Tabel 5.2 Nilai Konstanta Laju Reaksi dan Koefisien Relasi (R^2) Tiap Kontrol pada Variasi Suhu	46
Tabel 5.3 Nilai Koefisien Relasi (R^2) masing-masing Konstanta	46
Tabel 5.4 Persamaan Garis dan Koefisien Relasi Tiap Konstanta Reaksi	47
Tabel 5.5 Nilai Energi Aktivasi.....	48

DAFTAR LAMIRAN

Lampiran 1. Grafik Hubungan antara Variasi Suhu dan Waktu <i>Leaching</i> dengan Hasil <i>Leaching</i> yang Terbentuk	54
Lampiran 2. Grafik Hubungan antara Variasi Berat Sampel dengan Hasil <i>Leaching</i> yang Terbentuk.....	56
Lampiran 3. Perhitungan Prosen Efisiensi pada Variasi Suhu dan Variasi Waktu <i>Leaching</i>	58
Lampiran 4. Perhitungan Prosen Efisiensi pada Variasi Berat Sampel.....	59
Lampiran 5. Perhitungan Kinetika Proses <i>Leaching</i>	60
Lampiran 6. Dokumentasi Proses Penelitian.....	70

SINTESIS TiOSO_4 SEBAGAI *NEW TANNING AGENT* DARI PASIR ILMENIT DENGAN TEKNIK *LEACHING* MENGGUNAKAN H_2SO_4

INTISARI

Ilmenit merupakan salah satu mineral sumber penghasil titanium yang penting. Titanium dalam bentuk titanil sulfat dapat diaplikasikan dalam sektor industri kulit (*leather*) sebagai alternatif agen *tanning* pengganti agen *tanning* kromium yang bersifat toksik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui proses sintesis titanil sulfat dan kinetika reaksi yang terjadi. Proses yang efisien untuk pembuatan titanil sulfat diusulkan melalui proses *leaching* dengan melarutkan ilmenit dalam asam sulfat. *Leaching* dilakukan pada variasi suhu 100°C , 120°C dan 140°C dengan variasi waktu 30, 60, 240, dan 360 menit serta variasi berat sampel 10, 15, 20 dan 30 gram. Padatan produk yang didapatkan dari hasil *leaching* dikarakterisasi dengan *Fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR). Residu hasil *leaching* dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Hasil penelitian ini, didapatkan kondisi optimum *leaching* pembentukan titanil sulfat terjadi pada suhu sebesar 140°C dan waktu 360 menit dengan nilai efisiensi sebesar 23,67% dan konsentrasi besi sebesar 13,68 ppm. Pada variasi berat hasil optimal didapatkan pada berat sampel 20 gram dengan nilai efisiensi sebesar 30,5%. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa adanya titanil sulfat yang terbentuk ditandai dengan puncak spektra pada kisaran $860\text{-}1130\text{ cm}^{-1}$. Pada analisis kinetika proses *leaching* menunjukkan bahwa reaksi *leaching* titanil sulfat dikendalikan melalui persamaan mekanisme difusi lapisan film, reaksi kimia, difusi lapisan produk baik padapartikel silinder dan *new shrinking core model* dengan energi aktivasi yang diperoleh masing-masing yaitu 6,60-37,74 KJ/mol. Berdasarkan hasil yang diperoleh dalam penelitian kali ini, dapat disimpulkan secara keseluruhan bahwa reaksi sintesis titanil sulfat dari mineral ilmenit semakin baik seiring dengan peningkatan suhu dan waktu *leaching* dengan energi aktivasi yang rendah.

Kata kunci : Ilmenit, asam sulfat, *leaching*, titanil sulfat

SYNTHESIS OF TiOSO_4 AS NEW TANNING AGENT FROM ILMENITE WITH LEACHING TECHNIQUE USING H_2SO_4

ABSTRACT

Ilmenite is an important source of titanium-producing minerals. Titanium in the form of titanyl sulfate can be applied in the leather industry as an alternative to the toxic chromium tanning agent. This aim of this study is to determine the process of synthesis titanyl sulfate and the kinetics of the reactions that occur. An efficient process for the synthesis of titanyl sulfate is proposed through a leaching process by dissolving ilmenite in sulfuric acid. Leaching was carried out at temperature variations of 100°C, 120°C and 140°C with time variations of 30, 60, 240, and 360 minutes as well as variations in sample weight of 10, 15, 20 and 30 grams. The product solids obtained from the leaching results were characterized using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The leaching residue was analyzed using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). The results obtained in this study showed that the optimum leaching conditions for the formation of titanyl sulfate occurred at a temperature of 140°C and a time of 360 minutes with a percent efficiency value is 23.67% and the concentration of iron produced is 13,68 ppm. In the weight variation, optimal results were obtained at a sample weight of 20 grams with a percents efficiency value is 30.5%. The results of the FTIR analysis showed that titanyl sulfate was marked with a peak spectra in the range of 860-1130 cm^{-1} . The kinetics analysis of the leaching process showed that the reaction rate of titanyl sulfate leaching was controlled by the diffusion of the reactants through the film around the solid surface with an activation energy is 6,60 KJ/mol. Based on the results obtained in this study, it can be concluded that the overall reaction for the synthesis of titanyl sulfate from ilmenite as weel as increasing the temperature and time of leaching with low activation energy.

Key words : Ilmenite, sulfuric acid, leaching, titanyl sulfate

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Ilmenit ($\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$ atau FeTiO_3) merupakan salah satu mineral dengan kandungan konsentrasi titanium yang tinggi di dalamnya yakni kurang lebih sebesar 21,02%. Adanya kandungan titanium tersebut, menjadikan ilmenit sebagai salah satu mineral yang memiliki nilai tambah yang signifikan. Senyawa titanium yang banyak dimanfaatkan pada berbagai sektor industri (Afanador, *et al.*, 2012), diantaranya yaitu industri cat, industri pembuatan kertas, industri keramik, industri farmasi (Zhang *et al.*, 2011) dan tak terkecuali industri kulit (*leather*) (Castiello *et al.*, 2011). Di sektor Industri kulit (*leather*), titanium dianggap sebagai salah satu agen pengganti penyamakan kromium (Ramamurthy *et al.* 2014).

Kromium telah digunakan sebagai agen penyamakan pada industri kulit (*leather*) yang paling populer dan diakui sebagai agen yang sempurna mengenai sifat yang diberikannya pada kulit seperti stabilitas hidrotermal yang tinggi, fleksibilitas, kelembutan dan ketahanan yang baik (Peng, *et al.*, 2007). Namun, biotoksisitas kromium telah menjadikan kromium berada di bawah tekanan regulasi internasional yang semakin ketat tentang produksi kulit bebas-kromium atau *chromium-free leather* (FOC) (Crudu, *et al.*, 2010). Mekanisme toksisitas dan karsinogenisitas kromium tersebut disebabkan oleh pembentukan spesies radikal bebas menyebabkan stres oksidatif sehingga menginduksi kerusakan pada DNA makhluk hidup (ATSDR, 2012), biotoksisitas kromium tersebut mendorong industri untuk beralih pada penyamakan bebas kromium.

Beberapa alternatif yang diusulkan sebagai agen pengganti kromium diantaranya yaitu silikat, alumunium dan titanium. Silikat telah lama diteliti sebagai agen penyamak kulit, namun potensi penyamakan silikat sendiri belum ditetapkan dan lebih digunakan sebagai pengisi dalam kulit kromium daripada sebagai bahan penyamakan. Sementara itu, alumunium juga dianggap sebagai penyamakan tidak lengkap karena tanpa kromium, aluminium tidak dapat membentuk kompleks koordinasi yang stabil (Chambard, 1978). Berbeda dengan dua agen penyamakan yang telah dijelaskan di atas, penyamakan titanium dianggap sebagai salah satu pengganti penyamakan krom yang paling menjanjikan di industri kulit. Dari sudut

pandang kimia, titanium memiliki kemiripan dengan kromium, dimana titanium memanfaatkan reaksi nukleofilik untuk mengikat kelompok karboksil dermis kulit (Peng, *et al.*, 2007).

Penyamakan titanium telah didokumentasikan dengan baik dalam literatur selama beberapa tahun terakhir ini dan berbagai penyamakan titanium menggunakan bahan dan metodologi yang berbeda, seperti titanium klorida, titanium oksalat dan titanium glukonat. Namun, bahan-bahan tersebut mendapatkan hasil yang tidak terlalu memuaskan. Sementara itu, titanil sulfat (TiOSO_4), digunakan sebagai bahan paling umum dalam proses penyamakan, dengan hasil produksi kulit yang menyerupai penampilan kulit penyamakan krom (Castiello *et al.*, 2011). Senyawa titanil sulfat memiliki kelebihan yaitu lebih aman dan ramah bagi lingkungan dikarenakan titanil sulfat (TiOSO_4) merupakan salah satu jenis *solid superacid* yakni suatu katalis yang dapat memberikan beberapa keuntungan diantaranya yaitu kemudahan pemisahan dari reaksi karena kemudahannya dalam mengionisasi bahkan pada suhu rendah (Sohn, 2004). Selain itu, disebutkan pula jika *solid superacid* tidak menyebabkan korosif dan kemudahan dalam *catalyst recovery* sehingga tidak memberikan masalah limbah pada lingkungan (Sohn, 2004).

Senyawa titanil sulfat diperoleh dari proses pengolahan mineral ilmenit yang merupakan salah satu mineral yang keberadaannya cukup melimpah di Indonesia diantaranya terdapat di beberapa daerah, seperti Kalimantan barat, pantai selatan jawa, dan kepulauan Bangka Belitung (Subagja, 2013). Keberadaan mineral Ilmenit tersebut ditemukan dalam bentuk pasir besi, pasir zirkonium ataupun sebagai mineral ikutan pada timah, dan nikel serta bauksit (Tampubolon, 2013). Pemanfaatan mineral ilmenit menjadi titanil sulfat juga dilakukan sebagai upaya mengimplementasikan Peraturan Menteri ESDM No.1 Tahun 2014 yang mewajibkan adanya peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian (Peraturan Pemerintah ESDM, 2014).

Dengan potensi ilmenit yang tinggi di Indonesia, mendorong peneliti tertarik untuk melakukan sintesis katalis *solid superacid* titanil sulfat (TiOSO_4) yang efisien dan aman digunakan untuk produksi *leather*. Metode sintesis yang digunakan oleh peneliti adalah metode *leaching* yang merupakan metode paling menguntungkan

untuk pemisahan senyawa besi dan titanium dalam mineral ilmenit (Chen, 1974). Sintesis diawali dengan proses grinding untuk mereduksi ukuran material, melepaskan ikatan dengan mineral pengikat serta meningkatkan reaktivitas kimia ketika proses *leaching* (Varon et al., 2008), kemudian dilakukan karakterisasi pasir ilmenit menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF). Selanjutnya dilakukan proses *leaching* dengan melakukan pencampuran mineral ilmenit ke dalam larutan asam sulfat. Suhu, rasio asam sulfat/mineral, dan waktu proses *leaching* digunakan sebagai parameter untuk menentukan sifat akhir dari titanil sulfat. Selanjutnya dilakukan pencucian padatan yang diperoleh dengan menggunakan etanol dan pemurnian titanil sulfat dengan metanol. dilakukan analisis menggunakan AAS (*Atomic absorption spectroscopy*) dan FTIR (*Fourier-transform infrared spectroscopy*).

1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana proses sintesis titanil sulfat (TiOSO_4) dari mineral ilmenit ?
2. Bagaimana kinetika reaksi pada proses sintesis tintanil sulfat (TiOSO_4) ?

1.3. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui proses sintesis titanil sulfat (TiOSO_4) dari mineral ilmenit menggunakan teknik *leaching*.
2. Untuk mempelajari kinetika reaksi pada proses sintesis tintanil sulfat (TiOSO_4).

1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah dapat menambah pengetahuan mengenai proses sintesis titanil sulfat (TiOSO_4) dari mineral ilmenit dengan proses *leaching* menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) dan kinetika reaksi dalam proses sintesis titanil sulfat (TiOSO_4) tersebut.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

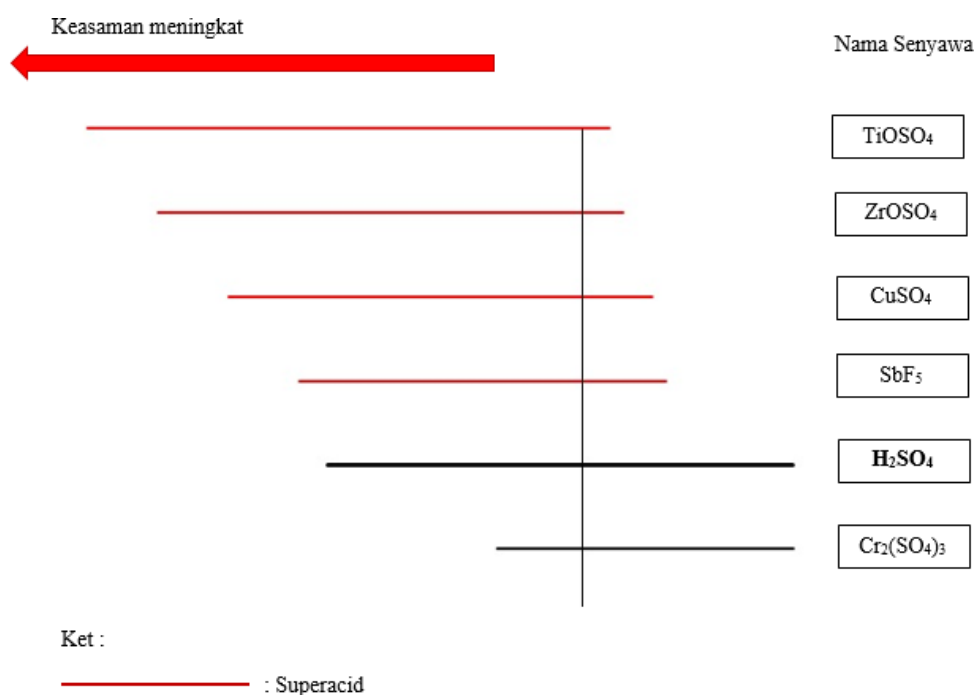
2.1 Landasan Teori

Peraturan Menteri ESDM No.1 Tahun 2014 yang mewajibkan adanya peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian (Peraturan Pemerintah ESDM, 2014). Mineral yang berpotensi besar untuk dikembangkan adalah mineral tanah diantaranya yakni ilmenit.

Ilmenit memiliki kandungan titanium yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang salah satunya yakni sebagai agen penyamakan dalam produksi *leather*. Menurut Crudu et.al (2014) titanium yang terikat pada sulfat atau titanil sulfat (TiOSO_4) yang bersifat non-toksik dapat dijadikan sebagai alternatif pengganti agen *tanning* yang sebelumnya yakni garam kromium yang bersifat toksik. Sistem *tanning* menggunakan kromium akhir-akhir ini berada di bawah tekanan terus menerus terkait regulasi internasional tentang *chromium-free leather* (FOC) dikarenakan polusi dan toksikologi yang disebabkan oleh kromium (Crudu, et al., 2010). Penyebab sifat biotoksik dari kromium adalah reaksi reduksi Cr^{6+} menjadi Cr^{3+} dengan zat antara berupa Cr^{4+} dan Cr^{5+} . Studi in vitro telah menunjukkan bahwa kromium, terutama Cr^{4+} , menghasilkan radikal bebas dari H_2O_2 . Pembentukan spesies radikal tersebut menyebabkan stres oksidatif yang menginduksi kerusakan pada DNA melalui mekanisme perubahan dalam replikasi, pertukaran kromatid, penyimpangan kromosom dan transkripsi DNA (ATSDR, 2012).

Agan *tanning* baru yang bersifat lebih ramah lingkungan banyak dikembangkan sebagai pengganti kromium. Titanium dalam bentuk titanil sulfat menjadi salah satu agen yang diusulkan untuk menggantikan kromium. Titanil sulfat adalah salah satu jenis *solid superacid* yang merupakan senyawa dengan kekuatan keasaman lebih dari H_2SO_4 ($H_0 < -11,94$), yang dikembangkan sebagai katalis kuat untuk berbagai reaksi (Sohn, 2004). Pengembangan dan pemanfaatan katalis solid superacid cukup penting untuk menggantikan katalis asam homogen yang memiliki beberapa kerugian jika diterapkan pada proses industri diantaranya pemborosan katalis dalam jumlah besar, korosi reaktor, polusi air oleh limbah dan kesulitan dalam katalis *recovery*. Ada beberapa jenis yang termasuk kategori katalis *solid superacid*

diantaranya, *mounted acid*, *combined acid*, *sulfate-promoted metal oxides* atau metal oksida yang terikat ion sulfat (Yamaguchi, 1990). Titanil sulfat termasuk dalam *solid superacid* jenis metal oksida yang terikat ion sulfat. Jenis *solid superacid* ini, diperoleh dari oksida metal seperti ZrO_2 , TiO_2 , Fe_2O_3 dengan senyawa sulfat yang dapat berasal dari H_2SO_4 atau $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Tingkat keasaman suatu *superacid* dapat ditentukan berdasarkan pada nilai *Hammet acidity function* (H_0), dari nilai tersebut menunjukkan bahwa titanil sulfat memiliki tingkat keasamaan tinggi, yang apabila digunakan sebagai katalis suatu reaksi, akan memberikan keuntungan dalam penghematan penggunaan katalis dan dampak yang ditimbulkan terhadap lingkungan (Yamaguchi, 1990). Perbandingan tingkat keasamaan dari masing-masing *solid superacid* dapat dilihat pada **gambar 2.1** di bawah ini.



Gambar 2.1 Perbandingan Kekuatan Asam antar Senyawa

Pembuatan senyawa titanil sulfat dari mineral ilmenit dilakukan dengan proses *leaching* atau ekstraksi padat-cair yang merupakan proses pemisahan suatu konstituen yang dapat larut (*solute*) pada suatu campuran dengan menggunakan pelarut asam dimana pada penelitian kali ini digunakan larutan asam sulfat. Pada perkembangan selanjutnya, berbagai bahan digunakan untuk mensintesis senyawa titanil sulfat dari mineral ilmenit diantaranya yaitu garam sulfat anorganik, sebagai

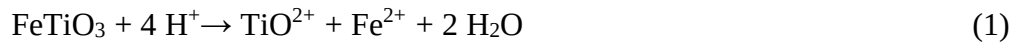
contoh amonium sulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Namun demikian, telah dilaporkan salah satunya di dalam penelitian yang dilakukan oleh Liu (2017) bahwa metode tersebut menghasilkan ko-dekomposisi Fe dari ilmenit bersulfat dengan persentase yang lebih sedikit. Selain itu, untuk memperoleh titanil sulfat, memerlukan metode yang cenderung lebih lama dan lebih rumit. Perbandingan kedua metode tersebut dapat dilihat pada **tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Perbandingan Metode Pembuatan Titanil Sulfat Han (1987) dan Liu (2017)

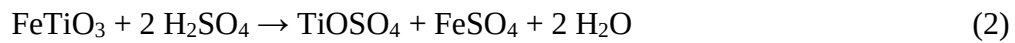
Referensi	Pembanding		
	Bahan	Metode	Pemisahan Fe
Han (1987)	Asam sulfat	Melakukan pencampuran ilmenit dengan asam sulfat yang dilakukan pada reaktor dengan suhu antara 85°C hingga 115°C .	35 % pada suhu 115°C
Liu (2017)	Amonium sulfat	Sampel ilmenit ditambahkan dengan amonium sulfat kemudian dipanaskan pada suhu mulai dari 250 hingga 420°C , di bawah nitrogen pada N_2 (99,99%) aliran $0,1\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$. Setelah reaksi, wadah ditarik keluar, dan ilmenit sulfat didinginkan pada suhu kamar dengan adanya aliran nitrogen. Selanjutnya dilakukan dekomposisi, dengan cara memanggang ilmenit sulfat lebih lanjut pada suhu mulai dari 440 hingga 570°C , di bawah nitrogen.	23% pada suhu 480°C

Oleh karena hal tersebut, maka pada penelitian ini pembuatan titanil sulfat dilakukan dengan cara metode yang lebih sederhana yakni proses *leaching*

menggunakan bahan baku pelarut asam sulfat (H_2SO_4). Reaksi pelarutan ilmenit dalam asam sulfat dapat dinyatakan sebagai reaksi berikut:



Persamaan diatas mengasumsikan bahwa tidak ada produk padat yang terbentuk selama reaksi pencucian, reaksi ini berlaku ketika konsentrasi asam sulfat kurang dari 16 M. Namun, ketika konsentrasi asam sulfat lebih besar dari 16 M, TiO^{2+} dan Fe^{2+} diendapkan sebagai TiOSO_4 dan FeSO_4 . Proses pembentukan produk padat TiOSO_4 FeSO_4 dapat dilihat pada reaksi 2 berikut : (Han,1987)

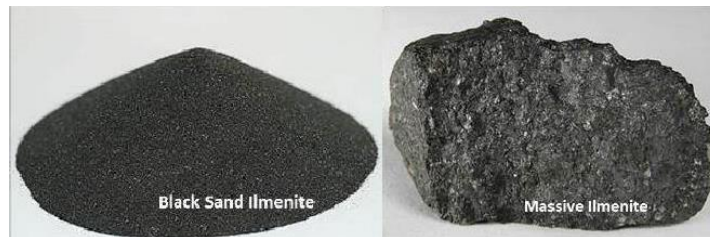


BAB III

DASAR TEORI

3.1 Ilmenit

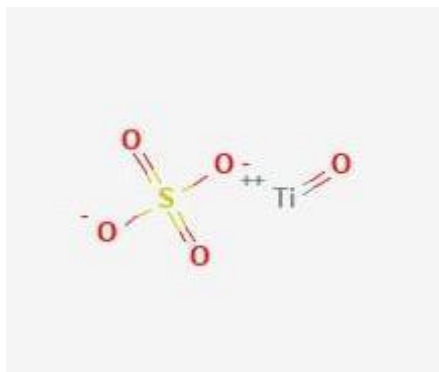
Ilmenit adalah mineral oksida besi-titanium hitam dengan komposisi kimia FeTiO_3 , pertama kali ditemukan di danau Ilmen, pegunungan Miask, selatan Ural Rusia. Mineral ilmenit dapat berupa batuan utuh dan padat atau sebagai pasir hitam (Habashi, 2016), seperti yang dapat dilihat pada **gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Mineral Ilmenit

Di Indonesia, ilmenit banyak ditemukan di beberapa pulau diantaranya Bangka Belitung, Kalimantan dan Pulau Jawa (Subagja, 2013). Ilmenit merupakan mineral dengan sifat fisik berupa batuan beku maupun butiran pasir berwarna hitam dan sedikit berkilau. Kandungan di dalam mineral ilmenit terdiri atas unsur Ti sebesar 31,57%, Fe sebesar 36,80% dan O sebesar 31,63% atau senyawa TiO_2 sebesar 52,66% dan senyawa FeO sebesar 47,33%. Ilmenit dapat digunakan langsung untuk membuat pigmen atau logam titanium yang banyak dimanfaatkan dalam berbagai sektor industri seperti industri keramik, cat, kertas hingga industri farmasi (Zhang *et al.*, 2011).

