

**OPTIMASI SINTESIS NANO-TiO₂ DARI PASIR
ILMENT BANTEN MELALUI FUSI KAUSTIK DAN
DUA TAHAP PELINDIAN ASAM**

SKRIPSI



**Oleh:
HAZIM HAIKAL LABIB
NIM : 116210005**

**PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI
JURUSAN TEKNIK PERTAMBANGAN
FAKULTAS TEKNOLOGI MINERAL DAN ENERGI
UNIVERSITAS PEMBANGUNAN NASIONAL "VETERAN"
YOGYAKARTA
2025**

**OPTIMASI SINTESIS NANO-TiO₂ DARI PASIR
ILMENT BANTEN MELALUI FUSI KAUSTIK DAN
DUA TAHAP PELINDIAN ASAM**

SKRIPSI



**Oleh:
HAZIM HAIKAL LABIB
NIM : 116210005**

**PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI
JURUSAN TEKNIK PERTAMBANGAN
FAKULTAS TEKNOLOGI MINERAL DAN ENERGI
UNIVERSITAS PEMBANGUNAN NASIONAL "VETERAN"
YOGYAKARTA
2025**

**OPTIMASI SINTESIS NANO-TiO₂ DARI PASIR
ILMENIT BANTEN MELALUI FUSI KAUSTIK DAN
DUA TAHAP PELINDIAN ASAM**

SKRIPSI

Oleh:

HAZIM HAIKAL LABIB

NIM : 116210005

**PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI
JURUSAN TEKNIK PERTAMBANGAN
FAKULTAS TEKNOLOGI MINERAL DAN ENERGI
UNIVERSITAS PEMBANGUNAN NASIONAL “VETERAN”
YOGYAKARTA
2025**

LEMBAR PERSETUJUAN

OPTIMASI SINTESIS NANO-TiO₂ DARI PASIR ILMENIT MELALUI FUSI KAUSTIK DAN DUA TAHAP PELINDIAN ASAM

Disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik
Metalurgi, Fakultas Teknologi Mineral dan Energi, Universitas Pembangunan
Nasional "Veteran" Yogyakarta

Oleh :

Hazim Haikal Labib

NIM : 116210005



Menyetujui,
Yogyakarta, 25 September 2025
Dosen Pembimbing,

Ir. Frideni Yushandiana Putri G.F., S.T., M.T.
NIP. 19870508 201903 2 011

Koordinator Program Studi Teknik Metalurgi,

Muhammad Syukron, S.T., M.Eng., Ph.D
NIP. 19810124 202012 1 001

PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Hazim Haikal Labib

NIM : 116210005

menyatakan bahwa judul dan keseluruhan isi dari skripsi ini adalah asli karya ilmiah saya. Selama penyusunan karya ilmiah ini, saya selalu berkonsultasi dengan dosen pembimbing hingga menyelesaikan karya ilmiah ini dan tidak melakukan penjiplakan (plagiasi) terhadap karya ilmiah orang atau pihak lain baik karya lisan maupun tulisan, baik secara sengaja maupun tidak sengaja.

Apabila kemudian hari terbukti bahwa skripsi saya mengandung unsur penjiplakan (plagiasi) dari karya orang atau pihak lain, maka sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya, bukan tanggung jawab dosen pembimbing saya. Oleh karena itu saya bersedia bertanggung jawab secara hukum dan bersedia dibatalkan/dicabut gelar kesarjanaan saya oleh Rektor Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Yogyakarta dan diumumkan pada khalayak ramai.

Yogyakarta, September 2025

Yang menyatakan

Hazim Haikal Labib

HALAMAN PERSEMBAHAN

Yang pertama dan tentu yang paling utama, saya mengucapkan terima kasih kepada Allah SWT Tuhan Yang Maha Esa, karena semua ini dapat terjadi akibat kehendak dan izin-Nya.

Skripsi ini dipersembahkan kepada kedua orang tua tercinta, Bapak Abu Bakar dan Ibu Naila Farah yang telah membantu secara penuh baik itu secara lahir maupun batin kepada penulis. Selain itu, penulis juga mempersembahkan skripsi ini kepada keluarga besar dan sanak saudara terdekat.

Kemudian saya juga persembahkan skripsi kepada teman-teman terdekat saya yang sudah sangat peduli dan menjadi tempat berkeluh-kesah setiap harinya dan menjadi kawan-kawan yang telah menyempatkan waktunya menjadi bagian dari perjalanan hidup pada masa kuliah ini yaitu, Mayang Rizqy Nandaviari, M. Hafiz Faturrahman, Nafira Kartika, Daffa Prabaswara Yanuartha, M. Rizky Fajarullah, Leona, Dahniar, Rara, Alfito, Rafiqi, Dion, Nixon, Nayya, Didan, dan teman-teman lainnya. Terima kasih kepada Catra Abisatya, Angkatan 2021 Teknik Metalurgi tercinta yang telah memberi warna dan menjadi tempat tinggal dalam berkehidupan kuliah ini.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan Skripsi yang berjudul “Optimasi Sintesis Nano-TiO₂ Dari Pasir Ilmenit Melalui Fusi Kaustik dan Dua Tahap Pelindian Asam”. Penulisan ini disusun sebagai salah satu persyaratan untuk menyelesaikan Studi S1 di Program Studi Teknik Metalurgi Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Yogyakarta. Pada kesempatan ini, penulis tidak lupa mengucapkan terima kasih kepada :

1. Prof. Dr. Mohamad Irhas Effendi, M.Si., selaku Rektor UPN “Veteran” Yogyakarta.
2. Dr. Ir. RM. Basuki Rahmad, M.T. selaku Dekan Fakultas Teknologi Mineral dan Energi.
3. Dr. Ir. Rika Ernawati, S.T., M.T. selaku Ketua Jurusan Teknik Pertambangan.
4. Muhammad Syukron, S.T., M.Eng., Ph.D selaku Koordinator Prodi Teknik Metalurgi.
5. Frideni YPGF, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing skripsi.
6. Dr. Yayat Iman Supriatna, S.T., M.T. selaku pembimbing lapangan
7. Mas Arif, Mba Lavita, Mba Felic, dan segenap pihak dari Kawasan Sains BRIN Lampung yang membimbing dan membantu dalam penelitian.
8. Teman-teman Teknik Metalurgi UPN 2021 dan seluruh pihak yang telah membantu dalam proses penyusunan laporan skripsi ini.

Semoga laporan penelitian ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pada umumnya dan khususnya ilmu metalurgi.

Yogyakarta, April 2025
Penyusun

Hazim Haikal Labib
NIM: 116210005

ABSTRAK

OPTIMASI SINTESIS NANO-TiO₂ DARI PASIR ILMENIT BANTEN MELALUI FUSI KAUSTIK DAN DUA TAHAP PELINDIAN ASAM

Oleh
Hazim Haikal Labib
NIM: 116210005
(Program Studi Sarjana Teknik Metalurgi)

Indonesia memiliki potensi besar dalam sumber daya nano-TiO₂ yang diperoleh dari pasir ilmenit. Nano-TiO₂ digunakan sebagai pigmen, fotokatalisis, dan fotovoltaiik. Meski Indonesia kaya akan cadangan ilmenit, dengan total mencapai 21.922.229 ton, produksi TiO₂ masih relatif kecil dibandingkan logam lain sedangkan impor produk terus meningkat. Proses pelindian HCl dipilih karena dapat mengekstrasi bijih kadar rendah dan bersifat lebih ramah lingkungan karena jumlah limbah yang lebih sedikit. Penelitian ini mengeksplorasi optimasi proses pelindian HCl untuk mencapai kadar dan *recovery* yang optimal, Optimasi meliputi kombinasi parameter rasio S/L, konsentrasi asam klorida, waktu pelindian, dan temperatur.

Pada penelitian ini, metode yang digunakan meliputi konsentrasi magnetik, fusi kaustik pada 850°C rasio NaOH 1:2 selama 1 jam, pelindian air, kemudian pelindian asam tahap I menggunakan HCl 20% selama 240 menit pada 90°C. Pelindian tahap II divariasikan dari hasil desain eksperimen Taguchi dengan parameter rasio S/L (1:10, 1:15, 1:20), konsentrasi HCl (20%, 25%, 30%), waktu (2, 4, 6 jam), dan temperatur (60°C, 75°C, 90°C). Analisis produk dilakukan dengan XRD, XRF, FTIR, dan PSA. Sedangkan analisis statistika menggunakan Taguchi, ANOVA, dan Uji-T berpasangan.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa parameter optimal pada pelindian II terhadap kadar diperoleh pada konsentrasi HCl 30%, rasio S/L 1:10, temperatur 90°C, dan waktu 4 jam, menghasilkan kadar TiO₂ sebesar 88,83%. Sedangkan parameter optimal terhadap *recovery* diperoleh pada konsentrasi HCl 30%, rasio S/L 1:15, temperatur 90°C, dan waktu 4 jam menghasilkan *recovery* 82,94%. Karakterisasi XRD mengonfirmasi dominasi fasa rutil, FTIR menunjukkan gugus fungsi Ti–O–Ti khas TiO₂, sedangkan PSA mengindikasikan ukuran partikel rata-rata 363,6 nm. Uji ANOVA menegaskan bahwa konsentrasi asam memberikan kontribusi terbesar terhadap kadar TiO₂. Sedangkan konsentrasi asam dan waktu pelindian berpengaruh besar pada *recovery*.

Kata kunci: pasir ilmenit, pelindian asam, fusi kaustik, nano-TiO₂, optimasi

ABSTRACT

OPTIMIZATION OF NANO-TiO₂ SYNTHESIS FROM BANTEN ILMENITE SAND THROUGH CAUSTIC FUSION AND TWO- STAGE ACID LEACHING

By

Hazim Haikal Labib

NIM: 116210005

(Metallurgical Engineering Undergraduated Program)

Indonesia has great potential in nano-TiO₂ resources obtained from ilmenite sand. Nano-TiO₂ is used as a pigment, photocatalyst, and photovoltaic. Although Indonesia is rich in ilmenite reserves, totalling 21,922,229 tonnes, TiO₂ production is still relatively small compared to other metals, while product imports continue to increase. The HCl leaching process was chosen because it can extract low-grade ore and is more environmentally friendly because less waste is produced. This research explores the optimisation of the HCl leaching process to achieve optimal grade and recovery. The optimisation includes a combination of parameters such as S/L ratio, hydrochloric acid concentration, leaching time, and temperature.

In this study, the methods used include magnetic concentration, caustic fusion at 850°C with a NaOH ratio of 1:2 for 1 hour, water leaching, followed by Stage I acid leaching using 20% HCl for 240 minutes at 90°C. Stage II leaching was varied based on the Taguchi experimental design with parameters of S/L ratio (1:10, 1:15, 1:20), HCl concentration (20%, 25%, 30%), time (2, 4, 6 hours), and temperature (60°C, 75°C, 90°C). Product analysis was conducted using XRD, XRF, FTIR, and PSA. Meanwhile, statistical analysis employed Taguchi, ANOVA, and paired T-test.

The research results show that the optimal parameters of Stage II leaching for content were obtained at an HCl concentration of 30%, an S/L ratio of 1:10, a temperature of 90°C, and a time of 4 hours, resulting in a TiO₂ content of 88.83%. Meanwhile, the optimal parameters for recovery were obtained at an HCl concentration of 30%, an S/L ratio of 1:15, a temperature of 90°C, and a time of 4 hours, resulting in a recovery of 82.94%. XRD characterisation confirmed the dominance of the rutile phase, FTIR showed the Ti–O–Ti functional group typical of TiO₂, while PSA indicated an average particle size of 363.6 nm. ANOVA tests confirm that acid concentration has the largest contribution to TiO₂ content, while acid concentration and leaching time significantly affect recovery.

Keywords: ilmenite sand, acid leaching, caustic fusion, nano-TiO₂, optimisation

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
PRAKATA	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	5
I.3 Tujuan Penelitian	5
I.4 Batasan Penelitian	6
I.5 Lokasi Penelitian	7
I.6 Luaran Penelitian.....	8
I.5 Manfaat Penelitian.....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Pasir Ilmenit	9
II.2 Titanium Dioksida (TiO ₂).....	12
II.3 Konsentrasi Magnetik.....	16
II.4 Fusi Alkali	19
II.5 Pelindian Asam.....	21
II.6 Pengujian Metalurgi	27
II.7 Analisis Statistika	31
II.8 Penelitian Terdahulu	39
BAB III METODE PENELITIAN	
III.1 Waktu dan Tempat Penelitian	43
III.2 Alat dan Bahan	44
III.3 Metodologi Penelitian	48
III.4 Tahapan Penelitian.....	51

BAB IV HASIL PENELITIAN

IV.1 Hasil Pengujian Awal Sampel Pasir Ilmenit	61
IV.2 Hasil Pengujian Fusi Kaustik dan Pelindian Air	63
IV.3 Hasil Pengujian Pelindian Asam Tahap I	64
IV.4 Hasil Pengujian Pelindian Asam Tahap II	66

BAB V PEMBAHASAN

V.1 Analisis Karakteristik Sampel Pasir Ilmenit	70
V.2 Analisis Proses Fusi Kaustik dan Pelindian Air	76
V.3 Analisis Proses Pelindian Asam I	81
V.4 Analisis Proses Pelindian Asam II	87
V.4.1 Analisis Visual	87
V.4.2 Analisis Kadar	88
V.4.3 Analisis <i>Recovery</i>	94
V.4.4 Analisis Fasa Senyawa	100
V.4.5 Analisis Gugus Fungsi	101
V.4.6 Analisis Ukuran Partikel	103

BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan	105
VI.2 Saran	106

DAFTAR PUSTAKA	108
-----------------------------	-----

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
I.1 Produsen Titanium Dioksida Global.....	2
I.2 Lokasi BRIN Lampung.....	7
II.1 Struktur kristal Ilmenit	9
II.2 Proses Segregasi Magma.....	11
II.3 Struktur Kristal Polimorf TiO ₂	14
II.4 Grafik XRD dari Pasir Besi Banten.....	17
II.5 Fasa-Fasa Na ₂ TiO ₃	20
II.6 Diagram Pourbaix Sistem Fe-H ₂ O Suhu 25°C.....	24
II.7 Diagram Pourbaix Sistem Ti-H ₂ O Suhu 25°C	25
II.8 Prinsip Kerja XRD	29
II.9 Prinsip Kerja XRF	30
II.10 Prinsip Kerja PSA	31
II.11 Prinsip Kerja FTIR	32
II.12 <i>Orthogonal Array Taguchi</i>	35
II.13 Grafik Distribusi Normal.....	41
III.1 Skema Metodologi Penelitian	52
III.2 Diagram Alir Penelitian.....	53
III.3 Kondisi Awal Sampel Pasir Ilmenit	54
III.4 Proses Pengeringan Sampel <i>Raw</i> Pasir Ilmenit.....	55
III.5 Proses Pengayakan Sampel <i>Raw</i> Pasir Ilmenit	55
III.6 Produk Konsentrasi Magnetik, Konsentrat (kiri), dan <i>Tailing</i> (kanan).....	56
III.7 Visual Bahan Pada Proses Fusi, Sebelum (kiri) dan Sesudah (kanan).....	57
III.8 Frit Hasil Fusi Alkali.....	58
III.9 Proses Pelindian Air dan Filtrasi.....	58
III.10 Rangkaian Proses Pelindian Asam	59

III.11 Produk Endapan (kiri) dan Filtrat (kanan) Hasil Pelindian Asam I	60
IV.1 Hasil XRD <i>Raw Ilmenite</i>	65
IV.2 Hasil XRD <i>Concentrated Ilmenite</i>	66
IV.3 Hasil XRD Produk Fusi Kaustik	67
IV.4 Hasil XRD Produk P1R1	68
IV.5 Hasil FTIR Produk P1R1	69
IV.6 Hasil FTIR Produk P2R1	71
IV.7 Hasil FTIR Produk P2R2	71
IV.8 Hasil FTIR Produk P2R3	72
IV.9 Hasil FTIR Produk P2R4	72
IV.10 Hasil FTIR Produk P2R5	73
IV.11 Hasil FTIR Produk P2R6.....	73
IV.12 Hasil FTIR Produk P2R7	74
IV.13 Hasil FTIR Produk P2R8	74
IV.14 Hasil FTIR Produk P2R9	75
IV.15 Hasil XRD Produk P2R1.....	76
IV.16 Hasil XRD Produk P2R2.....	76
IV.17 Hasil XRD Produk P2R3.....	77
IV.18 Hasil XRD Produk P2R4.....	77
IV.19 Hasil XRD Produk P2R5.....	78
IV.20 Hasil XRD Produk P2R6.....	78
IV.21 Hasil XRD Produk P2R7.....	79
IV.22 Hasil XRD Produk P2R8.....	79
IV.23 Hasil XRD Produk P2R9.....	80
V.1 Visualisasi Sampel Pasir Ilmenit.....	82
V.2 Grafik Regresi Linera P ₈₀ Ukuran dari <i>Raw Material</i>	84
V.3 Visualisasi Bongkahan (1) dan Serbuk Frit (b) Fusi Kaustik Ilmenit.....	89
V.4 Visualisasi Filtrat Pelindian Air 1(a), 2(b), 3(c).....	91
V.5 Visualisasi Produk Pelindian Asam I.....	96

V.6	Filtrat Pelindian Asam II dari kiri ke kanan (a) P1R1; P2R1; P2R2, P2R3, (b) P2R4; P2R5, P2R6, dan (c) P2R7; P2R8, P2R9	103
V.7	Diagram Kadar TiO ₂ dan Fe Pelindian Asam II	105
V.8	Plot SNR Variabel Terhadap Kadar TiO ₂	107
V.9	Persen Kontribusi ANOVA Terhadap Kadar TiO ₂	110
V.10	Diagram <i>Recovery</i> TiO ₂ Pelindian Asam II.....	111
V.11	Plot SNR Variabel Terhadap <i>Recovery</i> TiO ₂	112
V.12	Persen Kontribusi ANOVA Terhadap <i>Recovery</i> TiO ₂	113
V.13	Grafik XRD pada Pelindian Asam II	116
V.14	Perbandingan Hasil FTIR Setiap Variasi	118
V.15	<i>Quick Compare</i> Hasil FTIR Setiap Variasi	120
V.16	Ukuran Pasrtikel Nano-TiO ₂ Setiap Variasi.....	121

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
II.1 Komposisi Umum Ilmenite	16
II.2 Komposisi XRF Pasir Besi Banten.....	17
II.3 Sifat Kemagnetan Mineral.....	18
II.4 <i>Orthogonal Array L₉(3⁴)</i>	36
II.5 Penelitian Terdahulu	41
II.6 Posisi Peneliti	44
III.1 Agenda Kegiatan Penelitian	47
III.2 Alat yang digunakan pada penelitian	48
III.3 Bahan yang digunakan pada penelitian.....	51
III.4 Variasi Proses Pelindian Asam Tahap II.....	61
III.5 Desain Eksperimen Pelindian Asam Tahap II	63
IV.1 Hasil XRF <i>Raw Ilmenite</i>	64
IV.2 Hasil XRF <i>Concentrated Ilmenite</i>	64
IV.3 Hasil XRF Produk Fusi Alkali.....	66
IV.4 Hasil XRF Endapan Pelindian Asam I	68
IV.5 Data Hasil Penimbangan Pelindian Asam I.....	69
IV.6 Hasil XRF Endapan Pelindian Asam II	70
IV.7 Hasil <i>Quick Compare FTIR</i>	75
IV.8 Hasil Pengujian PSA	80
IV.9 Data Hasil Penimbangan Pelindian Asam II	81
V.1 Distribusi Ukuran Partikel Pasir Ilmenit.....	83
V.2 Kemagnetan Sampel Pasir Ilmenit.....	86
V.3 Proses Magnetisasi Ilmenit	87
V.4 Uji-T Berpasangan Sampel Awal.....	88
V.5 Hasil Pengamatan Pelindian Air	92
V.6 Uji-T Berpasangan Sampel Fusi Kaustik.....	95

V.8 Hasil Pengamatan Pelindian Asam I.....	98
V.9 Gugus Fungsi FTIR	99
V.10 Perhitungan <i>Recovery</i> Pelindian Asam I.....	101
V.11 Perhitungan Persen Ekstraksi Fe Pelindian Asam I.....	102
V.12 Peringkat Kadar TiO ₂ dan Fe pada Setiap Percobaan.....	106
V.13 Uji SNR Taguchi pada Kadar TiO ₂	107
V.14 Uji ANOVA pada Kadar TiO ₂	109
V.15 Perhitungan <i>Recovery</i> Pelindian Asam II	111
V.16 Uji SNR Taguchi pada <i>Recovery</i>	112
V.17 Uji ANOVA pada <i>Recovery</i> TiO ₂	113
V.18 Perhitungan Persen Ekstraksi Fe Pelindian Asam I.....	115

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	Halaman
A. DOKUMENTASI PENELITIAN	134
B. PERHITUNGAN.....	144
C. HASIL PENELITIAN	155

DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

SINGKATAN		Halaman
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i>	5
DOE	<i>Design of Experiment</i>	5
BRIN	Badan Riset dan Inovasi Nasional	6
S/L	<i>Solid/Liquid</i>	10
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>	30
XRF	<i>X-Ray Fluoresence</i>	31
PSA	<i>Particle Size Analyzer</i>	32
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>	33
SNR	<i>Signal-to-Noise Ratio</i>	38
RM	<i>Raw Material</i>	89
FA-WL	<i>Fusi Alkali-Water Leaching</i>	97
RM	<i>Raw Material</i>	89
CM	<i>Concentrate Material</i>	89
P1R	<i>Pelindian 1 Running</i>	101
P2Rx	<i>Pelindian 2 Running x</i>	105
LAMBANG		
<i>pH</i>	<i>Acidity-Basicity Scale</i>	26
H_0	Hipotesis nol	40
H_a	Hipotesis awal	90
C	<i>Concentrate</i>	89
F	<i>Feed</i>	89
T	<i>Tailing</i>	89
n	Jumlah sampel	39
Fe	Besi	88
TiO_2	Titanium dioksida	1
α	Tingkat signifikansi	40

BAB I

PENDAHULUAN

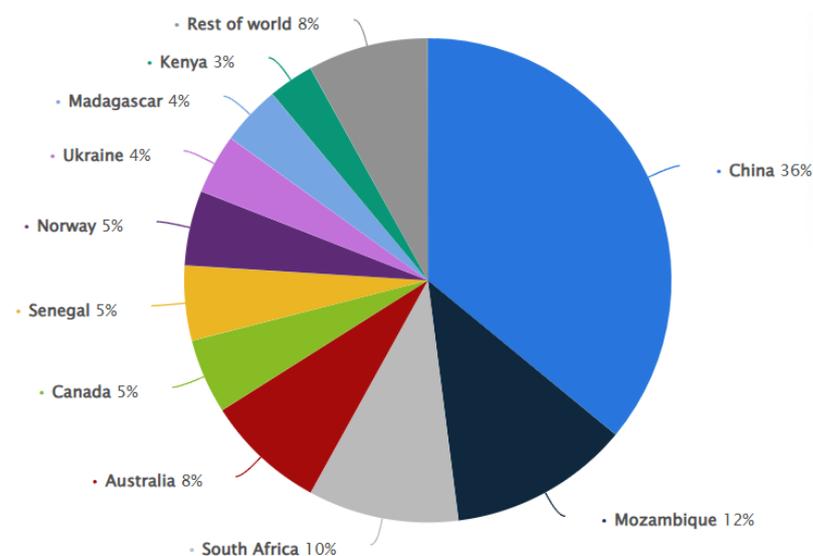
Pada bab pendahuluan ini menjelaskan tentang latar belakang permasalahan topik penelitian, perumusan masalah yang akan dibahas, tujuan penelitian, dan batasan yang ditentukan pada penelitian. Selain itu dipaparkan juga lokasi penelitian yang dilakukan mencakup pengambilan dan pengolahan data, luaran penelitian yang diharapkan, serta manfaat yang dapat diperoleh.

I.1 Latar Belakang

Potensi sumber daya mineral yang dimiliki Indonesia sangatlah besar. Salah satu material logam oksida yang banyak dimanfaatkan dan cukup berpotensi di Indonesia adalah titanium dioksida (TiO_2). Titanium dioksida dapat ditemukan dalam bentuk endapan pasir besi dalam mineral ilmenit (FeTiO_3), senyawa mineral rutil (TiO_2), ataupun perovskit (CaTiO_3). Aplikasi utama titanium dioksida (TiO_2) digunakan dalam bentuk berupa pigmen. Pigmen TiO_2 ini memiliki penerapan pada produk-produk canggih seperti pada sel fotokatalitik dan fotovoltaiik. Hal ini disebabkan oleh titanium dioksida yang memiliki nilai transparansi yang baik dan absorpsi sinar UV yang tinggi. Sedangkan spesifik nano- TiO_2 memiliki sifat refleksi dan refraksi cahaya secara diferensial sehingga memperoleh atensi besar karena potensi penggunaannya sebagai katalis dan material foto-elektrokimia. Aplikasi dari titanium oksida tidak hanya digunakan sebagai pigmen putih di berbagai industri namun dapat dimanfaatkan juga sebagai material tambahan pada *grease*, lubrikan oli, *coating*, produksi plastik, dan karet (Sagadevan, 2013; Wang dkk, 2010; Abbad dkk, 2012). Selain itu, lapisan tipis TiO_2 juga dapat dimanfaatkan sebagai agen pembersih pada panel kaca bangunan yang diperoleh dari sintesis nano- TiO_2 (Ferdiansyah dkk, 2009).

Menurut Van Baalen (1993), titanium merupakan unsur kesembilan yang paling melimpah di kerak Bumi, menyumbang sekitar 0,9% dari total berat kerak. Namun,

karena distribusinya yang luas disertai beragam tantangan dalam pengolahan dengan teknologi yang hadir, titanium dianggap sebagai logam yang cukup langka (Wang dkk, 2016). Saat ini, sumber utama nilai pasar titanium untuk industri adalah bijih yang mengandung mineral rutil (TiO_2) maupun ilmenit (FeTiO_3) (Kothari, 1974). Di Indonesia, sumber daya TiO_2 dalam bentuk pasir ilmenit lebih banyak tersebar seperti pada pesisir Pulau Jawa, Lampung Selatan, Bengkulu, Yogyakarta, Sulawesi Utara, dan Kalimantan Tengah. Cadangan titanium oksida total yang ada di Indonesia ini dapat mencapai angka 21.922.229 ton. Sedangkan total sumber daya yang dimiliki baik itu dalam bentuk endapan pasir maupun laterit sebanyak 812.613.169 ton (Tampubolon, 2013; Hilman dkk, 2014; Ermawati dkk, 2021). Pada tahun 2011, produksi total dunia terbilang pada angka 5,5 juta metrik ton dengan mineral ilmenit sebagai pemasok utama sebesar 91% (Zhang dkk, 2011). Cina merupakan produsen titanium dioksida terbesar di dunia dengan nilai 36% diikuti oleh Mozambiq, Afrika Selatan, dan Australia seperti yang ditunjukkan pada Gambar I.1.



Sumber : <https://statista.com>, 2021

Gambar I.1 Produsen Titanium Dioksida Global

Indonesia sebagai negara yang memiliki cadangan dan sumberdaya mineral ilmenit yang cukup melimpah belum benar-benar memanfaatkan potensi titanium dioksida. Hal ini dibuktikan dengan angka produksi yang masih kecil dibandingkan logam lain di Indonesia. Salah satu daerah yang memiliki potensi cadangan ilmenit adalah pasir ilmenit yang ada pada Pandeglang, Banten. Diperkirakan cadangan berjumlah

7.118.890 ton dengan tipe *low grade ilmenite*. Hasil analisa komposisi kandungan pasir ilmenit yang dilakukan oleh Ermawati (Ermawati dkk, 2021) di daerah Pandeglang menunjukkan bahwa kandungan TiO_2 sebesar 33,49%. Sedangkan kandungan utama yang terbesar adalah Fe_2O_3 sebesar 58,29%. Sisa kandungan yang lain adalah pengotor yaitu SiO_2 , Al_2O_3 , dan lainnya dalam jumlah minor. Sedangkan informasi spesifik pada kawasan Rancecet, Banten menunjukkan kadar TiO_2 berkisar pada 29-30% (Lumbatoruan, 2024). Menurut data yang diterbitkan oleh Badan Pusat Statistika (BPS), dari tahun 2014 hingga 2023 tercatat bahwa data impor TiO_2 Indonesia menyentuh angka 60.000-90.000 ton/tahun atau sebanyak 809.148.081 ton selama 10 tahun terakhir. Hal ini tentu sangat disayangkan karena kelimpahan pasir ilmenite di wilayah Indonesia ini.

Titanium dioksida kadar tinggi dapat diperoleh melalui mineral rutil, sintesis rutil, ataupun terak kaya akan titanium hasil dari hasil peleburan ilmenit. Pada pengolahan ilmenite, Fe dan Ti perlu dipisahkan dengan baik, berdasarkan Diagram Ellingham, energi bebas Gibbs pembentukan oksida antara Fe dan Ti memiliki nilai yang berbeda dimana Ti memiliki energi bebas yang lebih rendah. Hal ini mengakibatkan pada proses peleburan, Ti akan berada pada produk terak sedangkan Fe lebih mudah tereduksi. Namun metode peleburan ilmenit memiliki rintangan pada pengolahan terak dimana suhu terak cenderung lebih tinggi yaitu sekitar 1500-1600°C. Hal ini mengakibatkan nilai viskositas terak cenderung tinggi dan menyebabkan perolehan Fe pada produk *pig iron* yang lebih rendah. Selain itu, Ti pada terak juga masih belum dapat dimanfaatkan dan perlu diproses lebih lanjut. (Pistorius, 2008 ; Chen dkk, 2020). Produksi manufaktur dari titanium dioksida saat ini dapat dilakukan dengan dua metode yaitu skema *thermo/electro-chemical processes* dan juga *hydrometallurgical processes* (Doblin, 2007). Dengan penggunaan proses klorida dan sulfat sebagai dua proses utama dalam memproduksi titanium oksida dimana *chloride processes* membutuhkan mineral seperti rutil yang berkadar tinggi. Sedangkan *sulphate processes* dapat mengolah bijih titanium berkadar rendah. Pelindian menggunakan metode hidrometalurgi dapat mengakomodir proses produksi TiO_2 dari ilmenite kadar rendah dengan efisiensi cukup tinggi. Namun penggunaan sulfat menghasilkan limbah larutan besi

(II) asam lebih banyak sehingga dalam aspek lingkungan dapat dikatakan kurang baik. Sedangkan proses klorida membutuhkan bahan dengan kadar tinggi seperti rutil alami (Mackey, 1974). Pengembangan dengan menggunakan *pre-treatment* fusi alkali juga digunakan untuk meningkatkan efektivitas pelindian pada bijih ilmenite berkadar rendah. Maka dari itu dikembangkan metode pelindian menggunakan jenis asam lain seperti asam klorida untuk melaksanakan sintesis rutil dari pasir ilmenit. Asam klorida (HCl) sudah terbukti efektif dalam penggunaan sebagai reagen pelindi ilmenit. Selain itu, HCl dapat diregenerasi kembali sehingga penggunaan bahan dapat diminimalisir. Penelitian yang dilakukan Kordzabeh-Kermani (2020), menggunakan pelindian HCl 11 M dengan dekomposisi KOH dan presipitasi ammonia menghasilkan kemurnian TiO₂ 90%. Kemudian penelitian oleh Mahmoud dkk, (2023) menggunakan konsentrasi HCl rendah dengan agen *roasting* berupa ammonium sulfat menghasilkan kadar TiO₂ sebanyak 75,83%. Kemudian penelitian oleh Ginting, (2023) dan Supriyatna, (2024) pada ilmenit banten menggunakan agen fusi alkali berupa NaOH dilanjutkan pelindian bertahap menggunakan HCl pada konsentrasi 6,5 M dan 20% dengan waktu selama 4 jam menghasilkan kadar TiO₂ masing-masing 94,19% dan 96,04%. Sedangkan penelitian oleh (Lumbantoruan, 2024) menganalisis pengaruh rasio *solid-liquid* dan waktu pelindian terhadap peningkatan kadar TiO₂. Hasil tertinggi diperoleh pada *solid-liquid* 1:10 dengan waktu 240 menit menghasilkan kadar 94,118% dan perolehan 85,034%.

Pada penelitian-penelitian terdahulu, terkhusus untuk ilmenit di Banten belum adanya pelaksanaan penelitian terkait bagaimana optimasi pada proses pelindian secara menyeluruh untuk memperoleh titanium dioksida. Maka dari itu, pada penelitian ini pembahasan mengenai pengaruh dan optimasi parameter pada proses pelindian ilmenite dikaji. Pada tahapannya, pasir ilmenite dilakukan proses konsentrasi magnetik untuk memisahkan pengotor selain bahan pasir ilmenite dari sampel. Kemudian fusi alkali menggunakan NaOH dilanjutkan dengan pelindian air untuk memudahkan dalam proses pemisahan dari besi. Hasilnya kemudian dilakukan proses pelindian dalam dua tahapan menggunakan HCl diselingi oleh proses *washing*. Pelindian asam tahap II dilaksanakan dengan variasi dari parameter

konsentrasi, rasio *solid/liquid*, waktu pelindian, dan temperatur pelindian. *Design of Experiment* (DOE) dan analisis yang dilakukan penulis pada penelitian ini dibantu dengan statistika metode Taguchi, *Analysis of Variance* (ANOVA), dan uji T berpasangan untuk membuktikan hasil percobaan pada setiap parameter, sehingga dapat diperoleh proses sintesis nano-TiO₂ dari pasir ilmenit Banten secara optimal ditinjau dari nilai kadar dan perolehan. Dengan adanya penelitian ini, diharapkan dapat dijadikan referensi dalam mengoptimalkan pemanfaatan sumber daya mineral maupun sebagai sumber literatur dalam pengembangan ilmu pengetahuan tentang ekstraksi titanium dioksida.

