

Reduksi Si dan Al pada Mineral Ilmenit dengan Metode Dekomposisi Basa Natrium Hidroksida

ERLINA YUSTANTI 1¹, ANDINI 2², LATIFA HANUM LALASARI 3³

^{1,2}Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Jl.Jend. Sudirman KM 3, Cilegon 42435 Banten

³Research Centre for Metallurgy, Indonesian Institute of Sciences (LIPI), Kawasan Puspipstek Serpong, Tangerang Selatan 15314, Indonesia

email: erlina.yustanti68@gmail.com

ABSTRAK

Ilmenit merupakan salah satu mineral oksida yang belum optimal pengolahannya. Indonesia memiliki cadangan ilmenit cukup besar 40 juta ton diantaranya di Kalimantan Selatan. Pengolahan ilmenit menjadi titanium dioksida menjadi sangat penting karena titanium oksida memiliki banyak aplikasi antara lain sebagai katalis dapat mendegradasi polutan organik dalam air. Proses dekomposisi basa ilmenit menggunakan natrium hidroksida bertujuan untuk menghilangkan pengotor seperti Al dan Si. Metode dekomposisi basa dilakukan dengan mencampurkan ilmenit dan natrium hidroksida pada rasio berat 1 : 1,2 dilanjutkan roasting variasi temperatur 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, dan 900°C selama 2 jam. Hasil roasting natrium aluminat dan natrium silikat dapat larut melalui *leaching* air sehingga dapat dipisahkan. Hasil penelitian menunjukkan reduksi Al paling optimum pada roasting 500°C dihasilkan % ekstraksi 45,195% sedangkan reduksi Si optimum pada 900°C dengan % ekstraksi 98%. Kandungan titanium meningkat dari 42,35% menjadi 49,61%.

Kata Kunci: *ilmenit, dekomposisi basa, natrium hidroksida*

ABSTRACT

The processing of ilmenite into titanium dioxide becomes very important because titanium oxide has many applications. It can be used as a catalyst that can degrade organic pollutants. Base decomposition process of the ilmenite by sodium hydroxide used to remove impurities such as Aluminium Oxide and Silicate. In this study, ilmenite and sodium hydroxide were mixed with a weight ratio of 1: 1.2 followed by roasting at a temperature of 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, and 900°C for 2 hours. Al and Si formed sodium aluminate and sodium silicate which can dissolve through water leaching so they can be separated very well. The result shows the optimum reduction of Al is on the roasting temperature 500°C with percentage of extraction 45,19% while the optimum Si reduction at roasting at 900°C with percentage of extraction 98%. The amount of titanium increased from 42,35% to 49,61%.

Keyword: *ilmenite, base decomposition, sodium hydroxide*

PENDAHULUAN

Indonesia memiliki cadangan ilmenit yang merupakan mineral penghasil TiO_2 cukup melimpah lebih dari 40 juta ton (Anonim, 2011). Mineral ilmenit banyak ditemukan di Pulau Bangka, Pulau Jawa dan Kalimantan. Berdasarkan Peraturan Menteri ESDM No.1 Tahun 2014 diwajibkan adanya peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian di dalam negeri sehingga perlu proses pengolahan ilmenit menjadi produk yang memiliki nilai tambah (Peraturan Pemerintah ESDM, 2014). Ilmenit merupakan salah satu mineral utama penghasil TiO_2 yang memiliki banyak aplikasi salah satunya sebagai pigmen dan fotokatalis (Fujishima, 1999; Lalasari, 2009; Abdelfattah, 2014). Penelitian pembuatan titanium dioksida *anatase* ini dilatarbelakangi juga oleh penelitian-penelitian sebelumnya terkait sintesis titanium oksida. Penelitian tersebut antara lain adalah penelitian mengenai pembuatan titanium oksida *anatase* untuk aplikasi pigmen dari ilmenit Rosetta menggunakan proses sulfat. Dari hasil penelitiannya diketahui bahwa didapatkan TiO_2 dengan kadar 98% (Abdelfattah, 2014). Selain itu dilakukan penelitian pembuatan nanopartikel TiO_2 rutil dengan proses reduksi leaching menggunakan HCl dengan Fe sebagai agen pereduksi. Hasilnya didapatkan TiO_2 berukuran 58 nm dengan kadar 80% (Akhgar, 2013). Peneliti terdahulu juga melakukan proses penggabungan antara alkali roasting dengan pelindian asam untuk menghasilkan TiO_2 rutil dengan kemurnian 97% (Lahiri, 2007). Saat ini proses kaustik lebih banyak dikembangkan karena memiliki selektifitas yang lebih tinggi serta kondisi operasi yang lebih aman dibandingkan dengan proses pelindian asam secara langsung (Zhang et al, 2011). Alasan tersebut yang mendasari dipilihnya proses dekomposisi basa pada sintesis titanium dioksida serta untuk menghilangkan kandungan pengotor pada mineral ilmenit.

2. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Material

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah Ilmenit yang berasal dari Kalimantan Selatan. Preparasi awal mineral ilmenit terdiri dari proses pegayakan dan penghalusan. Pegayakan dilakukan selama 10 menit menggunakan *sieve shaker* dengan ayakan 100#, 150#, 200# dan 325# sedangkan penghalusan ukuran dilakukan menggunakan *disk mill* selama 5 menit. Ukuran sampel mineral ilmenit yang digunakan adalah -100#+150#. Sampel ilmenit dilanjutkan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui fasa yang terkandung di dalam ilmenit. Analisis X-Ray Fluorescence Spectrometer (XRF) diperlukan untuk mengetahui kandungan senyawa penyusun ilmenit. Karakterisasi selanjutnya untuk mengetahui struktur mikro ilmenit menggunakan *Scanning Electron Microscop* (SEM). Hasil analisis ilmenit dengan XRF dapat dilihat pada Tabel 1.

Berdasarkan Tabel 1. terlihat bahwa kandungan senyawa terbesar penyusun ilmenit adalah TiO_2 dengan kadar 42,35%wt. Selain itu terdapat juga senyawa Fe_2O_3 dengan kadar yang cukup besar yaitu 29,91%wt dan senyawa minor seperti Al_2O_3 dan SiO_2 , MgO, MnO dan Cr_2O_3 . Senyawa-senyawa ini merupakan senyawa pengotor didalam mineral ilmenit ini yang dapat mengganggu keberhasilan proses sintesis TiO_2 . Senyawa pengotor ini harus dilakukan *treatment* agar dapat dipisahkan dari mineral ilmenit sehingga dapat meningkatkan kandungan titaniumnya.

Tabel 1. Komposisi Kimia Ilmenit

Formula	Kadar (wt%)	Formula	Kadar (wt%)
TiO ₂	42,35	NiO	0,05
Fe ₂ O ₃	29,91	Na ₂ O	7,81
Al ₂ O ₃	1,62	La ₂ O ₃	0,9
SiO ₂	2,10	CeO ₂	0,42
MgO	2,56	CuO	0,09
CaO	0,4	V ₂ O ₅	0,24
MnO	1,54	Y ₂ O ₃	0,11
Cr ₂ O ₃	1,52	SO ₃	3,52
ZnO	0,09	ZrO ₂	4,06
SnO ₂	0,04	Nb ₂ O ₅	0,1
Bi ₂ O ₃	0,05	MoO ₃	0,03
PbO	0,03	Total	100