3.2 Titanil Sulfat



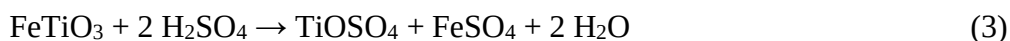
Gambar 3.2 Struktur Titanil Sulfat (National Center for Biotechnology Information PubChem Compound, 2022)

Titanil Sulfat adalah senyawa anorganik dengan rumus TiOSO_4 berupa padatan putih (Sibum, 2000). Titanil sulfat merupakan salah satu bentuk antara selama produksi titanium dioksida, pigmen yang biasa digunakan yang produksi bernilai lebih dari satu miliar dolar di seluruh dunia setiap tahun (Reynolds, 2010). Senyawa titanil sulfat dapat diperoleh dari proses hidrometalurgi mineral ilmenit.

3.3 Leaching

Leaching merupakan suatu proses pemekatan kimiawi untuk melepaskan pengotor bijih dari suatu mineral dengan cara pelarutan dalam reagen tertentu seperti H_2SO_4 (asam sulfat). *Leaching* sulfat merupakan teknologi pertama yang dikomersialisasikan untuk mengubah ilmenit menjadi pigmen titanium. Beberapa kelebihan dari proses ini diantaranya yaitu menggunakan teknologi sederhana dengan bahan baku berkadar lebih rendah dan murah, menghasilkan bentuk pigmen yang lebih disukai daripada pigmen yang terbentuk dari *leaching*. Sedangkan kekurangan dari metode *leaching* dengan sulfat ini yakni menghasilkan produk dengan kualitas yang lebih rendah dan jumlah limbah besi sulfat yang banyak.

Leaching sulfat untuk mineral ilmenit dilakukan dengan langkah awal yaitu melarutkan mineral ilmenit kedalam asam sulfat pekat dengan (Barksdale, 1996). Besi dipisahkan dengan cara diubah atau direduksi dari Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dalam larutan sehingga terbentuk ferro sulfat dibawah suhu 15°C . Kinetika dan mekanisme reaksi adalah faktor penting untuk dipelajari agar dapat mengotrol proses leaching yang terjadi. Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses leaching pembubaran ilmenit dengan larutan asam sulfat dapat ditunjukkan sebagai berikut :



Proses *leaching* ilmenit menggunakan pelarut asam sulfat (H_2SO_4) adalah sistem reaksi heterogen (padat-cair). Reaksi heterogen (padat-cair) dianggap sebagai salah satu yang paling penting dalam kimia, pertambangan, dan industri metalurgi (Missen et al. 1999), maka penting untuk memahami mekanisme, dan matematika model untuk kinetika *leaching* (Missen, et al. 1999). Kinetika dapat diartikan sebagai alat untuk menyelidiki laju reaksi kimia dan memahami faktor yang berpengaruh terhadap reaksi (Scott, 2016). Faktor yang berpengaruh pada reaksi proses *leaching* antara lain adalah suhu. Semakin tinggi suhu reaksi,

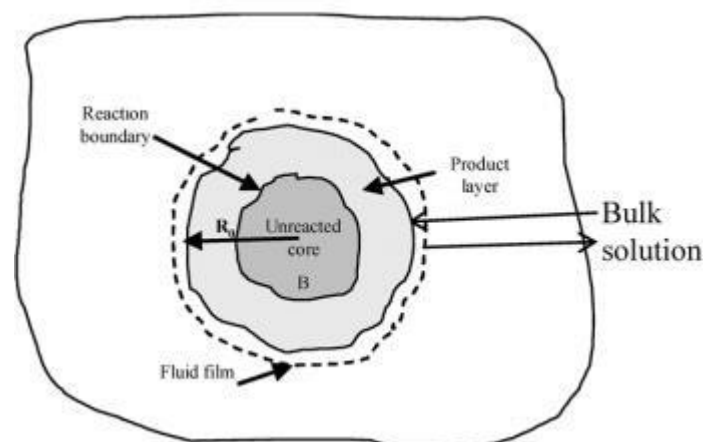
kecepatan reaksi juga akan makin meningkat sesuai dengan yang dikemukakan oleh Arrhenius. Menurut hukum Arrhenius, tetapan laju reaksi (k) tergantung pada temperatur (T) reaksi dan besarnya energi aktivasi (E_a), hubungan ketiganya dinyatakan sebagai persamaan :

$$k = A \cdot e^{-E_a/RT} \quad (5)$$

$$\text{atau } \ln k = \ln A - E_a/RT \quad (6)$$

dengan k adalah tetapan laju reaksi, E_a adalah energi aktivasi, T suhu mutlak dalam kelvin, R adalah tetapan gas ideal (8,314 J/mol.K), A faktor frekuensi dan e adalah bilangan pokok logaritma natural ($\ln$) (Chang, 2007).

Model kinetika utama, yang dikenal yakni *Shrinking Core Model* (SCM). SCM menganggap bahwa reaksi berlangsung pada awalnya di permukaan luar partikel padat dan melibatkan penurunan ukuran partikel saat produk terbentuk. Dengan begitu, area yang lebih dalam dari padatan mengambil bagian dalam reaksi karena terkena cairan ekstraksi, yang melibatkan konstanta pergerakan zona reaksi (Ferrier, *et al.*, 2016). Kecepatan atau laju reaksi umumnya dikendalikan oleh salah satu mekanisme berikut : difusi melalui lapisan film, difusi melalui permukaan produk atau melalui reaksi kimia pada permukaan partikel yang bereaksi (Levenspiel, 1999). Gambaran mekanisme tentang *shrinking core model* dapat dilihat pada **gambar 3.3**.



Gambar 3.3 *Shrinking Core Model* (Carrillo, 2012)

Menurut Rhogoznikov, *et al.* (2019), mekanisme dan persamaan *shrinking core* adalah sebagai berikut :

Tabel 3.1 Mekanisme dan Persamaan Shrinking Core Model (SCM)

Mekanisme	Persamaan
Difusi Melalui Lapisan Produk Partikel Silinder	$X + (1 - X) \ln(1 - X) = kt$
Difusi Melalui Lapisan Produk Partikel Bola	$1 - 3(1 - X)^{\frac{2}{3}} + 2(1 - X) = kt$
Difusi Melalui Lapisan Produk Partikel <i>Plate</i>	$X^2 = kt$
Difusi Melalui Lapisan Film Partikel Silinder	$X = kt$
Reaksi Kimia Permukaan Partikel Silinder	$1 - (1 - X)^{\frac{1}{2}} = kt$
Reaksi Kimia Permukaan Partikel Bola	$1 - (1 - X)^{\frac{1}{3}} = kt$
<i>New Shrinking core model</i>	$1/3 \ln(1 - X) + [(1 - X)^{\frac{1}{3}} - 1] = kt$

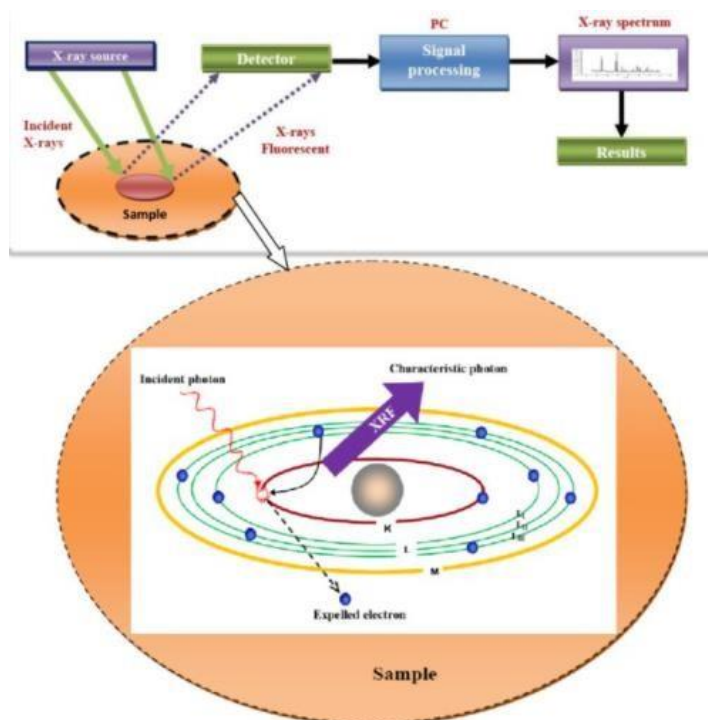
dimana k adalah konstanta laju reaksi, t adalah waktu *leaching* dan X adalah fraksi besi terlarut, dan dapat dihitung dari persamaan berikut (Carillo, 2012) :

$$X = \frac{C \text{ (Konsentrasi Unsur terlarut)}}{C_0 \text{ (Konsentrasi Unsur awal dalam Mineral)}}$$

3.4 *X-ray fluorescence (XRF)*

Spektroskopi sinar-X fluoresensi atau *X-ray fluorescence (XRF)* adalah salah satu metode yang paling banyak digunakan untuk estimasi terhadap komposisi geokimia batuan, sedimen dan sampel material (Ling, *et al.*, 2017). Spektrometri XRF sangat banyak digunakan karena kemampuan dari metode ini dengan cepat memberikan penilaian resolusi tinggi dari variasi relatif sebagian besar komposisi unsur Bumi (Löwemark, *et al.*, 2011). Selain itu, XRF juga memberikan kemungkinan presisi dan yang lebih tinggi akurasi daripada metode yang lain (Weltje & Tjallingii, 2008) serta dapat mengidentifikasi batas deteksi untuk banyak elemen dalam kisaran ppm (Setiabudi, *et al.*, 2012). Spektroskopi XRF didasarkan pada prinsip dispersi panjang gelombang yang menyatakan bahwa masing-masing atom memancarkan kelimpahan relatif foton sinar-X dari energi atau panjang gelombang tertentu. Teknik pemisahan dari energi dilakukan dengan menggunakan detektor yang dapat mengisolasi pita energi yang berbeda-beda, sementara teknik pemisahan dari panjang gelombang dapat memanfaatkan kemampuan kristal untuk mendifraksikan berkas cahaya sehingga dihasilkan pita panjang gelombang yang berbeda-beda. Perpindahan elektron yang terjadi pada setiap atom unsur, memiliki nilai panjang gelombang tertentu yang telah diketahui besarnya sehingga dapat

diidentifikasi unsur-unsur yang terdapat pada sampel tersebut. Sementara itu, untuk konsentrasi dari unsur dalam sampel dapat diketahui dari intensitas panjang gelombang yang terekam pada pita panjang gelombang tersebut (Setiabudi, *et al.*, 2012) . Prinsip kerja dari XRF tersebut dapat dilihat pada **gambar 3.4**



Gambar 3.4 Prinsip XRF (Kodom, 2011)

Instrumentasi XRF terdiri dari dua bagian utama, yaitu sumber utama sinar-X (*primary X-ray*) dan peralatan untuk mendeteksi sinar-X yang dipancarkan dari sampel (Setiabudi, *et al.*, 2012). Bagian-bagian lain yang terdapat pada instrumen XRF secara lengkap ditunjukkan pada **gambar 3.5** di bawah ini.

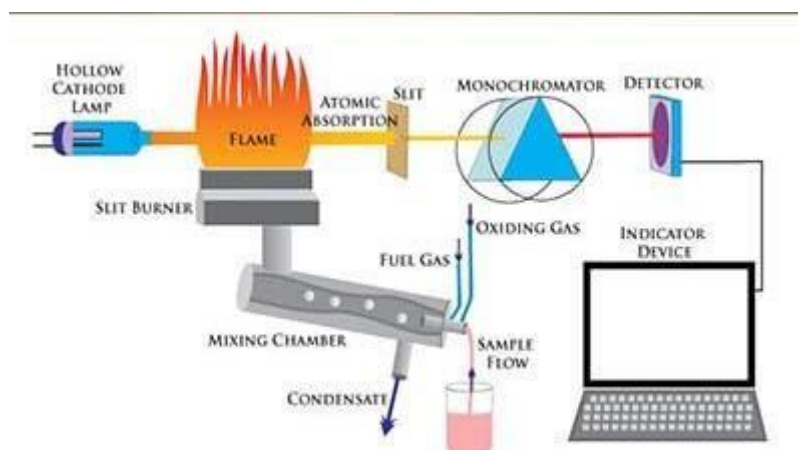


Gambar 3.5 Instrumentasi XRF (Tursunov, 2015)

Aplikasi dari teknik XRF ini mempunyai beberapa keuntungan diantaranya yaitu kemampuannya untuk menganalisis kandungan kimia curah dari unsur-unsur utama (misalnya, Al, Mn, Ca, Na, K, Ti, P, Si, Mg, dll.) yang ditemukan dalam material Bumi. Emisi sinar-X diikuti dengan teknik XRF yang sederhana, sistematis, relatif independen pada keadaan kimia suatu senyawa, dan dengan eksitasi yang seragam serta absorpsi yang bergantung pada nomor atom. Gangguan pada garis radiasi sinar-X juga dapat dengan mudah dikoreksi sehingga memungkinkan akurasi dan presisi agar mudah dicapai. Keuntungan lain dari XRF, dalam penyelidikan geokimia, adalah persiapan sampel, yang cepat, sederhana dan dapat can tidak merusak. Meskipun XRF memiliki banyak keunggulan, ada beberapa kelemahan yang harus dipertimbangkan sebelum memulai studi menggunakan teknik ini. Pertama, sebagian besar instrumen XRF yang tersedia secara komersial sangat terbatas dalam kemampuan mereka untuk secara akurat dan tepat mengukur kelimpahan elemen geokimia dari bahan alami bumi yang memiliki tingkat elemen minimal (umumnya, kurang dari sebelas elemen), tanpa modifikasi atau kalibrasi apa pun. Kedua, kebanyakan variasi unsur diukur sebagai jumlah, bukan sebagai konsentrasi. Kalibrasi instrumen XRF untuk mengukur konsentrasi membutuhkan analisis kuantitatif *bulk* sedimen (Löwemark, *et al.*, 2011). Ketiga, kepekaan terhadap isotop rendah suatu unsur sangat buruk, dan kekurangan ini mengharuskan penggunaan dalam analisis beberapa instrumentasi lain seperti, kekasaran permukaan, kadar air, dan ukuran butir karena variasi bahan dapat mempengaruhi sensitivitas pengukuran XRF (Weltje & Tjallingii, 2008). Keempat, pada berbagai kesempatan, metode XRF tidak dapat membedakan efek antar-elemen dalam beberapa sampel material bumi. Keterbatasan ini dapat diperparah dengan usia instrumen sinar-X yang digunakan. Sebuah penuaan instrumen dapat mempengaruhi jumlah yang diukur, sehingga menghambat perbandingan hasil. Kelima, biaya awal untuk menyiapkan instrumentasi XRF dan peralatan yang relatif tinggi. Terakhir, kepatuhan yang ketat terhadap seperangkat standar dan prinsip diperlukan dengan intensif untuk melakukan persiapan sampel dan analisis untuk memenuhi standar yang ditetapkan. Meskipun hal ini tampak sebagai batasan, untuk sebagian besar dianggap pula sebagai praktik baik yang penting dalam etika laboratorium dalam penggunaan metode XRF (Oyedotun, 2018).

3.5 Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)

Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) merupakan suatu instrumen yang banyak digunakan untuk analisis logam jejak seperti pada sampel biologis, metalurgi, farmasi maupun atmosfer. Prinsip dasar instrumen ini adalah mengukur serapan radiasi panjang gelombang tertentu oleh atom netral yang didisosiasi dari suatu senyawa kimia dengan suplai energi panas yang cukup. Sumber radiasi untuk mengatur panjang gelombang tertentu yang paling sering digunakan adalah *hallow cathod lamp* (Sudunagunta, *et al.*, 2012). Cara kerja dan komponen-komponen dari instrumen AAS dapat dilihat pada **gambar 3.6**.



Gambar 3.6 Instrumentasi AAS (Sudunagunta, *et al.*, 2012)

Jenis spektroskopi serapan atom Spektroskopi serapan atom secara luas diklasifikasikan sebagai metode nyala dan tanpa nyala.

a) Spektroskopi serapan atom dengan nyala api (FAAS)

Dalam metode ini, prinsip dasarnya adalah pengukuran serapan cahaya monokromatik oleh awan atom, yaitu atom netral analit. Metode AAS nyala menunjukkan keuntungan seperti prosedur standar yang cepat, sederhana, mudah tersedia untuk penentuan semua logam, bebas dari gangguan dan gangguan yang diketahui jika ada juga harus mudah diatasi dan sangat sensitif.

b) Metode serapan atom tanpa nyala api.