I.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik sampel pasir ilmenit Banten ditinjau secara keseluruhan?
2. Bagaimana proses fusi kaustik dan pelindian air berperan pada pembentukan senyawa Fe dan Ti beserta kandungannya pada pasir ilmenit Banten?
3. Bagaimana proses pelindian asam I berperan dalam proses pemisahan Fe dan Ti pada frit hasil fusi?
4. Bagaimana optimalisasi dan pengaruh dari parameter rasio *solid-liquid*, waktu, konsentrasi asam, serta temperatur dalam proses pelindian asam II terhadap nilai *recovery* dan kadar nano-TiO₂ ditinjau dengan analisis statistika?

I.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menganalisis karakteristik sampel pasir ilmenite Banten ditinjau dari secara keseluruhan.
2. Menganalisis proses fusi kaustik dan pelindian air berperan pada pembentukan senyawa Fe dan Ti beserta kandungannya pada pasir ilmenit Banten.

3. Menganalisis proses pelindian asam I berperan dalam proses pemisahan Fe dan Ti pada frit.
4. Menganalisis optimalisasi dan pengaruh dari parameter rasio *solid-liquid*, waktu, konsentrasi asam, serta temperatur dalam proses pelindian asam II terhadap nilai *recovery* dan kadar nano-TiO₂ ditinjau dengan analisis statistika.

I.4 Batasan Penelitian

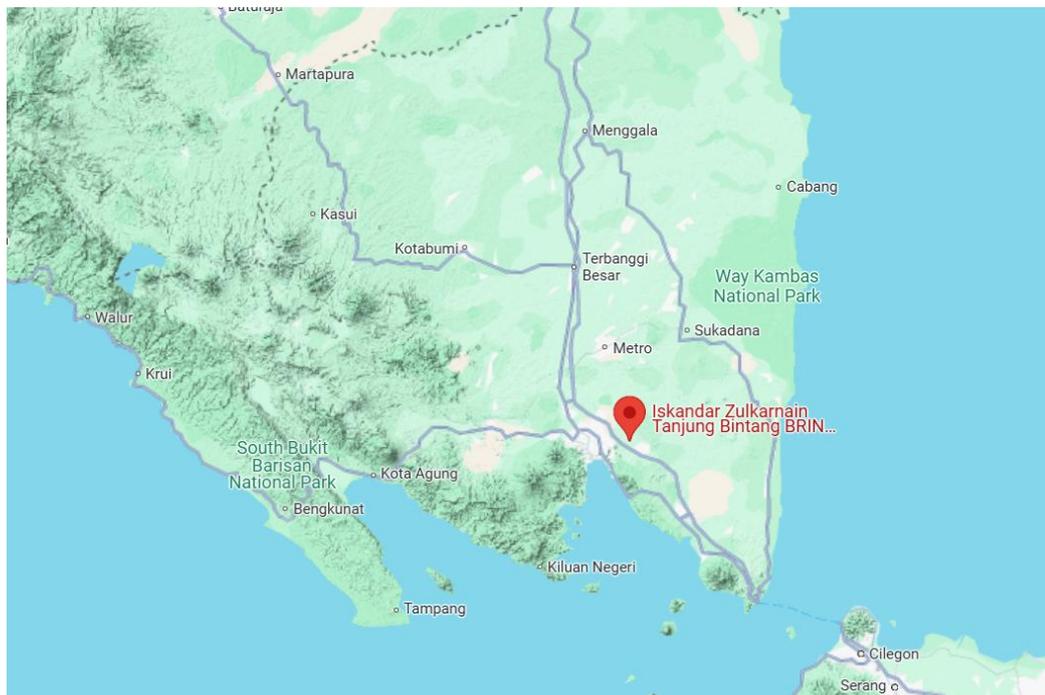
Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Penelitian menggunakan pasir ilmenite dari Pandeglang, Banten sebagai bahan utama.
2. Prosedur penelitian dilakukan dengan mengikuti standar percobaan dan pengujian Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) Lampung.
3. Fusi kaustik dilaksanakan pada suhu 850°C selama 1 jam menggunakan NaOH dengan rasio ilmenite terhadap NaOH yaitu 1:2 (w/w).
4. Proses pelindian air dilaksanakan 3 tahapan dengan suhu 75°C, rasio S/L 1:5 (w/v), waktu 30 menit, dan kecepatan agitasi 400 rpm.
5. Proses pelindian dilakukan pada tingkat laboratorium menggunakan *hot magnetic stirrer* dengan dua tahapan yaitu pelindian I dan II.
6. Proses pelindian I dilaksanakan dengan konsentrasi HCl 20%, rasio S/L 1:5 w/v, suhu 90°C, waktu pelindian 240 menit, dan agitasi berkecepatan 400 rpm.
7. Variabel terikat yang diamati yaitu nilai kadar dan perolehan TiO₂ pada hasil pelindian II.
8. Variabel tetap yang digunakan pada proses pelindian II adalah ukuran butir -100+150 *mesh*, kecepatan pengadukan pada 400 rpm, dan pengeringan menggunakan oven suhu 100°C.
9. Variabel bebas yang digunakan pada proses pelindian II adalah rasio *solid-liquid* (1:10, 1:15, 1:20 w/v), waktu pelindian (2, 4, dan 6 jam), konsentrasi larutan asam klorida (HCL) (20%, 25%, dan 30%), dan temperatur pelindian (60, 75, dan 90°C).
10. Pengujian yang digunakan adalah XRD, XRF, PSA, dan FTIR.

11. Analisis pembahasan mencakup data visual, perhitungan, dan pengujian.
12. Metode analisis statistika yang digunakan adalah Taguchi, *Analysis of Variance* (ANOVA), dan Uji-T berpasangan.

I.5 Lokasi Penelitian

Lokasi dari Kawasan Sains Iskandar Zulkarnain BRIN Lampung berlokasi di Jl. Insinyur Sutami KM 15, Desa Serdang, Kecamatan Tanjung Bintang, Kabupaten Lampung Selatan, Provinsi Lampung. Lokasi tersebut berjarak sekitar 786 km dari Kampus II Tambakbayan UPN “Veteran” Yogyakarta. Ketersampaian lokasi dapat menggunakan transportasi udara maupun kombinasi antara darat dengan penyebrangan laut melalui Merak-Bakaheuni. Adapun aksesibilitas lokasi bersifat baik untuk kendaraan bermotor dimana letak BRIN berada di jalan besar penghubung Bandar Lampung, Kabupaten Lampung Selatan, dan Kabupaten Lampung Timur. Detail lokasi BRIN Lampung dapat dilihat pada Gambar I.2.



Sumber : <https://www.google.com/maps/>

Gambar I.2 Lokasi BRIN Lampung

I.6 Luaran Penelitian

Luaran penelitian ini berupa pembahasan mengenai karakteristik sampel pasir ilmenite Banten didasarkan oleh karakterisasi XRD dan XRF, analisis proses fusi alkali oleh NaOH dan pelindian air beserta perannya pada pembentukan senyawa Fe dan Ti beserta kandungannya pada pasir ilmenit. Kemudian luaran utamanya adalah model kombinasi optimum dari parameter rasio *solid-liquid*, temperatur, konsentrasi, dan waktu pelindian asam.

I.7 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan referensi dan kontribusi dibidang akademik dalam pengembangan dan pengaplikasian ilmu metalurgi mengenai penentuan parameter optimal untuk melakukan sintesis nano-TiO₂ dari umpan pasir ilmenit dengan menggunakan beberapa parameter proses seperti rasio S/L, konsentrasi asam, temperatur pelindian dan waktu pelindian.

Penelitian ini juga dilaksanakan sebagai upaya untuk menerapkan salah satu prinsip dalam bela negara, yaitu cinta terhadap tanah air. Penelitian ini bertujuan untuk berkontribusi pada kemajuan bangsa dan negara dengan menghasilkan hasil yang bermanfaat. Diharapkan penelitian ini akan menghasilkan *output* yang memuaskan sehingga dapat diterapkan dalam pengembangan sektor pengolahan mineral di Indonesia serta mendorong kemajuan negara.

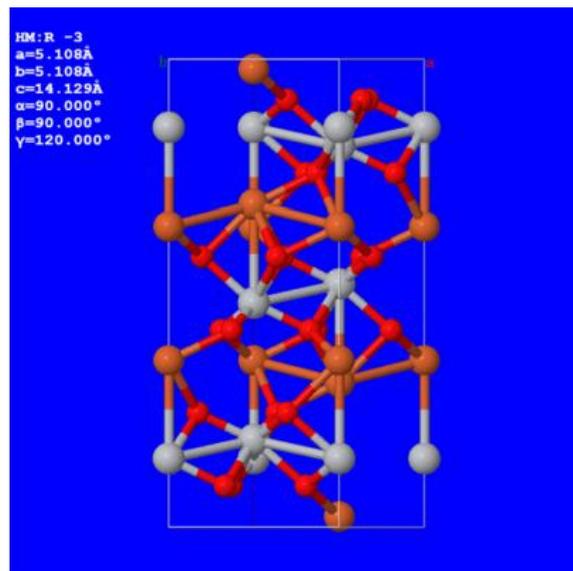
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Pasir Ilmenit

Mineral ilmenit merupakan mineral yang mempunyai rumus kimia berupa FeTiO_3 . Umumnya ilmenite dapat ditemukan dalam bentuk batuan bijih ataupun pasir ilmenite. Ilmenit merupakan jenis mineral titanium-besi oksida yang bersifat magnetik lemah dan berwarna hitam atau abu-abu gelap (Leion, 2008). Mineral ilmenit ini mengandung unsur titanium dan besi dimana secara komposisi, ilmenit terdiri atas 36,80% Fe; 31,57% Ti dan 31,63% O atau 52,66% TiO_2 dan 47,33% Fe_2O_3 .

Sifat-sifat yang dimiliki oleh ilmenit diantaranya adalah memiliki sifat kemagnetan yang lemah, rapuh, berwarna gelap dan tidak tembus cahaya. Ilmenit sendiri memiliki densitas $2400 \text{ kg/m}^2 - 2700 \text{ kg/m}^2$, titik leleh 1050°C , dan struktur kristal heksagonal (Chatterjee, 2007). Selain itu sebagai sumber minor juga untuk besi. Ilmenit memiliki nilai *specific gravity* sekitar 4,7-4,8 dengan kekerasan 5-6 (Barthelemy, 2020). Adapun struktur kristal ilmenit ditunjukkan pada Gambar II.1



Sumber : Downs and Hall-Wallace, 2003

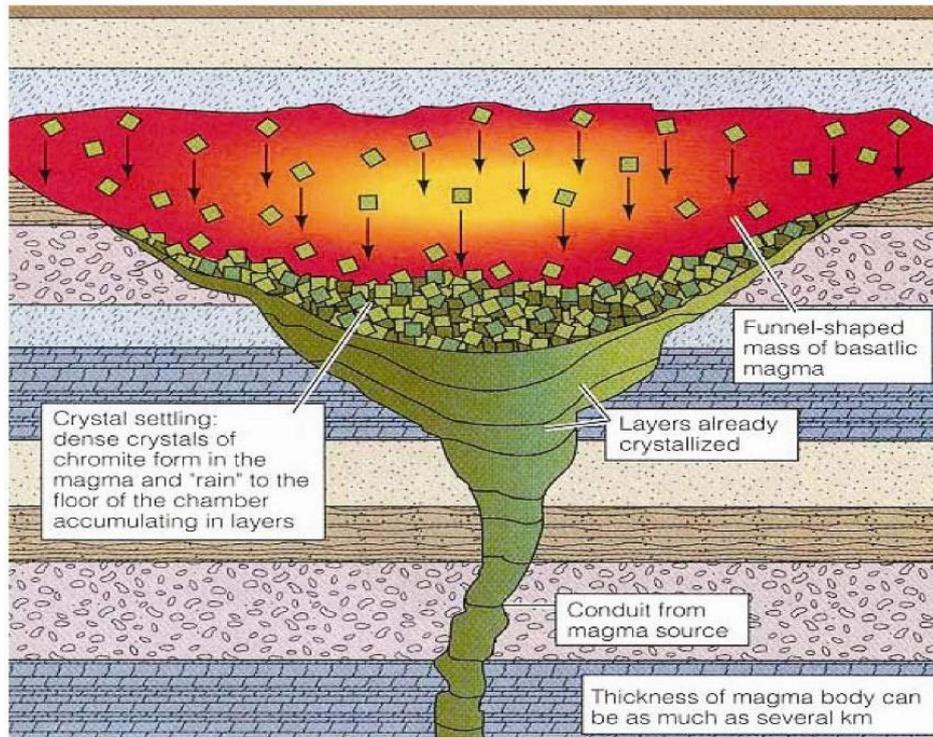
Gambar II.1 Struktur Kristal Ilmenit

Selain kandungan titanium dioksida, pada pasir ilmenit terdapat pengotor utama berupa besi oksida bervalensi tiga dan silika. Ilmenit termasuk ke dalam mineral yang cukup penting secara nilai ekonomis. Indonesia adalah salah satu negara yang mempunyai cadangan ilmenit cukup melimpah (Hendartno dan Sumardi, 1999). Hal ini disebabkan oleh ilmenit yang dikategorikan sebagai bijih utama untuk memperoleh logam titanium khususnya titanium dioksida. Ilmenit terbentuk sebagai mineral utama dalam batuan beku, terkonsentrasi dalam suatu lapisan dan ditemukan sebagai limbah dari pertambangan timah, pasir zircon, atau pasir besi (Setiawati, 2016).

Ilmenite (FeTiO_3) biasanya ditemukan berupa bijih dengan skala yang besar atau sebagai deposit sekunder (berupa pasir) yang mengandung mineral logam berat (Setiawati, 2013). Genesa dari mineral ilmenite terjadi melalui proses magmatik. Ilmenit dapat terbentuk selama proses pendinginan yang lambat dari dapur magma. Kemudian magma akan terkonsentrasi melalui proses segregasi magmatik akibat *partial cooling* seiring suhu menurun. Pada suhu $900\text{-}1100^\circ\text{C}$, kristal ilmenit mulai terbentuk dan terkristalisasi. Kristal-kristal ini memiliki densitas yang jauh lebih tinggi daripada lelehan sekitarnya yang masih dalam keadaan fasa cair di sekelilingnya. Hal ini menyebabkan kristal hasil pendinginan akan terakumulasi dan berkumpul pada bagian bawah dapur magma.

Proses segregasi magma ini menyebabkan ilmenit dan mineral lain dengan suhu pendinginan yang serupa seperti magnetit, dapat terkonsentrasi dalam lapisan dekat dasar di ruang magma. Batuan beku yang terbentuk dan kaya akan mineral ilmenit ini umumnya adalah batuan gabro, norit, dan anortosit. Selain itu, mineral ilmenit juga dapat mengalami kristalisasi dalam bentuk urat atau di dalam rongga ataupun kretal yang terbentuk dengan baik di dalam formasi pegmatite. Sifat fisik yang dimiliki oleh ilmenite salah satunya adalah tingkat resistensi yang tinggi terhadap proses pelapukan. Apabila suatu batuan yang mengandung mineral ilmenite mengalami proses eksogen yang mendestruksi struktur batuan tersebut, ilmenite akan terdispersi bersamaan dengan sedimen membentuk batuan sedimen. Tingkat densitas tinggi yang dimiliki oleh butiran ilmenite ini menyebabkan proses

segregasi selama sedimentasi. Hasil segregasi dan akumulasi ini disebut sebagai *heavy mineral sands*. Batupasir jenis ini memiliki ciri berwarna hitam (Hobart, 2016). Adapun proses segregasi magma dapat diilustrasikan pada Gambar II.2



Sumber : <https://ceritageologi.com>

Gambar II.2 Proses Segregasi Magma

Ilmenite ini merupakan bentuk spinel dari besi oksida dan titanium oksida, sehingga mustahil untuk memisahkan besi dari menggunakan pemisahan fisik biasa (Rohmah, 2015). Besi harus dipisahkan dari permukaan ilmenit untuk mendapatkan TiO_2 dalam jumlah besar. Bijih yang mengandung ilmenit dengan kadar rendah dapat ditingkatkan melalui proses pengolahan dengan campuran metode flotasi, *magnetic separation*, dan *gravity concentration* (Jena dkk, 1995).

Namun seiring berjalannya waktu, bijih ilmenite yang terdispersi halus, memiliki kadar yang rendah, dan secara mineralogi rumit akan menjadi bahan baku utama untuk proses produksi konsentrat ilmenite. Kombinasi dari *gravity concentration*, *magnetic separation*, dan flotasi lebih umum digunakan dalam praktiknya, sedangkan metode pemisahan elektrostatis masih perlu dikembangkan lebih luas (Zhai dkk, 2020).

Batuan maupun pasir ilmenit terbentuk karena peristiwa alami, sehingga sering terjadi kerusakan pada susunan kristalnya mengakibatkan persentase massa yang ada tidak sama dengan teori. Walaupun cadangan ilmenit di Indonesia tidak sebanyak cadangan ilmenit di India yang menempati urutan kedua di dunia (Sasikumar dkk, 2003), Indonesia berpotensi mengembangkan industri rutil (TiO_2) sintetik maupun logam titanium. Ilmenit dapat langsung diproses untuk membuat pigmen TiO_2 atau logam titanium, namun ilmenit biasanya diproduksi menjadi bahan intermediet dengan kandungan besi yang rendah (Amer, 2002). Oleh karena itu, umumnya kandungan TiO_2 dalam ilmenit alam antara 33-65% (Graha, 1987).

II.2 Titanium Dioksida (TiO_2)

Titanium dioksida atau titanium (IV) oksida merupakan bahan semikonduktor yang bersifat inert dan stabil terhadap fotokorosi maupun korosi oleh bahan kimia. Titanium dioksida merupakan material padat yang mempunyai banyak kegunaan. Kegunaan dari TiO_2 diantaranya sebagai pigmen putih dalam kertas, cat, plastik, fiber sintetik, dan kosmetik. Titanium dioksida pada umumnya digunakan sebagai pigmen putih. Selain itu, titanium dapat diterapkan dalam industri katalis (McColm, I.J., 1983). Titanium dioksida memiliki kemampuan penyebaran cahaya yang luar biasa, sehingga dapat menggantikan litopon (senyawa ko-presipitat yang terbuat dari seng sulfida dan barium sulfat), sebagai pigmen putih utama. Alasan pemanfaatannya sebagai pigmen putih disebabkan oleh karakteristik indeks bias yang tinggi dan tidak adanya proses penyerapan dalam rentang spektrum tampak antara panjang gelombang 380 nm dan 700 nm (Winkler, 2013).

Beberapa keunggulan yang dimiliki oleh titanium dioksida diantaranya adalah sifat optik yang baik (Wei dkk, 2013), toksisitas rendah, memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, harganya relatif terjangkau, keberadaan bijihnya yang cukup melimpah, tidak larut dalam air, bersifat semikonduktor dengan *band gap* yang lebar, dan memiliki luas permukaan yang besar. Keunikan sifat ini juga dapat ditingkatkan dengan mendesain TiO_2 dengan berbagai macam ukuran partikel, kristalinitas, dan morfologi kristal (Sagadevan, 2013; Wang dkk, 2010; Venkatesh dkk, 2012; Abbad dkk, 2012). TiO_2 termasuk sebagai serbuk berwarna putih dengan sifat tidak

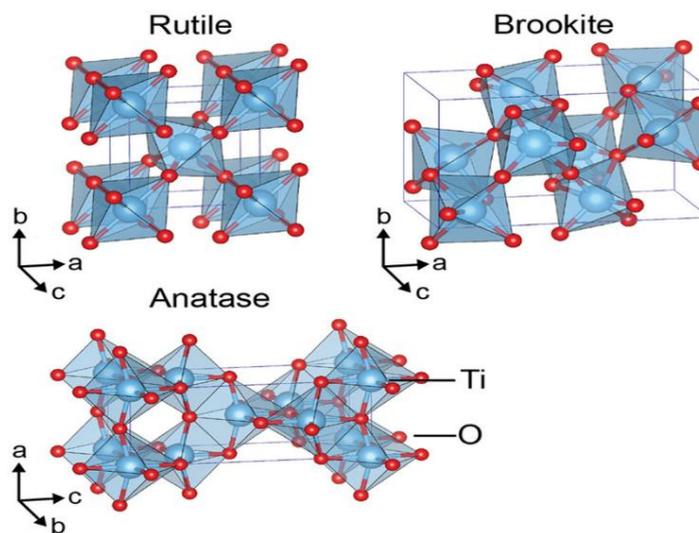
tembus cahaya (material transparan) sehingga diaplikasikan sebagai bahan baku cat, industri kertas, plastik, dan sensor gas (Zhang dkk, 2001).

TiO₂ merupakan pilihan yang bagus untuk pigmen karena tahan korosi dan non-toksik. Kelebihan lain dari TiO₂ adalah stabilitas kimia yang tinggi bila terkena senyawa asam dan basa, tidak beracun, biaya yang relatif rendah, dan daya pengoksidasi yang tinggi dan stabil (Castellote dan Bengtsson. 2011). Aplikasi khusus TiO₂ yang umum digunakan adalah sebagai bahan produk tabir surya. Hal ini disebabkan karena kemampuan absorbs terhadap sinar ultra violet (UV). Kemampuan ini juga dimanfaatkan untuk aplikasi fotokatalis yang berfungsi untuk menyingkirkan polutan dari udara dan air (Li dan Ishigaki, 2004). Selain itu, TiO₂ juga dapat diaplikasikan pada DSSC, TiO₂ yang digunakan umumnya berfase anatase karena mempunyai luas permukaan yang lebih besar sehingga memiliki kemampuan fotoaktif yang tinggi. Kemudian yang memiliki struktur nanopori dapat meningkatkan kinerja sistem karena struktur tersebut mempunyai karakteristik luas permukaan yang tinggi sehingga akan menaikkan jumlah pigmen yang teradsorp yang dimana implikasinya dapat menaikkan jumlah cahaya yang terabsorpsi (Zhang dan Banfield, 2000).

Bahan baku pembuatan titanium dioksida cukup banyak tersedia di alam (Turney, 1995). Sumber utama titanium (IV) oksida adalah bijih *rutile* (matriks TiO₂) dan ilmenit (FeTiO₃) (Sunarya, 2007). Titanium dioksida (TiO₂) dapat ditemukan dalam bentuk batuan, endapan batuan, dan pasir. Walaupun TiO₂ cukup melimpah, namun sering ditemukan dengan konsentrasi rendah di dalam bebatuan. Hal ini juga didukung oleh Winkler (2013), yang menyebutkan bahwa di alam, titanium hanya ditemukan dalam bentuk oksidanya atau campuran oksida dalam kombinasi dengan unsur-unsur lain. Kandungan titanium dari bijih-bijih ini akan terkonsentrasi lebih tinggi apabila semakin tinggi tingkat pelapukan pada batuan induknya. Sehingga biaya produksi untuk TiO₂ relatif tinggi (Setiawati, 2016). TiO₂ mempunyai tiga jenis bentuk kristal yaitu rutil, anatase, dan brookit (Kim dkk, 2005; Dastan dkk, 2014; Shahini dkk, 2011; Chekina dkk, 2013).

Diantara ketiganya, TiO_2 kebanyakan berada dalam bentuk rutil dan anatase. Secara termodinamika, kristal anatase lebih stabil dibandingkan rutil (Dastan dkk, 2014). Anatase dan rutil memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan brookit memiliki struktur kristal orthorombik (Suzana, 2002). Struktur kristal TiO_2 dibagi menjadi tiga jenis dan dapat dilihat pada Gambar II.3 (Fujishima dkk, 1999) :

- A. *Rutile*. Memiliki kestabilan pada suhu tinggi, memiliki bentuk kristal tetragonal, dan keterdapatannya pada batuan beku. Fase anatase dan brookite akan mengalami transformasi ke fasa rutil setelah mencapai ukuran partikel tertentu (Zhang dkk, 2000).
- B. *Anatase*. Cenderung stabil pada suhu rendah dan memiliki bentuk kristal tetragonal. Pada suhu 0 K, fase anatase jauh lebih stabil jika dibandingkan dengan fase rutil (Muscat dkk, 2002).
- C. *Brookite*. memiliki struktur kristal berupa orthorombik, dan biasanya hanya terdapat pada mineral. Fase *brookite* memiliki volume sel yang paling besar dan paling padat dari tiga fase. Adapun fase ini sangat jarang digunakan dan ditemukan dalam penelitian.



Sumber: Haggerty et al, 2017

Gambar II.3 Struktur kristal polimorf TiO_2

Titanium oksida dapat diperoleh melalui tiga bentuk sumber mineral. Rutil alam menjadi sumber dengan konsentrasi TiO_2 tertinggi yaitu sekitar 95%. Peningkatan kadar dilaksanakan dengan metode konsentrasi gravitasi, elektrostatis, dan pemisahan magnetik (Kahn, 1984). Sedangkan sintesis TiO_2 dari ilmenit menjadi sumber terbesar dalam memproduksi material titanium dioksida. Selain itu, terak

yang tinggi akan titanium juga dapat dijadikan sumber. Dimana bijih oksida kaya akan ilmenite dilebur pada *electric arc furnace* untuk menghasilkan *pig iron* sebagai produk utama. Produk samping *ilmenite* pada terak umumnya mengandung 85-90% TiO_2 (Zhang dkk, 2011). Proses ini dinamakan sebagai *Sorel Process*. Proses reduksi dari bijih besi oksida menggunakan antrasit meninggalkan terak titanium yang kemudian dapat diekstraksi.

Proses ekstraksi titanium dioksida secara umum dilakukan menggunakan proses klorida dan sulfat. Kedua metode ini dapat diidentifikasi melalui perbedaan pada kebutuhan bahan baku dan proses kimiawi yang berlangsung (Hamor, 1986). Proses yang pertama kali dikembangkan adalah proses sulfat. Dengan menggunakan ilmenite atau terak titanium, asam sulfat melindi sumber titanium untuk membentuk titanium sulfat kemudian dipresipitasi menjadi titanium dioksida (Guo dkk, 2014). Sedangkan pada proses klorida, rutil direaksikan dengan gas klorin dan kokas pada *fluidized bed reactor* (Klorinator) membentuk senyawa gas TiCl_4 . Gas ini kemudian dipisahkan dengan metode kondensasi. Hasil ini direaksikan pada *burner* dalam keadaan oksigen berlebih untuk meningkatkan TiO_2 pada suhu 1400-1600°C.

Proses klorida saat ini mengambil alih pimpinan industri pigmen akibat keunggulan yang dimiliki dibandingkan dengan proses sulfat konvensional, yaitu pada pengendalian limbah. Namun permasalahan khusus pada proses klorida adalah pada bahan baku. rutil yang harus bersifat *high grade titanium*. Sedangkan ketersediaan bahan baku rutil alam semakin sedikit seiring perkembangan industri. Hal ini berposisi dengan kebutuhan pada proses pelindian sulfat. Apabila menggunakan bahan baku dengan kadar titanium rendah, maka dapat menyebabkan tingkat konsumsi klorin yang lebih tinggi. Selain itu, jumlah bahan limbah yang dihasilkan lebih banyak terutama FeCl_2 (Winkler, 2013). Akibat dari faktor-faktor ini, proses perkembangan sintesis rutil secara bertahap menjadi sesuatu yang krusial. *Upgrading* ilmenite menjadi bentuk sintesis rutil umumnya membutuhkan biaya yang lebih tinggi karena membutuhkan energi yang lebih banyak. Proses konversi thermal dan beberapa tahapan pelindian perlu dilakukan untuk mengurangi pengotor besi pada ilmenit (Zhang, 2011).

Nano-titanium dioksida merupakan TiO_2 dengan ukuran partikel rata-rata kurang dari 100 nm. Proses produksi dapat dilakukan dengan berbagai metode. Pada skala laboratorium, umumnya menggunakan metode hidrolisis titanium-IV-alkoksilat dari etanol atau isopropanol, menggunakan asam asetat atau asam nitrat sebagai katalis. Selain itu, netralisasi titanium tetraklorida dengan ammonia akan menghasilkan titanium oksihidrat yang akan terpresipitasi menjadi rutil. Hasil gas titanium tetraklorida dari proses klorida juga dapat direaksikan dengan uap untuk menghasilkan campuran anatase dan rutil dalam ukuran halus (Vallet-Regi dkk, 1993). Sedangkan produksi nano-titanium dioksida yang diawali proses sulfat, titanium oksihidrat yang telah dipresipitasi direaksikan dengan natrium titanat dan dilakukan peptisasi menggunakan asam klorida, menghasilkan rutil.

II.3 Konsentrasi Magnetik

Pasir ilmenite adalah bahan yang terdiri dari tidak hanya mineral ilmenite ($FeTiO_3$) melainkan beberapa mineral pengotor lain. Berdasarkan Supriyatna (2020) dan Lumbantoruan (2024), pasir ilmenite di Indonesia memiliki beberapa kandungan kompon lain seperti silika (SiO_2) dan rutil (TiO_2). Selain itu kompon seperti magnetite (Fe_3O_4), alumina (Al_2O_3), mangan oksida (MnO), dan rhodonite ($MnSiO_3$) ditemukan dalam jumlah minor diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan XRD. Fase silikat dalam deposit ilmenite menjadi induk inklusi pengotor karena berposisi sebagai fasa mineral *gangue* terbesar. Kemudian komposisi pada ilmenite umumnya memiliki kandungan Ti dan Fe yang sama-sama tinggi seperti pada Tabel II.1 (Ramakokovhu dkk, 2020).

Tabel II.1 Komposisi Umum Ilmenit

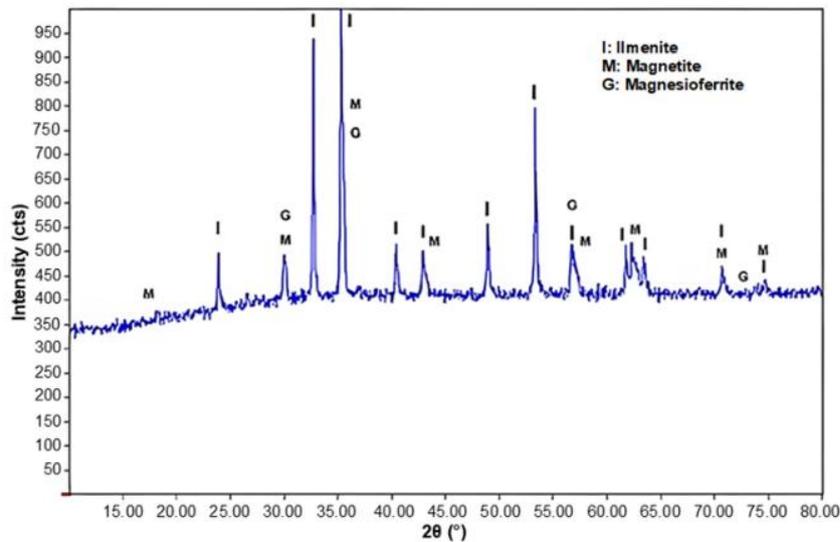
Title	Fe_2O_3	TiO_2	SiO_2	Al_2O_3	MnO	MgO	V_2O_5	Cr_2O_3	ZrO_2	Na_2O	CaO	Na_2O
Ilmenite	48.23	42.93	2.94	1.71	1.11	0.80	0.39	0.17	0.16	0.13	0.13	0.13

Pada hasil XRF di atas yang dilakukan oleh Ramakokovhu (2021), unsur dikonversikan ke dalam bentuk oksida sehingga fasa Fe tidak sepenuhnya ditunjukkan secara akurat. Sedangkan hasil XRF pada sampel pasir besi yang mengandung oleh Supriyatna dkk (2024) menjelaskan bahwa kandungan Fe berada pada nominal yang cukup tinggi dibandingkan dengan Ti. Berdasarkan karakterisasi XRD pada

sampel yang sama, senyawa mineral pada sampel ini cukup banyak mengandung pasir besi magnetite sebagai konstituen kedua terbanyak selain dari mineral ilmenite. Adapun komposisi unsur dan fasa senyawa mineral pada sampel pasir besi Banten ini ditunjukkan pada Tabel II.2 dan Gambar II.4.

Tabel II.2 Komposisi XRF Pasir Besi Banten

Element	Content (%)
Fe	60.813
Ti	31.841
Si	2.304
Ca	1.117
Al	1.168
Mn	1.065
Mg	0.610
P	0.324
Zr	0.249



Sumber: Supriyatna et al, 2024

Gambar II.4 Grafik XRD dari Pasir Besi Banten

Mineral ilmenite mencakup titanium oksida dan besi oksida dalam bentuk TiO_2 dan FeO dalam ikatan mineral sehingga pemisahannya tidak dapat dilakukan secara fisik. Namun pada kondisi lapangan, sampel tidak hanya memiliki kandungan berupa kumpulan mineral tetapi juga pengotor-pengotor lain seperti partikel sampah pantai, butiran silika, dan butiran sisa organisme lautan. Ilmenite sendiri memiliki sifat fisik khusus yaitu paramagnetik. Sifat paramagnetik merupakan

tingkat kemagnetan pada material yang bersifat lemah. Maka, dapat dilakukan proses pemisahan fisik berupa konsentrasi mineral terlebih dahulu sebagai preparasi sampel. Silika dan pengotor pantai lain tidak memiliki sifat kemagnetan sehingga perbedaan karakteristik ini digunakan untuk memisahkan sampel ilmenit. Dengan adanya perbedaan ini, maka dapat dimanfaatkan metode separasi magnetik. Untuk lebih jelasnya, disajikan tabel mengenai sifat-sifat kemagnetan mineral-mineral yang terkandung di dalam pasir ilmenite pada Tabel II.3.