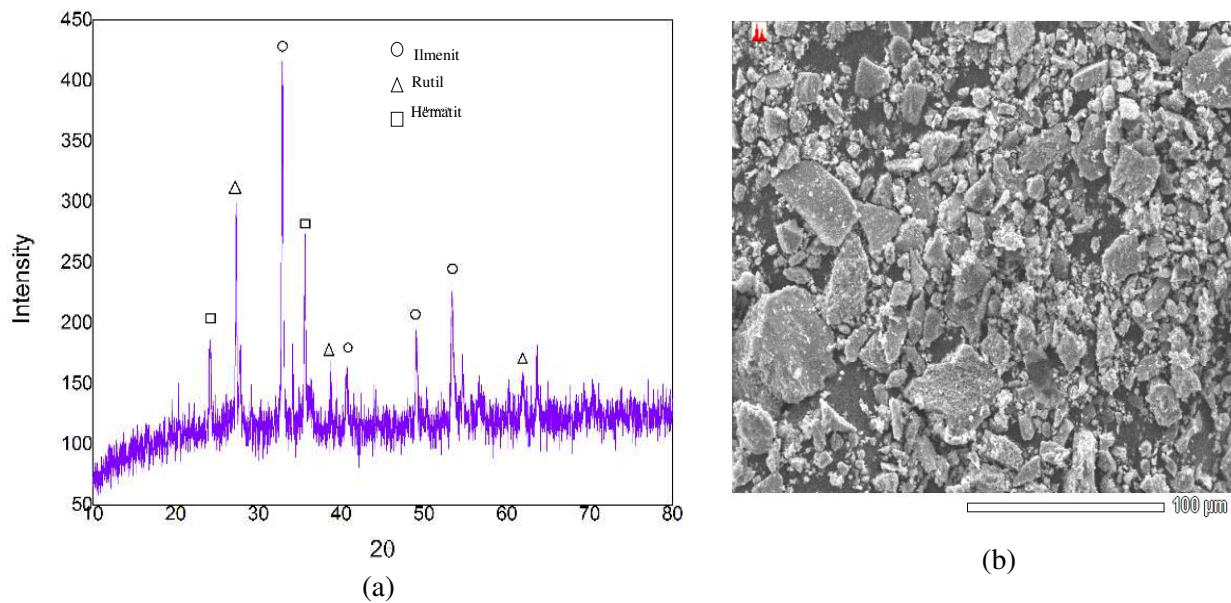
2.2 Dekomposisi dengan NaOH

Sampel ilmenit yang sudah dipreparasi dicampurkan dengan NaOH padat pada rasio berat 1 : 1,2 dan dilakukan proses dekomposisi basa menggunakan *muffle furnace* selama 2 jam dengan variasi temperatur 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C, dan 900 °C. Hasil dekomposisi basa berupa *frit* dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM untuk mengetahui struktur mikro, senyawa yang terkandung di dalamnya, kemudian dicuci menggunakan *aquades* dengan rasio *frit* dan air 1 : 4 selama 3 jam pada temperatur 40 °C dengan bantuan *hotplate* dan kecepatan pengadukan 300 rpm. Filtrat hasil pencucian air dianalisis menggunakan ICP-OES untuk mengetahui kandungan unsurnya sedangkan residunya dianalisis menggunakan XRF dan dijadikan sebagai bahan baku proses selanjutnya.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Karakteristik Ilmenit

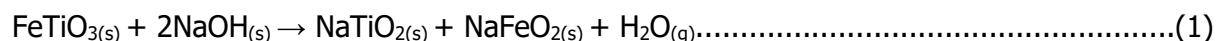
Karakterisasi mineral ilmenit Kalimantan Selatan dilakukan dengan menggunakan XRD, XRF dan juga SEM. Hasil analisis dengan menggunakan XRF terlihat pada Tabel 1 dimana terdapat senyawa-senyawa penyusun mineral ilmenit. Senyawa TiO₂ dan Fe₂O₃ dengan wt% berturut-turut sebesar 42,35 dan 29,91, merupakan senyawa yang paling dominan ada pada mineral ilmenit sedangkan senyawa lainnya terdiri dari SiO₂, Al₂O₃, MgO, CaO, MnO, Cr₂O₃, ZnO dan SnO₂ dengan jumlah yang relatif kecil. Kandungan TiO₂ yang cukup tinggi ini sangat memungkinkan untuk diolah lebih lanjut dan dimurnikan sehingga dihasilkan produk yang memiliki nilai tambah yaitu TiO₂. Hasil analisis XRD dan SEM dapat dilihat pada Gambar 1 yang menunjukkan pola difraksi senyawa yang ada pada mineral ilmenit dan struktur mikronya. Dari hasil analisis ini terlihat jelas bahwa ilmenit (ICSD 98-003-0637) merupakan senyawa paling dominan dilihat dari intensitasnya yang paling tinggi serta terdapat pula senyawa lainnya seperti hematit (ICSD 98-016-4008) dan rutil (ICSD 98-003-3843). Pengujian XRD dilakukan dengan sudut 2θ sebesar 10° hingga 80° dan hasilnya dianalisis menggunakan *software HighscorePlus* dengan nilai Good of Fitness 1, 343. Struktur mikro ilmenit memiliki bentuk hampir sama rata yaitu trigonal dan sedikit rhombohedral.