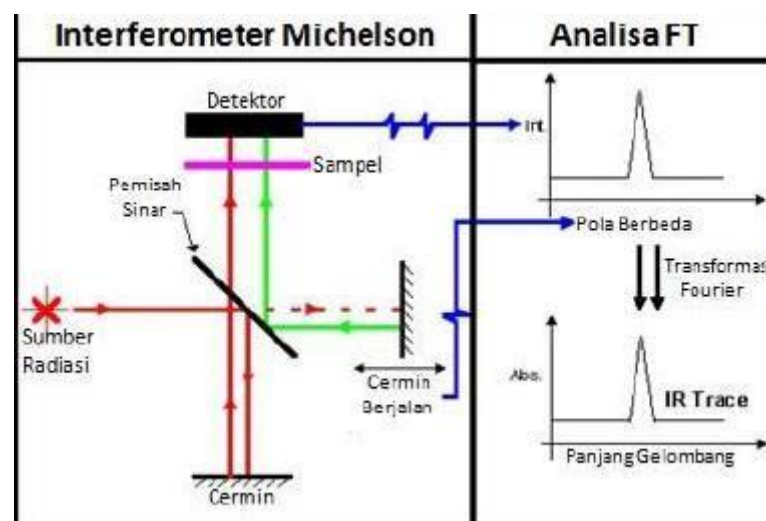
Metode tanpa nyala api dapat meningkatkan sensitivitas untuk konsentrasi analit yang rendah. Teknik tanpa nyala api meliputi spektroskopi serapan atom tungku grafit (GF-AAS) yakni dengan aliran arus listrik tinggi melalui tabung grafit tempat sampel yang akan ditentukan ditempatkan menyediakan energi yang dibutuhkan

untuk atomisasi. Teknik ini memiliki sensitivitas yang lebih tinggi dan dapat digunakan untuk penentuan analit dengan konsentrasi 1000 kali lebih rendah daripada yang dapat dideteksi dengan metode serapan atom nyala. Keuntungan dari GF-AAS dibanding F-AAS adalah F-AAS hanya dapat menganalisis larutan sedangkan GF-AAS dapat menganalisis larutan, sampel semi-padat dan sampel padat. Teknik tanpa nyala api selanjutnya adalah spektroskopi serapan atom generasi hidrida (HG-AAS) yakni dengan penambahan natrium borohidrida ke larutan sampel menghasilkan gas hidrida dari elemen yang tersapu oleh pembersih argon ke dalam sel kuarsa yang dipanaskan. Sb, Sn, Se, Bi, Te adalah elemen yang biasanya dianalisis dengan teknik ini. Teknik tanpa nyala api yang terakhir adalah spektroskopi serapan atom merkuri uap dingin (CV-AAS), dalam metode ini terlibat dalam reaksi kimia yang menghasilkan atom merkuri melalui reduksi kimiawi. Atom merkuri yang mudah menguap didorong dari larutan dengan menggelembungkan udara ke dalam larutan yang kemudian dibawa oleh udara ke dalam sel absorpsi yang sejajar di jalur optik. Metode penentuan merkuri ini adalah teknik terbaik yang tersedia untuk penentuan merkuri dengan sensitivitas tinggi dalam sampel yang bersifat kompleks (Sudunagunta, *et al.*, 2012).

3.6 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Fourier Transform Infrared (FTIR) adalah teknik spektroskopi didasarkan pada fenomena terabsorpsinya radiasi elektromagnetik inframerah oleh vibrasi molekul. Radiasi inframerah yang memiliki frekuensi kurang dari 100 cm^{-1} atau panjang gelombang lebih dari $100\text{ }\mu\text{m}$ diserap oleh molekul dan dikonversi ke dalam energi rotasi molekul. Bila radiasi infra merah berada dalam kisaran frekuensi 10000 sampai 100 cm^{-1} atau dengan panjang gelombang 1 sampai $100\text{ }\mu\text{m}$, maka radiasi akan diserap oleh molekul dan dikonversi ke dalam energi vibrasi molekul. Vibrasi molekul kemudian akan mengalami eksitasi ke tingkat energi vibrasi yang lebih tinggi. Terdapat dua jenis vibrasi molekul yaitu stretching (ulur) yang merupakan pergerakan atom yang teratur sepanjang sumbu ikatan antara dua atom sehingga jarak antara atom dapat bertambah atau berkurang dan bending (tekuk) yaitu pergerakan atom yang menyebabkan perubahan sudut ikatan antara dua ikatan atau pergerakan dari sekelompok atom terhadap atom lainnya. Prinsip kerja spektroskopi inframerah adalah dengan memancarkan radiasi inframerah yang

berasal dari pemanasan suatu sumber radiasi berupa Nernst Glower, Globar dan Kawat Nikhrom pada suhu antara 1500 hingga 2000 K. Pancaran radiasi tersebut akan melewati wadah sampel yang kemudian radiasi infra merah akan melewati monokhromator, selanjutnya berkas radiasi ini didispersikan oleh cermin-cermin dan sebelum akhirnya ditangkap oleh detektor (Setiabudi, 2012). Dibandingkan sistem dispersi pada spektrofotometer IR biasa yang menggunakan prisma, maka FTIR menggunakan “Michelson Interferometer” untuk mengukur lebih cepat dan lebih sensitif. Sistem dispersi tersebut, digerakkan pada kecepatan tetap oleh motor yang diatur oleh komputer yang kemudian akan merubah signal dari interferometer (interferogram) ke dalam spektrum (Setiabudi, 2012). Prinsip kerja FTIR dengan sistem dispersi interferometer Michelson dapat diamati pada **gambar 3.7**.



Gambar 3.7 “Interfotometer Michelson” dalam FTIR (Setiabudi, 2012)

Pada FTIR, digunakan sistem dispersi “Michelson Interferometer”, yang merupakan pengembangan dari sistem dispersi pada spektrofotometer IR biasa. Pendispersi pada FTIR ini akan memberikan keuntungan yakni kemampuannya dalam mengukur sampel dengan lebih cepat dan lebih sensitif karena cermin digerakkan pada kecepatan tetap oleh motor yang diatur oleh komputer. Berkas radiasi hasil dispersi cermin selanjutnya akan ditangkap oleh detektor Detektor dan dikarakterisasi sebagai suatu fungsi bilangan gelombang. Perbedaan fungsi bilangan gelombang ini akan menunjukkan kelimpahan gugus fungsi dalam suatu senyawa (Setiabudi, 2012).

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain grinder, neraca analitik, alat-alat gelas, labu leher tiga, termometer, kondenser, pengaduk, corong pisah, pemanas mantel, oven, *X-Ray Fluorescence* (XRF) Epsilon 4, *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) Bruker Alpha II.

4.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mineral ilmenit yang diperoleh dari pasir zircon, asam sulfat (H_2SO_4), etil alkohol murni ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), metil alkohol murni (CH_3OH).

4.3 Cara Kerja

4.3.1 Preparasi Pasir Ilmenit

Preparasi pasir ilmenit dilakukan dengan cara melakukan grinding pada pasir guna separasi ikatan dengan mineral pengikat, mengurangi ukuran material serta untuk meningkatkan reaktivitas selama proses leaching. Selanjutnya pasir hasil grinding, diayak dengan menggunakan ayakan dengan mesh 80.

4.3.2 Sintesis Titanil Sulfat dengan Variasi Suhu *Leaching*

Sintesis titanil sulfat dilakukan dengan proses *leaching* menggunakan agen *leaching* yakni asam sulfat. Sebanyak 250 ml H_2SO_4 18 M dimasukkan ke dalam labu leher tiga kemudian ditambahkan mineral ilmenit sebanyak 30 gram, dan dilakukan proses *leaching* pada suhu 100°C selama 30 menit. Setelah proses *leaching* selesai, larutan hasil *leaching* yang diperoleh kemudian dipisahkan antaralarutan residu dan endapan dengan menggunakan corong pisah. Endapan yang diperoleh selanjutnya dicuci dengan etil alkohol lalu dilakukan pemisahan endapandalam etil alkohol, kemudian ditambahkan pelarut metil alkohol dan diamkan, kemudian dilakukan pemisahan pelarut metil alkohol dari endapan dengan menggunakan corong pisah. Terakhir, endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven. Dilakukan kembali langkah-langkah yang telah disebutkan sebelumnya, dengan menggunakan 2 suhu *leaching* yang berbeda yakni 120°C dan 140°C .

4.3.3 Sintesis Titanil Sulfat dengan Variasi Waktu *Leaching*

Langkah yang dilakukan sama seperti yang sudah dijelaskan pada poin 4.3.2 dengan suhu yang digunakan adalah yang paling optimum dari hasil percobaan 4.3.2. Kemudian dilakukan proses *leaching* pada variasi waktu yakni 1 jam, 4 jam dan 6 jam.

4.3.4 Sintesis Titanil Sulfat dengan Variasi Berat Ilmenit

Langkah yang dilakukan sama seperti yang sudah dijelaskan pada poin 4.3.2 dengan suhu dan waktu *leaching* yang digunakan adalah yang paling optimum dari hasil percobaan 4.3.2 dan 4.3.3. Namun pada proses ini dilakukan variasi berat sampel ilmenit yang digunakan yakni 10,15 dan 20 gram.

4.4 Karakterisasi dan Analisis Hasil

4.4.1 Karakterisasi Pasir Ilmenit dengan XRF dan FTIR

Pasir ilmenit yang telah digrinding dan diayak dianalisa menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

4.4.2 Kandungan Residu *Leaching* dengan AAS

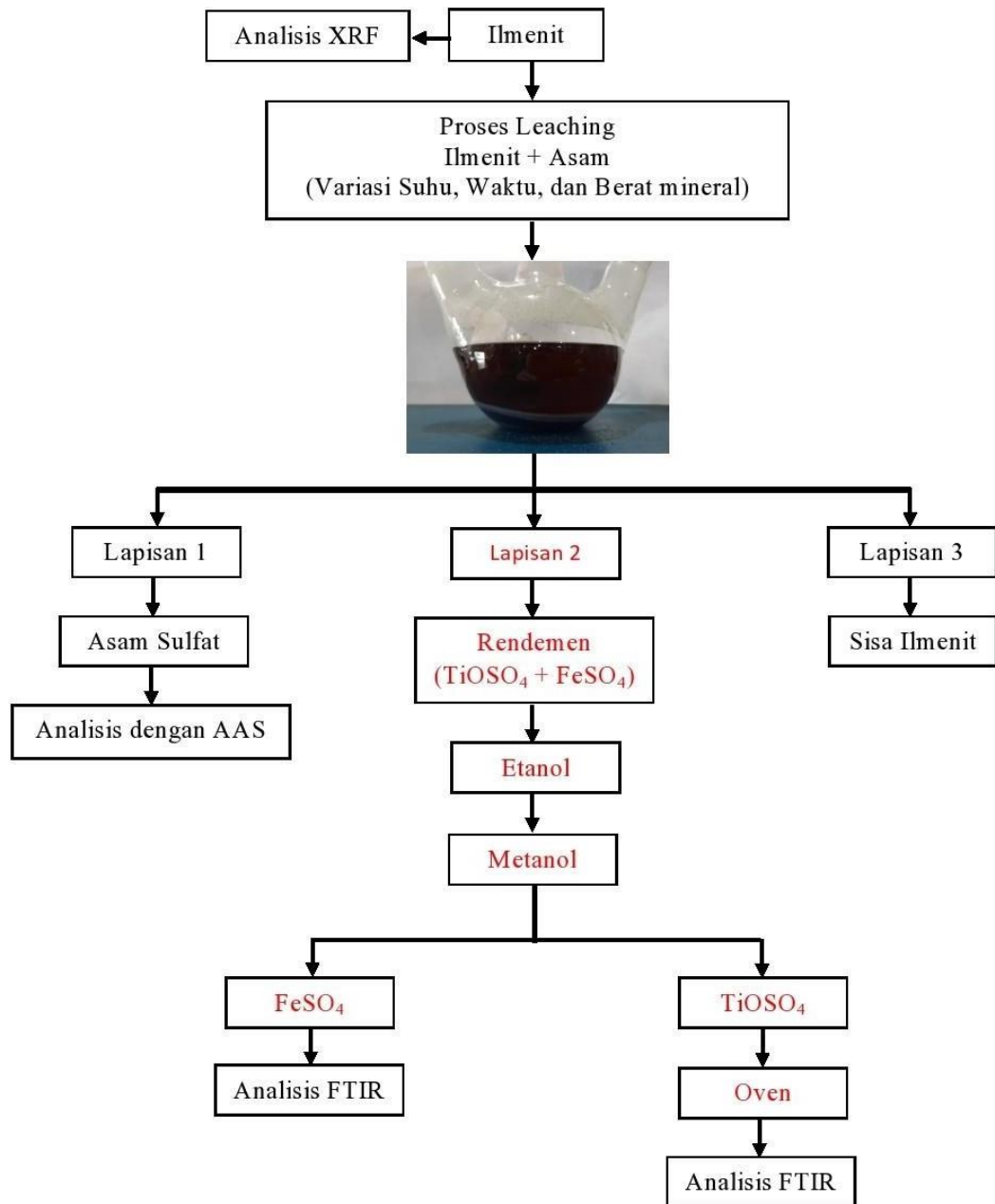
Larutan hasil *leaching* dianalisis kandungannya menggunakan instrumen AAS, sebelum dianalisis larutan diencerkan terlebih dahulu dengan cara memipet 1 ml larutan hasil *leaching* dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml lalu ditambahkan aquades hingga tanda batas.

4.4.3 Analisis Filtrat Hasil Pemisahan Metanol dengan FTIR

Larutan dan endapan yang terbentuk hasil pemisahan dengan pelarut metanol, dianalisis kandungan senyawa TiOSO_4 dan FeSO_4 menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

4.5 Skema Penelitian

Proses sintesis titanil sulfat pada penelitian kali ini secara umum digambarkan melalui skema yang dapat dilihat pada **gambar 4.1** berikut :



Gambar 4.1 Skema Penelitian

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Preparasi dan Karakterisasi Pasir Ilmenit

Sebelum dilakukan pembuatan senyawa titanil sulfat, terlebih dahulu dilakukan preparasi pasir ilmenit untuk memisahkan senyawa lain yang dapat mengganggu proses pembentukan titanil sulfat dari mineral ilmenit dengan melakukan separasi ilmenit menggunakan *grinder*. Selanjutnya, pasir ilmenit hasil separasi dikarakterisasi komponen unsur penyusunnya dengan menggunakan X-Ray Fluoresence (XRF). Komponen yang terdapat dalam pasir Ilmenit dapat dilihat pada **tabel 5.1**.

Tabel 5.1 Hasil Analisa Pasir Ilmenit dengan XRF

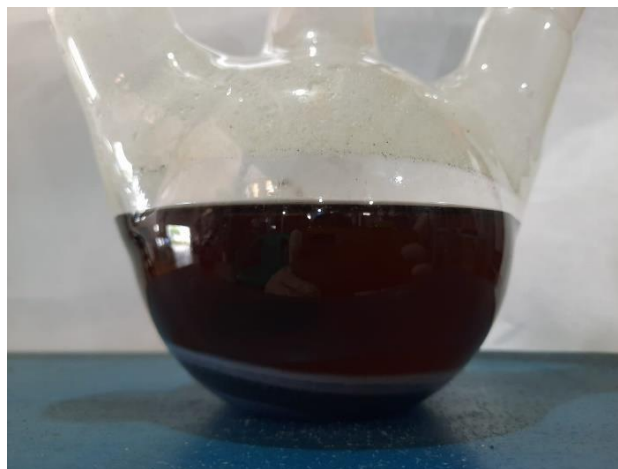
Unsur	Konsentrasi	Satuan
Al	0,427	%
Si	2,412	%
P	0,736	%
S	5,429	%
Ca	0,17	%
Ti	36,224	%
V	0,133	%
Cr	1,198	%
Mn	1,515	%
Fe	35,421	%
Zn	475,4	ppm
As	0,155	%
Y	0,578	%
Zr	5,781	%
Nb	0,185	%
Sn	5,993	%
Te	192,7	ppm
La	0,338	%
Ce	1,204	%
Nd	0,237	%

Eu	0,135	%
Gd	434,7	ppm
Tb	0,409	%
Ho	364,3	ppm
Er	0,177	%
Yb	606,4	ppm
Hf	0,369	%
W	350,8	ppm
Pb	0,117	%
Th	0,383	%
U	323,9	ppm

Dari data pada tabel 2 dapat dilihat bahwa Ti dan Fe menjadi komponen utama penyusun pasir Ilmenit pada penelitian kali ini. Sedangkan unsur lainnya yang juga terdapat di dalam pasir ilmenit pada penelitian kali ini diantaranya yaitu Al, Si, P, S, V, Cr, Mn, Zn, As, Y, Zr, Nb, Sn, Te, La, Ce, Nd, Eu, Gd, Tb, Ho, Er, Yb, Hf, W, Pb, Th dan U, akan tetapi unsur-unsur tersebut memiliki jumlah yang relatif kecil.

5.2 Proses *Leaching* Menggunakan H_2SO_4

Sintesis titanil sulfat ($TiOSO_4$) dari mineral ilmenit dilakukan dengan menggunakan metode leaching. Metode *leaching* menggunakan asam ini juga dinilai merupakan metode yang paling menguntungkan karena oksida besi dalam mineral ilmenit akan terpisah dengan melakukan proses *leaching* antara ilmenit dengan asam (Chen, 1974). Proses leaching diawali dengan langkah yaitu melarutkan ilmenit pada larutan asam sulfat pekat, pada penelitian kali ini digunakan asam sulfat dengan konsentrasi sebesar 18 M agar mendapatkan padatan titanil sulfat yang diinginkan (Han, 1987). Proses *leaching* ini, dilakukan pada variasi suhu $100^\circ C$, $120^\circ C$ dan $140^\circ C$ dengan interval waktu mulai dari 30, 60, 240 dan 360 menit. Setelah proses *leaching* selesai, larutan hasil *leaching* kemudian didiamkan dan didapatkan tiga lapisan berbeda seperti yang terlihat pada **gambar 5.1**, tiga lapisan tersebut yakni lapisan pasir, lapisan asam dan lapisan rendemen.



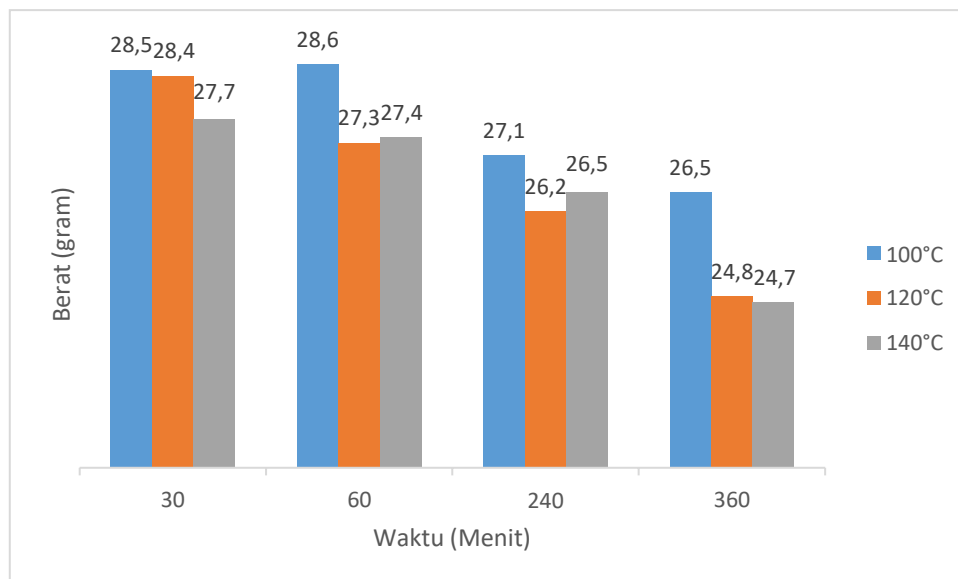
Gambar 5.1 Hasil Leaching dengan H_2SO_4

Selanjutnya dilakukan proses pemisahan guna memperoleh lapisan rendemen yang diinginkan dengan menggunakan corong pisah. Setelah itu, rendemen yang diperoleh dicuci dengan cara menambahkan 100 ml etanol ke dalam endapan yang diperoleh. Pencucian ini dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan sisa asam yang mungkin masih terdapat pada endapan. Lalu dilakukan proses pemurnian rendemen yang diperoleh dengan menambahkan 50 ml metanol, hal tersebut bertujuan untuk melarutkan spesi besi pengotor yang mungkin masih tersisa pada rendemen. Produk *leaching* TiOSO_4 dan FeSO_4 yang dihasilkan bersifat tidak larut dalam asam sulfat dan etanol tetapi sangat larut dalam air. Selanjutnya, TiOSO_4 tidak larut dalam metanol, sedangkan FeSO_4 larut. Kelarutan FeSO_4 dalam metanol disebabkan karena metanol bersifat lebih polar bila dibandingkan etanol. Metanol bersifat lebih polar karena rantai karbon yang lebih pendek, disebutkan bahwa kelarutan berkurang dengan bertambah panjangnya rantai karbon dalam alkohol. Penambahan metanol diharapkan dapat mengisolasi TiOSO_4 yang diperoleh (Han, 1987). Langkah terakhir, dilakukan proses pengeringan untuk menguapkan metanol dan kemudian dilakukan analisis hasil dengan menggunakan instrumen FTIR untuk penentuan gugus fungsi yang terbentuk.

5.3 Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu pada Proses *Leaching*.