Tabel II.3 Sifat Kemagnetan Mineral

No	Mineral	Sifat Kemagnetan
1	FeTiO ₃	Paramagnetik
2	SiO ₂	Diamagnetik
3	Fe ₃ O ₄	Ferromagnetik
4	Al ₂ O ₃	Diamagnetik
5	CaCO ₃	Diamagnetik

Magnetic separation adalah proses konsentrasi pada pengolahan mineral yang bertujuan untuk memisahkan mineral berharga dari pengotornya berdasarkan perbedaan sifat kemagnetannya. Hal tersebut dikarenakan karena bijih yang terdapat di alam mempunyai sifat kemagnetan yang berbeda antar satu sama lain. Mineral-mineral yang terdapat pada bijih akan memberikan respon terhadap medan magnet sesuai dengan sifat kemagnetan yang dimilikinya. Mineral yang tertarik magnet merupakan mineral magnetik, sedangkan yang tidak tertarik oleh magnet merupakan mineral non-magnetik atau diamagnetik. Kemampuan mineral termagnetisasi atau sifat kemagnetan ini disebut sebagai *Magnetic susceptibility*. Istilah ini kemudian diklasifikasikan menjadi tiga, yaitu ferromagnetik yang memiliki daya tarik magnet tinggi, paramagnetic yang memiliki daya tarik magnet lemah, dan diamagnetik sebagai mineral yang tidak mempunyai daya tarik magnet sama sekali (Wills, 2015).

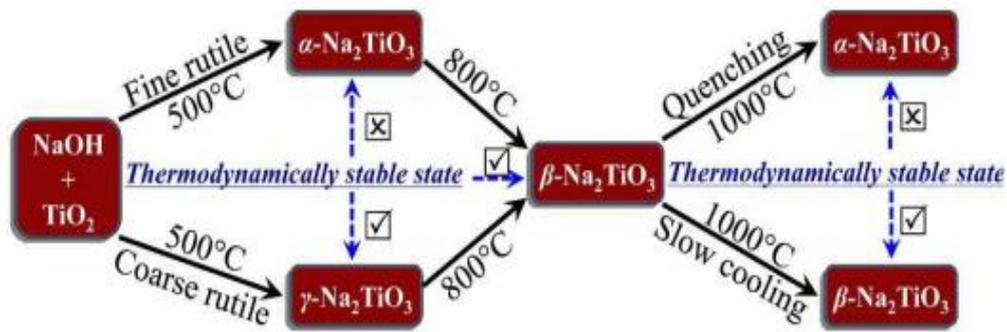
Mineral-mineral yang terdapat pada pasir akan memberikan respon terhadap medan magnet sesuai dengan sifat kemagnetan yang dimilikinya. Ilmenite yang bersifat paramagnetik akan tertarik dengan magnet, sedangkan pengotor-pengotor dengan sifat diamagnetik tidak akan tertarik. Hasil dari percobaan yang dilakukan oleh

Supriyatna (2020) menunjukkan bahwa distribusi hasil magnetisasi untuk sampel pasir ilmenite menunjukkan bahwa lebih dari 97% bersifat magnetik dimana konstituen terbanyak ada pada mineral ilmenite diikuti dengan sejumlah mineral magnetite.

II.4 Fusi Alkali

Fusi alkali merupakan proses pemanasan bijih ataupun konsentrat menggunakan reagen berbahan alkali pada temperatur tinggi tanpa melibatkan proses peleburan. Temperatur yang digunakan bernilai lebih rendah dari temperatur lebur bijih. Lebih spesifik proses ini dapat disebut juga sebagai fusi kaustik dengan penggunaan senyawa kaustik berupa natrium hidroksida (NaOH) maupun kalium hidroksida (KOH). Pada pemrosesan sintesis titanium dioksida dari ilmenite, fusi alkali dilakukan dengan tujuan mengikat senyawa ilmenite pada logam alkali, sehingga ikatan antara Ti dengan Fe akan terurai. Seperti yang telah ditelaah pada bab sebelumnya, ilmenite merupakan mineral yang terbentuk antara ikatan atom-atom Ti, Fe, dan O. Lebih spesifik, ikatan ini merupakan ikatan atomic yang tidak dapat dilepaskan menggunakan pemisahan fisik. Mineral-mineral titanium merupakan tipikal bijih yang sulit dilarutkan langsung dalam proses hidrometalurgi. Oleh karena itu, tingkat kelarutan harus ditingkatkan melalui *pre-treatment*, misalnya, dengan menggunakan prinsip reaksi redoks pada *rotary kiln* atau dengan proses peleburan untuk pemisahan Ti dari Fe. Secara khusus, pelarutan langsung ilmenite diketahui dapat dilakukan lebih mudah jika diubah menjadi Na_2TiO_3 (Shin dkk, 2019).

Senyawa ilmenite jika direaksikan dengan soda kaustik pada temperatur tinggi, akan membentuk senyawa yang lebih mudah larut pada asam sehingga penggunaan reagen pelindi dapat bersifat minimal (Aristanti dkk, 2018). Senyawa ini dapat berupa Na_2TiO_3 dan K_2TiO_2 bergantung pada jenis alkali yang digunakan. Parameter yang dilakukan pada fusi alkali dapat mempengaruhi fasa senyawa Na_2TiO_3 yang terbentuk. Terdapat tiga fasa yaitu $\alpha\text{-Na}_2\text{TiO}_3$, $\beta\text{-Na}_2\text{TiO}_3$, dan $\gamma\text{-Na}_2\text{TiO}_3$ yang pembentukannya melalui proses yang berbeda-beda. Pembentukan tiga fasa senyawa ini dapat dilihat pada Gambar II.5.



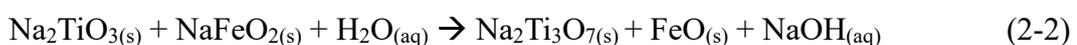
Sumber: Meng et al, 2016

Gambar II.5 Fasa-Fasa Na₂TiO₃

Menurut Meng dkk (2016), α - dan γ -Na₂TiO₃ dapat diperoleh dengan memanaskan campuran NaOH dan mineral titanium pada suhu 500°C selama 90 menit. Sedangkan β -Na₂TiO₃ didapatkan pada suhu 800°C selama 90 menit dan didinginkan perlahan hingga suhu kamar. Na₂TiO₃ tetap bersifat tidak stabil selama proses pencucian atau pelindian air karena ion Na⁺ dapat mengalami pertukaran ion dengan H⁺ di dalam air. Pertukaran ion Na⁺ ini meningkat seiring dengan semakin lamanya proses pelindian. Adapaun Na⁺ dalam β -Na₂TiO₃ bertukar dalam masa yang lebih lambat dibandingkan dengan α - dan γ -Na₂TiO₃. Nilai kelarutan Ti (IV) kurang dari 0,001 mol/L yang berarti hampir semua Ti tetap berada dalam bentuk padatan (Li dkk, 2014). Fusi alkali pada ilmenite dapat dilakukan pada suhu >800°C untuk memperoleh reaksi fusi yang lebih sempurna dan terbentuk fasa yang lebih stabil. Adapun reaksi fusi alkali menggunakan soda kaustik yang berlangsung pada ilmenite dapat dilihat pada reaksi 2.1.



Pada reaksi 2.1 di atas, ilmenite direaksikan dengan soda kaustik pada fusi alkali bersuhu tinggi. Ti oksida akan terpisah dari Fe oksida pada masing-masing ikatan dengan ion natrium. Hasil dari proses ini kemudian dapat dilakukan pelindian dengan air untuk melarutkan NaOH dan pengotor lainnya yang mudah larut. Sedangkan Na₂TiO₃ memiliki sifat yang tidak mudah larut pada air karena bersifat non polar (Ginting, 2023). Adapun reaksi pelindian air dapat berlangsung seperti yang ditunjukkan pada reaksi 2.2.



Senyawa hasil filtrasi pelindian air berupa $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ini kemudian menjadi bahan yang akan dilakukan pelindian asam untuk memperoleh titanium dioksida. Berdasarkan penelitian proses fusi alkali menghasilkan tingkat perolehan sebesar 92% pada pelindian asam klorida dan 89% pada pelindian asam sulfat (Ginting, 2022 ; Supriyatna dkk, 2023).

II.5 Pelindian Asam

Leaching merupakan proses ekstraksi suatu material bijih atau konsentrat menggunakan reagen pelarut (Purwani dkk, 2015). Reaksi *leaching* yang terjadi dapat berupa reaksi antara oksida basa dengan asam ataupun sebaliknya. Hasil dari reaksi ini akan membentuk garam dan air (Sasikumar dkk, 2007). Proses *leaching* lebih jelasnya merupakan proses ekstraksi yang bertujuan untuk memisahkan suatu senyawa kimia yang diinginkan dari senyawa kimia lain atau pengotor dari padatan ke dalam fasa cairan. Di dalam definisi lainnya, pelindian dapat disebut sebagai proses ekstraksi padat/cair untuk memisahkan suatu senyawa kimia yang diinginkan dengan perubahan fasa dari padat ke dalam cairan (Natziger dan Gupta, 1987).

Proses *leaching ilmenite* termasuk ke dalam proses produksi mineral dan logam titanium dengan menggunakan metode hidrometalurgi. Hidrometalurgi adalah suatu proses pengolahan logam dari bijinya menggunakan pelarut kimia untuk melarutkan partikel logam tertentu. Proses ini terdiri dari *leaching*, pemurnian, dan *recovery* logam (Kamberovic, 2009). Metode yang digunakan untuk meningkatkan kemurnian titanium dioksida diantaranya adalah proses *leaching* dengan sulfat dan proses *leaching* menggunakan asam klorida. Proses *leaching* ini pada umumnya memerlukan suhu yang tinggi karena daya larut akan naik seiring dengan naiknya suhu (Zhang, 2011 ; Setiawan, 1998).

Pemurnian *ilmenite* mempunyai nilai euntungan yang lebih karena menghasilkan pigmen TiO_2 dan hasil samping proses berupa Fe_2O_3 yang dapat menjadi pigmen warna merah. Proses pelarutan dengan menggunakan asam dilakukan karena dapat dengan mudah melarutkan zat dalam ilmenite. Asam yang dapat digunakan untuk

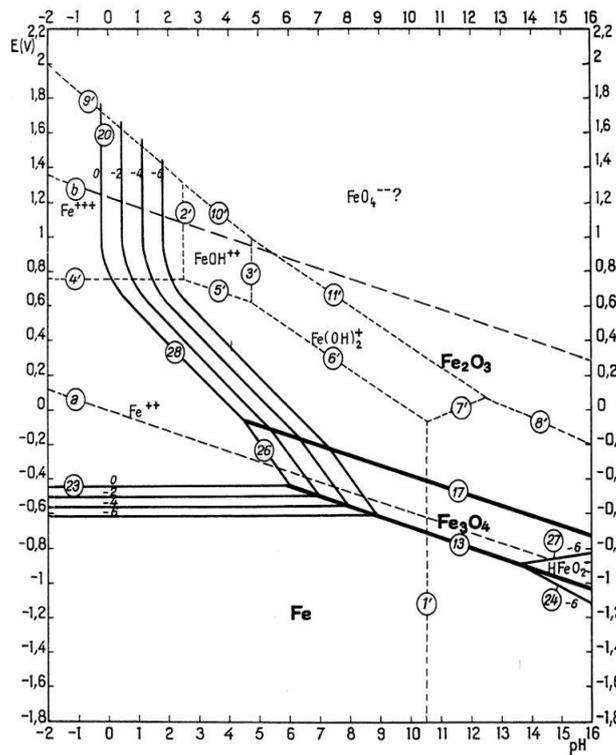
pelarutan *ilmenite* adalah HCl (Rayhana dan Manaf, 2012) dan menggunakan H₂SO₄ (proses sulfat) (Zulfalina dan Manaf, 2004). Beberapa peneliti telah menggunakan konsentrasi asam yang lebih rendah dalam upaya yang dapat meningkatkan penggunaan kembali limbah asam (Sasikumar dkk, 2004; Liang dkk., 2005). Natziger dan Gupta (1987) telah melakukan peningkatan ekstraksi dengan kombinasi proses oksidasi dan *leaching* dengan asam klorida untuk menghasilkan TiO₂.

Proses *leaching* dengan asam sulfat menggunakan teknologi yang lebih sederhana daripada proses *leaching* dengan asam klorida. Selain itu proses sulfat dapat menggunakan bijih dengan kadar lebih rendah atau bahan baku dengan harga lebih murah. Namun, umumnya memiliki biaya produksi dan biaya pembangunan pabrik pengolahan asam yang lebih mahal daripada proses *leaching* dengan asam klorida. Selain itu, proses *leaching* dengan asam sulfat dianggap kurang ramah lingkungan tetapi proses daur ulang dapat dikombinasikan dengan pengembangan produk sampingan lainnya. Pada proses *leaching* dengan asam sulfat, ilmenit dilarutkan dalam asam sulfat untuk membentuk campuran sulfat. Setiap besi dikeluarkan dari larutan sehingga warna produk akhir tidak mengalami kerusakan (Wahyuningsih dkk, 2016).

Proses pelindian langsung oleh asam klorida (HCl) dikembangkan oleh Berkovich pada Tahun 1975 untuk melindi setidaknya 80% besi dan titanium dari ilmenite. Proses ini mencakup pembentukan larutan titanium klorida dan besi klorida yang ikut terlarut. Besi (iii) kemudian direduksi menjadi besi (ii) dengan SO₂. Hasilnya kemudian dikristalisasi dan dipisahkan. Larutan titanium klorida selanjutnya dilakukan hidrolisis, presipitasi, pemurnian, dan kalsinasi sebagai pigmen titanium dioksida. Skema oleh Thomas (1985) menggunakan asam dengan konsentrasi yang lebih rendah untuk mengurangi dan memisahkan unsur pengotor yang mudah larut. Pelindian asam klorida pada ilmenite didominasi oleh proses pelindian langsung yang melibatkan pelarutan titanium dan besi secara bersamaan. Seperti penelitian oleh Verhulst dkk (2003) yang menggunakan sirkuit *solvent extraction* untuk memisahkan besi dari pigmen titanium dioksida pada larutan hasil pelindian.

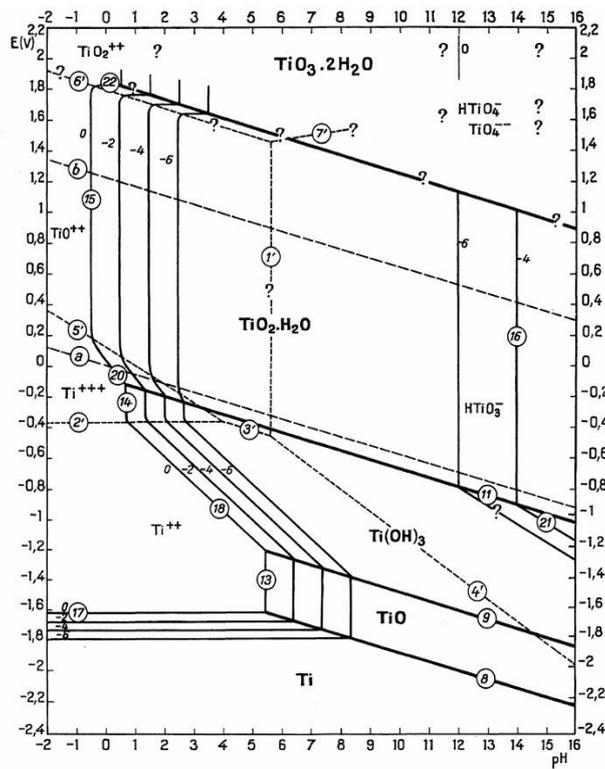
Kemudian pelindian dengan *lixiviant* terdiri dari campuran asam klorida dan klorida seperti MgCl pada suhu $<85^{\circ}\text{C}$ dilakukan oleh Laksmanan dkk (2005).

Pada penelitian yang berfokus pada ilmenite di Indonesia, beberapa telah menguji dan mengkaji ekstraksi TiO_2 dari ilmenite. Diantaranya adalah pelindian menggunakan asam sulfat oleh Subagja (2016), pelindian HCl dengan tambahan NaCl oleh Setiawan (2012), dan pelindian asam bertekanan tinggi oleh Lalasari (2014). Kemudian penelitian yang dilakukan oleh Supriyatna (2021) menelaah karakteristik ilmenite dan studi ekstraksi pelindian menggunakan HCl dengan tambahan fusi kaustik menghasilkan kemurnian TiO_2 yang lebih tinggi. Eksperimen dilanjutkan oleh Ginting dkk (2023), dan Lumbantoruan (2024) yang menggunakan dua tahap pelindian asam. Pada pelindian ini, besi dan pengotor lain akan larut oleh asam klorida 20%. Sedangkan titanium ilmenit akan tetap berada pada fasa solid dalam bentuk endapan. Pelindian dilakukan dalam dua tahapan dengan proses *washing* disetiap prosesnya untuk meningkatkan kadar dan jumlah perolehan titanium dioksida. Proses yang menggunakan asam klorida memiliki kelebihan berupa tingkat selektivitas yang baik. Pengotor dalam ilmenite dapat larut melalui asam klorida sedangkan titanium akan tertinggal dalam endapan. Impuritas ilmenite utama ialah besi. Setelah melalui fusi alkali dan pelindian air, besi dapat terlepas ikatannya dengan titanium dan membentuk senyawa padatan FeO sebagai senyawa yang berdiri sendiri. Sedangkan titanium sebagai senyawa $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ dan Na_2TiO_3 . Apabila ditelaah dari segi termodinamika, maka Fe akan lebih mudah larut dalam asam kuat dibandingkan dengan Ti. Untuk lebih jelasnya, diagram Pourbaix Fe dan Ti pada Gambar II.6 dan II.7.



Sumber: M. Pourbaix, 1974

Gambar II.6 Diagram Pourbaix Sistem Fe-H₂O Suhu 25°C



Sumber: M. Pourbaix, 1974

Gambar II.7 Diagram Pourbaix Sistem Ti-H₂O Suhu 25°C

Senyawa $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ dan Na_2TiO_3 memiliki titanium yang bervalensi 4^+ atau titanium (iv). Sedangkan besi dalam FeO berposisi sebagai besi (ii). Berdasarkan diagram yang dirancang oleh hasil percobaan Marcel Pourbaix (1974) dan tercantum pada Gambar 2.5 dan 2.6, besi (ii) akan mulai mengalami perubahan fasa ke dalam bentuk larutannya yaitu Fe^{2+} dimulai dari pH pada asam lemah. Apabila menggunakan konsentrasi asam yang kuat seperti HCl atau H_2SO_4 , maka laju reaksi pelarutan juga akan semakin cepat. Sedangkan untuk titanium (iv), akan mengalami perubahan fasa ke dalam larutannya dalam bentuk TiO^{2+} pada pH yang lebih rendah dibandingkan dengan Fe^{2+} . Adapun nilai pH spesifik proses perubahan fasa dari spesi-spesi ini bergantung pada nilai aktivitas yang berlaku pada reaksi. Selain itu, menurut Li dkk (2014), kelarutan Ti (IV) bernilai kurang dari 0,001 mol/L yang berarti hampir semua Ti cenderung berada dalam bentuk padatan/endapan selama proses pelindian. Maka skema separasi yang dapat dilakukan adalah membuat besi berada di dalam fasa larutan sedangkan titanium ada pada fasa padatan. Adapun reaksi pelindian ilmenite dengan HCl dapat ditulis dalam reaksi 2.3, 2.4, dan 2.5 (Shin dkk, 2019).



TiOCl_2 pada proses selanjutnya segera mengalami reaksi hidrolisis dengan air untuk membentuk $\text{TiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ yang akan kembali terdeposisi menjadi endapan padat. Hidrolisis TiO_2 diketahui memiliki pengaruh besar terhadap suhu dimana semakin tinggi proses pelindian maka proses hidrolisis dapat berlangsung lebih cepat segera setelah pelarutan (Middlemas dkk, 2013). Proses dapat ditulis pada reaksi 2.6.



Menurut Hukum Le Chatelier, reaksi pelindian berlangsung ke arah konsumsi dari HCl . Dalam arti lain, seiring dengan proses pelindian berlangsung, maka tingkat keasaman pada larutan menurun. Penurunan keasaman mengaktifkan reaksi hidrolisis dan mengendapkan titanium dioksida. Setelah proses pelindian tahap I

selesai, maka proses dekantansi dilakukan untuk memperoleh pemisahan antara larutan yang mengandung besi serta padatan berupa titanium dioksida yang mengendap. *Washing* dilaksanakan pada endapan hasil pelindian menggunakan aquades hingga pH netral. Proses ini dapat menghilangkan kandungan asam pada hasil produk sehingga diperoleh larutan dengan warna kuning yang mencirikan adanya kandungan ion Fe terlarut. *Washing* juga bertujuan menghilangkan senyawa lain yang tidak diinginkan selama proses pelarutan sehingga filtrat endapan memiliki kadar TiO_2 yang lebih tinggi (Setiawan, 2012). Filtrat endapan kemudian dikeringkan terlebih dahulu pada oven untuk menghilangkan kadar air. Hasil endapan kemudian dilindi pada pelindian asam tahap II dengan mekanisme yang sama dilanjutkan proses *washing* II.

Proses pelindian dapat dipengaruhi beberapa aspek. Menurut Abdou dkk (2015) dan Ramadan (2016), laju pelindian titanium dan besi berbanding terbalik dengan ukuran partikel rata-rata. Peningkatan persentase pelindian ini disebabkan dengan luas permukaan lebih besar yang terpapar pada asam. Kemudian lama waktu pelindian dapat secara signifikan mempengaruhi efisiensi proses pelindian ilmenit. Seiring waktu reaksi meningkat hingga 2 jam, efisiensi pelarutan titanium dan besi menggunakan asam klorida dari ilmenit juga meningkat secara bertahap (El-Hazek dkk, 2007; Nayl dan Aly, 2009 ; Samal, 2011). Sejumlah ion H^+ dihasilkan dalam proses hidrolisis titanium setelah proses pelindian berlangsung selama 3 jam, mengakibatkan kenaikan tingkat kekuatan ion dan reaktivitas dari asam klorida sehingga Fe dapat dengan cepat terlarut (Zhang dkk, 2011). Temperatur proses pelindian bersifat penting dalam proses produksi titania dengan kadar yang tinggi menggunakan asam klorida (Guo dkk, 2014). Menurut penelitian oleh Lasheen (2005), persentase pelindian besi meningkat dengan sangat cepat seiring peningkatan temperatur hingga 90°C menggunakan HCl meninggalkan endapan TiO_2 .

Kemudian terjadinya reaksi hidrolisis dari TiOCl_2 diketahui meningkat pada temperatur yang lebih tinggi sehingga persentase perolehan TiO_2 juga mengalami peningkatan (Ramadan dkk, 2016). Sedangkan konsentrasi asam hingga 9 M HCl

dapat meningkatkan persen ekstraksi dari ilmenite (Nayl dan Aly, 2009). Samal (2011), menambahkan bahwa persentase pelindian titanium menurun daripada besi pada tingkat keasaman yang lebih rendah akibat adanya presipitasi dari TiOCl_2 . Proses hidrolisis dari titanium hanya dapat dicegah apabila konsentrasi asam tinggi (12 M) dan pada temperatur 80°C dan rasio *solid-liquid* yang tinggi. Parameter-parameter seperti rasio *solid-liquid*, waktu pelindian, konsentrasi larutan, suhu divariasikan untuk menentukan variabel proses yang optimal pada penelitian terhadap ilmenite Banten. Berdasarkan penelitian oleh Ginting (2023), dan Lumbantoruan (2024), proses pelindian asam dalam dua tahap terhadap ilmenite dapat meningkatkan kadar TiO_2 hingga $>85\%$.

II.6 Pengujian Metalurgi

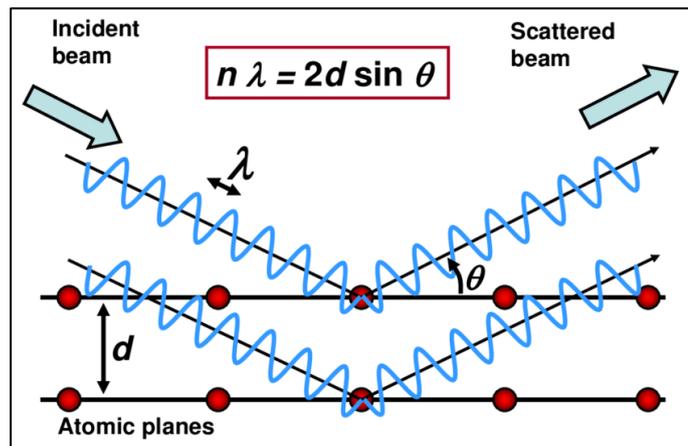
Pada penelitian ini, dilakukan beberapa instrument pengujian untuk mendukung analisis hasil yang diantaranya sebagai berikut :

1. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Sinar-X merupakan suatu gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang pendek antara $0,5 - 2,5 \text{ \AA}$ (Suryanarayana dan Norton, 1998). Sinar-X juga dapat mengalami fenomena difraksi seperti yang diamati pada cahaya tampak. Namun, tidak seperti cahaya tampak, sinar-X tidak dapat mengalami difraksi oleh kisi optik biasa karena panjang gelombangnya yang sangat pendek. Sinar-X dihasilkan dari tumbukan elektron berkecepatan tinggi dengan logam sasaran.

Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan metode analisa yang memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal. Untuk dapat memahami prinsip dari difraksi sinar-X dalam analisa kualitatif maupun kuantitatif, terlebih dahulu diuraikan penjelasan mengenai sistem kristal. XRD memiliki prinsip kerja yaitu sinar-X merefleksikan atau membelokkan sinar kepada bidang-bidang atom kristal dari material sampel yang diuji sehingga kita dapat mengkarakterisasi karakteristik

pada sampel uji (Suslick dkk, 1998). Prinsip XRD dapat diskemakan pada Gambar II.8.



Sumber: Salisu Nasir, 2018

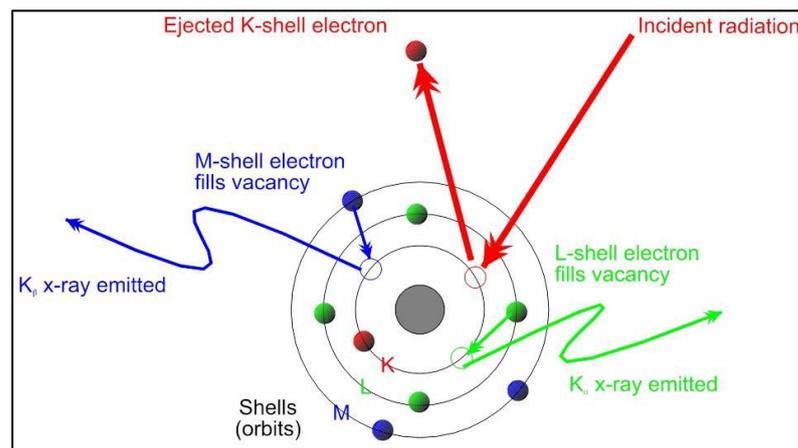
Gambar II.8 Prinsip Kerja XRD

2. X-Ray Fluorescence (XRF)

Dasar analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) adalah metode pencacahan sinar-X yang dipancarkan oleh suatu unsur akibat pengisian kembali kekosongan elektron pada kulit yang lebih dekat inti. Hal ini diakibatkan oleh terjadinya eksitasi elektron oleh elektron lain yang terletak pada kulit lebih luar. Ketika sinar-X yang berasal dari radioisotop sumber eksitasi menabrak elektron dan mengeluarkan elektron kulit dalam, maka akan terjadi kekosongan pada kulit tersebut. Perbedaan energi dari dua kulit itu akan tampil sebagai sinar-X yang dipancarkan oleh atom.

Analisis *X Ray Fluorescence* bertujuan untuk mengetahui dan mengukur kandungan unsur-unsur yang terdapat dalam suatu senyawa atau mineral (Skoog et al., 1998). Spektrometer XRF didasarkan pada lepasnya elektron bagian dalam dari atom akibat dikenai sumber radiasi dan pengukuran intensitas pendar sinar-X yang dipancarkan oleh atom unsur dalam sampel. Metode ini tidak merusak bahan yang dianalisis baik dari segi fisik maupun kimiawi sehingga sampel dapat digunakan untuk analisis berikutnya. Mekanisme kerja XRF secara umum adalah sinar-X dari sumber pengeksitasi akan mengenai cuplikan dan menyebabkan interaksi antara sinar-X yang karakteristik untuk setiap unsur. Sinar-X tersebut selanjutnya mengenai

detector yang akan menimbulkan pulsa listrik yang lemah, pulsa tersebut kemudian diperkuat dengan preamplifier. Amplifier lalu disalurkan pada penganalisis saluran ganda atau *Multi Chanel Analyzer* (MCA). Tenaga sinar-X karakteristik yang muncul tersebut dapat dilihat dan disesuaikan dengan tabel tenaga sehingga dapat diketahui unsur yang ada di dalam cuplikan yang dianalisis (Iswani, 1983). Adapun ilustrasi prinsip kerja XRF disajikan pada Gambar II.9.



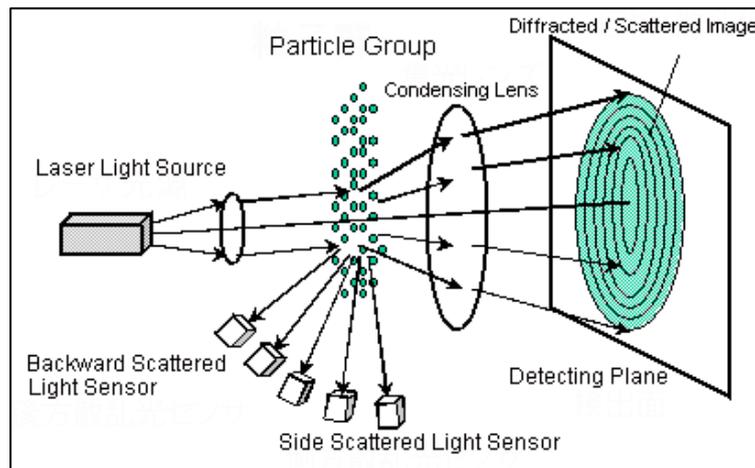
Sumber: <https://bruker.com>

Gambar II.9 Prinsip Kerja XRF

3. *Particle Size Analyser* (PSA)

Instrumen ini digunakan dengan tujuan menganalisis distribusi ukuran partikel pada sampel dengan rentang antara 0,35-8000 nm. Variasi sampel yang dapat dianalisis dapat berupa sampel padat bubuk ataupun cair. PSA dapat menggunakan dua metode penyinaran yaitu *Dynamic Light Scattering* (DLS) maupun *Non-Invasive Back Scatter* (NIBS). PSA akan memancarkan gelombang ke dalam sampel dan akan mengenai partikel-partikel di dalamnya. Cahaya tersebut kemudian akan dihamburkan dengan besaran yang bersifat berbanding terbalik terhadap ukuran partikel. Partikel yang berukuran lebih besar akan menghamburkan cahaya dalam sudut yang lebih kecil. Hasil penghamburan cahaya ini kemudian ditangkap oleh bagian *detector* untuk mengubah sinyal analog menjadi sinyal digital yang dapat dianalisis pada perangkat lunak di computer. Hasilnya ditampilkan kurva dari distribusi ukuran partikel pada sampel dan dapat digunakan untuk analisa statistik

(Nuraeni dkk, 2013). Skema dari instrumen PSA dapat dilihat pada Gambar II.10.