Gambar 1. (a) Pola difraksi ilmenit (b) Struktur mikro ilmenit hasil karakterisasi

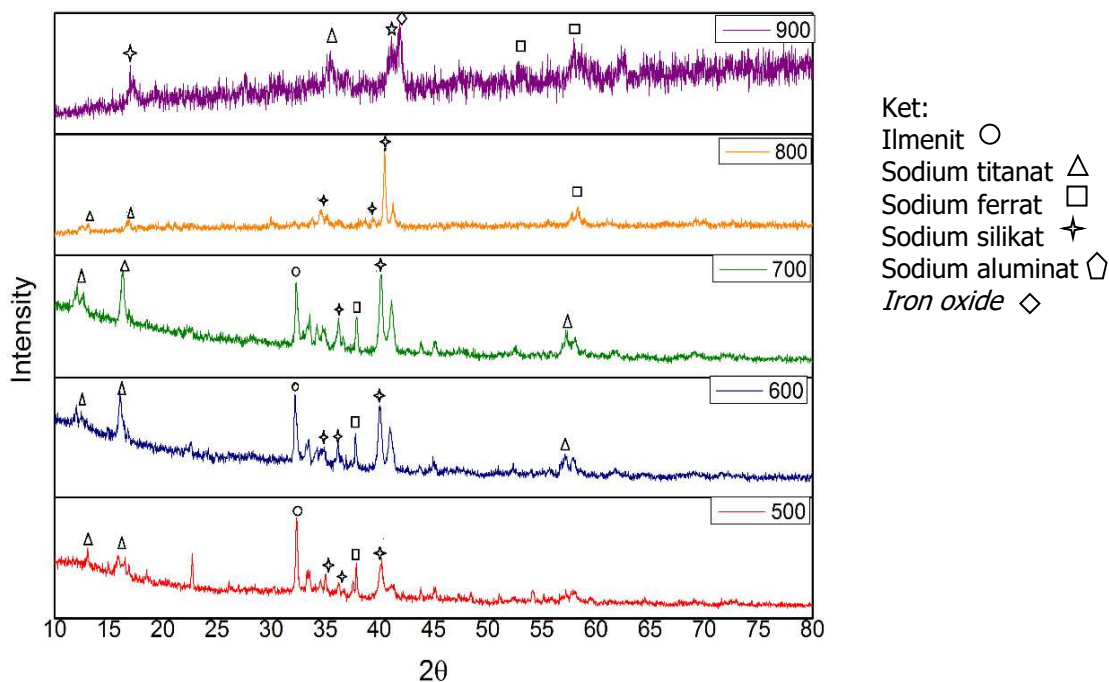
3.1 Dekomposisi basa menggunakan NaOH

Proses dekomposisi ilmenit dengan menggunakan sodium hidroksida (NaOH) bertujuan untuk menghilangkan atau meminimalisir unsur-unsur minor/ pengotor yang terkandung dalam mineral ilmenit dan meningkatkan kadar titanium dalam ilmenit (Lalasari, 2012). Proses dekomposisi basa dilakukan dengan mereaksikan ilmenit Kalimantan Selatan dengan NaOH yang diharapkan dapat memecah senyawa ilmenit sehingga dapat berikatan dengan NaOH membentuk senyawa *intermediate*. Senyawa *intermediate* yang diharapkan dapat terbentuk adalah sodium titanat, sodium ferrat, sodium aluminat dan sodium silikat yang dapat larut dalam air atau asam encer sehingga titanium yang terkandung dapat dipisahkan lebih lanjut. Reaksi dekomposisi basa ilmenit dengan NaOH dapat dilihat pada persamaan 1 sampai 3.