Kecepatan reaksi proses *leaching* dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya yaitu suhu dan waktu kontak sampel selama proses *leaching* (Levenspiel, 1972). Pada penelitian kali ini, proses *leaching* dilakukan pada 3 variasi suhu yakni 100, 120 dan 140, dengan 4 waktu proses *leaching* yang berbeda pada masing-masing

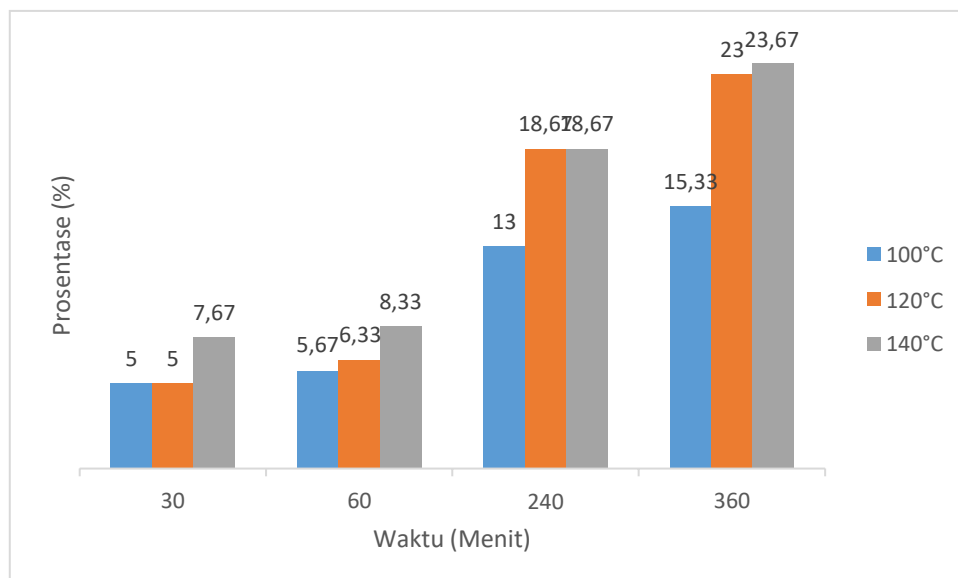
suhu yaitu 30 menit, 60 menit, 240 menit dan 360 menit. Hal tersebut dilakukan untuk menentukan hasil *leaching* yang paling optimum dengan melihat beberapa parameter diantaranya yaitu sisa ilmenit. Hubungan antara suhu dan waktu *leaching* ditunjukkan melalui diagram yang dapat dilihat pada **gambar 5.2**.



Gambar 5.2 Berat Residu Ilmenit pada Variasi Suhu dan Waktu Leaching

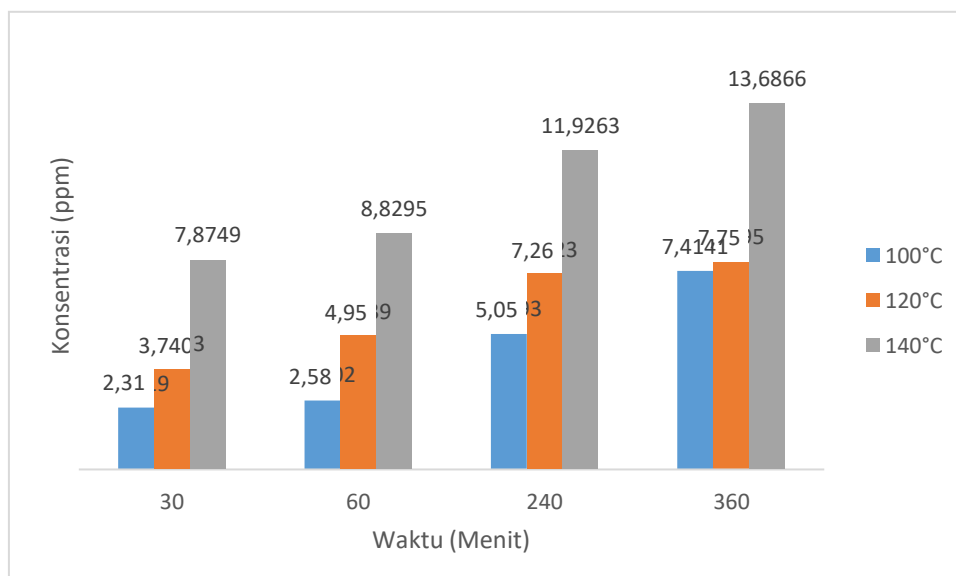
Berdasarkan **gambar 5.2** diatas, menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu dan waktu leaching maka sisa ilmenit yang dihasilkan semakin kecil. Pada suhu 100° C didapatkan sisa ilmenit sebanyak 28,5 gram dengan waktu *leaching* selama 30 menit, 28,6 gram dengan waktu 1 jam, 27,1 gram dengan waktu 4 jam dan 26,5 gram dengan waktu 6 jam. Pada suhu 120°C didapatkan sisa ilmenit sebanyak 28,4 gram untuk waktu 30 menit, 27,3 gram untuk waktu 1 jam, 26,2 gram untuk waktu 4 jam dan 24,8 gram untuk waktu 6 jam. Sementara itu, pada suhu 140°C, didapatkan sisa ilmenit untuk waktu 30 menit, 1 jam, 4 jam dan 6 jam masing-masing sebesar 27,7 gram, 27,4 gram, 26,5 gram dan 24,7 gram. Dari hasil tersebut didapatkan hasil bahwa pada suhu 140°C dengan waktu *leaching* selama 360 menit dipilih sebagai suhu dan waktu optimum karena menghasilkan berat sisa ilmenit terendah. Selain menghasilkan berat sisa ilmenit terendah, pada kondisi tersebut memiliki nilai prosentase TiOSO_4 tertinggi yakni sebesar 23,67 %. Kenaikan nilai prosentase efisiensi disebabkan oleh peningkatan laju reaksi yang terjadi seiring dengan usaha peningkatan suhu dan waktu proses *leaching*. Perbandingan nilai

prosentase TiOSO_4 pada masing-masing suhu dan waktu *leaching* dapat diamati melalui diagram yang ditunjukkan pada **gambar 5.3**



Gambar 5.3 Prosentase TiOSO_4 Hasil Leaching pada Variasi Suhu dan Waktu Leaching

Parameter lain yang digunakan dalam penentuan pengaruh variasi suhu dan waktu *leaching* adalah kemampuan *leaching* dalam melakukan pemisahan besi pada ilmenit yang diteliti menggunakan AAS yang terdapat pada **gambar 5.4**



Gambar 5.4 Konsentrasi Besi (Fe) Residu pada Suhu dan Waktu Leaching

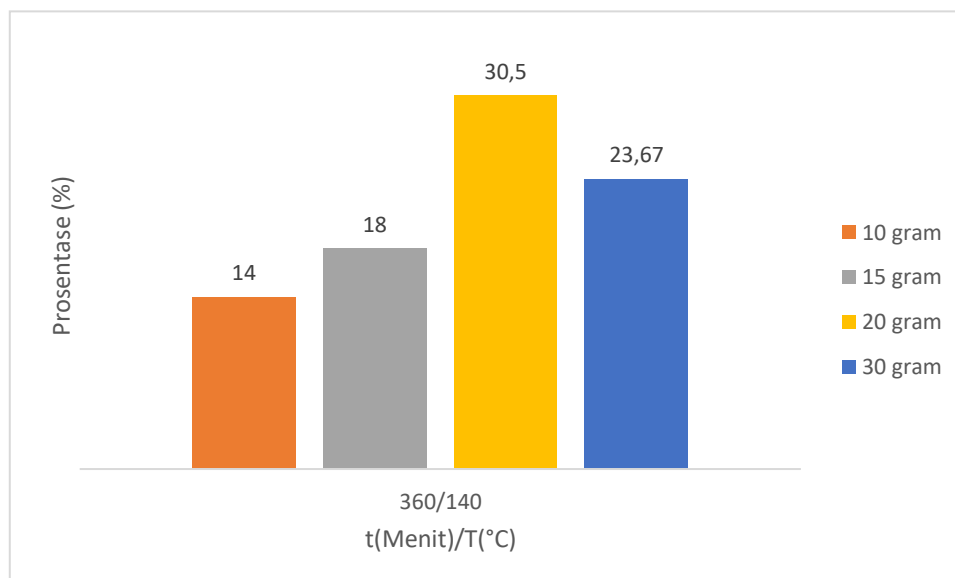
Dari **gambar 5.4** tersebut terlihat besaran konsentrasi Fe berdasarkan data AAS pada suhu dan waktu *leaching* yang berbeda-beda. Hal ini menunjukkan bahwa

leaching dengan H_2SO_4 terbukti memiliki kemampuan dalam memisahkan besi dari padatan. Menurut Zhang, *et al* (2009) dalam proses *leaching* menggunakan asam sulfat, besi dari mineral ilmenit dipisahkan dengan cara diubah atau direduksi dari Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dalam larutan sehingga terbentuk ferro sulfat. Hasil analisa residu *leaching* dengan AAS menunjukkan bahwa konsentrasi Fe dalam residu *leaching* paling tinggi terdapat pada suhu 140°C dengan waktu *leaching* selama 6 jam, konsentrasi Fe yang diperoleh yakni sebesar 13,6866 ppm. Hasil tersebut menjelaskan bahwa semakin tinggi suhu dan waktu *leaching* maka proses *leaching* yang terjadi semakin karena semakin banyak Fe yang terpisah dari ilmenit.

Hasil yang didapatkan pada penelitian kali ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang menyatakan bahwa semakin besar suhu *leaching* semakin banyak mineral ilmenit yang mengalami proses *leaching*, sehingga sisa ilmenit yang tertinggal semakin sedikit (Purwani & Suyanti, 2014). Hal tersebut dapat terjadi karena karena suhu turut menjadi faktor yang berperan dalam mempengaruhi laju reaksi, semakin cepat laju reaksi maka akan semakin banyak produk yang terbentuk dan semakin cepat reaktan berkurang. Apabila suhu pada suatu reaksi yang berlangsung dinaikkan, maka menyebabkan partikel semakin aktif bergerak, sehingga tumbukan yang terjadi semakin sering, menyebabkan laju reaksi semakin besar. Dengan demikian, semakin tinggi suhu proses, semakin cepat laju reaksi. Kenaikan proses *leaching* juga didukung dari lama berlangsungnya proses *leaching* karena seiring bertambahnya waktu proses, maka semakin besar kontak antara sampel dengan *leaching agent* dalam hal ini yakni asam sulfat sehingga jumlah ilmenit yang terlarut akan semakin besar (Yulisman, 2016).

5.4 Pengaruh Variasi Berat Sampel Ilmenit.

Setelah didapatkan suhu dan waktu *leaching* optimum yakni 140°C dan 6 jam, selanjutnya dilakukan analisis variasi berat sampel ilmenit, variasi yang digunakan adalah 10, 15 dan 20 gram. Analisis tersebut disajikan melaluidiagram yang dapat diamati pada **gambar 5.5**.



Gambar 5.5 Diagram Hubungan Berat Sampel dengan Prosentase TiOSO_4

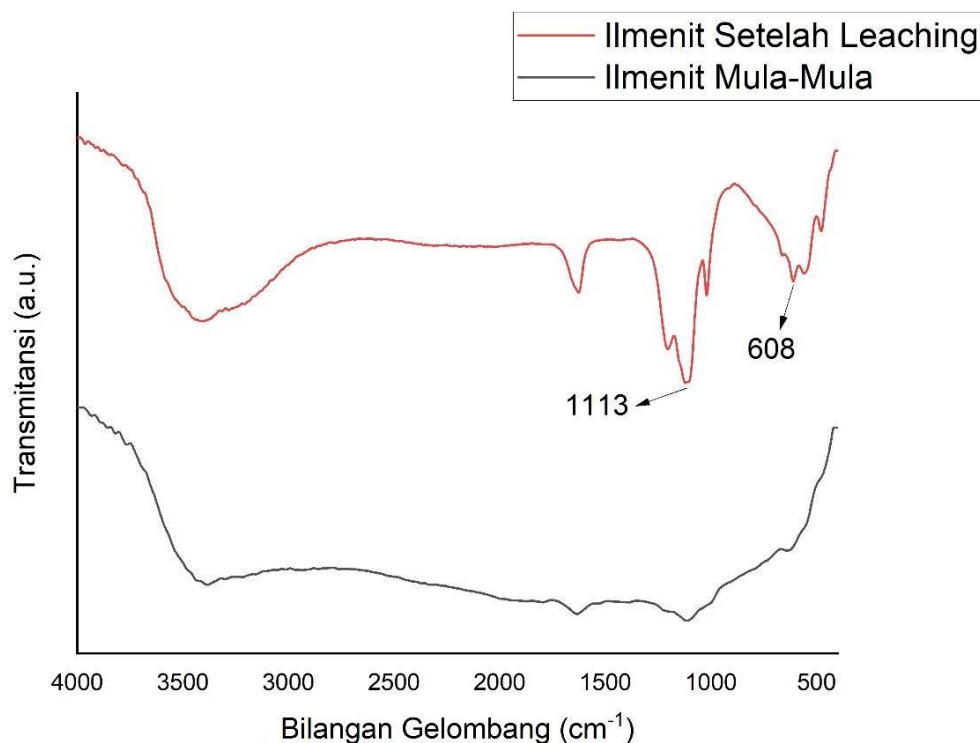
Dari hasil *leaching* dengan variasi berat tersebut, ditentukan prosentase TiOSO_4 yang dapat dilihat pada **gambar 5.5**, didapatkan hasil bahwa prosentase tertinggi didapatkan pada sampel dengan berat mineral ilmenit yang digunakan sebanyak 20 gram. Hal tersebut dapat disebabkan karena pada berat sampel 20 gram merupakan titik keseimbangan rasio massa dan pelarut untuk perpindahan transfer massa, apabila dilakukan penambahan jumlah massa maka akan menghambat kontak *solute* dengan pelarut, yang akan mempengaruhi konsentrat hasil *leaching* yang terlepas (Vander, *et al.*, 2009).

5.5 Analisis *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

5.6.1 Ilmenit

Spektrum FTIR ilmenit sebelum dan sesudah proses *leaching* dengan adanya penambahan asam sulfat, bertujuan untuk menentukan mekanisme adsorpsi asam sulfat pada ilmenit. Gugus fungsi utama yang terkandung dalam asam sulfat adalah adanya ion SO_4^{2-} dengan puncak penyerapan dalam spektrum inframerah terdapat pada bilangan gelombang $1130\text{-}1080\text{ cm}^{-1}$ dan $680\text{-}610\text{ cm}^{-1}$ (Coates, 2000). Apabila dibandingkan dengan spektrum ilmenit mula-mula, spektrum ilmenit setelah perlakuan proses *leaching* dengan penambahan asam sulfat yang ditunjukkan pada spektra berwarna merah, memunculkan puncak penyerapan karakteristik dari asam sulfat. Puncak baru pada kisaran bilangan gelombang $1100\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$ dan 600 cm^{-1} dikaitkan dengan perubahan yang disebabkan oleh penambahan asam

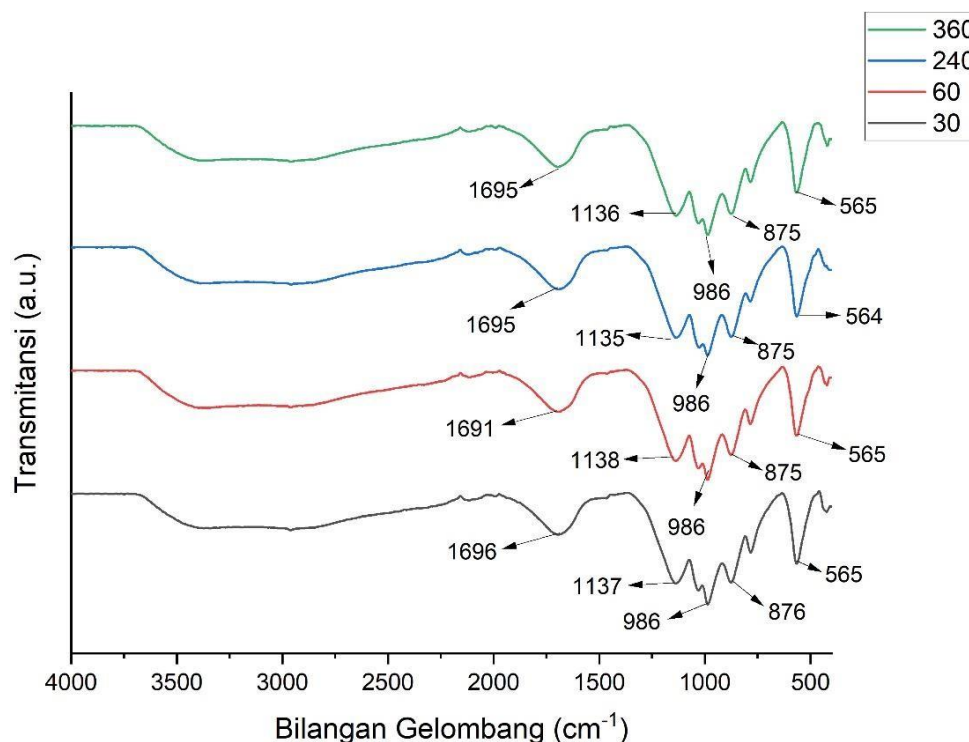
sulfat. Oleh karena itu, disimpulkan bahwa asam sulfat bereaksi dengan permukaan ilmenit. Perbandingan spektra ilmenit sebelum dan setelah proses *leaching* dapat diperhatikan melalui **gambar 5.6** berikut:



Gambar 5.6 Spektra FTIR Ilmenit Sebelum dan Sesudah *Leaching*

5.6.2 Titanil Sulfat (TiOSO_4)

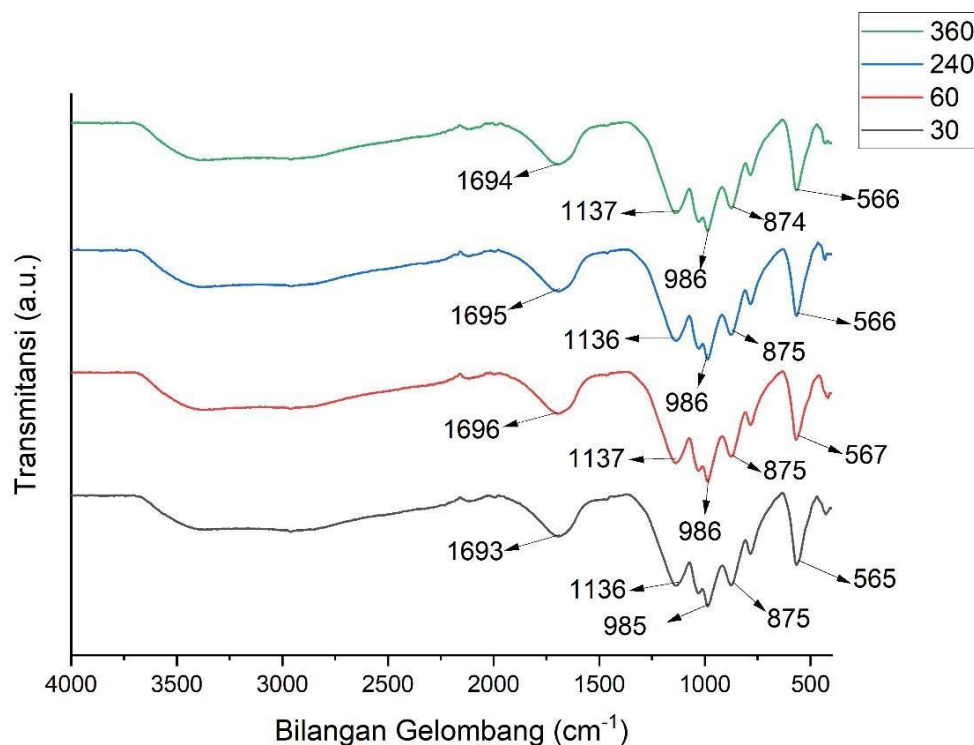
Senyawa titanil sulfat yang didapatkan dari sintesis ilmenit menggunakan asam sulfat dalam berbagai variasi suhu dan waktu proses dianalisis menggunakan *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Analisis FTIR digunakan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat dalam suatu sampel, hal tersebut juga dapat digunakan sebagai identifikasi sampel untuk menentukan keberhasilan dari sintesis yang dilakukan. Hasil spektra FTIR titanil sulfat yang diperoleh dari proses *leaching* pada suhu 100°C dengan variasi waktu *leaching* ditunjukkan pada **gambar 5.7** sebagai berikut :