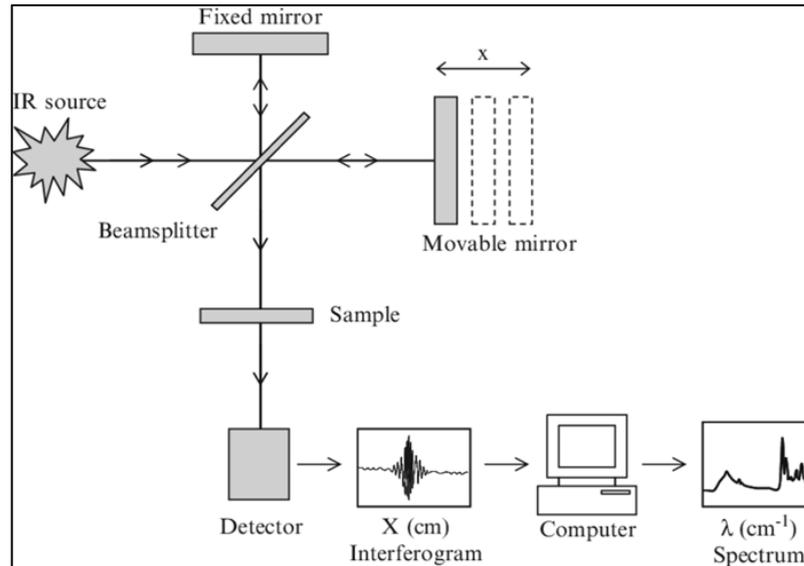


Sumber: shimadzu.com

Gambar II.10 Prinsip Kerja PSA

4. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Pengujian ini digunakan untuk melakukan analisis kualitatif terhadap titanium dioksida yang dihasilkan. Data sinyal yang dihasilkan oleh sampel melalui FTIR akan dibandingkan dengan sinyal yang dimiliki oleh sampel titanium dioksida degussa, produk titanium dioksida yang dipakai di dalam industri dan sudah terstandarisasi. FTIR merupakan alat pengujian yang didasarkan dari interferensi radiasi diantara dua pemancar untuk menghasilkan *interferogram*. Sinal kemudian dihasilkan sebagai fungsi dari perubahan panjang lajur radiasi tersebut. Kedua domain jarak dan frekuensi dapat dikonversi oleh metode matematis yang dikenal sebagai Transformasi Fourier. Komponen utama dari sebuah spectrometer FTIR terdiri atas radiasi yang dihasilkan oleh sumber pemancar melalui sebuah interferometer menuju sampel kemudian dideteksi oleh detektor. Data sinyal kemudian melalui proses amplifikasi dimana sinyal berfrekuensi tinggi akan terfiltrasi dan dikonversi menjadi data digital. Proses ini melalui converter analog-digital dan dipindahkan ke komputer untuk dilakukan transformasi Fourier (Stuart, 2004). Prinsip dari alat ini dapat diilustrasikan pada Gambar II.11.



Sumber : Neelma Munir, 2021

Gambar II.11 Prinsip Kerja FTIR

II.7 Analisis Statistika

Data dan informasi merupakan hal yang diperoleh dalam pelaksanaan eksperimen, pengujian, ataupun penelitian. Desain eksperimen dan metode dalam memperoleh data dapat menggunakan ilmu statistika untuk mempermudah pelaksanaannya. Statistika dapat didefinisikan sebagai ilmu pengetahuan mengenai penciptaan, pengembangan, dan penerapan teknik sedemikian rupa untuk mengevaluasi sebuah ketidakpastian. Lebih jelasnya, statistika merupakan Kumpulan fakta berbentuk angka-angka yang tersusun dalam bentuk tabel yang menggambarkan suatu persoalan. Tujuan dari statistika adalah mendeskripsikan, memberi gambaran objek yang diteliti, dan juga proses dalam penarikan kesimpulan (Nuryadi dkk, 2017).

Selain itu, data statistik dapat disajikan di dalam bentuk tabel ataupun grafik. Pada hakikatnya grafik dan tabel digunakan secara bersamaan. Grafik bersifat lebih mudah dan juga menarik dibandingkan dengan tabel statistik. Karena grafik dapat menggambarkan suatu data secara minimalis, mudah dibaca, artistik, dan tidak membosankan. Namun, penyajian secara grafis bersifat aproksimatif sehingga tidak secara menyeluruh data disajikan. Angka-angka yang pasti dan rinci tersebut dimuat di dalam tabel. Terdapat berbagai macam metode statistika untuk menginterpretasi data dan menarik kesimpulan. Di dalam penelitian ini, metode

yang digunakan di dalam eksperimen dan analisis data adalah metode Taguchi, *analysis of variance* (ANOVA), dan uji T berpasangan (*paired t-test*).

A. Metode Taguchi

Taguchi merupakan metode statistika yang dikembangkan oleh Genichi Taguchi difungsikan dalam membantu meningkatkan kualitas/optimasi suatu produk atau proses. Taguchi bersifat efektif dalam proses peningkatan kualitas dan meminimalisir biaya percobaan. Rekayasa ini bertujuan agar performa proses bersifat kokoh terhadap faktor yang tidak terkontrol. Metode ini merupakan kombinasi dari prinsip desain *sound engineering* dan desain eksperimen milik Taguchi sendiri, yaitu *orthogonal array experiment* (Roy, 1990). Dibandingkan dengan harus menguji seluruh kombinasi yang mungkin seperti pada desain faktorial, metode Taguchi menguji pasangan dari kombinasi faktor. Hal ini dapat memungkinkan pengumpulan data yang diperlukan untuk menentukan faktor mana yang paling mempengaruhi kualitas dari produk atau proses dengan jumlah eksperimen yang minimal, sehingga dapat menghemat sumber daya serta waktu. Metode Taguchi akan bersifat paling baik ketika digunakan pada percobaan dengan jumlah variabel yang sedang, yaitu 3-5 variabel (Woolf dkk, 2009). *Orthogonal array* merupakan matriks yang digunakan untuk menentukan jumlah percobaan yang bersifat minimum namun dapat memberikan informasi sebanyak mungkin pada suatu faktor dibandingkan dengan metode percobaan konvensional. Matriks ini disusun atas faktor dan level yang tidak berinteraksi dengan faktor dan level lain. Pemilihan dari kombinasi level antar variabel di dalam masing-masing percobaan bersifat sangat penting (Roy, 2001). Pemahaman di dalam desain eksperimen Taguchi dimulai dari notasi. Notasi dari *orthogonal array* adalah $L_n (l^f)$. L merupakan lambang dari *orthogonal array*, n adalah jumlah percobaan, f adalah jumlah dari faktor, dan l sebagai notasi banyaknya level variasi dari faktor. Kemudian langkah-langkah yang dapat diambil dalam penggunaan Metode Taguchi adalah sebagai berikut (Ray, 2001) :

1. Menentukan tujuan proses atau ukuran kinerja yang spesifik dari proses tersebut. Contohnya dapat berupa laju aliran, suhu, dan lain-lain. Target dari suatu proses juga dapat berupa target minimum atau maksimum, misalnya, untuk memaksimalkan laju aliran. Pada penelitian yang berbasis metalurgi

ekstraksi dapat berupa optimasi proses untuk meningkatkan kadar dan perolehan suatu logam.

2. Menentukan parameter desain yang mempengaruhi proses. Parameter adalah variabel dalam proses yang mempengaruhi seperti suhu, tekanan, konsentrasi, waktu tinjau, dan lain-lain. Parameter desain ini adalah variabel yang dapat dengan mudah dikendalikan. Level parameter variasi juga harus ditentukan. Peningkatan level untuk memvariasikan suatu parameter akan meningkatkan jumlah eksperimen yang harus dilakukan. Contohnya adalah parameter suhu dengan tiga level yaitu 80, 90, dan 100°C.
3. Membuat *orthogonal array* untuk desain parameter yang menunjukkan jumlah dan kondisi untuk setiap eksperimen. Pemilihan *orthogonal array* didasarkan pada jumlah parameter dan tingkat variasi untuk setiap parameter. Pemilihan ini bersifat sangat penting untuk menentukan banyaknya percobaan yang dilakukan. Berbagai jenis *orthogonal array* oleh Taguchi dapat dilihat pada Gambar II.12.

Taguchi Designs																	
n/k	3	4	5	6	7	10	11	12	13	15	21	22	26	27	31	40	63
4	L4 2																
8	L8 2												
9	.	L9 3															
12	L12 2										
16	.	.	L16b 4	L16 2							
18	L18 3,6												
25	.	.	.	L25 5													
27	L27 3,2									
32	L32b 4,2		L32 2		
36	L36 3	.	L36b 3,2				
50	L50 5,2									
54	L54 3,2				
64	L64b 2	L64 4
81	L81 3	

Sumber : https://www.york.ac.uk/depts/maths/tables/taguchi_table

Gambar II.12 *Orthogonal Array Taguchi*

Pada penelitian yang menggunakan empat buah parameter dengan tiga variasi level, maka dapat menggunakan *orthogonal array* berupa $L_9(3^4)$. Hal ini memungkinkan untuk memperoleh keseluruhan data hanya dalam 9 kali percobaan dibandingkan dengan metode konvensional yaitu 81 kali percobaan. Matriks paling sederhana ada pada $L_4(2^3)$ dengan tiga variabel dalam dua level. Percobaan dengan variabel-variabel yang memiliki level yang berbeda-beda, maka solusinya adalah dengan mengambil nilai level yang tertinggi. Pengisian kolom dengan level yang lebih rendah akan diisi sesuai dengan jumlah level tersebut dengan sisanya akan dibagi. Contoh tabel penyajian dari *orthogonal array* dapat dilihat pada Tabel II.4 untuk $L_9(3^4)$.

Tabel II.4 *Orthogonal Array* $L_9(3^4)$

Experiment no.	Column			
	1	2	3	4
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

- Melakukan eksperimen yang telah ditunjukkan dalam *orthogonal array* yang telah selesai dibuat. Hal ini ditujukan untuk mengumpulkan data tentang pengaruh parameter desain terhadap ukuran kinerja.
- Menganalisis data secara lengkap untuk menentukan pengaruh berbagai parameter terhadap ukuran kinerja.

Untuk menentukan pengaruh setiap variabel terhadap keluaran data, *signal-to-noise ratio* (SNR), perlu dihitung untuk setiap eksperimen yang dilakukan. Hal ini bertujuan untuk mengidentifikasi faktor-faktor yang mempengaruhi variabel. Rancangan proses operasi dengan nilai SNR yang besar selalu menghasilkan proses dengan kualitas optimal dan varian yang minimal. Berdasarkan model oleh Taguchi, terdapat tiga jenis karakteristik SNR, yaitu : *nominal is the best, smaller*

is better, dan *higher is better*. Penelitian yang melibatkan kadar dan perolehan logam, SNR yang digunakan adalah *higher is better* untuk menunjukkan nilai terbesar adalah nilai yang dituju. Nilai SNR untuk *higher is better* dapat ditulis sebagai berikut :

$$S/N = -10 \log \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right] \quad (2-12)$$

Setelah menghitung rasio SN untuk setiap eksperimen, nilai rata-rata SN dihitung untuk setiap faktor dan level. Kemudian hasilnya dapat ditabulasi dan rentang R dihitung ($R = S/N$ tinggi – S/N rendah) untuk setiap parameter. Parameter dengan nilai R tertinggi maka memiliki pengaruh yang paling besar (Ravella dkk, 2008) Kelebihan dari metode Taguchi adalah dapat menghasilkan nilai rata-rata yang dekat dengan nilai target daripada hasil yang berposisi sebagai nilai di dalam batas spesifikasi tertentu. Hal ini dapat meningkatkan optimasi proses. Selain itu, metode desain eksperimen Taguchi bersifat sederhana dan mudah diterapkan pada banyak jenis rekayasa. Metode ini dapat digunakan untuk mempersempit ruang lingkup proyek penelitian dan mengidentifikasi masalah dalam proses manufaktur dari data yang sudah ada dengan cepat. Metode Taguchi juga memungkinkan analisis berbagai parameter tanpa memerlukan jumlah eksperimen yang tinggi. Kekurangan utama metode Taguchi adalah hasilnya cenderung bersifat relatif dan tidak menunjukkan secara akurat parameter yang paling banyak mempengaruhi nilai karakteristik performa (Roy, 2001).

B. *Analysis of Variance* (ANOVA)

Analysis of Variance atau ANOVA merupakan metode analisis statistika yang tergolong analisis komparatif lebih dari dua rata-rata. Sehingga dapat dipahami juga sebagai pengembangan atau perluasan uji-T sehingga penggunaannya tidak hanya pada dua populasi melainkan lebih dari itu (Riduwan, 2008). Namun pada penggunaannya, uji-T bersifat lebih cocok pada data dengan dua buah populasi sedangkan ANOVA aplikasinya lebih maksimal pada tiga data. Kemudian metode ini dipakai untuk menguji perbedaan dengan bentuk perbandingan pada variansi. ANOVA secara praktis dapat digunakan untuk menganalisis variabel-variabel yang terlibat pada populasi data yang dihasilkan. Sehingga dapat diketahui

seberapa besar interaksi dan pengaruh suatu variabel terhadap populasi data yang dihasilkan. Selain itu, terdapat beberapa syarat yang harus dipenuhi pada analisis ini. Pertama, data sampel maupun populasi bersifat independen atau tidak berhubungan dengan sampel yang lain. Selanjutnya, data harus terdistribusi secara normal. Hal ini dapat diuji dengan uji normalitas. Syarat ketiga ialah kesamaan atau homogenitas dari nilai varians. Syarat terakhir adalah sampel diambil secara acak sehingga dapat menggambarkan pengamatan sebagai informasi yang bebas.

ANOVA dapat dibedakan menjadi dua kategori yaitu *one way* ANOVA dan *two ways* ANOVA. ANOVA satu arah atau *one way* didefinisikan sebagai analisis varians pada data dengan pengaruh satu faktor saja (Sudjana, 1996). Secara detail, ANOVA satu arah dilakukan pada suatu penelitian dengan ciri-ciri melibatkan satu variabel bebas dengan dua atau lebih level yang dipilih dan ditentukan dalam bentuk yang tidak acak. Tujuan dari uji ini adalah membandingkan dua atau lebih rata-rata populasi dan menguji tingkat generalisasi dari satu variabel tersebut ditinjau dari nilai signifikansi. Apabila terbukti bersifat general, maka data dapat dianggap mewakili keseluruhan populasi (Riduan, 2008).

Sedangkan ANOVA dua arah digunakan apabila data dipengaruhi tidak hanya satu faktor saja melainkan digunakan untuk dua faktor. Tujuan dari uji ANOVA dua arah dilakukan untuk mengetahui apakah terdapat pengaruh dari berbagai faktor yang diuji terhadap hasil yang diperoleh. Metode ANOVA dapat dikombinasikan dengan Taguchi dimana perannya dapat memperdalam analisis dari hasil perhitungan SNR. Tujuan dari kombinasi metode ini adalah untuk mencari faktor-faktor yang mempengaruhi pada data respon dan mencari opsi pada level optimal sehingga dapat meminimalkan penyimpangan variansi. ANOVA dua arah digunakan pada metode Taguchi bertujuan untuk menelusuri faktor-faktor yang dapat mempengaruhi nilai pada data yang dihasilkan (Soejanto, 2009). Adapun langkah-langkah ANOVA dua arah adalah sebagai berikut :

1. Mengidentifikasi dan membuat hipotesis baik itu H_0 maupun H_a . Selain itu, α = tingkat signifikansi juga perlu ditentukan sehingga hasil dapat dianalisis dan ditarik kesimpulan.

2. Uji normalitas pada data. Sesuai dengan syarat penggunaan uji ANOVA sebagai uji parametrik, data harus terdistribusi normal. Apabila syarat ini tidak dapat dipenuhi, maka dapat menggunakan uji lain yang bersifat non-parametrik. Selain uji normalitas, uji homogenitas juga diperlukan namun bersifat tidak mutlak.
3. Melakukan perhitungan untuk mencari nilai F hitung dan nilai P. Apabila F hitung $>$ F tabel maka H_a dapat diterima begitu pula sebaliknya. Perhitungan akan lebih mudah apabila menggunakan perangkat lunak.
4. Mengambil Keputusan atau menarik kesimpulan berdasarkan analisis hasil perhitungan ANOVA. Namun, pada kasus tertentu, dapat dilakukan uji *post doc* atau *post* ANOVA. Hal ini dilakukan apabila Keputusan hasil menunjukkan bahwa H_0 ditolak. Fungsinya adalah untuk menelusuri data yang memiliki perbedaan.

C. Uji T Berpasangan (*Paired T-Test*)

Uji T merupakan metode statistika yang diaplikasikan untuk menguji perbandingan nilai rata-rata pada sampel. Dasar dari uji ini adalah perhitungan pada rata-rata sampel untuk mengukur sejauh mana perbedaan antara sampel-sampel yang dihitung. Tujuan dari pengujian statistika ini adalah untuk menentukan tingkat signifikansi perbedaan pada sampel tersebut. Sehingga dapat diketahui apakah perbedaan tersebut terjadi hanya secara kebetulan disebabkan variasi acak atau memang terjadi akibat suatu perlakuan atau perbedaan populasi yang sebenarnya. Terdapat beberapa syarat asumsi statistik yang perlu dipenuhi sebelum melaksanakan uji T, yaitu normalitas sebagai syarat mutlak dan homogenitas sebagai syarat non-mutlak. Uji normalitas digunakan untuk mengukur distribusi pada data, apabila data tidak terdistribusi secara normal maka digunakan metode analisis statistika yang berbeda, yaitu uji yang bersifat non-parametrik seperti uji Wilcoxon atau Mann-Whitney tergantung jenisnya (Muhid, 2019).

Dalam uji t, perhitungan statistik t menunjukkan perbandingan antara variasi dalam dan rata-rata dua kelompok. Perhitungan ini menghasilkan nilai t (*t values*), yang dapat digunakan untuk menghitung nilai p (*p values*) Nilai p merupakan

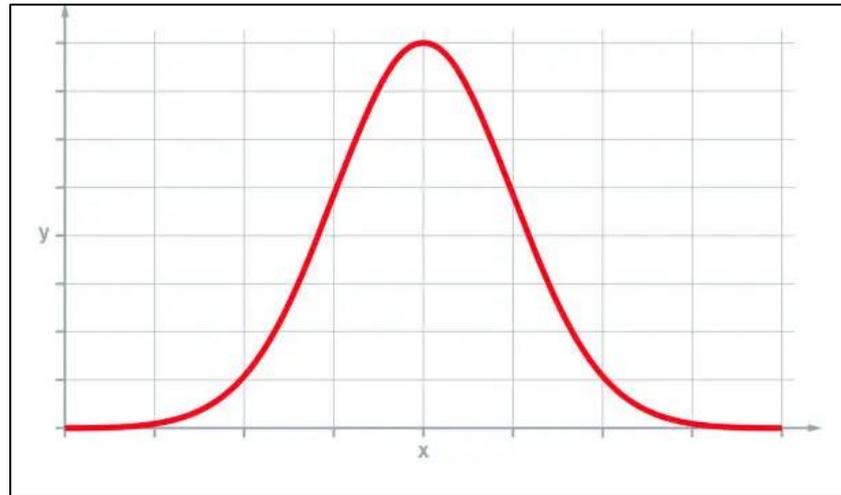
satuan nilai yang digunakan untuk mengukur tingkat signifikansi statistik dari perbedaan yang diamati. Apabila nilai p lebih kecil dari tingkat signifikansi yang telah ditentukan sebelumnya, maka kita dapat menyimpulkan bahwa perbedaan antara dua kelompok tersebut signifikan. Tingkat signifikansi umumnya disimbolkan dengan huruf alfa (α) dan bernilai 0,05 atau 0,01. Uji t sendiri memiliki beberapa jenis sesuai dengan data yang diperoleh atau diuji. Uji t independen dapat digunakan apabila terdapat dua kelompok dengan karakteristik yang sepenuhnya berbeda dan tidak berkaitan. Kemudian apabila dua kelompok tersebut saling berkaitan dan berpasangan maka dapat menggunakan uji t berpasangan. Contoh kasus dalam penggunaan uji t berpasangan adalah perbandingan kelompok sebelum dan sesudah diberi suatu perlakuan atau intervensi. Pada penelitian ini, uji yang dapat dilakukan adalah uji t berpasangan untuk membandingkan bagaimana kadar dari titanium dioksida apakah terdapat perbedaan secara signifikan sebelum dilakukan proses ekstraksi dan sesudah proses ekstraksi menggunakan teknik fusi alkali dan dua tahap pelindian asam.

Di dalam pengujian t berpasangan, syarat-syarat yang harus dipenuhi secara spesifik adalah distribusi data bersifat normal, kedua kelompok adalah data dependen, dan jenis variabel data ialah numerik. Adapun langkah-langkah yang dapat dilakukan pada uji-t berpasangan adalah :

1. Perumusan hipotesa. Hipotesa yang akan dibentuk disesuaikan dengan premis pada percobaan. Hipotesa terbagi menjadi dua jenis yaitu H_0 dan H_a . H_0 menggambarkan tidak adanya perbedaan secara signifikan antara kedua data. Sedangkan H_a menunjukkan bahwa terdapat perbedaan secara signifikan antara kedua jenis data.
2. Menentukan nilai kritis. Derajat kebebasan (d) dapat diketahui dengan menghitung n (jumlah data) dikurangi 1. Kemudian dengan menilik tabel T, maka dapat ditarik pada garis dan kolom tertentu nilai kritisnya. Nilai kritis didasarkan dari derajat kebebasan dan tingkat signifikansi yang digunakan.
3. Menghitung statistik uji-T (t hitung) dengan cara menghitung standar deviasi terlebih dahulu kemudian dimasukkan ke dalam rumus t -hitung seperti berikut.

$$t \text{ hitung} = \frac{d}{sd/\sqrt{n}} \quad (2-13)$$

4. Menganalisis hasil dan mengambil keputusan terhadap hipotesa. Setelah t hitung diperoleh, maka nilainya dibandingkan dengan t pada tabel. Apabila nilai yang dihasilkan t hitung $>$ t tabel dalam bilangan mutlak maka H_0 ditolak. Sedangkan apabila t hitung $<$ t tabel dalam bilangan mutlak maka H_0 diterima. Secara grafis, daerah penerimaan dan daerah penolakan dapat dianalisis pada grafik distribusi normal seperti pada Gambar II.13 berikut.



Sumber : <https://www.ebizmark.com>

Gambar II.13 Grafik Distribusi Normal

5. Langkah terakhir dalam uji T adalah menarik kesimpulan berdasarkan hasil yang telah diperoleh. Apabila H_0 diterima maka menggambarkan tidak adanya perbedaan secara signifikan pada data begitu pula sebaliknya.

2.1 Penelitian Terdahulu

Tabel II.5 Penelitian Terdahulu

No	Nama Peneliti	Tahun	Judul	Variabel Penelitian	Hasil Penelitian
1	M.V. Purwani dan Suyanti	2016	Model Penyusutan Partikel Pada Pelindian Titanium Dalam Ilmenit Memakai HCl	HCl 11 M, dengan sampel 50 gr ilmenite, metode <i>shrinking core model</i> (SCM)	Semakin tinggi suhu pelindian konversi Ti semakin besar. Mekanisme proses pelindian dikontrol oleh <i>Sphere Reaction</i> .

No	Nama Peneliti	Tahun	Judul	Variabel Penelitian	Hasil Penelitian
2	Vahid Kordzadeh-Kermani, Mahin Schaffie, Hassan Hashemipour Rafsanjani, dan Mohammad Ranjbar	2020	<i>A modified process for leaching of ilmenite and production of TiO₂ nanoparticles</i>	Dekomposisi KOH 220°C, Pelindian HCl dan EDTA, Presipitasi menggunakan Ammonia. Karakterisasi menggunakan XRD, ICP-OES, SEM, FESEM, dan DLS.	Kemurnian mencapai 90%, diameter partikel 70 nm.
3	Yayat Iman Supriyatna, Widi Astuti, Slamet Sumardi, Sudiby, Agus Prasetya, Lavita Indriyani Br. Ginting, Yuyun Irmawati, Nining Sumawati Asri, Himawan Tri Bayu Murti Petrus.	2021	<i>Correlation of Nano Titanium Dioxide Synthesis and the Mineralogical Characterization of Ilmenite Ore as Raw Material</i>	Roasting NaOH (900°C ratio 2:1), HCl (20%, t = 4 jam), ukuran partikel - 100+150 mesh. Karakterisasi XRF, XRD, PSA, SEM, TEM.	Kemurnian nano titanium dioxide with 96.04% dengan ukuran 50–80 nanometers.
4	Lavita Indriani Br. Ginting, Azwar Manaf, Widi Astuti, Yayat Iman Supriyatna, Fathan Bahfie	2022	<i>Study of Titanium Dioxide (TiO₂) Extraction Process from Ilmenite Banten</i>	Fusi Alkali NaOH (rasio 1:2, T = 850°C, t = 60 min), HCl, <i>acetid acid</i> , dan <i>citroc acid leaching</i> (6,5 M, T = 90°C, t = 240 min). Karakterisasi XRD dan XRF.	HCl <i>leaching</i> = TiO ₂ 94.189%, <i>acetic acid leaching</i> = TiO ₂ 37.099%, <i>citric acid leaching</i> = TiO ₂ 41.480% dan HCl <i>leaching</i> tanpa fusi alkali = TiO ₂ 43.991%

No	Nama Peneliti	Tahun	Judul	Variabel Penelitian	Hasil Penelitian
5	Mahmoud S. Abdelgalil, K. El-Barawy, Yang Ge, Longgong Xia	2023	<i>The Recovery of TiO₂ from Ilmenite Ore by Ammonium Sulfate Roasting–Leaching Process</i>	Roasting ammonium sulfat (T = 500°C, t = 210 menit, mass ratio = 1:7, ukuran <43 mikron.) Pelindian HCl 2,5% (T = 50°C, L/S = 10 ml/g, kecepatan agitasi = 150 rpm, t = 2 jam), Kalsinasi 1000°C 1 jam.	Kadar TiO ₂ 75,83% berupa sintesis rutil.

Berikut ini adalah posisi peneliti terhadap penelitian terdahulu, yang dapat dilihat pada Tabel II.6.

Tabel II.6 Posisi Peneliti

Peneliti	Fusi NaOH	Pelindian Asam	Jenis Karakterisasi	Nano-Titanium dioksida
M.V. Purwani dan Suyanti	Tidak dilakukan	Pelindian HCl	AAS	Tidak
Vahid Kordzadeh-Kermani, Mahin Schaffie, Hassan Hashemipour Rafsanjani, dan Mohammad Ranjbar	Menggunakan KOH	Pelindian HCl	XRD, ICP-OES, SEM, FESEM	Ya
Mahmoud S. Abdelgalil, K. El-Barawy, Yang Ge, Longgong Xia	Menggunakan Ammonium Sulfat	Pelindian HCl	XRF, XRD, SEM	Tidak

Lavita Indriani Br. Ginting, Azwar Manaf, Widi Astuti, Yayat Iman Supriyatna, Fathan Bahfie	Fusi Kaustik	Pelindian HCl	XRD dan XRF	Tidak
Yayat Iman Supriyatna, Widi Astuti, Slamet Sumardi, Sudibyoy, Agus Prasetya, Lavita Indriyani Br. Ginting, Yuyun Irmawati.	Fusi Kaustik	Pelindian HCl	XRF, XRD, SEM, PSA, TEM	Ya
Hazim Haikal Labib	Fusi Kaustik	Pelindian HCl	XRF, XRD, FTIR, PSA	Ya

BAB III

METODE PENELITIAN

III.1 Waktu dan Tempat Penelitian

III.1.1 Tempat Penelitian

Penelitian ini dimulai pada dari bulan Februari 2025 sampai dengan Juli 2025 yang dilakukan di Laboratorium Pilot Plant (PP) Hidrometalurgi milik BRIN Lampung, Kec. Tanjung Bintang, Kab. Lampung Selatan, Provinsi Lampung. Berikut merupakan jadwal kegiatan penelitian yang tersusun dalam Tabel III.1.

III.1.2 Waktu Penelitian

Tabel III.1 Agenda Kegiatan Penelitian

No	Kegiatan	Bulan dan Minggu																											
		Februari				Maret				April				Mei				Juni				Juli							
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4				
1.	Studi Literatur	■	■																										
2.	Pembuatan Proposal	■	■																										
3.	Persiapan Alat dan Bahan			■	■	■	■																						
4.	Preparasi sampel dan konsentrasi			■	■	■	■																						
5.	Fusi kaustik dan Pelindian Air							■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■								
6.	Pelindian Asam																					■	■	■	■				
7.	Analisis Data													■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
8.	Penulisan Laporan Tugas Akhir													■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■

III.2 Alat dan Bahan

A. Alat

Berikut merupakan alat-alat yang digunakan dalam proses penelitian, mulai dari preparasi sampel hingga analisis hasil yang dapat dilihat pada Tabel III.2.

Tabel III.2 Alat yang digunakan pada penelitian

No	Nama Alat	Fungsi	Gambar Alat
1	<i>Hot Plate</i> Thermo Scientific Cimarec SP888	Untuk melaksanakan pelindian pengadukan dengan temperatur tinggi.	
2	<i>Muffle Furnace</i> Nabertherm 30-1400C	Digunakan dalam proses fusi alkali	
3	Labu Erlenmeyer Iwaki dan Pyrex 500 ml	Sebagai wadah penampung larutan.	
4	Gelas Beker Iwaki dan Pyrex 500 ml dan 1000 ml	Sebagai wadah larutan pada proses pelindian.	

No	Nama Alat	Fungsi	Gambar Alat
5	Tabung Ukur Iwaki 100 ml dan 50 ml	Untuk mengukur volume cairan.	
6	Pipet Ukur Herma 2 ml, 10 ml, dan 20 ml	Untuk mengambil cairan dalam jumlah sedikit.	
7	pH meter PHS-3C Bench	Sebagai pengukur nilai pH cairan.	
8	Sieve AS200 Test	Untuk menyeragamkan ukuran partikel sampel.	
9	Riffle Sampler HME 201-1k	Alat pembagi sampel sehingga menjadi representatif.	

No	Nama Alat	Fungsi	Gambar Alat
10	Oven Forced Conversion 136L	Untuk mengeringkan sampel.	
11	Timbangan Digital Kenko KK-LABB kg	Untuk mengukur berat sampel.	
12	Kertas Filter Whatman-110	Sebagai media penyaring/filtrasi	
13	Magnet Batang 1000G	Sebagai media konsentrasi magnetik pada proses preparasi	
14	XRD X'Pert3 Powder	Untuk mengetahui dan menganalisis komposisi senyawa yang terkandung.	
15	XRF epsilon2 ^{xLe} PANalytical	Untuk mengetahui kandungan unsur pada sampel.	

No	Nama Alat	Fungsi	Gambar Alat
16	PSA Zeta Potensial Horiba NanoPartica SZ100V2	Untuk mengukur distribusi ukuran partikel.	
17	FTIR-TGA Horiba	Untuk mengetahui keakuratan produk titanium doksida dengan titanium dioksida standar	

B. Bahan

Berikut merupakan bahan yang digunakan dalam proses penelitian yang dapat dilihat pada Tabel III.3.

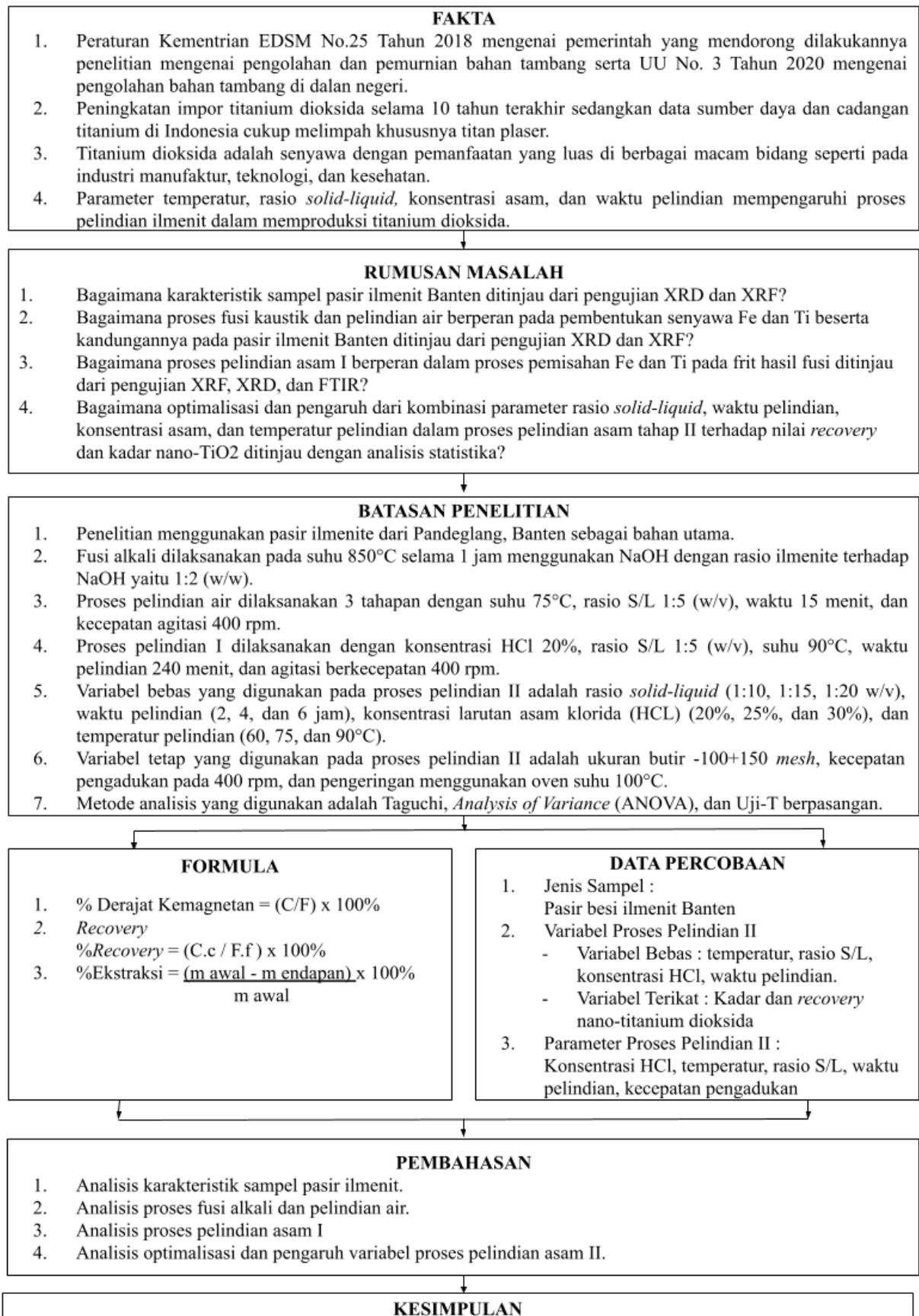
Tabel III.3 Bahan yang digunakan pada penelitian

No	Nama Bahan	Fungsi	Gambar Alat
1	Sampel Pasir Ilmenit Banten	Sampel yang digunakan pada penelitian.	
2	Asam Klorida (HCl) 37% SMART-LAB	Sebagai reagen pelindi sampel.	