Proses dekomposisi ilmenit dengan menggunakan NaOH dilakukan pada variasi temperatur 500°C hingga 900°C. Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari temperatur proses terhadap pembentukan fasa *intermediate* yang ingin dicapai. Produk hasil dekomposisi basa (*frit*) dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui *fase* apa saja yang terbentuk. Adapun hasil analisisnya dapat dilihat pada Gambar 2. Dari Gambar 2 dapat dilihat pola difraksi dari fasa- fasa senyawa yang terbentuk dari hasil dekomposisi ilmenit menggunakan NaOH pada variasi temperatur berbeda. Pada temperatur 500 °C terbentuk fasa *intermediate* sodium titanat yang intensitasnya meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur dekomposisi. Peningkatan temperatur dekomposisi diikuti dengan penurunan intensitas senyawa ilmenit (Subagja, 2012). Meningkatnya temperatur juga diikuti dengan meningkatnya intensitas pembentukan senyawa sodium silikat dan sodium aluminat.

Setelah dekomposisi basa frit yang dihasilkan dilindi dengan menggunakan air pada suhu 40°C selama 3 jam. Pelindian air berfungsi untuk melarutkan pengotor, yaitu sodium silikat dan sodium aluminat serta meningkatkan kandungan titanium. Pada proses pelindian air, senyawa sodium silikat dan aluminat yang terbentuk akan larut sehingga dapat terpisahkan dari titanium. Setelah dilakukan proses pelindian air, filtrat yang diperoleh dianalisis menggunakan ICP-OES untuk mengetahui kandungan logam terlarut sedangkan residu hasil pelindian dikeringkan dan dianalisis menggunakan XRF. Hasil ICP filtrat pelindian air dapat dilihat pada Tabel 2. Banyaknya logam yang terlarut masing-masing dinyatakan dengan persen ekstraksi pada Tabel 2.



Gambar 2. Pola difraksi hasil dekomposisi basa pada temperatur 500°C, 600°C, 700°C, 800°C dan 900°C

Tabel 2. Nilai persen ekstraksi pelindian air

Sampel	% ekstraksi			
	Ti	Fe	Si	Al
FILNA-500	0,00158	0,114	45,915	38,181
FILNA-600	0,00060	0,027	31,496	27,056
FILNA-700	0,00235	0,044	26,572	27,242
FILNA-800	0,00146	0,0089	42,018	26,360
FILNA -900	0,00395	0,0354	98,325	16,947

Dapat dilihat pada Tabel 2 bahwa unsur Ti dan Fe sangat sedikit yang terlarut pada pelindian air. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya bahwa proses pelindian air tidak dapat melarutkan senyawa titanium dan besi (Middlemas, 2013). Proses pelindian air tidak efektif untuk melarutkan Ti dan Fe tetapi cukup efektif untuk menghilangkan pengotor seperti Al dan Si yang dapat dilihat dari nilai persen ekstraksi yang diperoleh. Persen ekstraksi tertinggi untuk Al di dapatkan pada pelindian air hasil dekomposisi 500 °C yaitu 38,181% dengan persen ekstraksi Si sebesar 45,195% sedangkan persen ekstraksi Si tertinggi diperoleh dari pelindian air hasil dekomposisi basa 900 °C yang mencapai 98,325% dengan persen ekstraksi Al sebesar 16,947%. Kedua hasil ini adalah yang paling baik dibandingkan yang lainnya, tetapi jika dilihat secara keseluruhan maka pelindian hasil dekomposisi 900 °C adalah yang paling optimal karena dapat melarutkan pengotor Si hingga 98,325%. Hal ini juga sangat bersesuaian jika dilihat dari intensitas senyawa sodium silikat pada hasil dekomposisi 900 °C yang merupakan intensitas tertinggi. Persen ekstraksi Al tertinggi diperoleh pada hasil dekomposisi 500, yaitu 38,18%. Residu hasil pelindian air dikarakterisasi menggunakan XRF untuk dilihat komposisi kimianya. Hasil analisis XRF dapat dilihat pada Tabel 3.

Dari Tabel 3 terlihat bahwa selain melarutkan pengotor, proses dekomposisi basa juga dapat meningkatkan kadar titanium, dari 42,35% menjadi 49,61%. Peningkatan kadar titanium ini tidak terjadi secara signifikan dan hanya pada kisaran 7%. Hal ini disebabkan karena masih terdapat senyawa Al_2O_3 dan SiO_2 yang belum terlarutkan sempurna. Selain itu senyawa pengotor dominan yaitu Fe juga masih belum terlarutkan pada proses pelindian air, dilihat dari kadarnya yang meningkat menjadi 37,08%, serta pengotor minor lainnya seperti Mn dan Cr yang juga masih terdapat dalam residu.