Gambar 5.7 Spektra Titanil Sulfat pada Suhu 100°C dan Variasi Waktu Proses *Leaching*

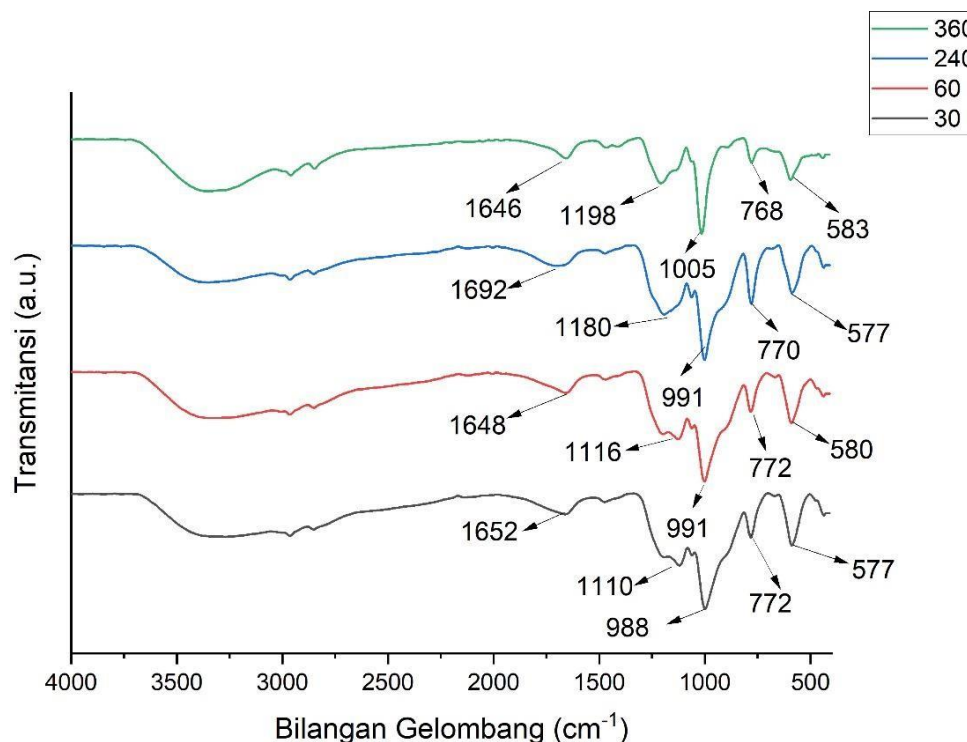
Gambar 5.7 diatas menunjukkan pita serapan titanil sulfat yang diperoleh dari proses leaching pada suhu 100°C dengan variasi waktu *leaching* 30 menit, 60 menit, 240 menit dan 360 menit. Spektra diatas dapat menginterpretasikan bahwa proses sintesis titanil sulfat berhasil dilakukan karena munculnya serapan pada bilangan gelombang 986 cm^{-1} , 876 cm^{-1} dan 875 cm^{-1} yang muncul pada spektra merupakan regangan simetris dan asimetris Ti–O dari TiOSO_4 padat (Pomelli, *et al.*, 2016). Noda, *et al* (2019), juga menyebutkan bahwa spektrum inframerah dari struktur padatan TiOSO_4 dicirikan dengan tidak ditemukannya bentuk ion titanium yang terhubung pada atom oksigen tunggal membentuk ikatan Ti=O sejati mode vibrasi tunggal, melainkan vibrasi *stretching* Ti-O. Pada bilangan gelombang 1138 cm^{-1} , 1137 cm^{-1} , 1136 cm^{-1} , 1135 cm^{-1} merupakan daerah untuk SO_4^{2-} , sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa pada bilangan gelombang 1191 hingga 1072 cm^{-1} adalah getaran simetris untuk ion anorganik SO_4^{2-} (Ramaswamy, *et al.*, 2010). Bilangan gelombang yang muncul pada daerah 565 cm^{-1} dan 564 cm^{-1} juga menunjukkan deformasi dari ion SO_4^{2-} (Dijs, *et al.*, 2001) Analisis titanil sulfat menggunakan FTIR juga dilakukan pada suhu 120°C dengan variasi waktu yang

sama dengan variasi waktu sebelumnya yakni 30 menit, 60 menit, 240 menit dan 360 menit yang dapat dilihat pada **gambar 5.8**.



Gambar 5.8 Spektra Titanil Sulfat pada Suhu 120°C dan Variasi Waktu Proses *Leaching*

Gambar 5.8 memperlihatkan bahwa spektra FTIR titanil sulfat yang diperoleh memiliki spektrum yang hampir sama dengan sebelumnya, yaitu memiliki spektrum khas pada vibrasi *stretching* dari Ti-O dan ion anorganik SO_4^{2-} yang (Pomelli, *et al.*, 2016; Ramaswamy, *et al.*, 2010; Dijs, *et al.*, 2001). Disebutkan pula pada literatur lain bahwa pita penyerapan pada 1200-1000 cm^{-1} mengidentifikasi adanya ion sulfat yang terkoordinasi dengan kation logam Ti^{4+} (Benito, *et al.*, 2014). Analisis titanil sulfat menggunakan FTIR juga dilakukan pada suhu 140°C dengan variasi waktu yang sama dengan variasi waktu sebelumnya yakni 30 menit, 60 menit, 240 menit dan 360 menit yang dapat diamati pada **gambar 5.9**.



Gambar 5.9 Spektra Titanil Sulfat pada Suhu 140°C dan Variasi Waktu Proses *Leaching*

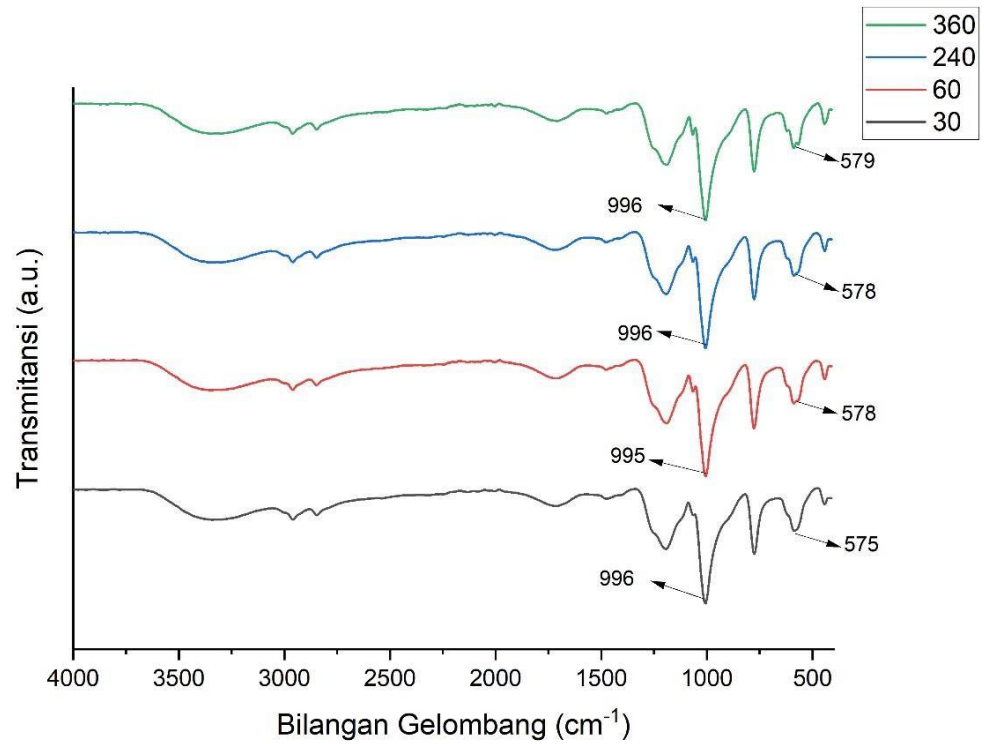
Hasil spektra FTIR yang ditunjukkan pada **gambar 5.9** menunjukkan spektra yang juga hampir sama dengan dua suhu sebelumnya. Namun terdapat perbedaan pada puncak khas pada bilangan gelombang 988 cm^{-1} , 991 cm^{-1} dan 1005 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi Ti-O (Pomelli, *et al.*, 2016). Terlihat perbedaan intensitas serapan yang menunjukkan seberapa besar tingkat pembentukan titanil sulfat pada suhu 140°C (Setiabudi, 2015).

Sementara itu, adanya pita pada bilangan gelombang dengan kisaran 1600 cm^{-1} pada semua spektra titanil sulfat yang dihasilkan dari masing-masing variasi, membuktikan senyawa yang dianalisis belum sepenuhnya anhidrat dikarenakan pada kisaran bilangan gelombang tersebut merupakan mode deformasi air (Noda, *et al.*, 2019). Sedangkan adanya pita lebar pada daerah kisaran 3600-3300 cm^{-1} , menandakan adanya getaran ulur alkohol (-OH) (Coates, 2000). Munculnya gugus alkohol ini mengindikasikan keberadaan sisa-sisa alkohol yang digunakan dalam proses sintesis pada produk TiOSO_4 yang diperiksa.

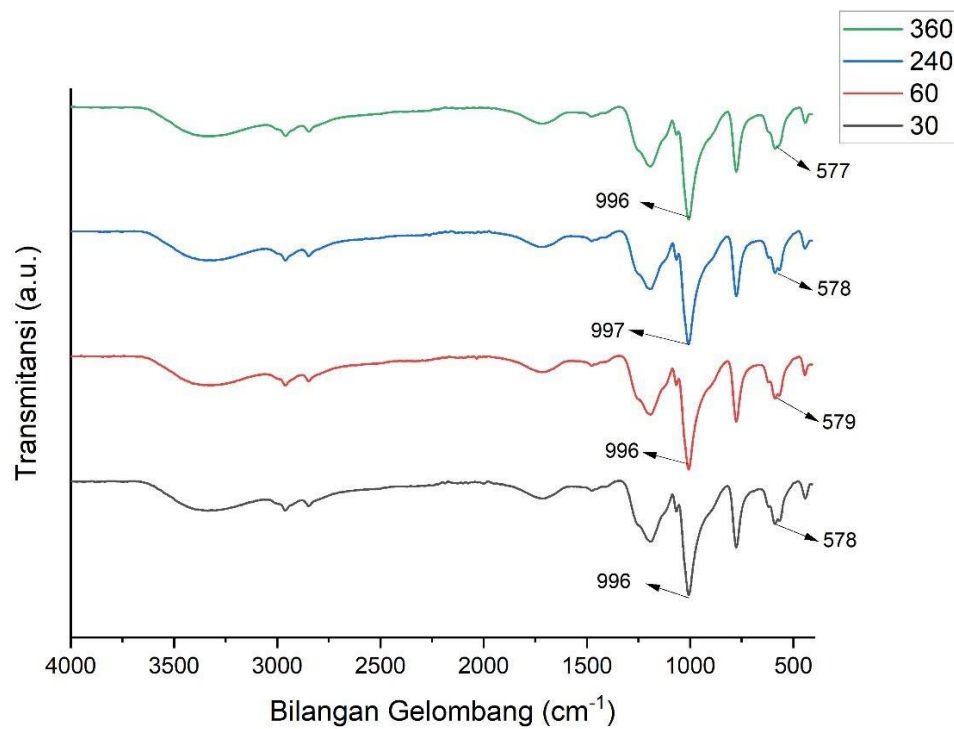
5.6.3 Fero Sulfat (FeSO_4)

Analisis FTIR juga digunakan untuk mengidentifikasi senyawa Fero Sulfat yang terbentuk dari proses hasil *leaching* yang dilakukan pada penelitian kali ini. Hasil

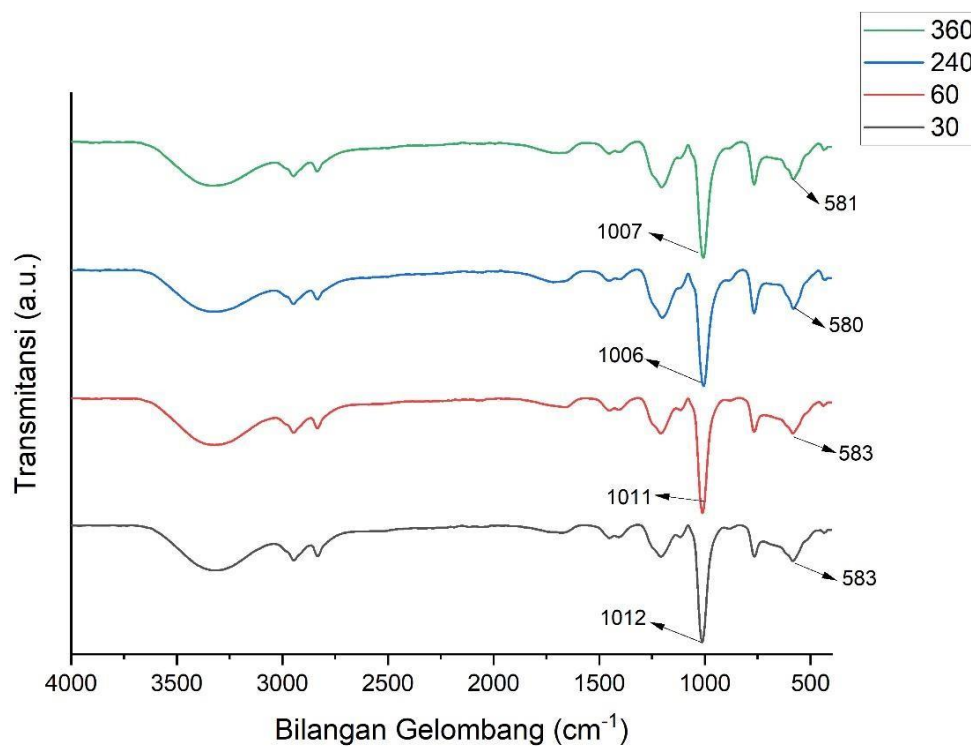
spektra analisis Ferro Sulfat (FeSO_4) pada beberapa variasi suhu dan waktu ditunjukkan pada gambar dibawah ini :



Gambar 5.10 Spektra Ferro Sulfat pada Suhu 100°C dan Variasi Waktu Proses *Leaching*



Gambar 5.11 Spektra Ferro Sulfat pada Suhu 120°C dan Variasi Waktu Proses Leaching

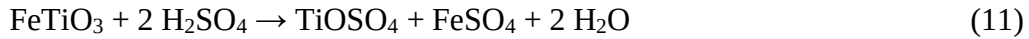


Gambar 5.12 Spektra Ferro Sulfat pada Suhu 140°C dan Variasi Waktu Proses Leaching

Gambar diatas menunjukkan spektra FTIR fero sulfat yang dibuat pada variasi suhu 100°C, 120°C dan 140°C dengan variasi waktu *leaching* yaitu 30 menit, 60 menit, 240 menit dan 360 menit. Dapat dilihat bahwa spektra yang dihasilkan memiliki kemiripan satu sama lain, namun terdapat perbedaan intensitas serapan yang menunjukkan seberapa besar tingkat proses *leaching* dalam menghasilkan fero sulfat (Setiabudi, 2015). Ketiga spektra tersebut memiliki puncak serapan pada kisaran bilangan gelombang 1000 cm^{-1} . Hasil tersebut sesuai dengan literatur yang menjelaskan bahwa senyawa fero sulfat, disebutkan memiliki pita regangan simetris dengan bilangan gelombang 1013-996 cm^{-1} (Rouchon, *et al.*, 2012). Pada spektra juga didapati adanya puncak pada kisaran bilangan gelombang 583 cm^{-1} , 580 cm^{-1} dan 581 cm^{-1} yang merupakan ciri dari ion anorganik sulfat (Dijs, *et al.*, 2001).

5.6 Kinetika *Leaching* FeSO₄

Reaksi pelarutan ilmenit dalam asam sulfat dapat dinyatakan sebagai reaksi berikut:



Perhitungan kinetika dilakukan dengan *Shrinking Core Model* (SCM) yakni model umumnya yang digunakan untuk menggambarkan kinetika reaksi heterogen. SCM mengasumsikan bahwa laju proses dikendalikan baik oleh difusi reaktan ke permukaan melalui lapisan difusi (film cair), difusi melalui lapisan produk, atau dengan reaksi kimia permukaan. Persamaan yang menggambarkan beberapa tahap SCM adalah sebagai berikut (Rhogoznikov, *et al.*, 2019):

$$X = kt \quad (12)$$

$$1 - 3(1-X)^{\frac{2}{3}} + 2(1-X) = kt \quad (13)$$

$$X + (1 - X) \ln(1 - X) = kt \quad (14)$$

$$1 - (1-X)^{\frac{1}{3}} = kt \quad (15)$$

$$1/3 \ln(1-X) + [(1-X)^{-\frac{1}{3}} - 1] = kt \quad (16)$$

Persamaan 12 menunjukkan mekanisme *shrinking core* melalui difusi lapisan film pada partikel silinder. Persamaan 13 merupakan mekanisme *shrinking core* secara difusi melalui lapisan produk pada partikel bola, sedangkan pada persamaan 14 difusi lapisan produk yang dilakukan pada partikel silinder. Selanjutnya pada persamaan 15 mekanisme dilakukan melalui reaksi kimia pada partikel bola, dan terakhir persamaan 16 merupakan persamaan untuk *new shrinking core model* yang menggambarkan kinetika reaksi *leaching* dikendalikan oleh transfer antar muka dan difusi melalui lapisan produk (Rhogoznikov, *et al.*, 2019). Dengan k adalah konstanta laju reaksi, t adalah waktu *leaching* dan X adalah fraksi besi terlarut, dan dapat dihitung dari persamaan berikut (Carillo, 2012) :

$$X = \frac{C}{C_0}$$

Dimana C adalah konsentrasi Fe terlarut dan C₀ adalah konsentrasi Fe awal dalam mineral ilmenit. Nilai fraksi tersebut, selanjutnya disubsitusi ke masing-masing persamaan *shrinking core model* untuk memperoleh nilai konstanta yang ditentukan berdasarkan nilai gradien pada persamaan garis lurus. Nilai konstanta yang

diperoleh pada penelitian kali ini ditampilkan pada **tabel 5.2**, sedangkan nilai koefisien relasi (R^2) yang didapatkan dari persamaan garis lurus pada masing-masing konstanta ditampilkan pada **tabel 5.3**.