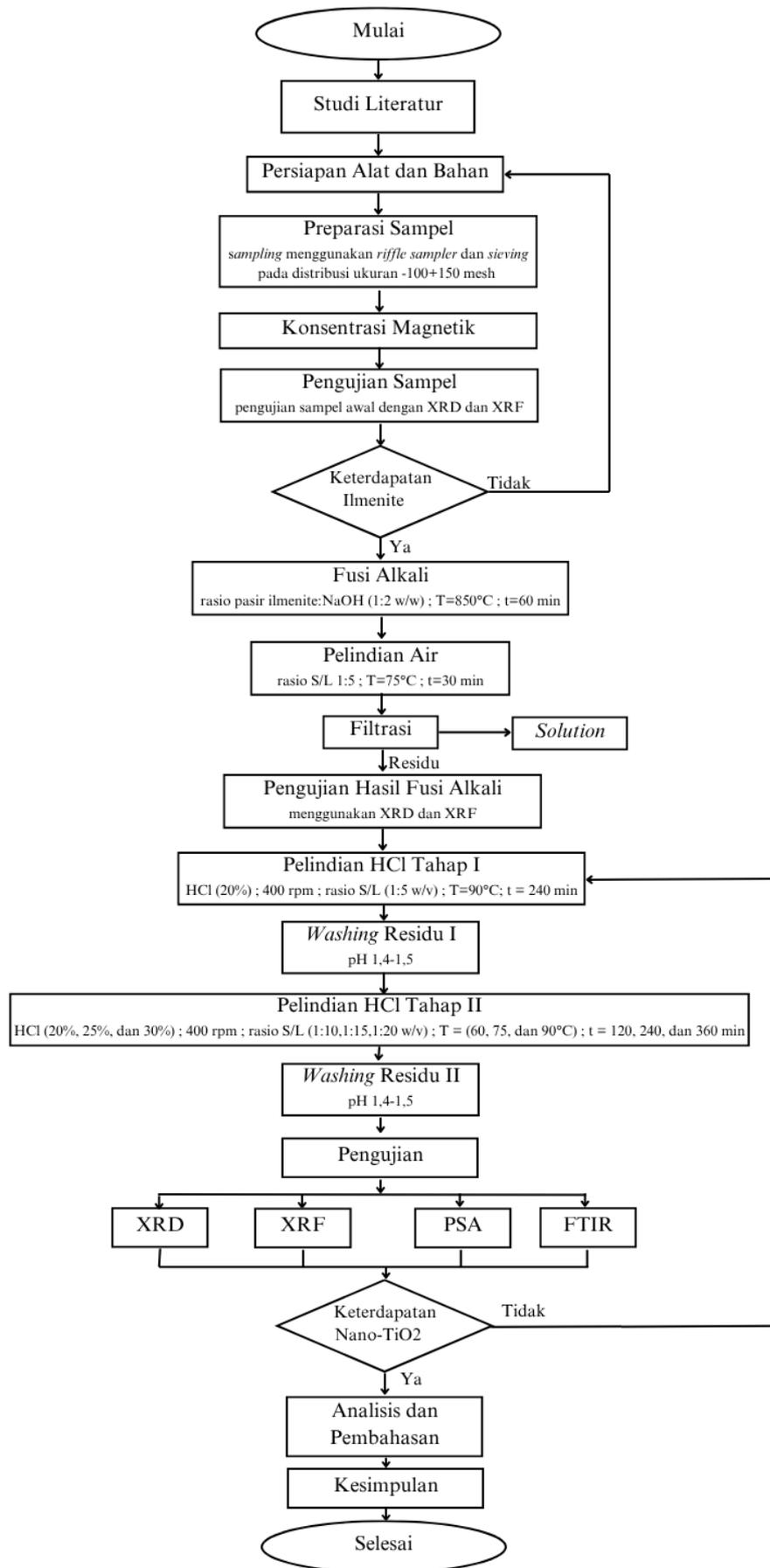
No	Nama Bahan	Fungsi	Gambar Alat
3	Aquades	Sebagai pelarut dan juga bahan untuk <i>water leach</i> .	
4	Natrium Hidroksida (NaOH) Merck Supelco /Emsure CAS 1310-73-2	Sebagai agen fusi alkali.	

III.3 Metodologi Penelitian

Skema metodologi penelitian dibuat untuk mempermudah pelaksanaan penelitian dan memberikan struktur yang sistematis dan mudah dipahami. Selain itu, dalam melaksanakan penelitian ini, terdapat diagram alir penelitian untuk mempermudah dalam melakukan kegiatan penelitian ini. Adapun skema metodologi penelitian dan diagram alir penelitian dapat dilihat pada Gambar III.1 dan III.2.



Gambar III.1 Skema Metodologi Penelitian



Gambar III.2 Diagram Alir Penelitian

III.4 Tahapan Penelitian

Proses penelitian ini memiliki beberapa tahapan penelitian dimulai dari preparasi sampel, pengujian pada sampel, proses fusi kaustik, pengujian hasil fusi kaustik, proses pelindian air, pelindian HCl tahap I, *washing*, pelindian HCl tahap II dengan variabel yang telah ditentukan, *washing* kembali pada endapan pelindian II, pengeringan pada oven. pengujian hasil pelindian. dan analisis hasil.

III.4.1 Preparasi Sampel dan Konsentrasi

Proses preparasi dilakukan pada sampel pasir ilmenit dengan mencuci sampel pasir terlebih dahulu, Hal ini bertujuan untuk menghilangkan sampah-sampah yang berasal dari pantai seperti dedaunan atau ranting yang akan mengambang ketika proses pencucian. Proses ini dilakukan secara manual dengan mengambil sampah-sampah yang tampak secara kasat mata tersebut hingga seluruhnya hilang. Berikut merupakan kondisi awal sampel pasir ilmenite sebelum dan selama proses pencucian ditunjukkan pada Gambar III.3.



Gambar III.3 Kondisi Awal Sampel Pasir Ilmenit

Setelah kotoran dan sampah-sampah dari pantai pada sampel pasir telah dihilangkan, kemudian air ditiriskan dari wadah untuk menyisakan sampel dalam keadaan basah, Langkah berikutnya pasir dikeringkan pada oven untuk menghilangkan kandungan *moisture* selama proses pencucian. Proses pengeringan dilakukan pada temperatur 100°C dengan waktu selama 1 jam hingga benar-benar kering. Berikut proses pengeringan ditunjukkan pada Gambar III.4.



Gambar III.4 Proses Pengeringan Sampel *Raw* Pasir Ilmenite

Setelah itu, dilanjutkan dengan proses *sieving* menggunakan ayakan/*sieve* terhadap sampel. Hal ini bertujuan untuk mengkategorikan sampel sesuai dengan fraksi ukuran. Ukuran ayakan yang dipakai adalah ukuran 100, dan 150 mesh sehingga menghasilkan distribusi produk dengan ukuran +100 mesh, -100+150 mesh, dan -150 mesh.

Sampel dengan distribusi ukuran -100+150 mesh dipilih sebagai sampel yang digunakan pada penelitian ini. Selanjutnya, sampel ditempatkan pada alat *riffle sampler* untuk membagi sampel ke dalam dua menjadi sama rata dengan kondisi yang homogen. Hal ini dilakukan untuk memperoleh jumlah sampel yang lebih sedikit sesuai keperluan pada penelitian dengan hasil yang tetap representatif. Berikut merupakan proses *sieving* pada Gambar III.5.



Gambar III.5 Proses Pengayakan Sampel *Raw* Pasir Ilmenite

Pasir ilmenite pada fraksi yang dipilih, yaitu -100+150 mesh kemudian dilanjutkan pada konsentrasi menggunakan batang magnet untuk memisahkan mineral-mineral yang bersifat magnetik termasuk ilmenite dan pengotor yang bersifat non-magnetik. Sampel konsentrat dan *raw* ilmenite yang telah dipisahkan sebelumnya ditimbang menggunakan timbangan digital sesuai dengan berat yang ditentukan, yaitu 5 gram. Setiap bahan sampel pada kemasan diidentifikasi sebagai bahan penelitian dengan melabeli sampel. Berikut merupakan tampak visual dari produk yang telah dilakukan konsentrasi magnetik pada Gambar III.6.



Gambar III.6 Produk Konsentrasi Magnetik, Konsentrat (kiri) dan *Tailing* (kanan)

III.4.2 Pengujian Awal Sampel

Sampel yang telah dikategorikan dan diidentifikasi, yaitu sampel *raw* dan *concentrated ilmenite* kemudian diambil sebanyak 5 gram untuk dilakukan pengujian awal menggunakan XRD dan XRF. Selain itu, pengujian FTIR juga dilakukan terhadap kedua sampel tersebut. Hal ini dilakukan untuk mengetahui fasa senyawa dan persentase kandungan unsur-unsur yang terdapat pada sampel konsentrat pasir ilmenite. Sehingga proses karakterisasi sampel pasir ilmenite Banten dapat dilakukan. Pada proses pengujian ini, terdapat syarat yang diperlukan, yaitu sampel harus lolos ukuran 325 mesh sebelum dikarakterisasi. Sehingga 5 gram sampel yang sebelumnya ada pada rentang -100+150 mesh tersebut dilakukan penggerusan terlebih dahulu. Adapun penggerusan dilakukan menggunakan alu dan mortar sebelum diayak menggunakan ayakan 325 mesh.

III.4.3 Fusi Alkali

Setelah karakterisasi terhadap sampel telah dilakukan, sampel pasir ilmenite kemudian dilakukan fusi alkali terlebih dahulu menggunakan *caustic soda* atau NaOH. NaOH butiran dilakukan penggerusan terlebih dahulu menggunakan mortar hingga halus, kemudian dilakukan proses pengayakan dengan menggunakan *sieve* dengan ukuran 60 mesh. NaOH yang lolos dari ayakan tersebut yang digunakan sebagai bahan untuk perlakuan fusi alkali. Adapun parameter proses fusi alkali dilakukan dengan rincian suhu 850°C dan dalam waktu 1 jam. Adapun rasio antara sampel pasir ilmenite dengan NaOH adalah sebesar 1:2 (w/w). Proses fusi alkali ini dilaksanakan pada *muffle furnace* yang sebelumnya telah melewati *pre-heating* alat hingga ke suhu yang ditentukan dengan menggunakan cawan yang berbahan *stainless steel* 304. Berikut merupakan tampak dari campuran bahan sebelum dan sesudah pelaksanaan proses fusi alkali pada Gambar III.7.



Gambar III.7 Visual Bahan Pada Proses Fusi, Sebelum (kiri) dan Sesudah (kanan)

Proses fusi alkali ini akan mereaksikan kaustik dengan pasir ilmenite sehingga terbentuk senyawa yang terpisah antara besi dan titanium. Natrium akan berikatan masing-masing dengan besi membentuk NaFeO_2 dan dengan titanium menjadi Na_2TiO_3 . Proses pemecahan ikatan atomik Fe dan Ti ini akan berguna dalam meningkatkan *yield* persen ekstraksi pada proses pelindian. Selain itu, fusi alkali dapat dapat memisahkan kaustik yang terikat dengan pengotor lain seperti alumina dan silika dapat dipisahkan pada proses pelarutan air. Sedangkan frit NaTiO_3 yang tidak mudah larut dalam air diharapkan dapat meningkatkan perolehan dan kadar TiO_2 dari proses pelindian asam.

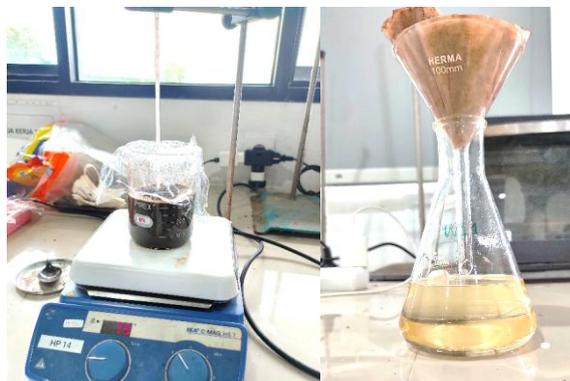
III.4.4 Pelindian Air

Frit yang telah diperoleh melalui proses fusi alkali digerus terlebih dahulu menggunakan *disc mill* untuk membentuk butiran bubuk. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan kontak antara frit dengan aquades pada proses pelindian air. Berikut visual dari frit yang telah dihaluskan pada Gambar III.8.

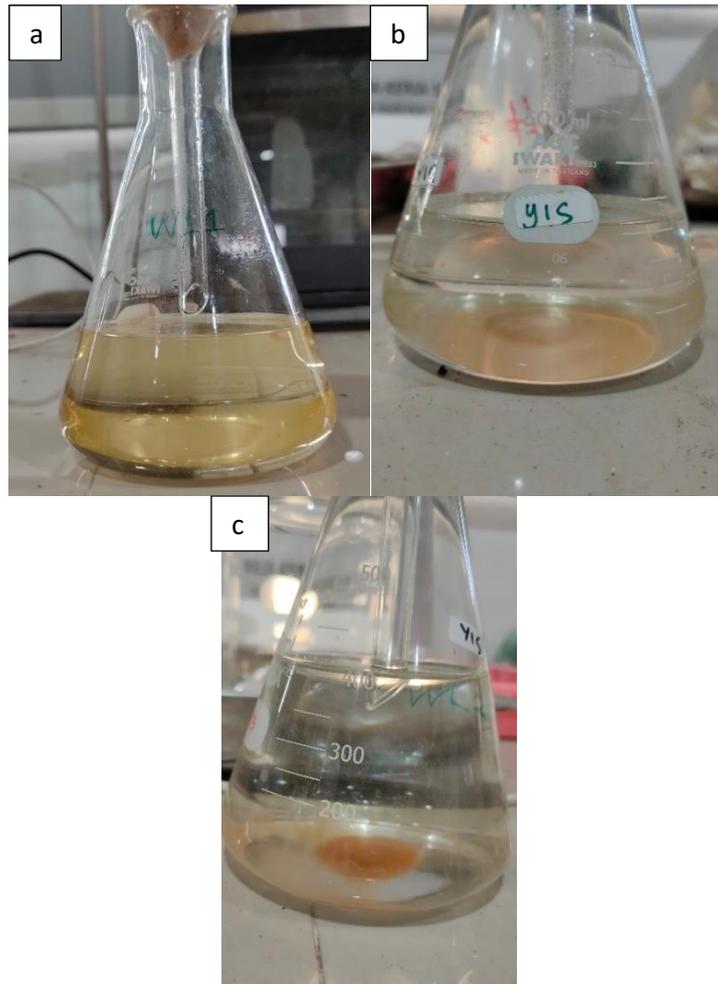


Gambar III.8 Frit Hasil Fusi Alkali

Bubuk frit ini kemudian dilanjutkan dengan proses pelindian air. Hal ini bertujuan untuk melarutkan kaustik yang bersifat berlebih dan tidak bereaksi dengan senyawa ilmenit. Sedangkan senyawa hasil reaksi dengan ilmenit tidak larut dalam proses pelindian ini. Pelindian air dilakukan sebanyak 3 kali dengan suhu 75°C dan dalam waktu 30 menit dimana setiap proses pelindian air diselingi dengan proses filtrasi dan pengeringan menggunakan oven. Adapun perbandingan *solid-liquid* antara sampel frit dengan volume aquades pada proses ini adalah sebesar 1:5 (w/v). Sampel endapan dari pelindian air terhadap frit ini kemudian dilakukan pengujian kembali menggunakan XRD dan XRF. Hal ini bertujuan untuk mengetahui pembentukan dan kandungan dari fasa senyawa beserta unsur pada sampel setelah proses fusi alkali dan pelindian air. Berikut merupakan visualisasi proses pelindian air ditunjukkan pada Gambar III.9 dan III.10.



Gambar III.9 Proses Pelindian Air dan Filtrasi



Gambar III.10 Visualisasi Filtrat Pelindian Air 1(a), 2(b), 3(c)

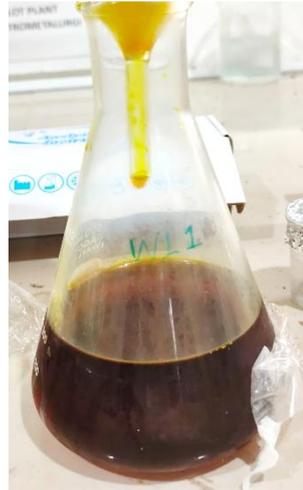
III.4.5 Pelindian Asam dan *Washing*

Setiap sampel endapan dari pelindian air selanjutnya dilindi menggunakan asam klorida (HCl). Larutan asam ini terlebih dahulu disiapkan dengan mencampurkan HCl 37% dengan aquades sesuai dengan konsentrasi yang ditetapkan yaitu 20% pada proses pelindian asam tahap I. Proses pencampuran dilakukan pada labu ukur sebesar 1000 ml dibantu dengan tabung ukur sebagai alat ukur cairan. Sedangkan proses pelindian dilakukan pada reactor tabung dengan lima leher yang kemudian ditempatkan pada alat *hot plate magnetic stirrer*. Pada tabung reactor tersebut dipasang kondensor di atasnya serta ditempatkan termometer pada salah satu leher untuk mengamati suhu yang terukur. Berikut merupakan tampak visual rangkaian reaktor yang digunakan di proses pelindian asam yang dapat dilihat pada Gambar III.11.



Gambar III.11 Rangkaian Proses Pelindian Asam

Larutan HCl 20% sebanyak 250 ml dimasukkan terlebih dahulu dan dipanaskan pada *hot plate magnetic stirrer* hingga temperatur telah tercapai. Kemudian sampel ilmenit hasil pelindian air yang telah ditimbang dengan basis 50 gram dimasukkan pada reaktor yang telah panas. Alat ini melakukan proses *agitation leaching* menggunakan magnet dengan kecepatan tetap yang dapat diatur. Pada penelitian ini, kecepatan agitasi pelindian ditetapkan pada angka 400 rpm. Proses pelindian I dilakukan dengan parameter rasio S/L 1:5 w/v, nilai suhu sebesar 90°C, dan waktu pelindian 240 menit. Pada pelindian ini, Fe diharapkan larut sedangkan TiO₂ akan mengalami pengendapan. Hasil dari pelindian asam I kemudian dilakukan filtrasi untuk memisahkan antara filtrat larutan hasil pelindian dan endapan padat. Setelah itu, dilakukan proses *washing* menggunakan aquades dengan cara menyiram endapan di atas kertas saring dengan hati-hati sambil diaduk secara perlahan sehingga tingkat keasaman bersifat homogen. Adapun proses ini bertujuan untuk melarutkan dan membersihkan sisa-sisa larutan besi klorida pada endapan dapat tercuci. Target pH yang dilakukan pada *washing* adalah 1,4-1,5 dengan ciri visual berupa warna endapan yang berwarna keputihan. Berikut merupakan kenampakan produk hasil proses pelindian asam I pada Gambar III.12.



Gambar III.12 Produk Endapan (kiri) dan Filtrat (kanan) Hasil Pelindian Asam I Pelindian II kemudian dilanjutkan pada hasil endapan yang sudah dikeringkan untuk meningkatkan kadar dari titanium dioksida. Variabel tetap yang digunakan pada proses pelindian II adalah ukuran butir -100+150 mesh dan kecepatan pengadukan pada 400 rpm sama seperti pada pelindian I. Sedangkan variabel bebas yang digunakan pada proses pelindian II adalah rasio solid-liquid (1:10, 1:15, 1:20 w/v), waktu pelindian (2, 4, dan 6 jam), konsentrasi asam klorida (HCL) sebanyak (20%, 25%, dan 30%), dan temperatur pelindian (60, 75, dan 90°C). Pada proses pelindian berlangsung, nilai pH diukur menggunakan pH meter. Berikut merupakan rincian variasi penelitian yang dilakukan pada proses pelindian asam tahap II yang ditabulasikan pada Tabel III.4.

Tabel III.4 Variasi Proses Pelindian Asam Tahap II

<i>Control Factors</i>	<i>Variation</i>		
	<i>Level 1</i>	<i>Level 2</i>	<i>Level 3</i>
Konsentrasi HCl	20%	25%	30%
Temperatur (°C)	60	75	90
Waktu (jam)	2	4	6
Rasio S/L	1:10	1:15	1:20

Selain itu, dilakukan pengambilan sampel pada interval waktu 15, 30, 45, 60, 120, 180, 240, 300, dan 360 menit untuk studi kinetika. Larutan hasil pelindian kemudian dilakukan filtrasi menggunakan kertas filter. Hasil residu selanjutnya dilakukan proses *washing* kembali dengan parameter yang sama. Kemudian hasil endapan dikeringkan menggunakan oven untuk menghilangkan kelembapan yang ada pada sampel. Setelah kering dan siap, endapan pada proses berikutnya dianalisis menggunakan pengujian metalurgi.

III.4.6 Pengujian dan Karakterisasi

Karakterisasi dan pengujian pada hasil proses penelitian khususnya endapan produk TiO_2 yang terbentuk dilakukan menggunakan beberapa peralatan. Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi fasa senyawa yang terkandung khususnya TiO_2 . XRF digunakan sebagai alat pengidentifikasi unsur yang terkandung. PSA digunakan untuk mengetahui distribusi ukurna partikel produk, terutama pada kandungan nano- TiO_2 . SEM-EDS merupakan pengujian yang dilaksanakan untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur. PSA digunakan untuk menganalisis distribusi ukuran partikel. Sedangkan AAS diterapkan sebagai pengukur kadar dari unsur pada sampel cairan seperti hasil dari proses pelindian.

III.4.7 Pengolahan dan Analisis Data

Pada penelitian ini, metode statistika dipakai dalam proses perancangan eksperimen dan analisis hasil. Metode Taguchi dipakai sebagai *Design of Experiment* (DOE) dalam rangka menghemat dan mengefektifkan proses penelitian dengan perolehan informasi sepadat mungkin. Penulis menggunakan *orthogonal array* tipe $L_9(3^4)$

sesuai dengan rancangan penelitian untuk empat buah faktor variabel dengan masing-masing variabel memiliki tiga level di dalamnya. Selain itu, Taguchi juga digunakan untuk menganalisis faktor-faktor apa yang paling berpengaruh pada proses pelindian baik terhadap kadar maupun perolehan. Proses ini dilakukan menggunakan perhitungan *signal to ratio* (SNR). *Signal-to-noise ratio* (SNR) bertujuan untuk mengidentifikasi faktor-faktor yang mempengaruhi variabel. Pada penelitian ini, SNR yang digunakan adalah *higher is better* untuk menunjukkan nilai terbesar adalah nilai yang dituju pada kadar dan perolehan. Kemudian hasilnya dapat dianalisis lebih lanjut dengan ANOVA metode dua arah. Tujuan dari uji ANOVA dua arah dilakukan untuk mengetahui apakah terdapat pengaruh dari berbagai faktor yang diuji terhadap hasil yang diperoleh. Metode ANOVA dapat dikombinasikan dengan Taguchi dimana perannya dapat memperdalam analisis dari hasil perhitungan SNR. Tujuan dari kombinasi metode ini adalah untuk mencari faktor-faktor yang mempengaruhi pada data respon dan mencari opsi pada level optimal sehingga dapat meminimalkan penyimpangan variansi. Sedangkan uji-T berpasangan dilakukan untuk menguji apakah terdapat perbedaan signifikan terhadap nilai kadar pada setiap hasil proses yang diujikan dengan karakterisasi dan pengujian metalurgi. Pengolahan data dengan statistika ini dibantu dengan perangkat lunak *Microsoft Excel* dan juga *MiniTab*. Adapun hasil tabulasi dari rancangan percobaan setelah diterapkan pada desain *orthogonal array L₉ (3⁴)* tampak pada Tabel III.5 berikut.

Tabel III.5 Desain Eksperimen Pelindian Asam Tahap II

Kode	Run	Konsentrasi HCl	Temperatur (°C)	Waktu Pelindian (jam)	Rasio S/L
P2R1	1	20%	60	2	1:10
P2R2	2	20%	75	4	1:15
P2R3	3	20%	90	6	1:20
P2R4	4	25%	60	4	1:20
P2R5	5	25%	75	6	1:10
P2R6	6	25%	90	2	1:15
P2R7	7	30%	60	6	1:15
P2R8	8	30%	75	2	1:20
P2R9	9	30%	90	4	1:10

BAB IV

HASIL PENELITIAN

IV.1 Hasil Pengujian Awal Sampel Pasir Ilmenit

Sampel pasir ilmenit yang digunakan berasal dari Pandeglang, Banten. Sampel dilakukan pengayakan dan dihasilkan data pada Tabel IV.1.

Tabel IV.1 Distribusi Ukuran Partikel Pasir Ilmenit

Sample	Weight (g)	Aperture Size (mesh)	Sieve Fraction		cum. weight (%)	passed cum. weight (%)
			(g)	(%)		
Raw Ilmenite	1451,60	100	393,29	27,16%	27,16%	72,84%
		150	1053,53	72,75%	99,91%	0,09%
		-150	1,37	0,09%	100,00%	0,00%
Total			1448,19	100%		

Sampel kemudian melalui konsentrasi magnetik menggunakan magnet batangan. Data massa hasil magnetisasi ditampilkan pada Tabel IV.2.

Tabel IV.2 Proses Magnetisasi Ilmenit

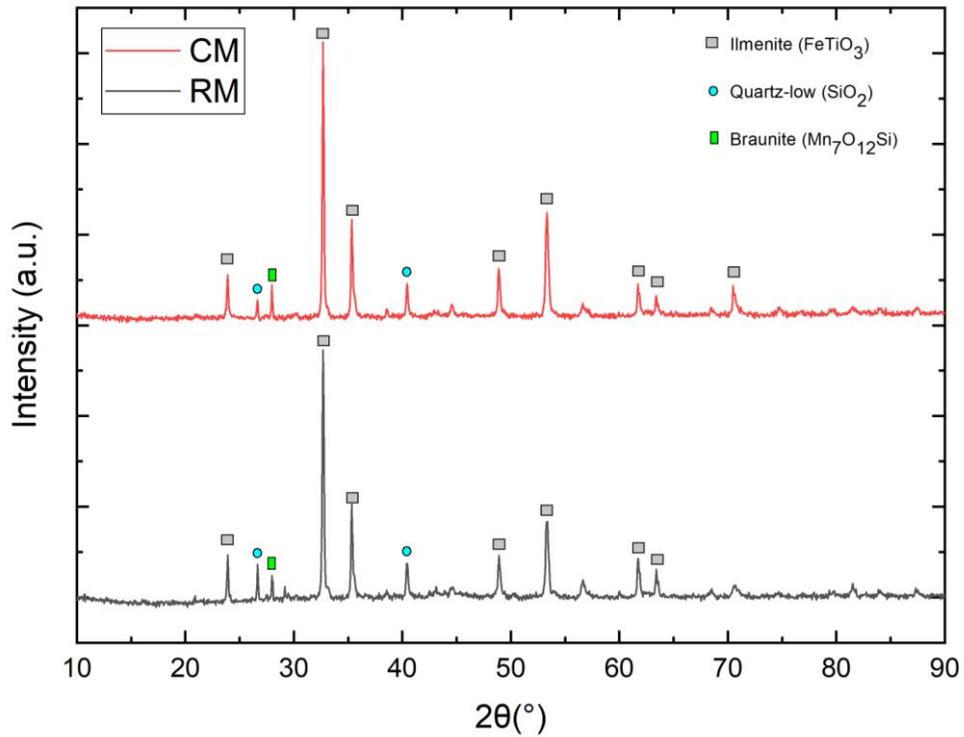
Sampel	Berat Net (g)	Persen (%)
RM_b (Raw Material -100+150#)	10 48,53	100,00
CM (Concentrated Magnetic)	972,67	92,77
TM (Tailing Magnetic)	75,80	7,23

Hasil dari analisis XRF metode koreksi unsur oksida terhadap masing-masing *raw* dan *concentrated ilmenite* ditunjukkan pada Tabel IV.3 berikut.

Tabel IV.3 Hasil XRF Raw & Concentrated Ilmenite

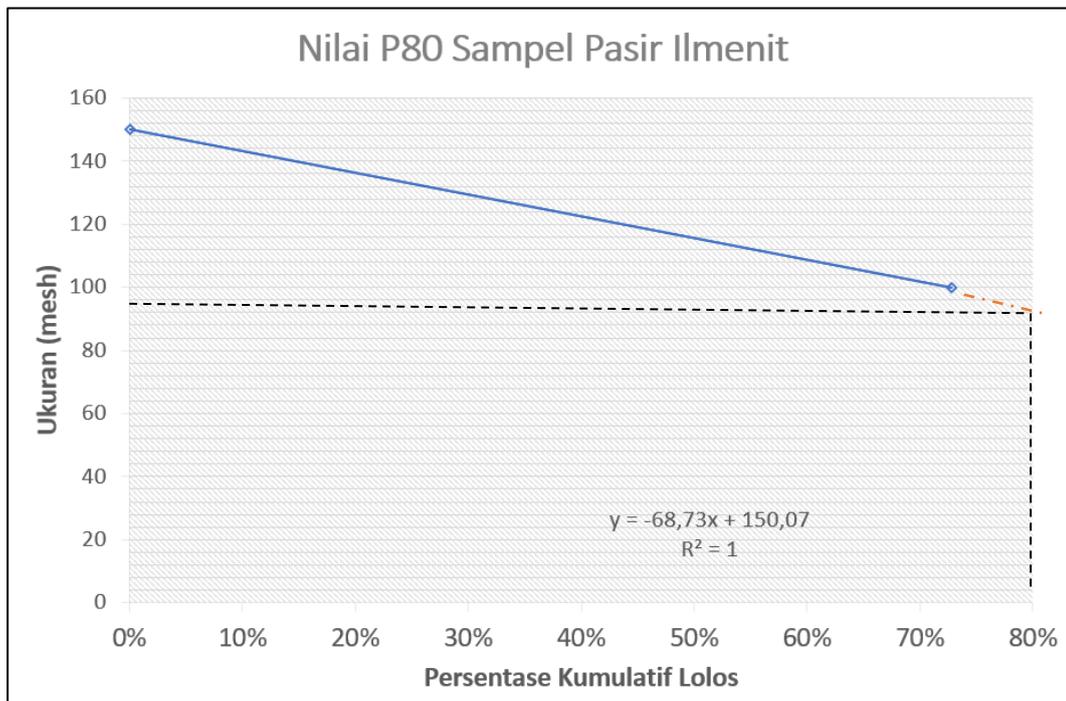
No	Unsur	Persentase Raw	Persentase Concentrate
1	Fe	52,115%	54,458%
2	Ti	34,713%	36,655%
3	Si	6,729%	3,834%
4	Al	1,262%	1,082%
5	Ca	2,580%	1,535%
6	Mn	0,731%	0,786%
7	P	0,592%	0,613%
8	Cr	0,193%	0,141%
9	V	0,428%	0,449%

Adapun hasil analisis XRD pada kedua sampel yang sama ditampilkan pada Gambar IV.1.



Gambar IV.1 Hasil XRD *Raw Ilmenite* dan *Concentrated Ilmenite*

Sedangkan hasil regresi linear terhadap pengayakan ditampilkan pada Gambar IV.2



Gambar IV.2 Grafik Regresi Linear P_{80} Ukuran dari *Raw Material* Pasir Ilmenit

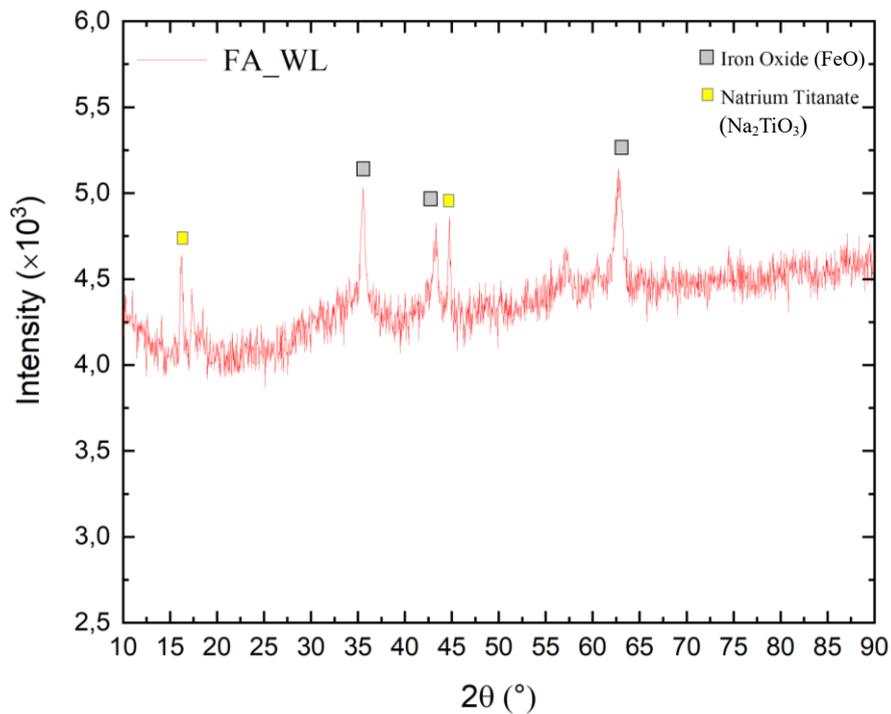
IV.2 Hasil Pengujian Fusi Kaustik dan Pelindian Air

Hasil dari filtrasi yang telah dikeringkan kemudian dilakukan *sampling* sebanyak 5 gram untuk pengujian XRF dan XRD. Adapun hasil dari analisis XRF metode koreksi unsur oksida terhadap produk fusi alkali ditampilkan pada Tabel IV.4 berikut.