Tabel 3. Hasil XRF residu pelindian air

Formula	Kadar (wt%)	Formula	Kadar (wt%)
TiO ₂	49,61	NiO	0.01
Fe ₂ O ₃	37,08	V ₂ O ₅	0.70
Al ₂ O ₃	1,51	ZrO ₂	4,38
SiO ₂	1,20	Nb ₂ O ₅	0.14
ZnO	0.07	HfO ₂	0,07
CaO	0.36	Y ₂ O ₃	0.45
MnO	1.80	SO ₃	0,33
Cr ₂ O ₃	1.803	SrO ₂	0,006
CuO	0.03	ThO ₂	0,336
SnO ₂	0.09		
PbO	0.02	Total	100

4. KESIMPULAN

Kesimpulan dari hasil penelitian ini didapatkan bahwa proses dekomposisi basa menggunakan NaOH cukup efektif untuk penghilangan pengotor minor seperti Al dan Si, dilihat dari persen ekstraksi Al dan Si yang sangat signifikan setelah dilakukan pelindian air, yaitu 98,32% untuk Si dan 45,92% untuk Al. Kadar titanium meningkat dari 42,35% menjadi 49,61%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Materail–Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (P2MM-LIPI) yang telah memberikan fasilitas peralatan dan dana penelitian untuk kegiatan ini. Penelitian ini merupakan bagian dari kegiatan kompetensi yang diadakan oleh P2MM-LIPI.

DAFTAR RUJUKAN

- Anonim. (2011). Trimex Sands & Pemerintah Teken MoU Proyek Titanium [Online]. Availableat:URL:http://myzone.okezone.com/content/read/2011/01/26/4150_trimex_sands-pemerintah-tekenmou-proyek-titanium. Accessed January, 26.
- Peraturan Pemerintah ESDM. (2014) [Online]. <http://jdih.esdm.go.id/peraturan/Permen%20ESDM%20%2001%202014.Pdf>
- Fujishima, A., Hashimoto, K., Watanabe, T. (1999). *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Application*. B.K.C, Inc. Japan.
- Lalasari, L.H., Slamet. (2009). *The Photocatalytic Application of TiO₂for methyl orange degradation at textile industrial waste, Proceeding of Metallurgy Material Seminary, Serpong, Indonesia, ISSN 2085-0492.*
- Abdelfattah, N.A. (2014). *Preparation of Titanium Oxide Anatase Pigment From Rosetta Ilmenite Concentrate Via The Sulfate Route*. The Journal of Applied Science Researce 1(3): 192-199.
- Akhgar, B.N., Pazouki, M., Ranjbar, M., Hosseinnia, A (2013). *Preparation of micro and nanostructured titania compounds from ilmenite concentrates*. International Journal of Mineral Processing 124 (2013) 138–140.
- Lahiri, A dan Animesh, J.H.A. (2007). *Kinetics and Reaction Mechanism of Soda Ash roasting of Ilmenite Ore for the Extraction of Titanium Dioxide". Metallurgicaland Materials Transaction B. : Vo. 38 B, 939 – 948.*
- Zhang *et al*, (2011). *A literature review of titanium metallurgical processes*. Elsevier: *Hydrometallurgy* 108 (2011) 177–188
- Lalasari, L.H., et. al. (2012). *Preparation, Decomposition and Characterizations of Bangka - Indonesia Ilmenite (FeTiO₃) derived by Hydrothermal Method using Concentrated NaOH Solution. Advanced Materials Research Vols. 535-537 (2012) pp 750-756.*
- Subagja, R., dkk. (2012). *Pengaruh Penambahan NaOH, Temperatur Dan Waktu Terhadap Pembentukan Fasa Natrium Titanat Dan Natrium Ferit Pada Proses Roasting Ilmenit Bangka*. Majalah Metalurgi, V 27.3.2012, ISSN 0216-3188/ hal 241-250.
- Middlemas, S., Fang, Z.Z, Fan, P. (2013). *A New Method for Production of Titanium Pigment. Hydrometallurgy.*, 131-132, 107-113.