Tabel 5.2 Nilai Konstanta Laju Reaksi Tiap Persamaan

Suhu	Konstanta				
	k1	k2	k3	k4	k5
	(10^{-8})	(10^{-13})	(10^{-13})	(10^{-8})	(10^{-13})
100°C	4	4	6	1	0,6
120°C	3	4	6	1	0,6
140°C	5	10	10	2	2

Tabel 5.3 Nilai Koefisien Relasi (R^2) masing-masing Konstanta

Suhu	Nilai Koefisien Relasi (R^2) masing-masing Konstanta				
	R^2_1	R^2_2	R^2_3	R^2_4	R^2_5
100°C	0,9903	0,9478	0,9481	0,8958	0,9478
120°C	0,9253	0,9535	0,9555	0,9983	0,9555
140°C	0,9933	0,9988	0,9988	0,9755	0,9988

Berdasarkan tabel 5.3, nilai koefisien regresi terbaik (R^2) pada suhu 100°C adalah 0,9903 pada mekanisme difusi lapisan film, suhu 120° C adalah 0,9983 pada mekanisme reaksi kimia, dan pada suhu 140° adalah 0,9988 pada mekanisme difusi lapisan produk pada partikel silinder dan bola serta pada *new shrinking core model* melalui mekanisme transfer antarmuka dan difusi lapisan produk. Hal tersebut menunjukkan bahwa proses *leaching* ilmenit menggunakan pelarut asam pada penelitian kali ini dikendalikan oleh seluruh mekanisme. Menurut Purwani (2015), nilai koefisien relasi yang mendekati angka 1 dapat mewakili sistem mekanisme yang terjadi pada proses *leaching*. Sementara itu, nilai energi aktivasi diperoleh dengan cara mensubstitusi nilai konstanta (k) yang telah diperoleh sebelumnya ke

dalam persamaan Arrhenius $\ln k = -\frac{E_a}{R} \frac{1}{T} + \ln A$ (MacCarthy, *et al.*, 2014), yang kemudian dibuat kembali persamaan garis lurus dengan $1/T$ sebagai sumbu X dan $\ln k$ sebagai sumbu Y. Dari cara tersebut diperoleh persamaan garis dari masing-masing konstanta adalah sebagai berikut :

Tabel 5.4 Persamaan Garis dan Koefisien Relasi Tiap Konstanta Reaksi

	Persamaan
k1	$y = -794,32x - 15,029$
k2	$y = -3442,2x - 19,463$
k3	$y = -1929,1x - 23,053$
k4	$y = -2647,8x - 11,437$
k5	$y = -4539,2x - 18,47$

Nilai gradien yang didapatkan dari persamaan diatas merupakan nilai $-\frac{E_a}{R}$, dengan R adalah konstanta gas (8,314 J/mol K) dan E_a adalah energi aktivasi. Berdasarkan nilai gradien yang diperoleh, maka dapat disimpulkan nilai energi aktivasi pada proses *leaching* ilmenit penelitian kali ini yaitu sebagai berikut :

Tabel 5.5 Nilai Energi Aktivasi

Nilai Energi aktivasi				
Difusi Lap. Film	Difusi Lap. Produk (pb)	Difusi Lap. Produk (ps)	Reaksi Kimia	New <i>shrinking core</i>
6,60	28,62	16,04	22,01	37,74
KJ/mol	KJ/mol	KJ/mol	KJ/mol	KJ/mol

Berdasarkan nilai koefisien korelasi (R^2), proses *leaching* ilmenit dengan H_2SO_4 pada penelitian kali ini dikendalikan oleh proses difusi melalui lapisan film, lapisan produk, reaksi kimia dan transfer antarmuka dan difusi produk padatan, dengan nilai energi aktivasi yang didapatkan sebesar 6,60, 28,62, 16,04, 22,01 dan 37,74 KJ/mol. Hasil tersebut sesuai dengan teori Abdel-Aal (2000) yang menyatakan

bahwa Energi aktivasi dari proses yang dikendalikan difusi biasanya di bawah 12 kJ/mol, ketika energi aktivasi antara 12 dan 40 kJ/mol, prosesnya dikendalikan oleh kedua difusi dan reaksi kimia.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

1. Pembuatan titanil sulfat dalam penelitian kali ini dilakukan dengan proses *leaching* mineral ilmenit dalam larutan asam sulfat sebesar 18 M. Diperoleh kondisi optimum sebagai berikut: suhu 140°C dan waktu *leaching* selama 360 menit dengan perolehan prosentase TiOSO_4 yang terbentuk sebesar 23,67% dan hasil kandungan besi pada residu sebesar 13,6866 ppm. Nilai prosentase TiOSO_4 tertinggi sebesar 30,5% diperoleh pada ilmenit dengan berat 20 gram.
2. Proses kinetika reaksi proses *leaching* ilmenit kali ini, diamati menggunakan model *shrinking core* dan didapati bahwa proses *leaching* ilmenit pada penelitian kali ini mengikuti setiap tahapan mekanisme dengan nilai energi dibawah 40 kJ/mol.

6.2. Saran

Perlu dilakukan pengkajian lebih lanjut terkait karakterisasi produk padatan yang diperoleh.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-Aal, E. A. (2000). Kinetics of sulfuric acid leaching of low-grade zinc silicate ore. *Hydrometallurgy*, 55(3), 247-254.
- Afanador, L., Ortega, S., Gómez, R. and Niño-Gómez, M.E., 2012. Titanyl sulfate extracted from the mineral ilmenite as mesoporous catalyst for the oleic acid esterification. *Fuel*, 100, pp.43-47.
- ATSDR, S., 2012. Toxicological Profile for Chromium. *Agency for Toxic Substances and Disease Registry. Public Health Service, US Department of Health and Human Services*. <http://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp.asp>.
- Ayanda, O.S., Adekola, F.A., Baba, A.A., Fatoki, O.S. and Ximba, B.J., 2011. Comparative study of the kinetics of dissolution of laterite in some acidic media.
- Barksdale, J., 1966. *Titanium: its Occurrence, Chemistry and Technology*, Second edition. The Ronald Press Company, NewYork.
- Carrillo-Pedroza, F.R., Soria-Aguilar, M.J., Salinas-Rodríguez, E., Martínez-Luevanos, A., Pecina-Treviño, T.E. and Dávalos-Sánchez, A., 2012. Oxidative hydrometallurgy of sulphide minerals. Recent Researches in Metallurgical Engineering-From Extraction to Forming. InTech, pp.25-40.
- Castiello, D., Calvanese, G., Puccini, M., Salvadori, M., Vitolo, S. and Seggiani, M., 2011. A technical feasibility study on titanium tanning to obtain upper quality versatile leather. In *XXXI IULTCS Congress (International Union of Leather Technologists and Chemists Societies)*.
- Chambard, P., 1978. Miscellaneous mineral tannages. *The chemistry and technology of leather*, 2, pp.349-387.
- Chen, J.H. and Christi, C., Tex., 1974. *Pre Leaching or Reduction Treatment In The Beneficiation Of Titiniferous Iron Ores*. Benilite Corporation Of Amerika (New York).
- Chen, X., Xu, B., Zhou, T., Liu, D., Hu, H., and Fan, S., 2015, Separation and recovery of metal values from leaching liquor of mixed-type of spent lithium-ion batteries, *Sep. Purif. Technol.*, 144, 197–205.
- Coates, J. 2000. Interpretation of infrared spectra, a practical approach. *Encyclopedia of analytical chemistry*, 12, 10815-10837.

- Crudu, M., Deselnicu, V., Costache, M., Nicolae, F., Mutlu, M. M., Gulumser, G., & Zengin, A. C. A. (2010). New tanning agents based on titanium and zirconium. *BIOTERRA*, 6.
- Dijs, I. J., de Koning, R., Geus, J. W., & Jenneskens, L. W. (2001). Anhydrous zirconium (IV) sulfate and tin (IV) sulfate: solid Lewis acid catalysts in liquid-phase hydro-acyloxy-addition reactions?. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 3(19), 4423-4429.
- Esteban Benito, H., T. Del Ángel Sánchez, R. García Alamilla, J. M. Hernández Enríquez, G. Sandoval Robles, and F. Paraguay Delgado. "Synthesis and physicochemical characterization of titanium oxide and sulfated titanium oxide obtained by thermal hydrolysis of titanium tetrachloride." *Brazilian Journal of Chemical Engineering* 31 (2014): 737-745.
- Ferrier, R.J., Cai, L., Lin, Q., Gorman, G.J. and Neethling, S.J., 2016. Models for apparent reaction kinetics in heap leaching: A new semi-empirical approach and its comparison to shrinking core and other particle-scale models. *Hydrometallurgy*, 166, pp.22-33.
- Habashi, F. (2016). Ilmenite for pigment and metal production. *Interdisciplinary Journal of Chemistry*, 1(1), 28-33.
- Han, K.N., Rubcumintara, T. and Fuerstenau, M.C., 1987. Leaching behavior of ilmenite with sulfuric acid. *Metallurgical Transactions B*, 18(2), pp.325-330.
- Kodom, K., 2011. *Heavy metal pollution in soils from anthropogenic activities*. Lap Lambert Academic Publishing, 120.
- Levenspiel, O. 1999. *Chemical Reaction Engineering* second edition. New York : Jhon Wiley.
- Li, G., Rao, M., Jiang, T., Huang, Q., and Peng, Z., 2011, Leaching of limonitic laterite ore by acidic thiosulfate solution, *Miner. Eng.*, 24 (8), 859–863.
- Ling, Y.Y., Zhang, J.J., Liu, K., Ge, M.H., Wang, M. and Wang, J.M., 2017. Geochemistry, geochronology, and tectonic setting of Early Cretaceous volcanic rocks in the northern segment of the Tan–Lu Fault region, northeast China. *Journal of Asian Earth Sciences*, 144, pp.303-322.

- Liu, W., Lü, L., Yue, H., Liang, B. and Li, C., 2017. Combined production of synthetic rutile in the sulfate TiO₂ process. *Journal of Alloys and Compounds*, 705, pp.572-580.
- Löwemark, L., Chen, H.F., Yang, T.N., Kylander, M., Yu, E.F., Hsu, Y.W., Lee, T.Q., Song, S.R. and Jarvis, S., 2011. Normalizing XRF-scanner data: a cautionary note on the interpretation of high-resolution records from organic-rich lakes. *Journal of Asian Earth Sciences*, 40(6), pp.1250-1256.
- MacCarthy, J., Addai-Mensah, J. and Nosrati, A., 2014. Atmospheric acid leaching of siliceous goethitic Ni laterite ore: effect of solid loading and temperature. *Minerals Engineering*, 69, pp.154-164.
- Missen, R. W., Missen, R. W., Mims, C. A., & Saville, B. A. (1999). *Introduction to chemical reaction engineering and kinetics*. John Wiley & Sons Incorporated
- National Center for Biotechnology Information (2022). PubChem Compound Summary for CID 10866624, Titanium oxide sulphate. Retrieved January 10, 2022 from <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Titanium-oxide-sulphate>.
- Noda, L.K., Sensato, F.R. and Gonçalves, N.S., 2019. Titanyl sulphate, an inorganic polymer: Structural studies and vibrational assignment. *Química Nova*, 42, pp.1112-1115.
- Purwani, MV dan Suyanti., 2014. Optimasi Suhu dan Waktu Pelindian Ilmenit Memakai H₂SO₄. *Prosiding Seminar Nasional Teknologi Energi Nuklir*. pp. 559-570.
- Oyedotun, T.D.T., 2018. X-ray fluorescence (XRF) in the investigation of the composition of earth materials: a review and an overview. *Geology, Ecology, and Landscapes*, 2(2), pp.148-154.
- Peng, B., Shi, B.I., Ding, K., Fan, H. and Shelly, D.C., 2007. Novel titanium (IV) tanning for leathers with superior hydrothermal stability. *Journal of the American Leather Chemists Association*, 102(10), pp.297-305
- Pomelli, C. S., Chiappe, C., Barontini, F., Puccini, M., Seggiani, M., & Vitolo, S. (2017). An insight into the molecular mechanism of the masking process in titanium tanning. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 19(1), 259-267.

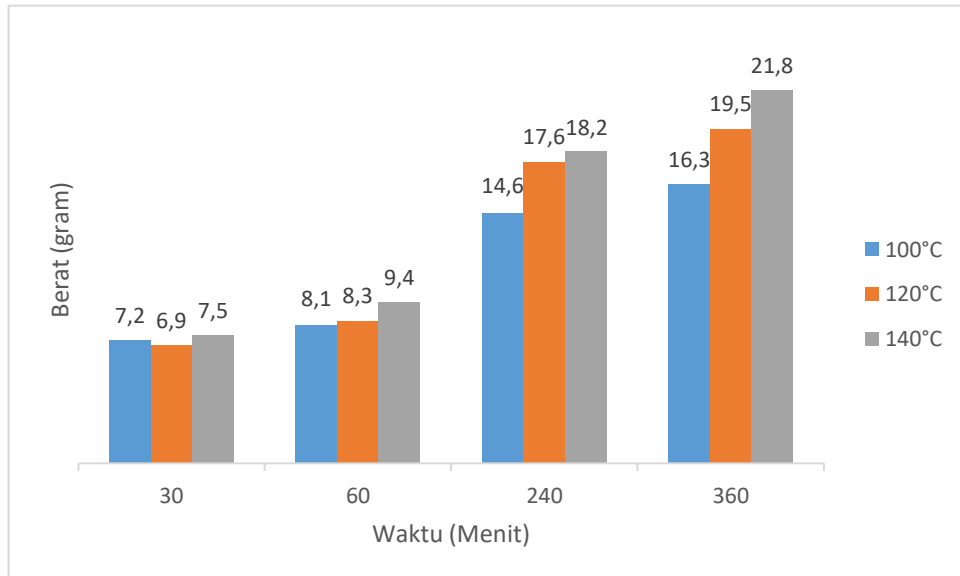
- R. CHANG, *Chemistry Ninth Edition*. New York: Mc Graw Hill. (2007)
- Ramamurthy, G., Krishnamoorthy, G., Sastry, T.P. and Mandal, A.B., 2014. Rationalized method to enhance the chromium uptake in tanning process: role of Gallic acid. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 16(3), pp.647- 654.
- Ramaswamy, V., Vimalathithan, R. M., & Ponnusamy, V. (2010). Synthesis and characterization of BaSO₄ nano particles using micro emulsion technique. *Adv. Appl. Sci. Res*, 1(3), 197-204.
- Reynolds, H.S., Bhargava, S. and Antolasic, F., 2009. Structural investigation of titanyl sulfate dihydrate and intermediates formed during thermal decomposition. *Engineering Our Future: Are We up to the Challenge?: 27-30 September 2009, Burswood Entertainment Complex*, p.1779.
- Rogozhnikov, D.A., Shoppert, A.A., Dizer, O.A., Karimov, K.A. and Rusalev, R.E., 2019. Leaching kinetics of sulfides from refractory gold concentrates by nitric acid. *Metals*, 9(4), p.465.
- Rouchon, V., Badet, H., Belhadj, O., Bonnerot, O., Lavédrine, B., Michard, J.G. and Miska, S., 2012. Raman and FTIR spectroscopy applied to the conservation report of paleontological collections: identification of Raman and FTIR signatures of several iron sulfate species such as ferrinatriite and sideronatriite. *Journal of Raman Spectroscopy*, 43(9), pp.1265-1274.
- Scott, H. F. (2016). *Elements of chemical reaction engineering*. Prentice Hall
- Setiabudi, A., Hardian, R., Muzzakir, A., *Karakterisasi Material : Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. Bandung : UPI Press.
- Sibum, H., Güther, V., Roidl, O., Habashi, F., Uwe Wolf, H. and Siemers, C., 2000. Titanium, titanium alloys, and titanium compounds. *Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry*, pp.1-35.
- Sohn, J.R., Lee, S.H., Cheon, P.W. and Kim, H.W., 2004. Acidic properties and catalytic activity of titanium sulfate supported on TiO₂. *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 25(5), pp.657-664.
- Sohn, J.R., 2004. Recent advances in solid superacids. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 10(1), pp.1-15.

- Subagja, R. Lia A, Latifa H, 2013, “Decomposition of ilmenit from Bangka island Indonesia with KOH solutions”, *Asian Transaction on basic and applied sciences*, vol.3, issue 2.
- Sudunagunta, D., Nagasamy Venkatesh, D. and Meyyanathan, S.N., 2012. Atomic Absorption Spectroscopy: A special emphasis on pharmaceutical and other applications. *Journal of Pharmacy Research*.
- Tampubolon, A. (2013) “The Indonesian titanium deposit types and their resources; The aspects for titanium commodity development,” *Buletin Sumber Daya Geologi*, 8(3), pp. 100–110.
- Tursunov, O., Dobrowolski, J., & Nowak, W. (2015). Catalytic energy production from municipal solid waste biomass: Case study in Perlis, Malaysia. *World Journal of Environmental Engineering*, 3(1), 7-14.
- Varón, D.A., Henao, J.A., Pinilla, J.A., González, C., Tabares, J.A. and Betancourt-Rios, J.D., 2008. Estudio de las Transformaciones del Mineral Ilmenita (FeTiO_3) de Puerto Colombia (Atlántico) Producidas Durante la Molienda de Alta Energía. *Revista Colombiana de Física*, 40(1).
- Weltje, G.J., & Tjallingii, R. (2008). Calibration of XRF core scanners for quantitative geochemical logging of sediment cores: Theory and application. *Earth Planet Science Letters*, 274(3–4), 423–438.
- Yamaguchi, T. (1990). Recent progress in solid superacid. *Applied Catalysis*, 61(1), 1-25.
- Yuliusman, Y., 2016. Recovery Logam Nikel Dari Spent Katalis $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ Dengan Teknologi Leaching Menggunakan Amonia-amonium Karbonat. *Indonesian Journal of Mathematics and Natural Sciences*, 39(2), pp.143-149.
- Zhang, W., Zhu, Z. and Cheng, C.Y., 2011. A literature review of titanium metallurgical processes. *Hydrometallurgy*, 108(3-4), pp.177-188.

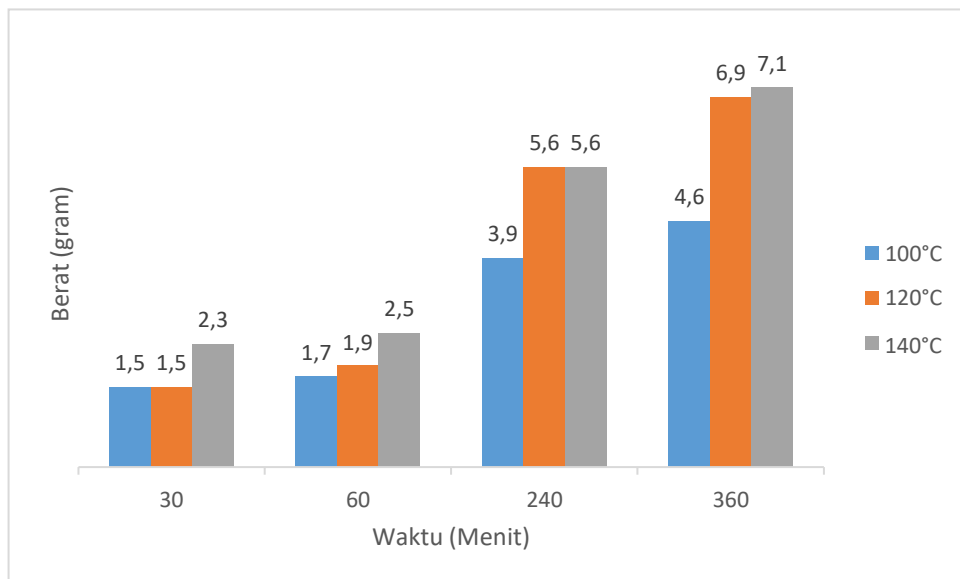
LAMPIRAN

Lampiran 1. Grafik Hubungan antara Variasi Suhu dan Waktu *Leaching* dengan Hasil *Leaching* yang Terbentuk

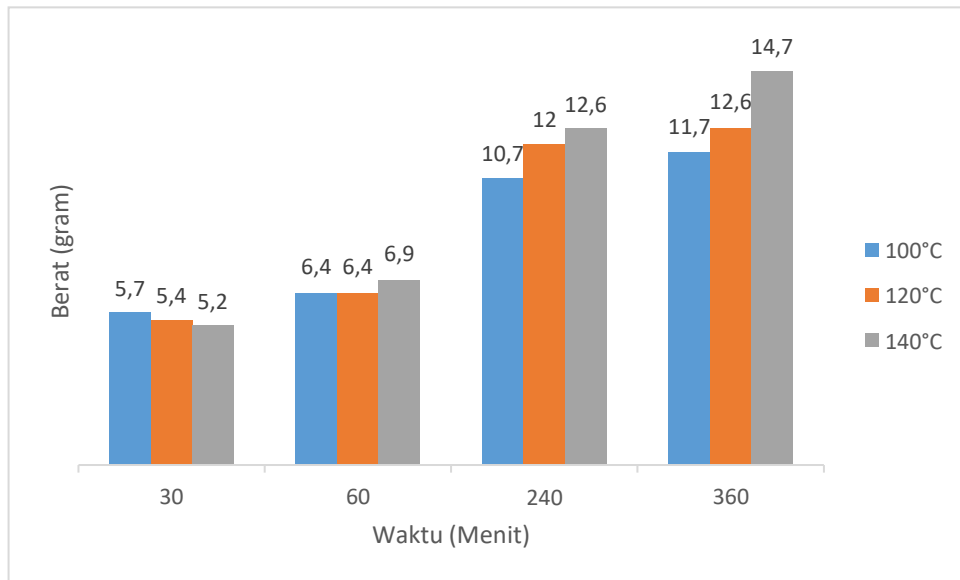
$\text{FeSO}_4 + \text{TiOSO}_4 + 2\text{H}_2\text{O (g)}$