Tabel IV.4 Hasil XRF Produk Fusi Alkali

No	Unsur	Persentase
1	Fe	61,219%
2	Ti	38,781%
3	Si	~0,00%
4	Al	~0,00%
5	Ca	<0,00%
6	Mn	<0,00%
7	P	<0,00%
8	Cr	<0,00%
9	V	<0,00%

Hasil dari analisis XRD menunjukkan pembentukan senyawa baru hasil fusi kaustik seperti pada Gambar IV.3 berikut.



Gambar IV.3 Hasil XRD Produk Fusi Kaustik

Berikut merupakan detail parameter yang terukur pada proses pelindian air 1 hingga 3 yang disajikan pada Tabel IV.5.

Tabel IV.5 Hasil Pengamatan Pelindian Air

Tahap <i>Water Leaching</i>	Rata-rata nilai pH terukur pada filtrat	Rata-rata densitas filtrat (g/cm ³)
1	12,5	1,18
2	9,7	1,10
3	8,6	1,05

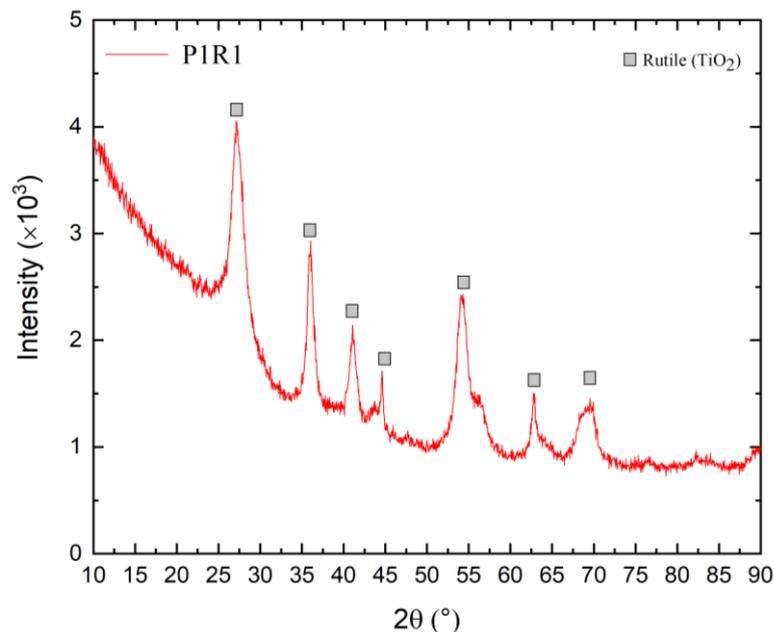
IV.3 Hasil Pengujian Pelindian Asam Tahap I

Frit hasil pelindian air kering dihomogenisasi dengan cara *mixing* sebelum pengambilan sampel untuk proses analisis dengan berat 5 gram dengan kode P1R1. Adapun kandungan unsur pada produk P1R1 ditampilkan pada Tabel IV.5.

Tabel IV.6 Hasil XRF Endapan Pelindian Asam I

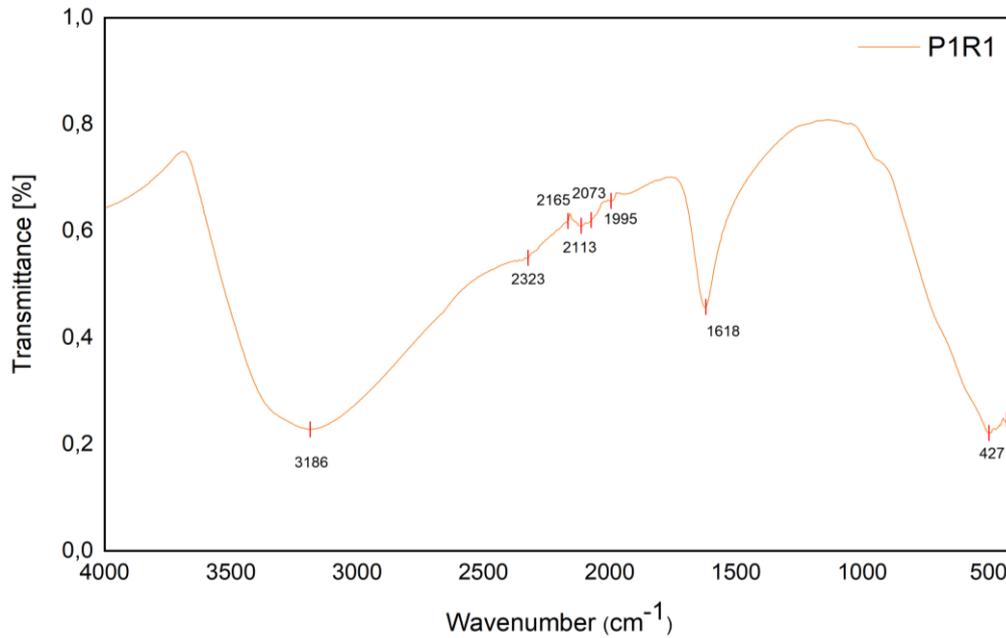
No	Unsur	Persentase
1	Fe	3,802%
2	Ti	84,367%
3	Cl	10,025%

Sedangkan berdasarkan analisis XRD, endapan hasil pelindian memiliki fasa senyawa berupa TiO₂ seperti pada Gambar IV.4 berikut.



Gambar IV.4 Hasil XRD Produk P1R1

Untuk lebih menguatkan analisis terhadap sampel, endapan hasil pelindian asam I juga dilakukan pengujian menggunakan FTIR yang hasilnya ditampilkan pada Gambar IV.5.



Gambar IV.5 Hasil FTIR Produk P1R1

Berikut merupakan hasil data hasil penimbangan disajikan pada Tabel IV.7.

Tabel IV.7 Data Hasil Penimbangan Pelindian Asam I

<i>Run</i>	Berat Sampel (g)	Berat Endapan Kering (g)
1	50,08	21,41
2	50,02	22,73
3	50,03	22,66
4	50,03	22,32
5	50,07	22,68
6	50,02	22,07
7	50,04	22,67
8	50,03	22,11
9	50,00	22,86

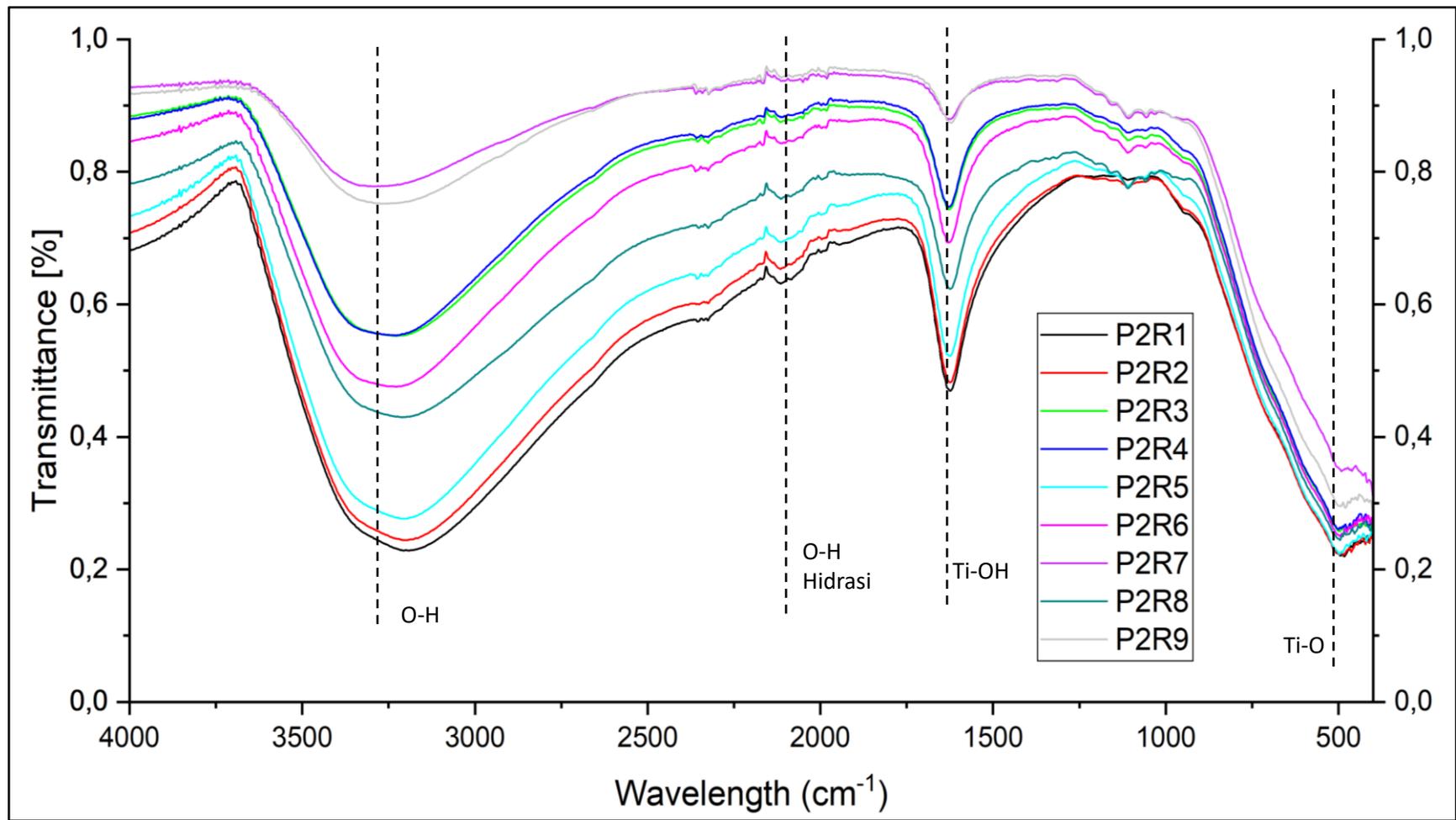
IV.4 Hasil Pengujian Pelindian Asam Tahap II

Endapan hasil pelindian asam I yang sudah kering dilakukan proses pelindian asam lanjutan yaitu tahap 2. Hal ini bertujuan melarutkan sisa-sisa besi yang tidak dapat larut pada proses pelindian sebelumnya sehingga kemurnian titanium dioksida juga dapat meningkat. Pada proses pelindian asam tahap II ini dilakukan dengan variasi pada parameter konsentrasi, rasio *solid-liquid*, temperatur, dan waktu pelindian sesuai dengan rancangan desain eksperimen menggunakan metode Taguchi. Keseluruhan sembilan produk endapan dari pelindian tahap II dilakukan homogenisasi dengan cara *mixing* sebelum pengambilan sampel untuk proses analisis dengan berat 5 gram. Setiap percobaan memiliki kode dari satu hingga sembilan, yaitu P2R1, P2R2, P2R3, P2R4, P2R5, P2R6, P2R7, P2R8, dan P2R9. Adapun kandungan unsur masing-masing sampel berdasarkan hasil pengujian XRF ditampilkan pada Tabel IV.8

Tabel IV.8 Hasil XRF Produk Pelindian Asam II

Kode Sampel	Persentase Unsur (%)		
	Fe	Ti	Cl
P2R1	2,830%	87,147%	8,309%
P2R2	2,719%	87,174%	8,351%
P2R3	2,534%	86,627%	9,013%
P2R4	2,053%	88,408%	7,796%
P2R5	2,328%	88,054%	7,839%
P2R6	1,995%	88,646%	7,607%
P2R7	2,379%	88,544%	6,937%
P2R8	2,329%	85,320%	10,458%
P2R9	1,749%	88,834%	7,594%

Sedangkan berdasarkan analisis FTIR, hasil untuk setiap eksperimen ditampilkan pada Gambar IV.6 berikut



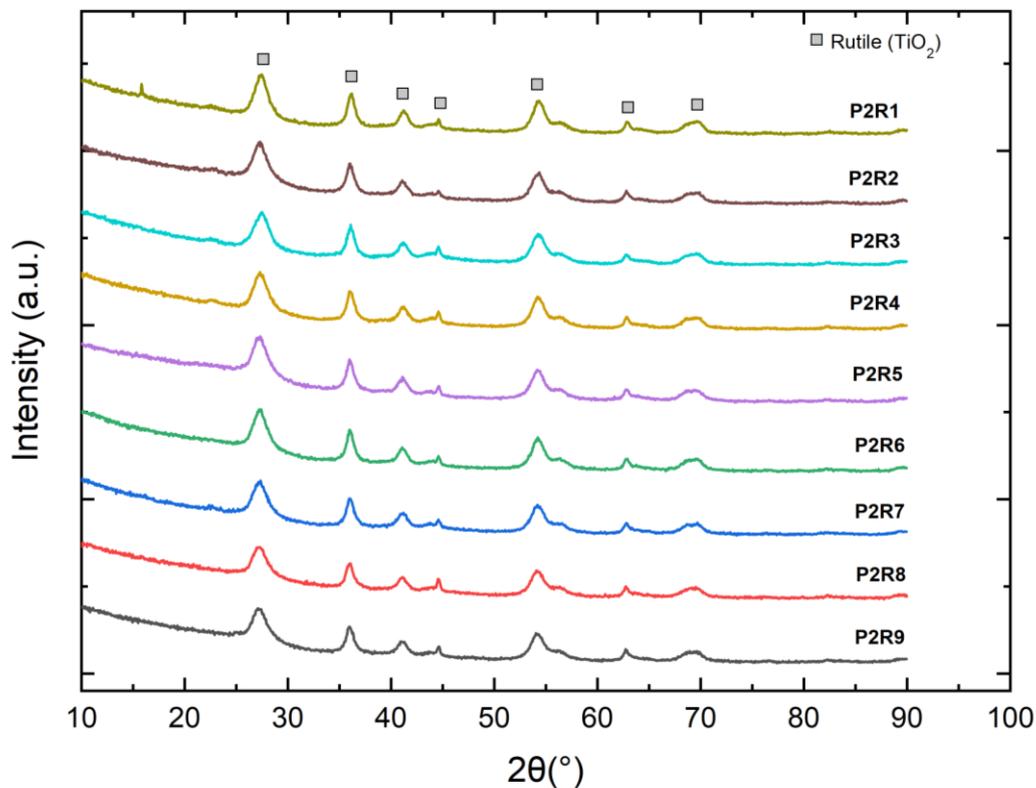
Gambar IV.6 Data Hasil FTIR Setiap Variasi

Adapun data yang dihasilkan oleh fitur *Quick Compare software* OPUS pada data FTIR terhadap TiO₂ degussa disajikan pada Tabel IV.9.

Tabel IV.9 Hasil *Quick Compare* FTIR

No	Kode Sampel	Persentase <i>Quick Compare</i> (%)
1	P1R1	60.4%
2	P2R1	62.8%
3	P2R2	65.6%
4	P2R3	92.1%
5	P2R4	92.2%
6	P2R5	69.8%
7	P2R6	87.3%
8	P2R7	99.0%
9	P2R8	82.7%
10	P2R9	98.8%

Sedangkan berdasarkan analisis XRD produk hasil pelindian asam II untuk setiap variasi ditampilkan pada Gambar IV.7 berikut.



Gambar IV.7 Grafik XRD Pada Endapan Pelindian Asam II

Adapun hasil pengujian PSA (*Particle Size Analysis*) pada setiap sampel endapan ditampilkan pada Tabel IV.10 berikut.

Tabel IV.10 Hasil Pengujian PSA

No.	Kode Sampel	Ukuran Partikel (nm)
1	P2R1	314.3
2	P2R2	282.0
3	P2R3	250.1
4	P2R4	569.7
5	P2R5	499.0
6	P2R6	556.3
7	P2R7	208.8
8	P2R8	214.4
9	P2R9	378.2

Sedangkan untuk hasil data hasil penimbangan proses pelindian asam II dapat dilihat pada Tabel IV.11.

Tabel IV.11 Data Hasil Penimbangan Pelindian Asam II

Run	Berat Sampel (g)	Berat Endapan Kering (g)
1	20,01	14,79
2	20,00	15,46
3	20,02	14,85
4	20,03	15,56
5	20,00	15,14
6	20,02	15,61
7	20,01	15,10
8	20,00	15,91
9	20,02	15,77

BAB V

PEMBAHASAN

Pada bab ini dilakukan analisis dan pembahasan mengenai bagaimana hasil optimasi proses pelindian asam tahap dua pada sampel pasir ilmenit Banten terhadap nilai kadar dan *recovery* nano-TiO₂ yang dihasilkan. Adapun pembahasan pada bab ini mencakup alur proses pengolahan bahan dasar ilmenit menjadi titanium oksida termasuk didalamnya analisis terkait karakteristik sampel pasir ilmenite, frit hasil proses fusi alkali, pelindian asam tahap I, dan optimasi pelindian asam tahap II yang memvariasikan empat buah parameter. Penelitian didesain dengan menggunakan metode *orthogonal* Taguchi dan didukung oleh analisis perhitungan statistika *signal-to-noise ratio*, ANOVA, dan Uji-T berpasangan.

V.1 Analisis Karakteristik Sampel Pasir Ilmenit

Pasir ilmenit yang digunakan pada penelitian ini merupakan pasir besi yang diperoleh dari kawasan pantai di daerah Pandeglang, Banten. Berdasarkan penelitian terdahulu yang dilakukan, pasir besi ini memiliki bentuk persenyawaan mineral yang kaya akan ilmenit dengan kandungan titanium sebanyak 30% oleh Ginting (2023). Visualisasi dari sampel pasir besi ini tampak pada Gambar III.2 Bab III. Berdasarkan kenampakan sampel tersebut, pasir besi ilmenit Banten memiliki ciri-ciri warna yang didominasi oleh warna hitam. Hitam merupakan warna khas dari pasir besi baik itu berupa magnetit maupun ilmenit. Selain itu, terdapat warna lain dengan kenampakan yang bersifat kontras dengan pasir besi yaitu, warna coklat muda dan juga keputihan yang menandakan kehadiran mineral lain pada sampel tersebut. Adapun benda lain seperti sampah tumbuhan, rumput kering, dan sisa-sisa cangkang kerang dalam jumlah kecil juga dapat ditemukan pada sampel sehingga diperlukan proses pencucian terlebih dahulu seperti yang telah diterangkan pada Bab III. Sesuai dengan namanya, pasir ilmenit secara kasat mata memiliki ukuran butir yang cukup halus akibat proses eksogenik yang terjadi pada batuan induk dimana mineral mengalami pelapukan dan tertransportasi hingga ke area pantai.

Penelitian yang dilakukan oleh Supriyatna (2024) menjelaskan bahwa nilai distribusi ukuran yang baik terhadap pengolahan ilmenit adalah pada distribusi ukuran -100+150 mesh. Peningkatan persentase pelindian ilmenit dengan penurunan ukuran partikel disebabkan oleh luas permukaan lebih besar terpapar pada larutan pelindian (Ramadan dkk, 2016). Dengan melaksanakan *sieving* pada sampel, maka ukuran yang diperlukan dapat diperoleh. Dengan menggunakan ayakan berukuran 100 dan 150 mesh, berikut merupakan data hasil pengayakan terhadap sampel pasir besi ilmenit Banten yang ditunjukkan pada Tabel IV.1 pada Bab IV. Berdasarkan data tersebut, sebaran ukuran pasir ilmenit didominasi pada rentang -100+150 mesh sebanyak 72,75%. Kemudian diikuti oleh material yang tertahan pada ayakan 100 mesh sejumlah 27,16% serta material lolos ayakan 150 mesh sebanyak 0,09%. Pada penelitian ini, rentang ukuran yang diambil adalah -100+150 mesh sehingga sebanyak kurang lebih 1053,53 gram digunakan ke tahapan penelitian berikutnya. Selain itu, dari data tersebut dapat dilakukan perhitungan untuk mengetahui berapa besaran nilai ukuran P_{80} dari sampel pasir ilmenit Banten. P_{80} merujuk pada definisi sebanyak 80% dari distribusi material berada di bawah dari ukuran partikel tersebut (Wills, 2015). Dalam arti lain, nilai P_{80} merujuk pada sejumlah 80% pasir ilmenit dapat lolos ayakan dengan ukuran tersebut. Perhitungan nilai P_{80} dapat diketahui dengan membuat persamaan garis regresi linear terhadap data kumulatif lolos sehingga diperoleh persamaan garis $y = ax + b$. Variabel x merupakan nilai persentase kumulatif lolos sedangkan nilai y adalah ukuran dalam bentuk mm. dengan memasukkan nilai 80% pada persamaan garis, maka diperoleh nilai ukurannya. Adapun grafik yang dihasilkan dari regresi linear ditampilkan pada Gambar IV.2 pada Bab IV.

Dari data yang diperoleh, pada ukuran 100 mesh angka dari persentase kumulatif material yang lolos bernilai 72,84% sedangkan pada ukuran 150 mesh hanya bernilai 0,09%. Selain itu, pada proses pengayakan ini hanya menggunakan dua titik ukuran ayakan. Hal ini menyebabkan grafik yang terbentuk memiliki penurunan yang cukup drastis antara satu ukuran ayakan dengan lainnya. Persamaan garis regresi linear yang diperoleh untuk data tersebut adalah $y = -68,73x + 150,07$. Adapun nilai x adalah 80% sesuai dengan definisi dari P_{80} itu

sendiri. Dengan menghitung persamaan tersebut, $y = - 68,73 (80\%) + 150,07 = 95,058$ mesh. Sehingga nilai distribusi ukuran P_{80} pada sampel pasir ilmenit Banten ada pada nilai 95,058 mesh. Berdasarkan nilai distribusi ukuran partikel ini, maka untuk proses pengolahan dan ekstraksi titanium dioksida yang berasal dari bijih sekunder dengan nilai optimum pelindian pada ukuran 100 mesh tidak memerlukan proses kominusi.

Karakterisasi dan analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) kemudian dilakukan untuk memperoleh kandungan dari sampel *raw* pasir ilmenit secara *elemental*. Hasil yang ditunjukkan pada Bab IV subbab 4.1 memperlihatkan bahwa sampel *raw* pasir ilmenit memiliki kandungan unsur dominan berupa besi dan titanium dengan nilai masing-masing 52,11% dan 34,71%. Hal ini mengonfirmasi sampel sebagai sumber dari unsur besi maupun titanium. Adapun unsur lain yang ditemukan pada sampel dengan keterdapatannya bernilai >1% ialah Si, Ca, dan Al dengan masing-masing unsur bernilai 6,72% ; 2,58% ; dan 1,26%. Selanjutnya, untuk mengonfirmasi keberadaan senyawa mineral pada sampel tersebut, dilaksanakan analisis *X-Ray Diffraction* (XRD). Berdasarkan data olahan XRD menggunakan *software* Xpert HighScore Plus, sampel *raw* dari pasir besi ilmenit memiliki beberapa puncak. Puncak-puncak tersebut antara lain pada nilai 2θ [Theta] $23,90^\circ$; $32,70^\circ$; $35,34^\circ$; $48,92^\circ$; dan $53,32^\circ$ yang terdeteksi sebagai mineral ilmenite (FeTiO_3). Sedangkan pada 2θ [Theta] $26,67^\circ$ dan $40,43^\circ$ terdeteksi keberadaan mineral silika berupa kuarsa (SiO_2). Pada puncak yang lebih rendah, terdeteksi senyawa braunit ($\text{Mn}_7\text{O}_{12}\text{Si}$) pada nilai 2θ [Theta] $40,43^\circ$ dan $61,73^\circ$. Analisis XRD ini dilakukan menggunakan *software* HighScore Plus dengan metode Rietveld untuk mengukur data-data puncak secara kuantitatif didasarkan dari tingkat intensitas serta persentase kecocokan puncak dengan *database* yang ada. Berdasarkan hasil Rietveld pada sampel pasir ilmenit menunjukkan bahwa mineral ilmenit memiliki persentase sebesar 89,7% diikuti oleh kuarsa sebanyak 6,9% dan mineral braunit sebanyak 0,8%. Sedangkan hasil dari karakterisasi pada sampel setelah proses magnetisasi menghasilkan nilai kadar unsur yang sedikit berbeda. Dimana nilai persentase Fe dan Ti pada sampel masing-masing adalah 54,41% dan 36,66%. Hasil karakterisasi ini bernilai serupa dengan analisis XRF yang juga dilakukan oleh Lumbantoruan (2024) dimana hasil karakterisasi pasir ilmenit Banten yang telah melalui proses

magnetisasi menunjukkan kadar Fe sebesar 55,75% dan Ti sebesar 39,79% dan juga oleh Supriyatna (2024) dengan kadar Fe dan Ti bernilai 56,05% dan 37,12%. Sedangkan untuk unsur lain yang bersifat pengotor seperti Si, Ca, dan Al juga mengalami perubahan. Dimana untuk masing-masing unsur tersebut memiliki nilai sebesar 3,83% untuk Si ; 1,53% untuk Ca ; dan 1,08% untuk Al. Mineral-mineral yang teridentifikasi pada hasil XRD ditelaah sifat kemagnetannya. Hal ini diperlukan untuk menjelaskan perubahan kadar beberapa unsur dapat terjadi. Berikut merupakan sifat kemagnetan dari mineral-mineral teridentifikasi yang dapat dilihat pada Tabel V.1.

Tabel V.1 Kemagnetan Sampel Pasir Ilmenit

No	Mineral	Sifat Kemagnetan
1	FeTiO ₃	Paramagnetik
2	SiO ₂	Diamagnetik
3	Mn ₇ O ₁₂ Si	Paramagnetik
4	Al ₂ O ₃	Diamagnetik

Sumber : <https://webmineral.com/>

Mineral ilmenit yang terdiri atas unsur Fe, Ti, dan O memiliki sifat kemagnetan paramagnetik (lemah). sehingga akan tertarik apabila dilalui oleh magnet. Begitu pula dengan senyawa braunit yang bersifat paramagnetik. Adapun mineral kuarsa sendiri memiliki sifat diamagnetik dimana komposisi elektron pada molekulnya tidak dapat merespon medan magnet sehingga tidak tertarik oleh magnet. Hal ini menjelaskan alasan mengenai penurunan nilai kadar silika kuarsa pada sampel hasil magnetisasi. Berdasarkan hasil XRD yang ditampilkan pada Gambar IV.2 pada Bab IV subbab IV.1 juga mengindikasikan nilai intensitas yang lebih rendah untuk kuarsa, lebih tepatnya pada 2θ [Theta] 26,67°. Secara visual juga mendukung hasil dari proses magnetisasi. Dimana produk konsentrat memiliki warna didominasi kehitaman sedangkan produk *tailing* magnetisasi didominasi warna yang lebih terang. Proses magnetisasi dilakukan dengan batangan magnet, kemudian dipisahkan pada wadah yang berbeda.

Berdasarkan hasil proses magnetisasi, pasir ilmenit dapat dihitung menggunakan rumus derajat kemagnetan yang ditulis pada rumus 5.1 berikut.

$$\% \text{ Derajat Kemagnetan} = \frac{C}{F} \times 100\% \quad (5-1)$$

Keterangan : C = massa konsentrat (gram)

F = massa *raw material* (gram)

Berdasarkan hasil perhitungan yang dilakukan pada data, nilai kemagnetan sampel pasir ilmenit Banten sebesar 92,77% atau dapat diidentifikasi sebagai sampel dengan sifat *highly-magnetic*. Kemudian untuk mengetahui persentase perolehan atau *recovery* titanium dioksida pada proses magnetisasi dapat dilakukan dengan menghitung massa Ti pada konsentrat dibandingkan dengan massa Ti pada *raw material* didasarkan pada kadar yang dihasilkan oleh uji XRF. Rumus persentase *recovery* ditulis pada rumus 5.2.

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C.c}{F.f} \times 100\% \quad (5-2)$$

Keterangan : C = massa konsentrat (gram)

c = kadar titanium dioksida pada konsentrat (%)

F = massa *raw material* (gram)

f = kadar titanium dioksida pada *raw material* (%)

Berdasarkan hasil perhitungan yang dilakukan pada data, persentase *recovery* titanium dioksida untuk proses magnetisasi memiliki nilai sebesar 97,44%.

Secara umum, ketiga unsur berupa Si, Ca, dan Al mengalami penurunan nilai persentase dibandingkan dengan tingkat kadar pada sampel *raw* dimana penurunan terbesar ada pada unsur Si. Kemudian untuk memastikan hal tersebut, dilakukan uji statistika berupa uji-T berpasangan terhadap unsur-unsur mineral pengotor pada sampel *raw* dan *concentrate* untuk menunjukkan signifikansi perbedaan kadar pengotor sebelum dan setelah proses konsentrasi. Pada uji-T berpasangan ini, hipotesis nol dan hipotesis a dirumuskan.

$H_0 = 0$; tidak ada perbedaan signifikan pada kadar unsur mineral pengotor

$H_a \neq 0$; terdapat perbedaan signifikan pada kadar unsur mineral pengotor

Uji statistika ini dilakukan pada *software minitab* versi 20 dan juga *Microsoft Excel* menghasilkan data yang dapat ditampilkan pada Tabel V.2 berikut.

Tabel V.2 Uji-T Berpasangan Sampel Awal

<i>Descriptive Statistics</i>				
<i>Sample</i>	<i>N</i>	<i>Mean</i>	<i>StDev</i>	<i>SE Mean</i>
RM	10	0,01316	0,02048	0,00648
CM	10	0,00887	0,01139	0,00360
<i>Null hypothesis</i>		$H_0: \mu_{\text{difference}} = 0$		
<i>Alternative hypothesis</i>		$H_a: \mu_{\text{difference}} \neq 0$		
<i>T-Value</i>	<i>P-Value</i>	<i>T-Critical Value</i>		
1,47	0,176	1,833		

Berdasarkan hasil uji analisis di atas, dapat diketahui bahwa rata-rata dari kadar unsur pada mineral pengotor senilai 0,01316% dan 0,00887% untuk masing-masing sampel RM dan CM. Sedangkan nilai standar deviasi atau tingkat penyebaran pada sampel RM sebesar 0,02048, lebih tinggi dibandingkan dengan CM yang bernilai 0,01139. Nilai *Standar Error of Mean (SE Mean)* atau galat baku menunjukkan seberapa besar ketidakpastian sampel tersebut sebagai bagian dari populasi. Pada uji-T ini, nilai galat baku yang dihasilkan sebesar 0,00648 dan 0,00360 untuk RM dan CM. Nilai ini sangat kecil dan mendekati angka 0 sehingga dapat dikonfirmasi bahwa pada uji ini, sampel memiliki tingkat ketidakpastian yang rendah. Adapun *P-Values* yang dihasilkan memiliki nilai sebesar 0,176 atau lebih tinggi dari tingkat signifikansi ($\alpha > 0,05$). Didukung dengan nilai *T-Value* senilai 1,47 yang berposisi lebih rendah dibandingkan *T-Critical Value* dengan nilai 1,833. Maka dari itu, hipotesis H_0 dengan kesimpulan bahwa tidak ada perbedaan signifikan pada kadar unsur pengotor antara sampel *raw ilmenite* dan *concentrate*.

V.2 Analisis Proses Fusi Kaustik dan Pelindian Air

Pasir ilmenit yang sudah terkonsentrasi dilakukan fusi kaustik menggunakan NaOH. NaOH yang digunakan melalui proses penggerusan dan penghalusan terlebih dahulu hingga halus yaitu, dengan ukuran partikel dibawah dari 60 mesh. Pemilihan NaOH dengan ukuran yang halus ini dimaksudkan untuk meningkatkan kemungkinan reaksi kontak antara pasir ilmenit dengan NaOH. Proses fusi dilakukan dalam rasio perbandingan 1:2 antara massa Ti di dalam ilmenit dengan massa NaOH pada suhu 850°C selama 1 jam waktu penahanan. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Ginting (2023) dan Supriyatna (2025), proses fusi kaustik pada parameter tersebut dapat mempersingkat dan mengefektifkan proses ekstraksi pelindian asam pada ilmenit yang sebelumnya membutuhkan waktu selama 11-12 jam menjadi hanya dalam 4 jam waktu optimal. Lumbantoruan (2024) dan Supriyatna (2023) juga mengonfirmasi bahwa proses fusi kaustik pada parameter tersebut dapat meningkatkan perolehan titanium hingga ke nilai maksimal 92% melalui pelindian HCl. Kenampakan bongkahan dan serbuk frit hasil fusi kaustik yang tampak pada Bab III Gambar III.8. Berdasarkan visualisasi pada Gambar III.8, dapat diketahui bahwa warna dari sampel mengalami perubahan. Pada awalnya, ilmenit memiliki warna hitam sedangkan NaOH berwarna putih cerah, Sedangkan pada frit hasil fusi alkali, sampel memiliki warna kecoklatan dengan sedikit aksen hijau. Warna cokelat dihasilkan dari reaksi yang terjadi antara logam natrium dengan ilmenite membentuk senyawa Na_2TiO_3 serta membebaskan besi ke dalam bentuk besi oksida yang memberi aksen cokelat kemerahan. Sedangkan warna aksen hijau pada beberapa bagian kecil sampel diakibatkan oleh NaOH yang bersifat berlebih dan tidak bereaksi dengan sampel ilmenit. Proses dari fusi kaustik ini terjadi dengan proses pelelehan butiran NaOH terlebih dahulu. Berdasarkan penelitian oleh Deming (1925), NaOH akan meleleh pada temperatur 323°C. Sehingga lelehan NaOH akan melingkupi sampel Fe_2TiO_3 dan seiring kenaikan temperatur, reaksi mulai terjadi. Kaustik dan ilmenit pada ukuran halus akan mulai bereaksi menjadi senyawa α - dan γ - Na_2TiO_3 pada suhu 500°C.