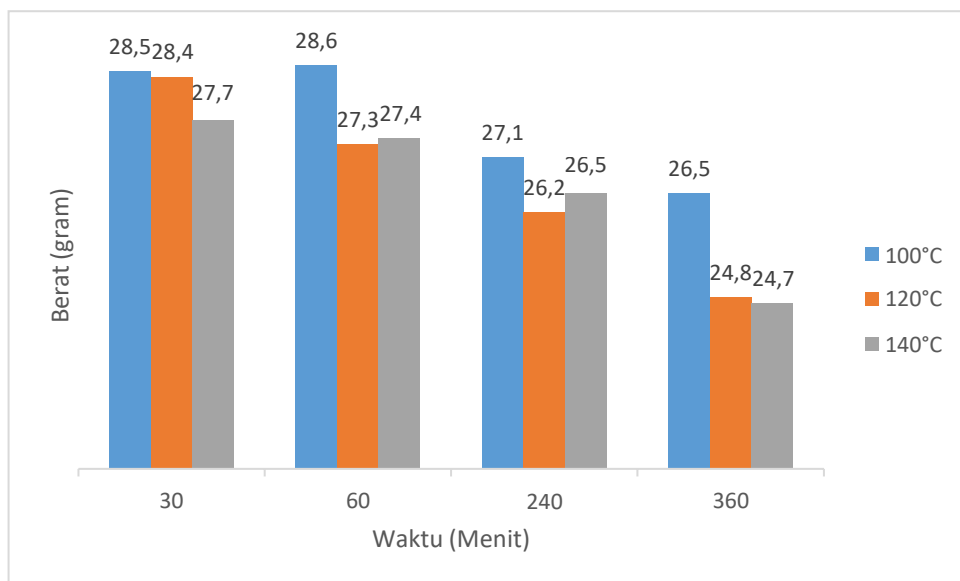
$\text{TiOSO}_4 \text{ (g)}$

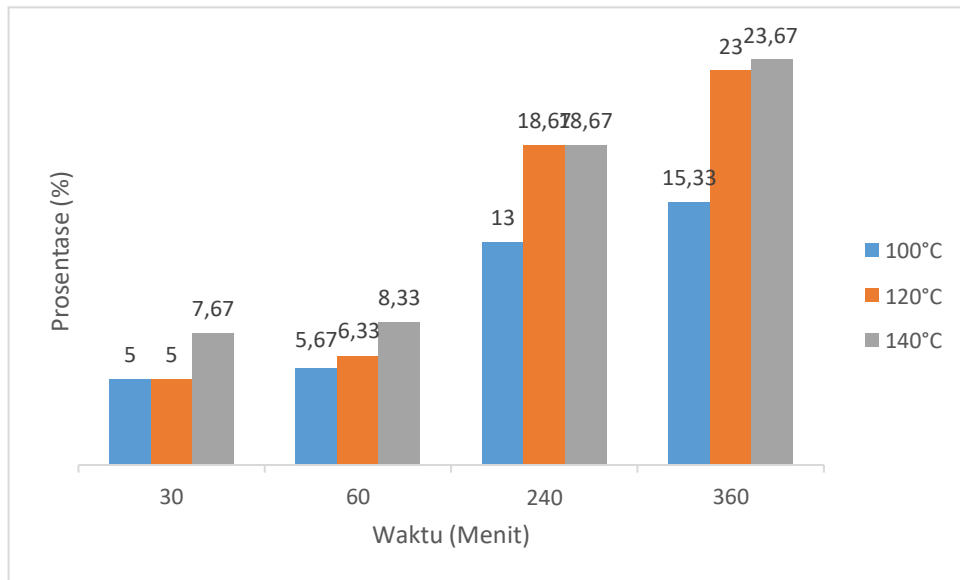


FeSO₄ (g)



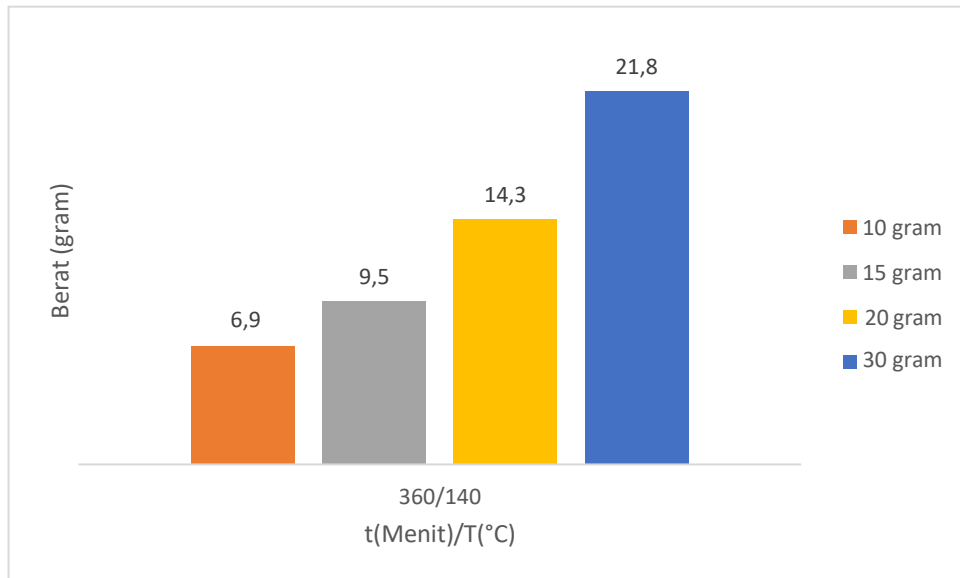
Sisa Ilmenit (g)



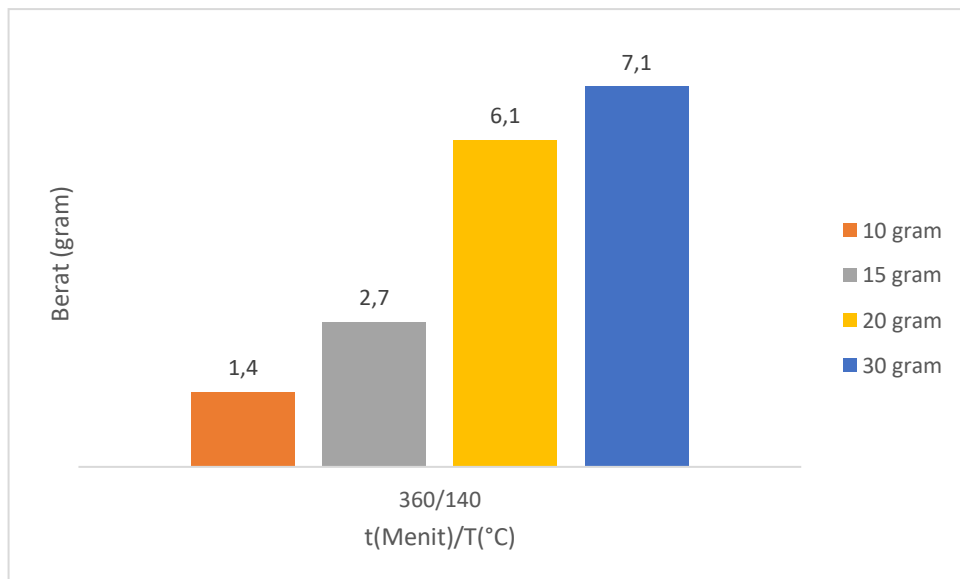
Prosentase TiOSO_4 (%)

Lampiran 2. Grafik Hubungan antara Variasi Berat Sampel dengan Hasil *Leaching* yang Terbentuk.

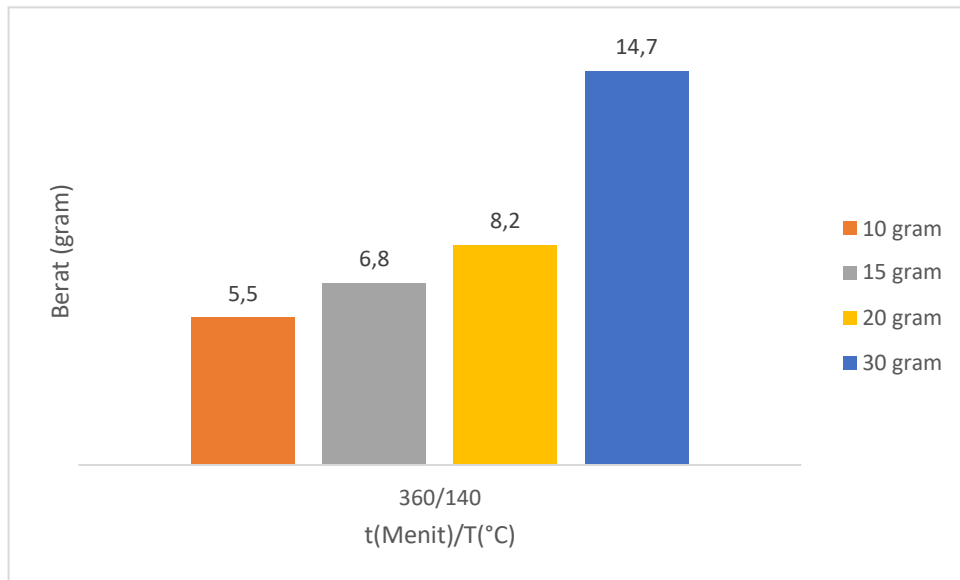
$\text{FeSO}_4 + \text{TiOSO}_4 + 2\text{H}_2\text{O (g)}$



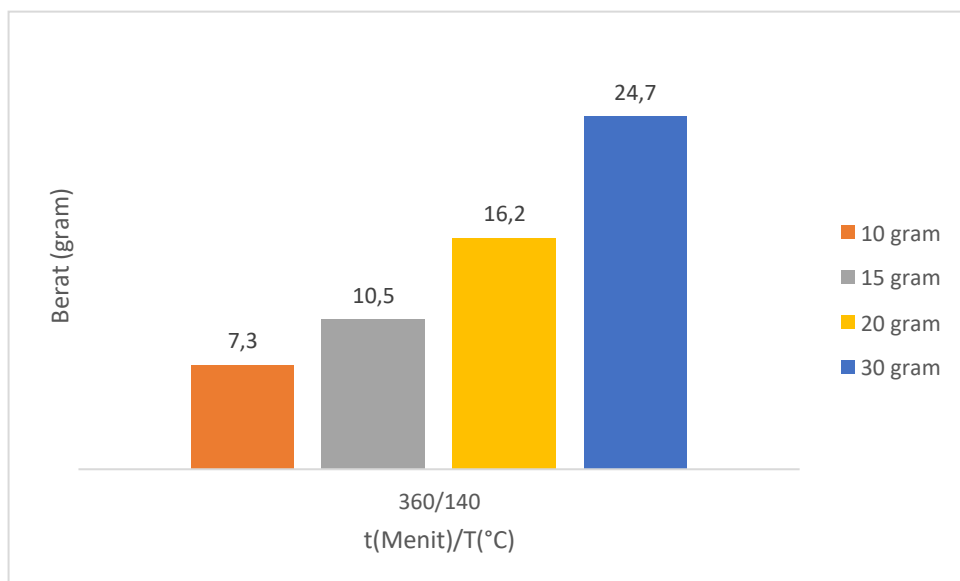
$\text{TiOSO}_4 \text{ (g)}$

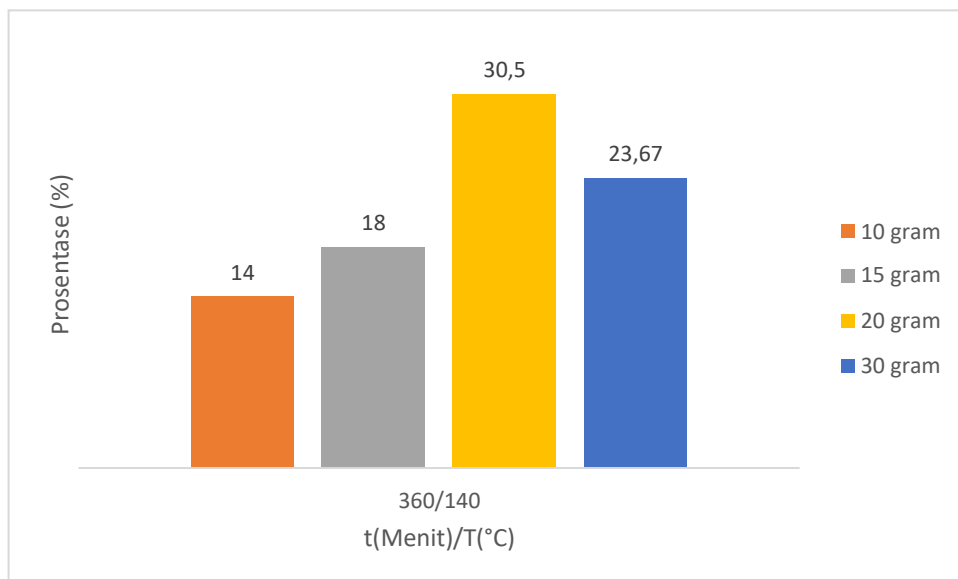


FeSO₄ (g)



Sisa Ilmenit (g)



Prosentase TiOSO_4 (%)

Lampiran 3. Perhitungan Prosentase pada Variasi Suhu dan Variasi Waktu Leaching

$$\text{Prosentase} = \frac{\text{Berat Rendemen yang terbentuk}}{\text{Berat Mineral mula - mula}} \times 100\%$$

Prosentase

$$\text{Prosentase} = \frac{1,5}{30} \times 100\%$$

$$\text{Prosentase} = 5\%$$

Prosentase

$$\text{Prosentase} = \frac{2,3}{30} \times 100\%$$

$$\text{Prosentase} = 7,67\%$$

Ilmenit(g)	t(menit)/T(°C)	FeSO ₄ + TiOSO ₄ + 2H ₂ O (g)	TiOSO ₄ (g)	Prosentase (%)
30	30/100	7,2	1,5	5
30	60/100	8,1	1,7	5,67
30	240/100	14,6	3,9	13
30	360/100	16,3	4,6	15,33
30	30/120	6,9	1,5	5
30	60/120	8,3	1,9	6,33
30	240/120	17,6	5,6	18,67
30	360/120	19,5	6,9	23
30	30/140	7,5	2,3	7,67
30	60/140	9,4	2,5	8,33
30	240/140	18,2	5,6	18,67
30	360/140	21,8	7,1	23,67

Lampiran 4. Perhitungan Prosentase pada Variasi Berat Sampel

$$\text{Prosentase} = \frac{\text{Berat Rendemen yang terbentuk}}{\text{Berat Mineral mula – mula}} \times 100\%$$

Prosentase

$$\text{Prosentase} = \frac{1,4}{10} \times 100\%$$

$$\text{Prosentase} = 14\%$$

Prosentase

$$\text{Prosentase} = \frac{2,7}{10} \times 100\%$$

$$\text{Prosentase} = 18\%$$

Ilmenit(g)	t(Menit)/T(°C)	FeSO ₄ + TiOSO ₄ + 2H ₂ O (g)	TiOSO ₄ (g)	Prosentase (%)
10	360/140	6,9	1,4	14
15	360/140	9,5	2,7	18
20	360/140	14,3	6,1	30,5
30	360/140	21,8	7,1	23,67

Lampiran 5. Perhitungan Kinetika Proses *Leaching*

Fraksi Fe terlarut (X) yang didapatkan dengan cara :

$$X = \frac{C \text{ (Konsentrasi Fe terlarut)}}{C_0 \text{ (Konsentrasi Fe awal dalam ilmenit)}}$$

Nilai fraksi Fe terlarut pada suhu 100° C, 120° C dan 140° C :

Waktu (menit)	Fraksi Fe terlarut (10 ⁻⁶)		
	100° C	120° C	140° C
30	6,53	10,56	22,23
60	7,28	13,98	24,93
240	14,28	20,50	33,67
360	20,93	21,91	38,64

Perhitungan Persamaan Kinetika :

a. Difusi Lapisan Film Partikel Silinder :

Waktu (Menit)	X (10 ⁻⁶)		
	100°C	120°C	140°C
30	6,53	10,56	22,23
60	7,28	13,98	24,93
240	14,28	20,50	33,67
360	20,93	21,91	38,64

b. Difusi Lapisan Produk Partikel Bola

Waktu (Menit)	$1-3(1-X)^{\frac{2}{3}}+2(1-X) \text{ (10}^{-11}\text{)}$		
	100°C	120°C	140°C
30	1,42	3,71	16,47
60	1,76	6,51	20,72

240	6,79	14,08	37,79
360	14,60	16	49,77

c. Difusi Lapisan Produk Partikel Silinder

Waktu (Menit)	$X+(1-X) \ln(1-X) (10^{-11})$		
	100°C	120°C	140°C
30	2,13	5,58	24,71
60	2,65	9,77	31,08
240	10,20	21,01	56,68
360	21,90	24,00	74,65

d. Reaksi Kimia Partikel Bola :

Waktu (Menit)	$1-(1-X)^{\frac{1}{3}} (10^{-6})$		
	100°C	120°C	140°C
30	2,18	3,52	7,41
60	2,43	4,66	8,31
240	4,76	6,83	11,22
360	6,97	7,30	12,88

e. *New shrinking core model* :

Waktu	$1/3 \ln(1-X) + [(1-X)^{\frac{-1}{3}} - 1] (10^{-12})$
-------	--

(Menit)	100°C	120°C	140°C
30	2,37	6,19	27,44
60	2,94	10,86	34,52
240	11,32	23,34	62,98
360	24,33	26,67	82,94

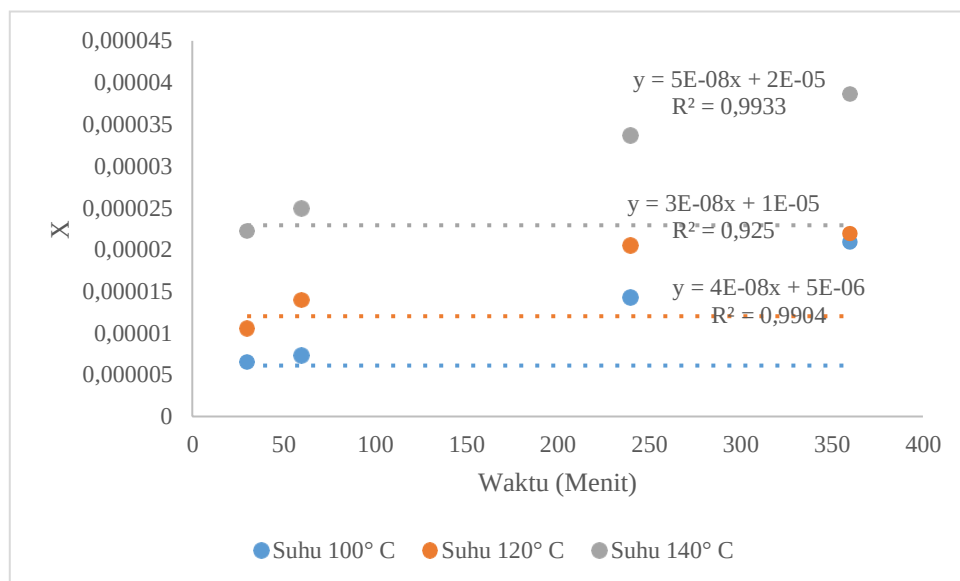
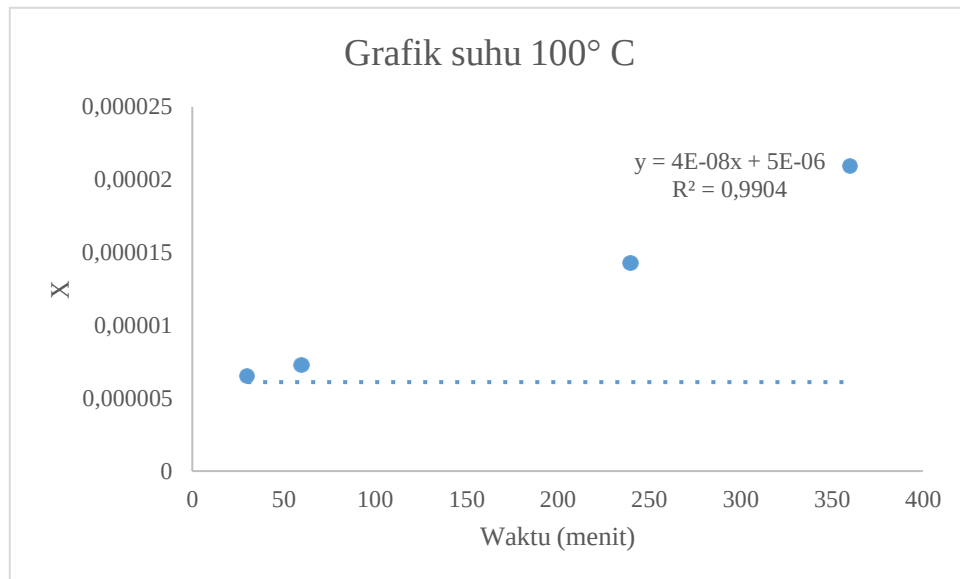
Mencari Nilai Konstanta Reaksi

Data dari persamaan diatas dibuat dalam grafik dengan interval waktu *leaching* sebagai sumbu X dan hasil perhitungan dengan persamaan *shrinking core model* pada masing-masing suhu sebagai sumbu Y. Dari grafik tersebut, didapatkan persamaan garis lurus $y = mx + c$, dengan nilai m (*slope*) digunakan sebagai nilai konstanta untuk menghitung energi aktivasi yang dihasilkan dari proses leaching yang dilakukan.