Kemudian pada suhu 800°C senyawa akan mulai bertransformasi menjadi β - Na_2TiO_3 (Meng dkk, 2016). Suhu kemudian terus ditingkatkan hingga 850°C kemudian dilakukan penahanan selama 1 jam proses berlangsung dilanjutkan dengan proses pengeluaran sampel pada saat suhu masih panas dan dibiarkan mendingin dalam kondisi udara ruang. Bongkahanfrit setelah dikeluarkan memiliki kenampakan *porous* atau berlubang-lubang. Hal ini disebabkan oleh gas-gas yang keluar dari bahan selama proses fusi berlangsung, terkhusus uap air yang dihasilkan dari reaksi bahan NaOH yang berada dalam kondisi lebur.

Pada fusi kaustik ini, wadah atau krusibel yang digunakan adalah cawan dengan bahan berupa *stainless steel* dengan kode SS-304. Bahan ini dipilih karena alasan atas ketahanan panas pada kondisi suhu fusi dengan mempertimbangkan besaran volume serta kemudahan dalam proses pemindahan wadah. Penghilangan NaOH berlebih dilakukan dalam mekanisme pelindian air. Pelindian air juga diharapkan dapat melarutkan sebagian unsur pengotor yang terikat oleh kaustik dan dapat larut dalam air. Adapun senyawa titanium dan besi yang terbebas dari ikatan ilmenit tidak larut dalam pelindian air sehingga akan berada sebagai produk endapan. Seperti yang dijelaskan sesuai dengan metode penelitian, pelindian air ini dilaksanakan dalam tiga tahap. Hal ini dilaksanakan untuk mengoptimalkan pelarutan NaOH dari sampel. Walaupun proses pengukuran pH hasil larutan filtrat dari proses pelindian air tidak ditargetkan untuk mencapai nilai tertentu, akan tetapi pengukuran pH dapat dilaksanakan untuk mengindikasikan NaOH yang larut selama pelindian berlangsung. Selain itu, visual dari filtrat dan data dari hasil proses penimbangan dapat menjelaskan proses pelarutan NaOH.

Berdasarkan kenampakan pada Gambar III.10 pada Bab III, filtrat hasil pelindian air mengalami perubahan warna seiring proses berlangsung. Pada proses pelindian air 1, hasil filtrat cenderung memiliki warna bening kekuningan. Sedangkan pada hasil filtrat pelindian air 2 sudah berwarna bening seperti air begitu pula dengan filtrat pada pelindian air 3. Pelindian air ini dilaksanakan pada suhu 75°C dalam 30 menit dimana suhu tinggi ini dimaksudkan untuk meningkatkan energi kinetik tumbukan antar partikel selama proses untuk mempercepat pelindian air. Pemilihan parameter ini didasarkan oleh penelitian oleh Supriyatna (2023), dimana hasil

setelah tiga kali proses pelindian air menghasilkan larutan filtrat yang sudah berwarna bening dengan nilai pH pada rentang 8-9 pada filtratnya.

Data pengamatan pelindian air pada Tabel IV.5 Bab IV, dapat menunjukkan dan menjelaskan proses pelindian air dimana pH pada pelindian air tahap 1 memiliki nilai rata-rata 12,5 atau pada rentang sangat basa. Kemudian rata-rata densitas filtrat memiliki nilai $1,1847 \text{ g/cm}^3$, meningkat cukup signifikan dibandingkan densitas air yang bernilai 1 g/cm^3 . Hal ini dapat menunjukkan bahwa sebagian besar pengotor dan NaOH larut pada tahapan pertama. Selanjutnya pada tahap 2, pH dan densitas memiliki nilai yang lebih rendah dengan masing-masing pada angka 9,7 dan $1,0981 \text{ g/cm}^3$. Pada tahapan ini, jumlah NaOH dan mayoritas pengotor pada frit sudah larut. Namun untuk mengoptimalkan proses pelindian asam, tahap 3 dilaksanakan untuk memaksimalkan proses netralisir pH sehingga konsumsi asam dalam pelindian HCl dapat diminimalkan. Selain itu juga untuk memaksimalkan pelarutan mineral pengotor yang tersisa. Berdasarkan data yang telah diamati, rata-rata nilai pH setelah pelindian air tahap 3 sudah mendekati netral dengan rata-rata 8,6 serta densitas $1,0480 \text{ g/cm}^3$.

Berdasarkan reaksi pelindian air, pelindian air akan melarutkan NaOH berlebih dan logam Na yang berikatan untuk membentuk kembali larutan NaOH serta menyisakan endapan berupa besi dan titanium yang sudah terpisah sebagai umpan pada pelindian asam. Pada proses pencucian atau pelindian air, ion Na^+ dapat mengalami pertukaran ion dengan H^+ di dalam air. Dimana proses pertukaran ion Na^+ ini meningkat seiring dengan semakin lamanya proses pelindian sehingga parameter tertentu dilaksanakan seperti yang telah ditetapkan. Hal ini mencegah pertukaran lanjut antara ion natrium yang berikatan dengan titanium. Karakterisasi dan pengujian XRD dan XRF dilaksanakan pada sampel hasil fusi alkali dan pelindian air untuk mengonfirmasi proses yang telah dilakukan.

Pada hasil XRF yang ditunjukkan pada Tabel IV.3 pada Bab IV, sampel pasir ilmenit yang telah dilakukan fusi alkali dan pelindian air mengalami peningkatan kadar unsur Fe dan Ti, yaitu pada angka 61,219% dan 38,781%. Sedangkan unsur pengotor mengalami penurunan secara signifikan hingga tidak dapat terdeteksi oleh alat analisis XRF hingga bahkan ke dalam satuan ppm. Hal ini sesuai dengan data

yang dihasilkan dari pengukuran pH dan densitas pada filtrat bahwasanya unsur pengotor selain Fe dan Ti dapat larut melalui proses pelindian air tiga tahapan secara sempurna. Sedangkan berdasarkan hasil analisis XRD pada Gambar IV.3, data yang dihasilkan pada produk fusi kaustik memiliki sebaran beberapa puncak yang teridentifikasi sebagai besi oksida dan natrium titanat (Na_2TiO_3) dimana besi oksida (FeO) terdeteksi pada 2θ [Theta] $35,53^\circ$; $43,31^\circ$; dan $62,87^\circ$. Sedangkan natrium titanat (Na_2TiO_3) terdeteksi pada 2θ [Theta] $17,37^\circ$ dan $44,77^\circ$. Hal ini membuktikan bahwa proses fusi kaustik dengan parameter temperatur 850°C , waktu penahanan 1 jam, dan rasio massa 1:2 dapat mentransformasi fasa senyawa ilmenit menjadi produk natrium titanat dan besi oksida yang terpisah dalam fasa senyawa yang berbeda dengan optimal. Hal ini sesuai dengan percobaan yang dilakukan Lasheen (2008) dimana hasil terbaik proses fusi kaustik diperoleh pada rasio $\text{NaOH} : \text{Ti} = 2:1$ (w/w) dan waktu selama 60 menit. Ketika peleburan dilakukan dengan rasio mol di bawah 2:1, suhu 850°C menghasilkan fase tersier dan natrium besi titanat. Sedangkan parameter pelindian air pada temperatur 85°C , waktu pelindian 30 menit, rasio *solid/liquid* sebesar 1:5 (v/v), dan dilakukan dalam tiga kali tahapan dapat melarutkan NaOH berlebih serta unsur-unsur pengotor yang berikatan dengan kaustik secara optimal. Adapun persentase perolehan atau *recovery* titanium dioksida hasil proses fusi kaustik dan pelindian air dapat diketahui dengan menghitung massa Ti pada endapan frit hasil pelindian air dibandingkan dengan massa Ti pada umpan proses fusi kaustik didasarkan pada kadar hasil pengujian XRF. Berdasarkan hasil perhitungan yang dilakukan pada data, persentase *recovery* titanium dioksida untuk proses fusi kaustik dan pelindian air memiliki nilai sebesar 93,08%. Selain itu, berdasarkan perhitungan neraca massa yang dilakukan (terlampir), proses fusi kaustik memiliki nilai persen kehilangan sebesar 18,08%. Hal ini disebabkan oleh proses penguapan sebagian NaOH pada suhu 850°C . Sedangkan pada proses pelindian air, persentase material yang terlarut diperkirakan ada pada angka 12,02%. Material ini termasuk NaOH berlebih dan sebagian besar pengotor.

Berdasarkan angka yang muncul pada hasil XRF, unsur-unsur yang berada pada mineral pengotor mengalami penurunan nilai persentase dibandingkan dengan

tingkat kadar pada sampel konsentrat seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Kemudian untuk mengonfirmasi hal tersebut secara statistika, dilakukan uji-T berpasangan terhadap unsur-unsur tersebut pada sampel konsentrat serta produk fusi kaustik-pelindian air untuk menunjukkan apakah perbedaan kadar pengotor sebelum dan setelah proses tersebut bersifat signifikan. Pada uji-T berpasangan tahap ini, hipotesis nol dan hipotesis a dirumuskan sebagai berikut.

$H_0 = 0$; tidak ada perbedaan signifikan pada kadar unsur mineral pengotor

$H_a \neq 0$; terdapat perbedaan signifikan pada kadar unsur mineral pengotor

Uji statistika ini juga dilakukan pada *software minitab* versi 20 dan *Microsoft Excel* menghasilkan data yang dapat ditampilkan pada Tabel V.3 berikut.

Tabel V.3 Uji-T Berpasangan Sampel Fusi Kaustik

<i>Descriptive Statistics</i>				
<i>Sample</i>	<i>N</i>	<i>Mean</i>	<i>StDev</i>	<i>SE Mean</i>
CM	10	0,00887	0,01139	0,00360
FA WL	10	0,00000	0,00000	0,00000
<i>Null hypothesis</i>		$H_0: \mu_{\text{difference}} = 0$		
<i>Alternative hypothesis</i>		$H_a: \mu_{\text{difference}} \neq 0$		
<i>T-Value</i>	<i>P-Value</i>	<i>T-Critical Value</i>		
2,46	0,036	1,833		

Berdasarkan hasil uji analisis di atas, dapat diketahui bahwa rata-rata dari kadar unsur pada mineral pengotor senilai 0,00887% dan 0,0000% untuk masing-masing sampel CM dan FA_WL. Sedangkan nilai standar deviasi atau tingkat penyebaran pada sampel CM sebesar 0,01139. Pada uji-T ini, nilai galat baku atau *standard error* yang dihasilkan sebesar 0,00369 dan 0,000 untuk CM dan FA_WL. Nilai ini sangat kecil dan mendekati angka 0 sehingga dapat dikonfirmasi bahwa pada uji ini, sampel memiliki tingkat ketidakpastian yang rendah. Adapun *P-Values* yang dihasilkan memiliki nilai sebesar 0,036 atau lebih rendah dari tingkat signifikansi ($\alpha < 0,05$). Didukung dengan nilai *T-Value* senilai 2,46 yang berada pada tingkatan yang lebih tinggi dibandingkan *T-Critical Value* dengan nilai 1,833. Maka dari itu, hipotesis H_0 dengan kesimpulan bahwa tidak ada perbedaan signifikan pada kadar unsur pengotor antara sampel *concentrate* dan produk fusi kaustik ditolak. Sedangkan H_a yang memiliki narasi bahwa kedua sampel tersebut memiliki perbedaan signifikan dapat diterima.

V.3 Analisis Proses Pelindian Asam I

Pelindian asam tahap pertama dilakukan dengan menggunakan basis sampel sebanyak 50 gram setiap percobaan. Proses dilakukan sebanyak 9 kali tanpa adanya perbedaan variasi. Hal ini diterapkan sebagai dasar dari proses berikutnya yaitu pada pelindian asam tahap 2, untuk dapat memudahkan dalam perhitungan *recovery* dan persen ekstraksi titanium dioksida yang dihasilkan. Proses dilaksanakan dengan parameter tetap yaitu konsentrasi HCl 20%, waktu pelindian 4 jam, rasio S/L 1:5, dan suhu pelindian 90°C sesuai yang diterapkan oleh Supriyatna (2023). Pada proses ini, diharapkan kandungan besi pada frit sebagian besar sudah dapat terekstraksi oleh asam klorida. Berikut merupakan kenampakan visual dari produk pelindian asam I pada Gambar V.1.



Gambar V.1 Visualisasi Produk Pelindian Asam 1

Kenampakan visual produk hasil pelindian di atas berupa produk endapan dan filtrat. Endapan padat memiliki warna keputihan, hal ini sesuai dengan ciri-ciri fisik dari titanium dioksida yang memiliki warna putih (Abdullah, 2011). Sedangkan filtrat yang dihasilkan memiliki warna coklat-kemerahan tua yang pekat. Warna ini mengindikasikan keberadaan senyawa FeCl_3 yang tinggi. senyawa FeCl_3 ini dapat terbentuk dari pembentukan ion Fe^{2+} dalam bentuk FeCl_2 yang mengalami peristiwa oksidasi ke dalam bentuk Fe^{3+} akibat terpapar oleh udara (Konishi dkk, 2022).

Berdasarkan kenampakan tersebut, dapat diestimasikan reaksi pelindian asam berlangsung sesuai dengan yang diperkirakan. Membentuk dua produk utama berupa endapan titanium dioksida dan filtrat besi klorida. Adapun pada proses ini dilakukan juga pengamatan terhadap nilai pH yang terukur. Hasil pengamatan pH menunjukkan proses pelindian asam I secara keseluruhan berada pada 0,0 menggunakan alat pH dengan *range* 0-14. Apabila kita menilik kembali Diagram Pourbaix yang ditunjukkan pada Bab II Gambar II.6 dan II.7, maka dapat dikonfirmasi secara termodinamika Fe dan Ti mengalami pelarutan. Fe mengalami perubahan fasa ke dalam bentuk Fe^{2+} . Sedangkan Ti mengalami perubahan fasa ke dalam larutannya dalam bentuk TiO^{2+} . Namun akibat reaksi hidrolisis, TiO^{2+} mengalami pengendapan sesuai dengan yang dikemukakan oleh Shin dkk (2019).

Setelah proses pelindian selesai, dilanjutkan proses filtrasi untuk memisahkan endapan dan larutan hasil pelindian. Setelah keseluruhan filtrat mengendap, maka selanjutnya adalah proses *washing*. *Washing* dilakukan dengan cara menyiram endapan di atas kertas filter menggunakan aquades. Adapun basis volume yang digunakan adalah 50 ml untuk dua penyiraman pertama dengan setiap penyiraman dilakukan pengukuran nilai pH. *Washing* bersifat sangat penting untuk dilakukan karena bertujuan untuk melarutkan sisa-sisa besi klorida yang menempel pada permukaan butiran produk TiO_2 . Parameter pH ditentukan pada batas minimum 1,4-1,5. Hal ini didasarkan pada percobaan yang dilakukan oleh Ginting (2023), dimana pada pH tersebut, FeCl_2 sudah larut sepenuhnya dicirikan dengan visualisasi endapan yang berwarna putih. Apabila tetap dilanjutkan, penggunaan aquades akan bersifat sia-sia dan dapat mengurangi massa endapan. Hal ini disebabkan endapan TiO_2 berukuran sangat halus (nanometer). Sehingga penggunaan aquades secara ekstensif dapat mengubah kondisi endapan menjadi suspensi yang dapat menembus kertas filter Whatman.

Hasil analisis XRF yang disajikan pada Bab IV menunjukkan bahwa terdapat perubahan drastis. Nilai kadar yang terdeteksi pada endapan hasil proses pelindian asam I menunjukkan bahwa unsur Ti bernilai 84,367% dan Fe sebesar 3,802%. Adapun terdapat unsur lain yang terdeteksi yaitu Cl sebesar 10,025%. Unsur Cl ini hadir sebagai bagian dari senyawa larutan FeCl_3 yang tersisa dan menempel pada

permukaan sampel endapan titanium dioksida. Proses *washing* setelah filtrasi seharusnya dapat meminimalisir keberadaan Cl. Namun parameter pH, kondisi visual, serta utamanya adalah untuk meminimalisir kehilangan massa akibat terbentuknya suspensi yang dapat menembus kertas filter menjadi pertimbangan dalam penggunaan aquades. Apabila kehilangan massa bernilai besar, hal ini dapat berpengaruh terhadap nilai *recovery* yang dihasilkan. Selanjutnya berdasarkan hasil analisis XRD pada Gambar IV.4, data yang dihasilkan pada produk P1R1 mengonfirmasi keberadaan titanium dioksida sebagai senyawa tunggal. Hasil analisis menunjukkan sampel tersebut memiliki sebaran beberapa puncak yang teridentifikasi sebagai mineral rutil (TiO_2). Adapun rutil terdeteksi pada 2θ [Theta] $27,12^\circ$; $35,82^\circ$; $41,11^\circ$; $44,62^\circ$; $56,54^\circ$; $62,85^\circ$; $68,41^\circ$; dan $69,77^\circ$. Hal ini membuktikan bahwa proses pelindian HCl I dapat memisahkan titanium dari besi terbukti dari keberadaan puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai rutil.

Kemudian analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dan ikatan kimia yang hadir pada sampel. Hal ini digunakan sebagai penunjang dan konfirmasi terhadap titanium dioksida yang terbentuk. Selain itu, analisis FTIR juga digunakan untuk analisis *quick compare* terhadap grafik sinyal yang dihasilkan oleh nano TiO_2 degussa. TiO_2 degussa merupakan bahan titanium dioksida terstandar yang banyak diaplikasikan sebagai bahan fotokatalis. Bahan ini memiliki kemampuan semikonduktor yang baik karena stabilitas termal yang cukup tinggi, penggunaannya yang dapat berulang, dan kemampuan tingkat penyerapan sinar UV yang baik (Sturinid kk, 2012 ; Zhang dan Banfield, 2000). Bahan ini juga dikenal sebagai Evonik P25 yang dibuat melalui hidrolisis TiCl_4 dengan kandungan 85% anatase dan 15% rutil (Mario dan Giuseppe, 2016). Karakterisasi FTIR nano-titanium dioksida dilaksanakan dari jarak interval bilangan gelombang pada kisaran 400 cm^{-1} hingga 4000 cm^{-1} . Data masukan antara transmisi terhadap panjang gelombang akan menghasilkan sinyal spektrum infra merah dengan puncak-puncak yang terbentuk dengan bilangan gelombang tertentu (Kundiman dkk, 2023). Berikut merupakan data gugus fungsi pada interval panjang gelombang yang ditampilkan pada Tabel V.4.

Tabel V.4 Gugus Fungsi FTIR

No	Interval Panjang Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
1	400-600	Ti-O-Ti <i>stretching</i>
2	600-1000	Ti-O <i>stretching</i>
3	1200-1800	O-H <i>bending</i> Ti-OH
4	1800-2400	O-H <i>adsorbed</i> H ₂ O
5	2500-3500	O-H

Berdasarkan hasil analisis FTIR yang tampak pada Gambar IV.5 pada Bab IV Subbab IV.3, terdeteksi bahwa produk P1R1 memiliki beberapa ikatan pada beberapa panjang gelombang. Bilangan 3186 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 2113 cm⁻¹ dan 2323 cm⁻¹ menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H₂O. Panjang gelombang 1618 cm⁻¹ terdapat O-H *bending* Ti-OH dan pada panjang gelombang 427 terdapat ikatan Ti-O. Selanjutnya berdasarkan hasil *quick compare*, tingkat kemiripan antara produk P1R1 dengan titanium dioksida degussa memiliki nilai sebesar 60,4%. Hal ini dapat terjadi karena kandungan hidrasi O-H pada senyawa yang masih cukup tinggi sehingga mengurangi tingkat identik. Untuk mengurangi kandungan OH hidrasi, dapat dilakukan proses kalsinasi. Sedangkan TiO₂ mengalami peningkatan kadar secara drastis karena mengalami proses hidrolisis sehingga membentuk endapan padat yang terpidah. Hasil analisis XRD dan FTIR lebih lanjut mengungkap proses pelindian asam I, dimana pada pengujian XRD terbentuk puncak-puncak yang terdeteksi sebagai senyawa titanium dioksida tanpa adanya puncak besi oksida (FeO) yang sebelumnya hadir pada frit. Pada hasil uji FTIR yang lebih dalam, ikatan kimia dan gugus fungsi yang terbentuk menunjukkan keberadaan ikatan Ti-O dengan tingkatan transmitansi yang rendah. Hal ini dapat menjelaskan bahwa keberadaan ikatan tersebut hadir dengan intensitas yang tinggi. Selain itu, keberadaan ikatan O-H pada hasil pengujian mengonfirmasi proses yang berlangsung dimana Ti mengalami pelarutan terlebih dahulu dan dalam waktu yang singkat mengalami proses hidrolisis dan mengendap sebagai padatan.

Ti mengalami pelarutan terlebih dahulu dan dalam waktu yang singkat mengalami proses hidrolisis dan mengendap sebagai padatan. Kandungan OH atau kondisi terhidrasi pada senyawa titanium dioksida ini juga mempengaruhi persentase komparasi terhadap TiO_2 degussa. $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ mengalami pelarutan ke dalam bentuk TiOCl_2 dan pada proses selanjutnya segera mengalami reaksi hidrolisis dengan air untuk membentuk $\text{TiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ sesuai dengan percobaan yang juga dilakukan oleh Middlemas dkk, (2013).

Hasil analisis XRD dan XRF pada frit pasca fusi kaustik menunjukkan keberadaan fasa utama berupa natirum titanat dan besi oksida, dengan kandungan Fe cukup tinggi. Data ini menegaskan bahwa fusi kaustik berhasil mengubah struktur mineral ilmenit asli (FeTiO_3) menjadi bentuk yang lebih reaktif terhadap pelindian asam. Adanya pengotor seperti silika dan natrium residu berpotensi memengaruhi difusi ion selama pelindian. Secara geometalurgi, karakteristik mineralogi dan tekstur frit ini berperan penting dalam mengendalikan efisiensi pelindian. Frit dengan ukuran butir halus cenderung memiliki laju pelindian Fe lebih tinggi, sedangkan fase padat yang kompak cenderung membatasi difusi ion H^+ ke dalam partikel. Pendekatan geometalurgi pada tahap pelindian asam I bertujuan untuk memahami keterkaitan antara karakter mineralogi dan tekstur frit hasil fusi dengan respons hidrometalurgi ketika direaksikan dengan HCl. Pemahaman ini menjadi penting karena variasi fase mineral, ukuran partikel, hingga porositas residu dapat memengaruhi efisiensi pemisahan Fe dari Ti. Dalam konteks pelindian, besi oksida cenderung lebih mudah larut dalam HCl karena reaksinya yang langsung menghasilkan FeCl_3 terlarut. Hal ini tercermin pada konsentrasi Fe yang cepat meningkat dalam larutan pada tahap awal pelindian. Sebaliknya, Fe yang berasosiasi erat dengan Ti dalam struktur kompleks Fe–Ti–O menunjukkan ketahanan pelarutan yang lebih tinggi. Interaksi ini menyebabkan pelarutan Fe berlangsung lebih lambat karena ion H^+ harus menembus jaringan kristal Ti yang relatif stabil. Fenomena ini menegaskan pentingnya karakterisasi mineral awal, karena semakin banyak fase Fe yang terikat pada Ti, semakin sulit Fe dipisahkan secara selektif.

Adapun persentase *recovery* titanium dioksida hasil proses pelindian asam I dapat diketahui dengan menghitung massa TiO₂ pada endapan padat hasil pelindian asam I dibandingkan dengan massa TiO₂ pada umpan pelindian asam I didasarkan pada kadar pengujian XRF. Proses dilaksanakan dengan basis 50 gram seperti yang dijelaskan. Sehingga perhitungan *recovery* dilakukan dengan mengambil rata-rata setiap percobaan yang dilakukan. Berdasarkan data massa endapan dan kadar XRF yang disajikan pada Bab IV, maka hasil perhitungan dapat diperoleh seperti pada Tabel V.5.

Tabel V.5 Perhitungan *Recovery* Pelindian Asam I

Kadar TiO ₂ (awal)	Kadar TiO ₂ (produk)	Berat Awal (g)	Berat Produk (g)	Massa TiO ₂ awal (g)	Massa TiO ₂ Produk (g)	<i>Recovery</i> (%)
		50,08	21,41	19,42	18,06	93,00%
		50,02	22,73	19,40	19,18	98,86%
		50,03	22,66	19,40	19,12	98,53%
		50,03	22,32	19,40	18,83	97,05%
38,78%	84,37%	50,07	22,68	19,42	19,13	98,54%
		50,02	22,07	19,40	18,62	95,99%
		50,04	22,67	19,41	19,13	98,56%
		50,03	22,11	19,40	18,65	96,14%
		50,00	22,86	19,39	19,29	99,46%
Rata-rata		50,04	22,39	19,40	18,89	97,35%

Berdasarkan hasil perhitungan yang dilakukan pada data, persentase *recovery* titanium dioksida untuk proses pelindian asam I memiliki nilai rata-rata sebesar 97,35%.

Selain itu untuk mengetahui hasil dari pelarutan Fe di dalam larutan HCl 20%, dilakukan perhitungan persen ekstraksi Fe. Basis percobaan yang sama dilakukan sehingga proses perhitungan juga mengambil nilai rata-rata. Adapun persen ekstraksi Fe pada HCl menggunakan pendekatan rumus 5.8 sebagai berikut.

$$\% \text{ Ekstraksi} = \frac{Fe \text{ awal} - Fe \text{ Endapan}}{Fe \text{ awal}} \times 100\% \quad (5.7)$$

Keterangan : Fe awal = massa besi (Fe) pada umpan (gram)

Fe Produk = massa besi (Fe) pada produk hasil pelindian (gram)

Adapun hasil perhitungan disajikan dalam Tabel V.6.

Tabel V.6 Perhitungan Persen Ekstraksi Fe Pelindian Asam I

Kadar Fe FA_WL (awal)	Kadar Fe PIR1 (endapan)	Berat Awal (g)	Berat Produk (g)	Massa Fe awal (g)	Massa Fe Produk (g)	Ekstraksi (%)
61,22%	3,802%	50,08	21,41	30,66	0,81	97,34%
		50,02	22,73	30,62	0,86	97,18%
		50,03	22,66	30,63	0,86	97,19%
		50,03	22,32	30,63	0,85	97,23%
		50,07	22,68	30,65	0,86	97,19%
		50,02	22,07	30,62	0,84	97,26%
		50,04	22,67	30,63	0,86	97,19%
		50,03	22,11	30,63	0,84	97,26%
		50,00	22,86	30,61	0,87	97,16%
Rata-rata		50,04	22,39	30,63	0,85	97,22%

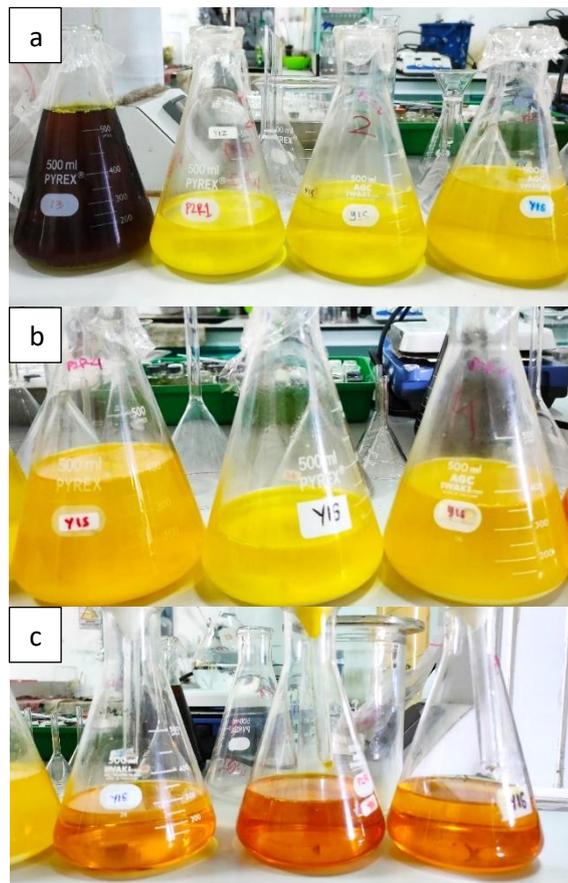
Berdasarkan hasil perhitungan yang dilakukan pada data, persen ekstraksi Fe untuk proses pelindian asam I memiliki nilai rata-rata sebesar 97,22%.

V.4 Analisis Proses Pelindian Asam II

Pelindian asam tahap dua dilakukan dengan menggunakan basis sampel sebanyak 20 gram setiap percobaan. Eksperimen dilakukan dengan memvariasikan empat parameter dengan tiga level. Proses dilakukan sebanyak 9 kali sesuai dengan variasi yang direncanakan pada *Design of experiment* (DOE) Taguchi. Pada sub-bab kali ini, untuk mempermudah penjelasan maka sub-bab dibagi ke dalam sub-subbab masing-masing analisis.

V.4.1 Analisis Visual

Pengamatan dilakukan terhadap karakteristik visual produk. Adapun citra visual yang dihasilkan untuk kesembilan produk endapan memiliki warna yang cenderung persis sama dengan endapan pelindian I, yaitu putih mencirikan titanium dioksida. Sehingga perbedaan masing-masing visual produk endapan tidak dapat dianalisis. Sedangkan citra visual pada produk endapan filtrat ditunjukkan pada Gambar V.2



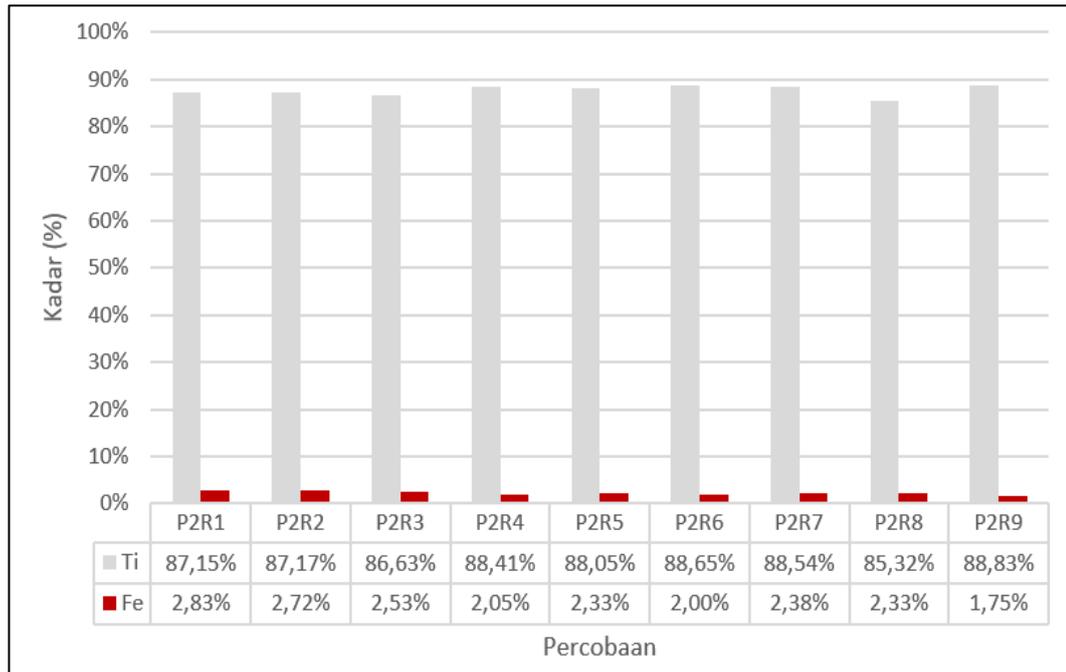
Gambar V.2 Filtrat Pelindian Asam II dari kiri ke kanan (a) P1R1; P2R1; P2R2, P2R3, (b) P2R4; P2R5, P2R6, dan (c) P2R7; P2R8, P2R9

Berdasarkan visualisasi tersebut, tampak bahwa produk P1R1 dan keseluruhan P2 memiliki kontras warna yang signifikan. Warna dari filtrat P1R1 memiliki warna coklat-kemerahan yang sangat pekat dan gelap mendekati hitam. Hal ini sesuai dengan hasil analisis XRF pada pelindian asam I dimana mayoritas Fe sudah larut dengan tingkat ekstraksi rata-rata sebesar 97,22%. Adapun dari masing-masing percobaan pelindian II memiliki warna yang terkelompokkan. Pada P2R1, P2R2, P2R3, P2R4, P2R5, dan P2R6 memiliki warna yang hampir sama, yaitu kuning terang. Produk tersebut teridentifikasi lebih terang diantara percobaan lainnya. Apabila menilik rancangan eksperimen, pada percobaan-percobaan tersebut menggunakan parameter konsentrasi HCl level rendah dan sedang (level 1 dan 2). Produk P2R1, P2R2, dan P2R3 menggunakan variasi konsentrasi HCl level 1 yaitu 20%. P2R3 memiliki warna yang sedikit lebih pekat karena suhu yang digunakan adalah level 3, yaitu 90°C. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Supriyatna (2024), dimana proses pelarutan dan hidrolisis titanium berjalan optimal pada temperatur 90°C. P2R4, P2R5, dan P2R6 juga memiliki warna sedikit lebih gelap karena menggunakan konsentrasi level 2, yaitu 25%. Sedangkan produk filtrat P2R7, P2R8, dan P2R9 memiliki warna coklat kemerahan. Tidak sepekat P1R1 namun lebih pekat dibandingkan keenam percobaan lainnya. Perbedaan utama ketiga percobaan ini adalah penggunaan konsentrasi level 3, yaitu 30%. Hal ini mengimpikasikan bahwa konsentrasi berpengaruh besar terhadap pelarutan besi dan mengindikasikan persentase kadar yang lebih tinggi. Namun untuk mengonfirmasi hal tersebut diperlukan analisis terhadap analisis Taguchi yang akan dibahas pada sub-bab selanjutnya.