Difusi Lapisan Film Partikel Silinder

Suhu 100°C

X	Y
(waktu leaching dalam menit)	X (10^{-6})
30	6,53
60	7,28
240	14,28
360	20,93



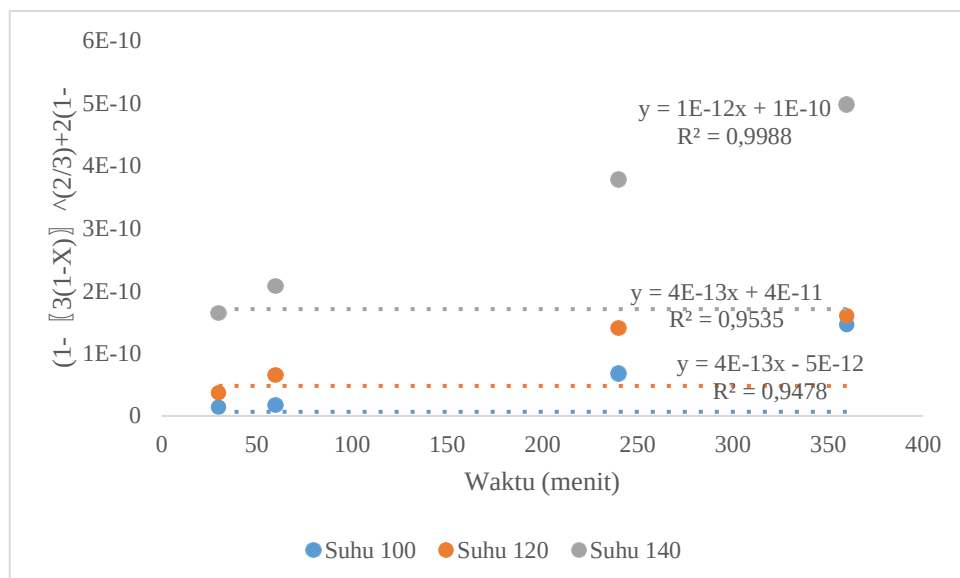
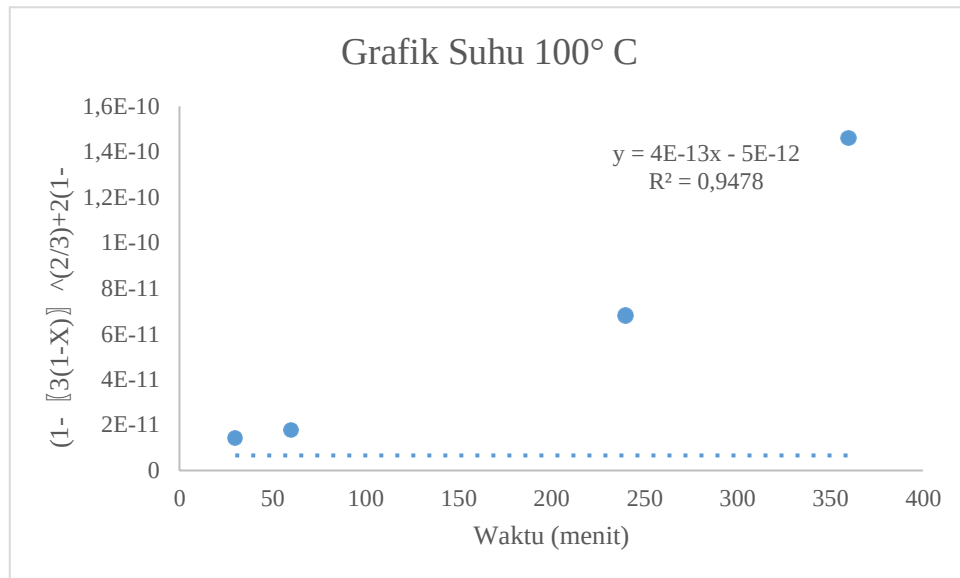
Difusi Lapisan Produk Partikel Bola

Suhu 100° C

X	Y
(waktu leaching dalam menit)	$1-3(1-X)^{\frac{2}{3}}+2(1-X) (10^{-11})$
30	1,42
60	1,76
240	6,79

360

14,60

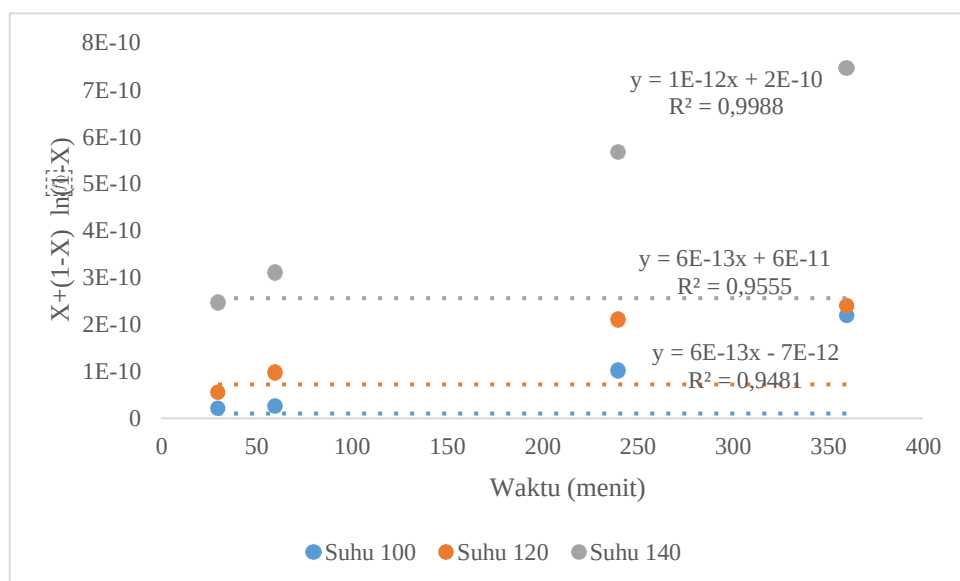
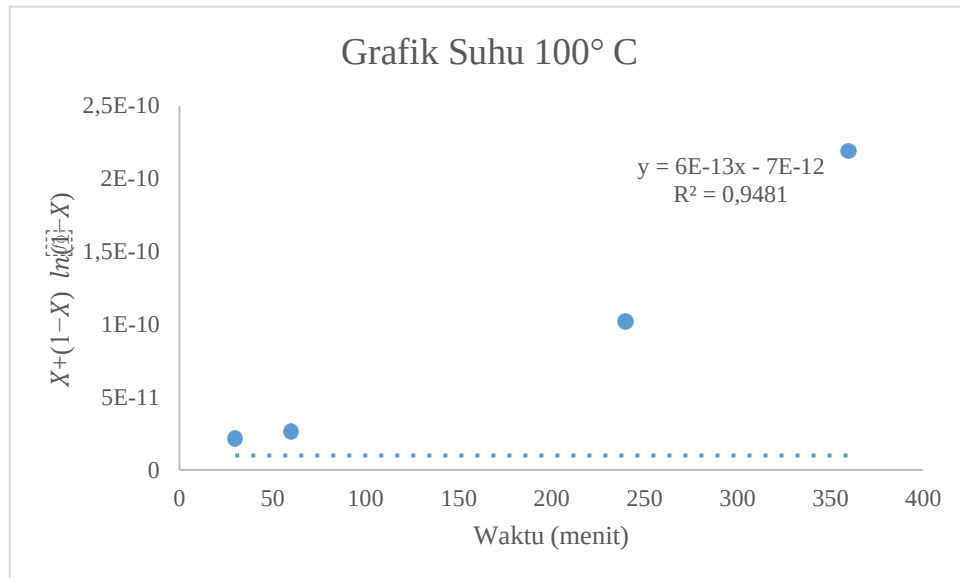


Difusi Lapisan Produk Partikel Silinder

Suhu 100° C

X	Y
(waktu leaching dalam menit)	$X + (1-X) \ln(1-X) (10^{-11})$
30	2,13
60	2,65

240	10,20
360	21,90

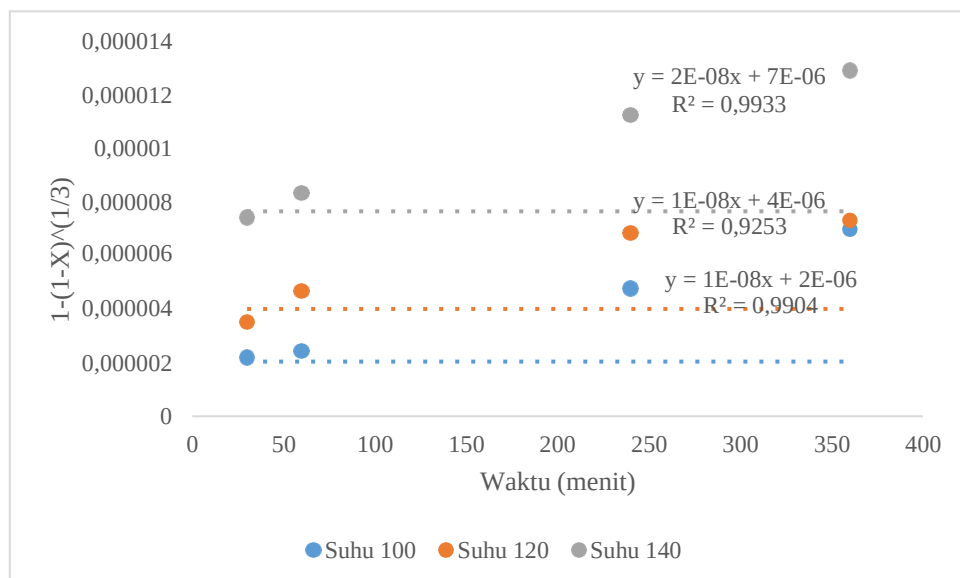
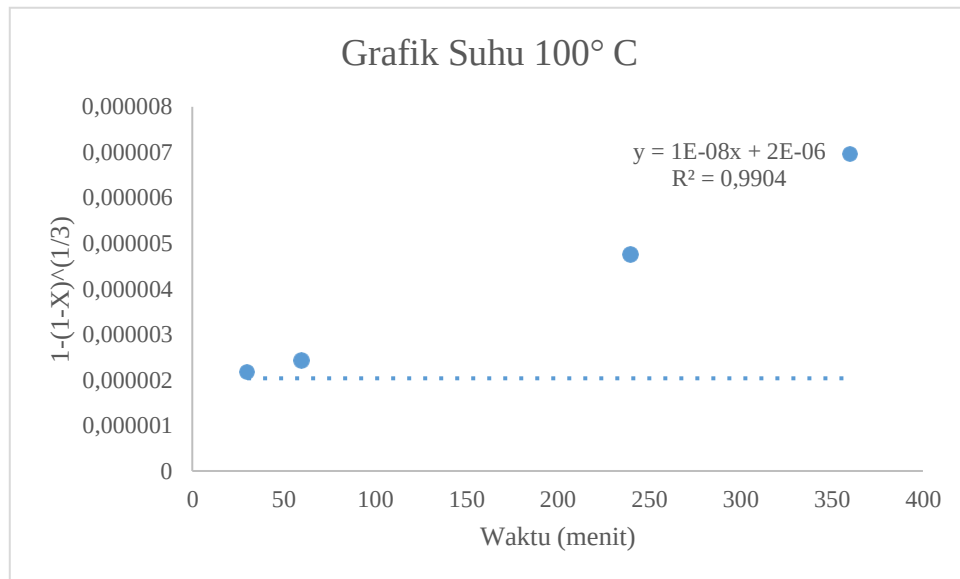


Reaksi Kimia Partikel Bola :

Suhu 100°C

X	Y
(waktu leaching dalam menit)	$1-(1-X)^{\frac{1}{3}} (10^{-6})$

30	2,18
60	2,43
240	4,76
360	6,97

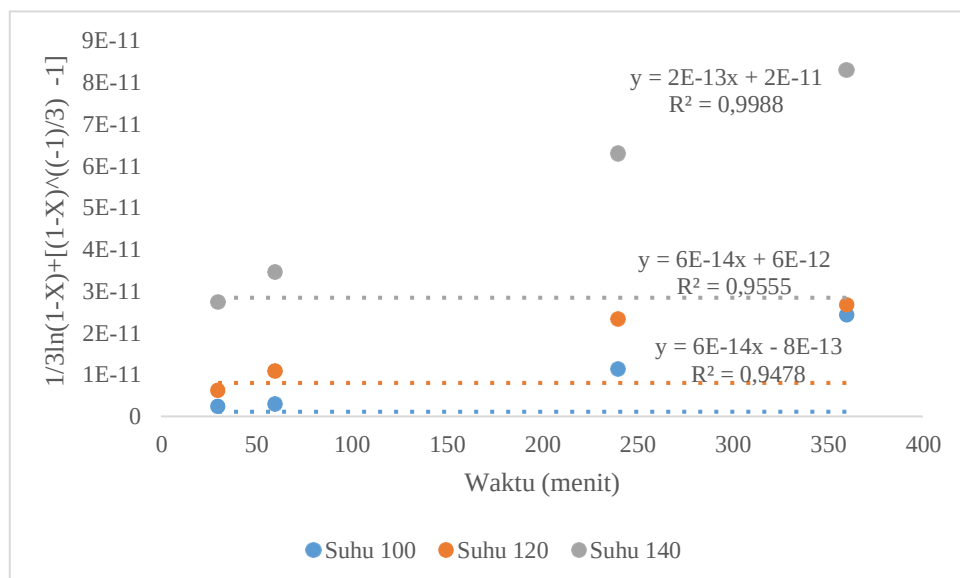
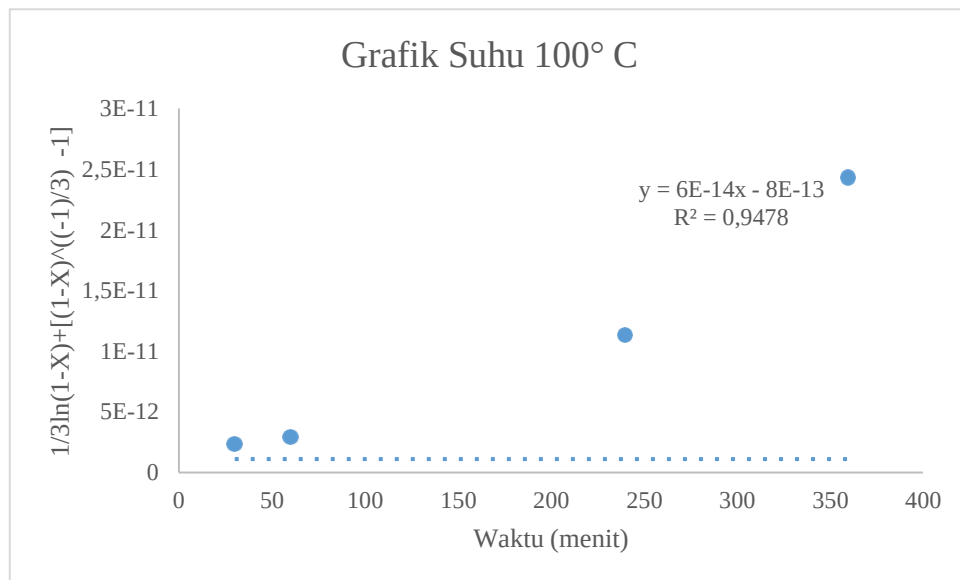


New Shrinking Core Model

Suhu 100° C

X	Y
---	---

(waktu leaching dalam menit)	$\frac{1}{3}\ln(1-X) + \left[\frac{1}{(1-X)^{\frac{1}{3}} - 1}\right] (10^{-12})$
30	2,37
60	2,94
240	11,32
360	24,33



Dengan cara yang sama seperti diatas maka didapatkan nilai konstanta (k) dan koefisien relasi (R^2) dari persamaan regresi diatas pada masing-masing suhu adalah sebagai berikut :

Suhu	Konstanta				
	k1	k2	k3	k4	k5
	(10^{-8})	(10^{-13})	(10^{-13})	(10^{-8})	(10^{-13})
100°C	4	4	6	1	0,6
120°C	3	4	6	1	0,6
140°C	5	10	10	2	2

Suhu	Nilai Koefisien Relasi (R^2) masing-masing Konstanta				
	R^2_1	R^2_2	R^2_3	R^2_4	R^2_5
100°C	0,9903	0,9478	0,9481	0,8958	0,9478
120°C	0,9253	0,9535	0,9555	0,9983	0,9555
140°C	0,9933	0,9988	0,9988	0,9755	0,9988
Rata-rata	0,9696	0,9667	0,9674	0,9565	0,9673

Nilai koefisien relasi (R^2) tertinggi diperoleh oleh k1, artinya kinetika proses *leaching* ilmenit menggunakan asam sulfat mengikuti *model shrinking core* yang dikontrol secara difusi melalui liquid film pada partikel silinder sampel.

Nilai Energi Aktivasi

Nilai konstanta (k) yang telah diperoleh sebelumnya disubstitusikan dalam persamaan $\ln k = -\frac{E_a}{R} \frac{1}{T} + \ln A$, yang kemudian dibuat kembali grafik dengan $1/T$

sebagai sumbu X dan $\ln k$ sebagai sumbu Y sehingga diperoleh nilai persamaan regresi diatas pada masing-masing konstanta adalah sebagai berikut :

Persamaan	
k1	$y = -794,32x - 15,029$

k2	$y = -3442,2x - 19,463$
k3	$y = -1929,1x - 23,053$
k4	$y = -2647,8x - 11,437$
k5	$y = -4539,2x - 18,47$

Nilai gradien yang didapatkan dari persamaan diatas merupakan nilai $-\frac{Ea}{R}$, dengan R adalah konstanta gas (8,314 J/mol K) dan Ea adalah energi aktivasi. Energi aktivasi didapatkan dengan cara :

$$m = -\frac{Ea}{R}$$

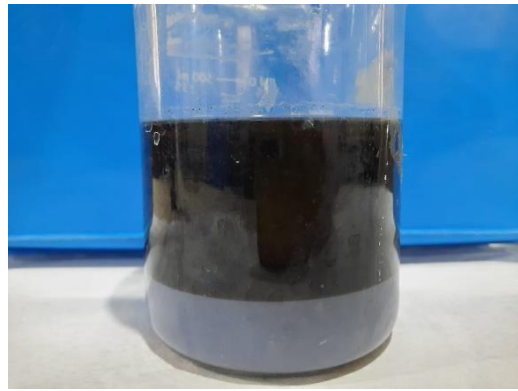
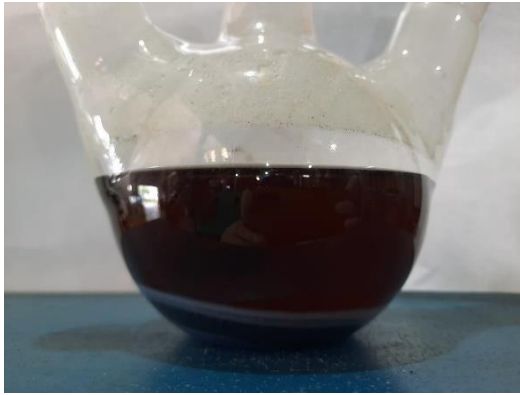
$$-794,32 = -\frac{Ea}{8,314}$$

$$Ea = 6603,976 \text{ J/mol}$$

$$Ea = 6,603 \text{ kJ/mol}$$

Dengan cara yang sama didapatkan nilai energi aktivasi masing-masing sebagai berikut :

Nilai Energi aktivasi				
Difusi Lap. Film	Difusi Lap. Produk (pb)	Difusi Lap. Produk (ps)	Reaksi Kimia	New shrinking core
6,60	28,62	16,04	22,01	37,74
kJ/mol	kJ/mol	kJ/mol	kJ/mol	kJ/mol

Lampiran 6. Dokumentasi Proses Penelitian

Hasil Leaching Ilmenit dengan H_2SO_4



Hasil Produk TiOSO_4