V.4.2 Analisis Kadar

Pengujian kadar titanium dioksida terhadap produk endapan hasil pelindian asam tahap II dilakukan menggunakan karakterisasi XRF. Fokus utama analisis dilakukan terhadap unsur Ti dan Fe dan perubahannya setelah pelindian asam I. Selain itu, unsur Cl yang mengindikasikan hasil dari proses *washing* juga terdeteksi seperti yang ditunjukkan pada hasil XRF pada Bab IV koreksi oksida. Berdasarkan hasil tersebut, dapat terlihat bahwa keseluruhan produk endapan pelindian asam II mengindikasikan hal yang positif. Terdapat perubahan terhadap kadar Fe dan Ti.

Kadar TiO_2 pada P1R1 memiliki nilai 84,37%, Nilai tersebut mengalami peningkatan pada endapan proses pelindian asam II dengan rata-rata persentase kadar sebesar 87,97%. Begitu pula dengan Fe dimana pada P1R1 memiliki kadar 3,80%. Sedangkan pada endapan pelindian asam II seluruhnya mengalami penurunan dengan rata-rata kadar yang terukur sebesar 2,32%. Adapun diagram kadar pada Fe dan TiO_2 disajikan pada Gambar V.3.



Gambar V.3 Diagram Kadar TiO_2 dan Fe Pelindian Asam II

Berdasarkan diagram tersebut, tampak bahwa percobaan dengan keseluruhan nilai kadar TiO_2 berada di atas 85%. Adapun nilai kadar tertinggi diperoleh pada kode P2R9 dengan 88,83%. Kemudian diikuti secara berurutan hingga ke nilai yang paling rendah mulai dari P2R6, P2R7, P2R4, P2R5, P2R2, P2R1, P2R3, dan yang terakhir adalah P2R8. Sedangkan untuk kadar Fe terkecil dipimpin oleh P2R9 dengan besaran 1,75%, selaras dengan peringkat kadar TiO_2 . Selanjutnya diikuti oleh P2R6, P2R4, P2R5, P2R8, P2R7, P2R3, P2R2, dan P2R1. Adapun untuk memudahkan dalam melihat pemeringkatan, maka nilai persentase diurutkan dan hasilnya disajikan pada Tabel V.7.

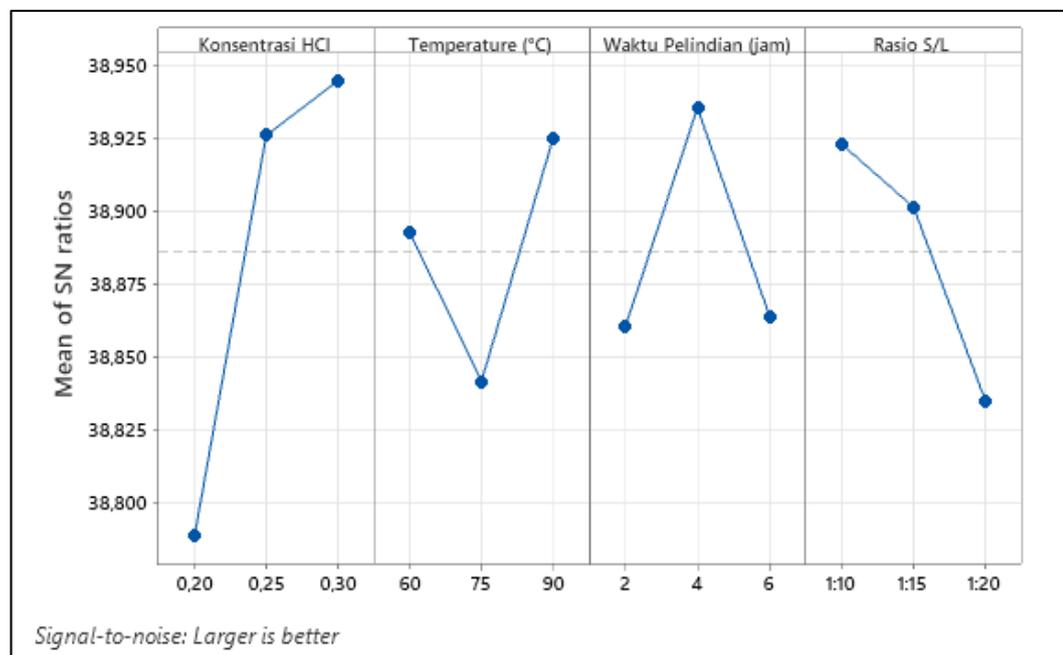
Tabel V.7 Peringkat Kadar Fe dan TiO₂ pada Setiap Percobaan

Peringkat	Fe		TiO ₂	
	Kode	Kadar	Kode	Kadar
1	P2R9	1,75%	P2R9	88,83%
2	P2R6	2,00%	P2R6	88,65%
3	P2R4	2,05%	P2R7	88,54%
4	P2R5	2,33%	P2R4	88,41%
5	P2R8	2,33%	P2R5	88,05%
6	P2R7	2,38%	P2R2	87,17%
7	P2R3	2,53%	P2R1	87,15%
8	P2R2	2,72%	P2R3	86,63%
9	P2R1	2,83%	P2R8	85,32%

Nilai kadar TiO₂ yang diperoleh memiliki nilai tertinggi sebesar 88,83%. Dibandingkan dengan studi lainnya, hasil yang diperoleh dalam penelitian ini cukup tinggi. Penelitian yang dilakukan oleh Ermawati dkk (2011), mengekstraksi titanium dioksida dari Jawa Barat menggunakan metode hidrometalurgi dengan rasio mol ilmenit dan Na₂CO₃ pada suhu 750°C dan menghasilkan TiO₂CO₃, yaitu 1:1, menghasilkan produk TiO₂ dengan kadar 64,62%. Selain itu, Indrawati dkk (2014) berhasil mengekstraksi TiO₂ menggunakan metode peleburan kaustik pada suhu dengan kandungan TiO₂ terbaik pada angka 76,54%. Sedangkan eksperimen yang dilakukan oleh Ginting (2023), melalui proses fusi alkali dan pelindian HCl menghasilkan kadar TiO₂ tertinggi pada 94,19%. Pada percobaan yang dilakukan peneliti, kandungan Cl masih terdeteksi akibat proses *washing* yang bersifat belum optimal. Adapun percobaan P2R9 yang memiliki kadar tertinggi diperoleh melalui kombinasi konsentrasi HCl 30%, temperatur 90°C, waktu pelindian 4 jam, dan rasio S/L 1:10. Namun kombinasi tersebut belum tentu merupakan parameter optimum. Hal ini disebabkan oleh penggunaan desain *Orthogonal* Taguchi. Sehingga untuk mengetahui nilai level setiap parameter yang bersifat optimum membutuhkan perhitungan *signal-to-noise ratio* (SNR) dengan konfigurasi *larger-is-better*. Dengan menggunakan perangkat lunak Microsoft Excel dan Minitab Versi 20. Hasil dari perhitungan dan plot SNR ditampilkan pada Tabel V.8 dan Gambar V.4.

Tabel V.8 Uji SNR Taguchi Pada Kadar TiO₂

<i>Response for Signal to Noise Ratios</i>				
<i>Larger is better</i>				
Level	Konsentrasi HCl	Temperatur	Waktu Pelindian	Rasio S/L
1	38,79	38,89	38,86	38,92
2	38,93	38,84	38,94	38,90
3	38,94	38,93	38,86	38,84
Delta	0,16	0,08	0,08	0,09
Rank	1	3	4	2

Gambar V.4 Plot SNR Variabel Terhadap Kadar TiO₂

Berdasarkan respon tersebut, dapat diketahui nilai SNR masing-masing variabel dan level percobaan. Setiap SNR selanjutnya diplot dan menghasilkan grafik seperti pada Gambar V.7 diatas. Plot tersebut menunjukkan bahwa nilai optimum untuk parameter konsentrasi HCl adalah level 3, yaitu 30% HCl. Hal ini sesuai dengan teori reaksi kimia dimana konsentrasi reaktan yang lebih tinggi dapat menghasilkan produk dengan kemurnian yang lebih tinggi. Menurut Hukum Le Chatelier, reaksi pelindian bergerak ke arah konsumsi HCl. Hal ini berarti seiring dengan waktu pelindian berlangsung, keasaman larutan menurun. Penurunan keasaman dapat mengaktifkan reaksi hidrolisis. Selain itu, konsentrasi TiOCl₂ meningkat seiring

pelarutan Ti dalam larutan, mempercepat reaksi hidrolisis menjadi $\text{TiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Shin dkk, 2019). Percobaan oleh Wang (2010) dan Supriyatna (2023) mengonfirmasi bahwa pelindian titanium dioksida pada konsentrasi asam lebih tinggi menghasilkan kadar yang lebih tinggi. Selanjutnya pada parameter temperatur, nilai paling optimal adalah 90°C . Hal ini selaras dengan penelitian oleh Ginting (2022) dimana pada suhu tinggi proses hidrolisis TiO_2 berjalan lebih cepat, menghasilkan proses pemisahan yang optimal. Hidrolisis TiO_2 memiliki pengaruh besar terhadap suhu dimana semakin tinggi proses pelindian maka proses hidrolisis dapat berlangsung lebih cepat segera setelah pelarutan (Middlemas dkk, 2013). Pada parameter waktu pelindian menunjukkan nilai optimum pada waktu 4 jam sesuai dengan nilai optimal pada proses pelindian asam I. Sedangkan pada rasio S/L, level terendah yaitu 1:10 menjadi nilai optimal terhadap kadar. Hal ini dapat terjadi apabila pada proses pelindian eksesif terjadi proses reduksi Ti^{4+} menjadi Ti^{3+} . Karena afinitas Ti^{3+} terhadap oksidasi lebih besar dibandingkan dengan Fe^{2+} , keberadaan sejumlah kecil Ti^{3+} di dalam larutan dapat mengurangi kecenderungan ion Fe^{2+} untuk teroksidasi menjadi Fe^{3+} . Hal ini kemungkinan dapat mencemari TiO_2 yang terbentuk (Zhang, 2011). Sehingga kesimpulan dari hasil plot tersebut, nilai optimum setiap parameter adalah HCl 30%, suhu 90°C , waktu 4 jam, dan rasio S/l 1:10. Kombinasi optimum tersebut diketahui ada pada percobaan P2R9, maka dari itu percobaan P2R9 merupakan parameter optimum terhadap nilai kadar TiO_2 .

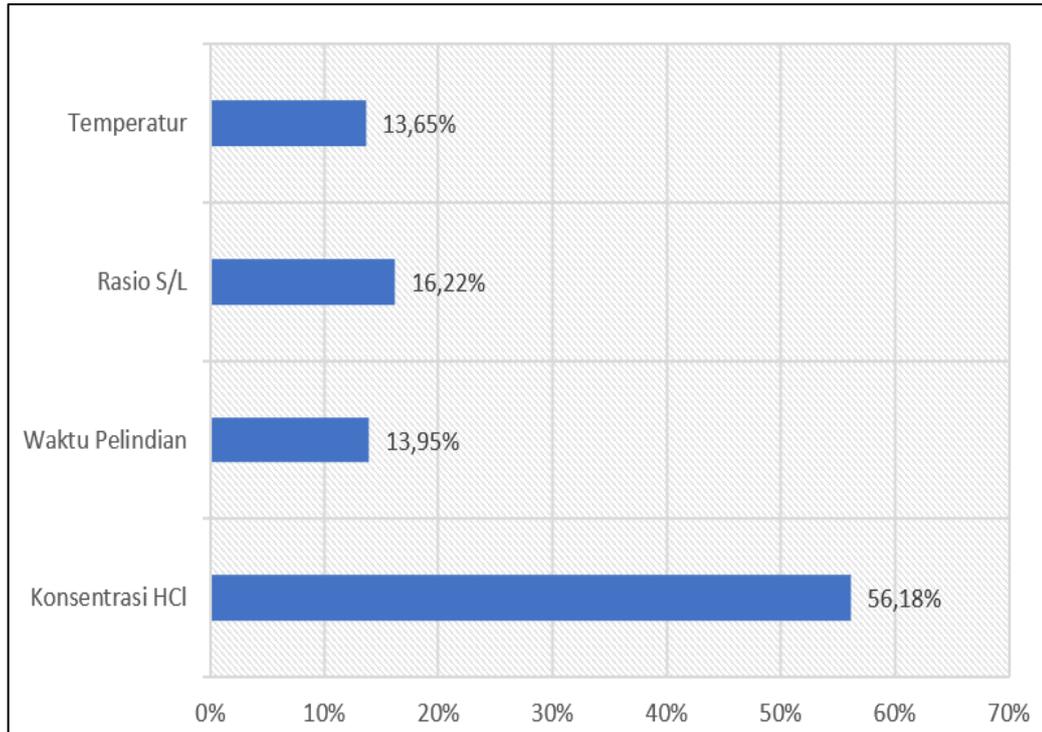
Selanjutnya, delta merupakan hasil perhitungan yang diperoleh dengan menghitung selisih nilai SNR terbesar dan terkecil. Nilai delta dapat menunjukkan peringkat pengaruh variabel-variabel yang digunakan terhadap nilai kadar. Delta terbesar merupakan variabel yang paling berpengaruh. Peringkat pengaruh menurun secara berurutan dari nilai delta terbesar ke nilai terkecil. Pada hasil perhitungan tersebut, diidentifikasi bahwa variabel yang paling mempengaruhi nilai kadar secara berurutan adalah konsentrasi HCl, diikuti oleh rasio S/L, temperatur, dan waktu pelindian. Perhitungan yang dilakukan oleh SNR Taguchi terbatas dalam pemeringkatan pengaruh yang didasari oleh nilai delta sehingga tidak dapat digunakan untuk membaca seberapa besar porsi pengaruh dan interaksi antar parameternya. Maka dari itu, untuk mendukung analisis pengaruh variabel yang lebih dalam dibutuhkan metode statistika ANOVA. Sistem ANOVA memungkinkan

untuk melakukan analisis terhadap nilai SNR hasil olahan Taguchi. Adapun hasil perhitungan oleh ANOVA menggunakan perangkat lunak Minitab versi 20 terhadap data kadar ditampilkan pada Tabel V.9.

Tabel V.9 Uji ANOVA Pada Kadar TiO₂

<i>Source</i>	<i>DF</i>	<i>Seq SS</i>	<i>Contribution</i>	<i>Adj SS</i>	<i>Adj MS</i>	<i>F-Value</i>	<i>P-Value</i>
Konsentrasi HCl	2	0,04360	56,18%	0,04360	0,021802	4,11	0,196
Waktu Pelindian	2	0,01083	13,95%	0,01083	0,005413	1,02	0,495
Rasio S/L	2	0,01259	16,22%	0,01259	0,006294	1,19	0,457
Error	2	0,01060	13,65%	0,01060	0,005298		
Total	8	0,07761	100,00%				

Analisis dilakukan terhadap tiga variabel dengan pengaruh tertinggi untuk mendapatkan nilai *residual error* sehingga *F-value* dan *P-value* dapat dihitung. Berdasarkan tabel hasil ANOVA diatas, diperoleh untuk setiap variabel memiliki nilai *Degrees of Freedom* (DoF) dua. Nilai variabilitas cukup kecil karena data yang digunakan tidak bersifat duplo atau duplikasi. Penjelasan yang dapat mendukung alasan tersebut adalah karena bahan yang digunakan berjumlah terbatas. Hasil perhitungan persentase kontribusi menunjukkan bahwa pengaruh terbesar terhadap nilai kadar adalah konsentrasi HCl dengan besaran 56,18%. Sedangkan tiga variabel lain memiliki pengaruh yang kecil dimana rasio S/L, waktu pelindian, dan temperatur memiliki persentase kontribusi masing-masing 16,22%; 13,95%; dan 13,65%. Kemudian berdasarkan angka *F-Value* dan *P-Value* menunjukkan bahwa keseluruhan variabel masih berada dibawah taraf signifikansi. *F-Value* masih berada dibawah angka *F*-hitung (<19) sedangkan *P-Value* masih berada pada nilai yang diatas 0,05. Hal ini terjadi karena pengambilan data tidak dilakukan secara duplikasi. Namun persen kontribusi dapat dijadikan acuan utama dalam mempertimbangkan proses pelindian asam dalam hal ini variabel konsentrasi HCl menjadi parameter dengan pengaruh yang sangat tinggi. Berikut merupakan visualisasi diagram persen kontribusi hasil ANOVA terhadap nilai kadar untuk memudahkan pembacaan yang dapat dilihat pada Gambar V.5.



Gambar V.5 Persen Kontribusi ANOVA Terhadap Kadar TiO_2

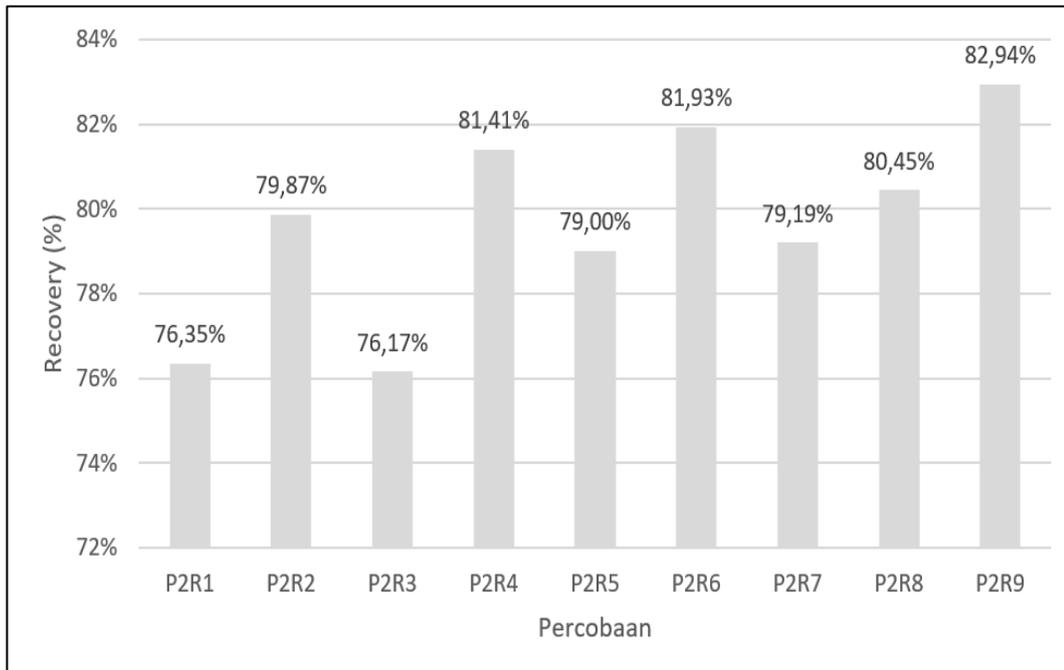
V.4.3 Analisis *Recovery*

Persentase *recovery* titanium dioksida hasil proses pelindian asam II dapat diketahui dengan menghitung massa Ti pada endapan padat hasil pelindian asam II dibandingkan dengan massa Ti pada umpan pelindian asam II. Nilai massa didasarkan pada kadar hasil pengujian XRF dikali dengan berat endapan yang dihasilkan sesuai dengan rumus *recovery* yang sama seperti pada perhitungan pelindian asam I. Perhitungan dilakukan dan selanjutnya dianalisis menggunakan SNR *larger-is-better* dan ANOVA untuk mengetahui parameter optimal dan besar pengaruhnya terhadap nilai konsentrasi. Berdasarkan data massa endapan dan kadar XRF yang disajikan pada Bab IV, maka hasil perhitungan *recovery* pelindian asam II dapat diperoleh seperti pada Tabel V.10.

Tabel V.10 Perhitungan *Recovery* Pelindian Asam II

Kode	Kadar TiO ₂ (awal)	Kadar TiO ₂ (produk)	Berat Awal (g)	Berat Produk (g)	Massa TiO ₂ awal (g)	Massa TiO ₂ Produk (g)	<i>Recovery</i> (%)
P2R1	84,37%	87,15%	20,01	14,79	16,88	12,89	76,35%
P2R2	84,37%	87,17%	20,00	15,46	16,87	13,48	79,87%
P2R3	84,37%	86,63%	20,02	14,85	16,89	12,86	76,17%
P2R4	84,37%	88,41%	20,03	15,56	16,90	13,76	81,41%
P2R5	84,37%	88,05%	20,00	15,14	16,87	13,33	79,00%
P2R6	84,37%	88,65%	20,02	15,61	16,89	13,84	81,93%
P2R7	84,37%	88,54%	20,01	15,10	16,88	13,37	79,19%
P2R8	84,37%	85,32%	20,00	15,91	16,87	13,57	80,45%
P2R9	84,37%	88,83%	20,02	15,77	16,89	14,01	82,94%

Selanjutnya, hasil tabulasi data tersebut kemudian diolah ke dalam bentuk diagram untuk memudahkan pembacaan data. Diagram *recovery* untuk pelindian asam II disajikan pada Gambar V.6 berikut.



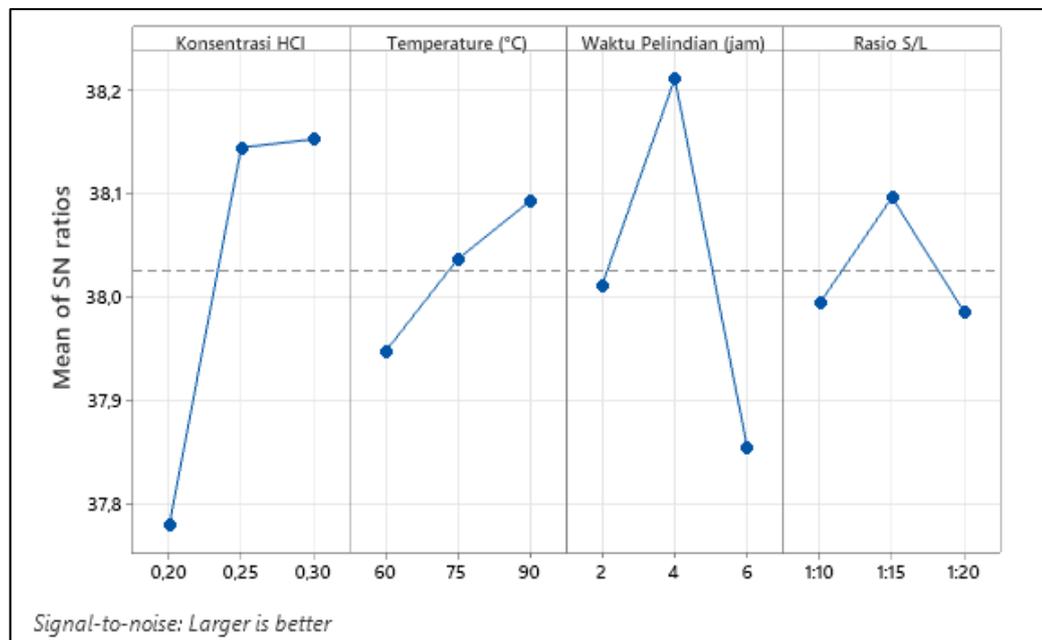
Gambar V.6 Diagram *Recovery* TiO₂ Pelindian Asam II

Berdasarkan diagram tersebut, tampak bahwa nilai persentase *recovery* terbesar diperoleh pada percobaan P2R9 dengan nilai 82,94% dan diikuti oleh P2R6 sebesar

81,93%. Kedua peringkat teratas memiliki posisi yang sama dengan tingkat kadar. Hal ini terlihat karena massa endapan yang diperoleh pada kedua percobaan tersebut juga cukup tinggi sehingga selaras. Selanjutnya, nilai *recovery* terbesar ketiga adalah pada percobaan P2R4 hingga ke angka terkecil dilanjutkan oleh P2R8, P2R2, P2R7, P2R5, P2R1, dan P2R3. Penjelasan mengenai hasil tersebut dilakukan setelah mengetahui pengaruh parameter menggunakan metode statistika. Adapun tabulasi perhitungan dan diagram hasil analisis statistika ditampilkan pada Tabel V.11, Tabel V.12, Gambar V.7, dan Gambar V.8 berikut.

Tabel V.11 Uji SNR Taguchi Pada *Recovery*

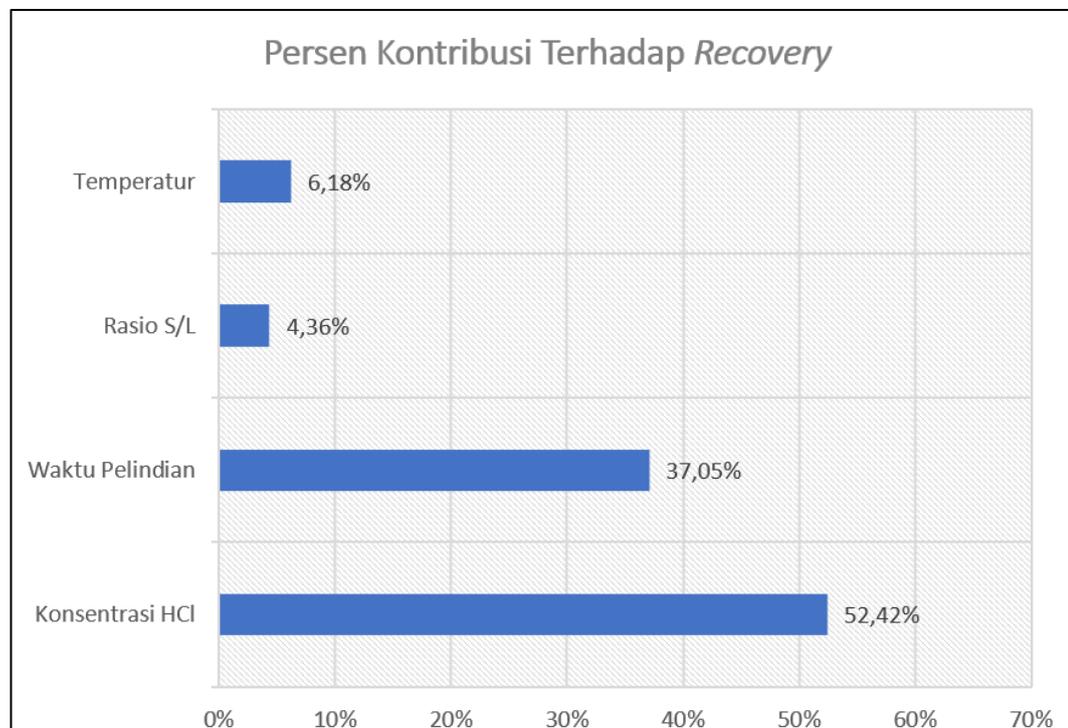
<i>Response for Signal to Noise Ratios</i>				
<i>Larger is better</i>				
Level	Konsentrasi HCl	Temperatur	Waktu Pelindian	Rasio S/L
1	37,78	37,95	38,01	37,99
2	38,15	38,04	38,21	38,10
3	38,15	38,09	37,85	37,99
Delta	0,37	0,15	0,36	0,11
Rank	1	3	2	4



Gambar V.7 Plot SNR Variabel Terhadap Kadar TiO₂

Tabel V.12 Uji ANOVA pada *Recovery* TiO₂

<i>Source</i>	<i>DF</i>	<i>Seq SS</i>	<i>Contribution</i>	<i>Adj SS</i>	<i>Adj MS</i>	<i>F-Value</i>	<i>P-Value</i>
Konsentrasi HCl	2	0,27306	52,42%	0,27306	0,13653	12,04	0,077
Waktu Pelindian	2	0,19298	37,05%	0,19298	0,09649	8,51	0,105
Temperatur	2	0,03219	6,18%	0,03219	0,01610	1,42	0,413
Error	2	0,02269	4,36%	0,02269	0,01134		
Total	8	0,52092	100,00%				

Gambar V.8 Persen Kontribusi ANOVA Terhadap *Recovery* TiO₂

Berdasarkan hasil perhitungan statistika Taguchi, diperoleh masing-masing nilai SNR untuk setiap parameter. Hasil plot pada Gambar V.10 menunjukkan bahwa untuk nilai optimal untuk proses pelindian asam II terhadap *recovery* adalah menggunakan HCl dengan konsentrasi HCl 30%, waktu pelindian 4 jam, temperatur 90°C, dan rasio S/L 1:15. Konsentrasi HCl tinggi dapat meningkatkan ekstraksi Fe berkadar rendah pada umpan. Hal ini mengakibatkan kadar TiO₂ pada endapan meningkat seperti yang telah dibahas pada hasil analisis kadar. Adapun

massa yang diperoleh pada proses pelindian asam II tidak memiliki perbedaan yang terlalu jauh pada setiap percobaan. Hal ini mengakibatkan perbedaan kadar sangat berpengaruh pada nilai *recovery* menyebabkan nilai optimal pada variasi konsentrasi berbanding lurus baik terhadap kadar maupun *recovery*. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Nayl dan Aly (2009) yang menemukan bahwa persentase hasil pelindian titanium dan besi dari ilmenit yang dilakukan *pre-treatment (roasting)* meningkat seiring dengan peningkatan konsentrasi asam. Selain itu, Liu, dkk (2015) menunjukkan bahwa persentase *recovery* TiO₂ dalam residu meningkat seiring dengan peningkatan konsentrasi asam. Pada variabel waktu, nilai optimum diperoleh pada waktu 4 jam. Eksperimen oleh Zhang (2011) menjelaskan bahwa peningkatan efisiensi pelindian sebanding dengan bertambahnya waktu terkait dengan waktu kontak yang lebih lama antara ilmenit dan asam klorida. Namun ada efek yang bertentangan pada waktu antara 2-5 jam akibat proses hidrolisis titanium dan melepaskan kembali ion Cl⁻. Akibatnya terjadi peningkatan kekuatan ion pada larutan, meningkatkan kembali reaktivitas HCl dan efek pelarutan. Hal ini menjelaskan mengapa pada waktu percobaan 6 jam efek *recovery* sedikit menurun karena ada pelarutan kembali pada endapan dalam kondisi pengadukan. Penjelasan tersebut membuktikan bahwa nilai optimum proses pelindian ada pada waktu 4 jam. Kemudian efek temperatur optimal berada pada angka 90°C. Persentase pelindian titanium dan besi dalam ilmenit meningkat secara signifikan dengan peningkatan suhu dari 25°C menjadi 80°C (Lasheen 2005). Namun pada suhu lebih dari itu dapat menimbulkan kondisi peningkatan kehilangan uap HCl dan hidrolisis titanium secara intensif (Tao dkk, 2012). Hal tersebut menjelaskan bahwa pada suhu 90°C tingkat *recovery* titanium pada endapan merupakan suhu optimum. Selanjutnya, rasio S/L menunjukkan bahwa nilai perbandingna 1:15 merupakan rasio optimal. Hal ini diakibatkan oleh dengan peningkatan rasio S/L selaras dengan peningkatan kontak antar larutan dengan partikel seperti percobaan yang dilakukan oleh Ramadan dkk (2016). Namun basis 20 gram pada percobaan merupakan jumlah yang terbilang sedikit sehingga pada rasio yang lebih besar, viskositas menjadi terlalu rendah dan kontak menjadi tidak optimal.

Berdasarkan nilai delta yang terhitung, nilai tertinggi pengaruh ada pada variabel konsentrasi, diikuti oleh waktu pelindian, temperatur, dan yang terakhir adalah rasio *solid-liquid*. Kemudian untuk memperdalam analisis, hasil ANOVA menunjukkan bahwa persen kontribusi parameter didominasi oleh dua parameter terbesar dengan nilai gabungan hampir 90%, yaitu konsentrasi HCl dan waktu pelindian. Adapun nilai persen kontribusi masing-masing adalah 52,42% untuk konsentrasi dan 37,05% untuk waktu pelindian. Hal ini dapat dipahami karena kombinasi dari konsentrasi tinggi dan waktu pelindian optimal dapat menghasilkan kadar tinggi dan massa endapan yang maksimal. Sehingga persen *recovery* sangat dipengaruhi kedua parameter tersebut. Adapun angka *F-Value* dan *P-Value* menunjukkan bahwa keseluruhan variabel masih berada dibawah taraf signifikansi. *F-Value* berada dibawah angka F-hitung (<19) sedangkan *P-Value* masih berada pada nilai diatas 0,05. Hal ini terjadi karena pengambilan data tidak dilakukan secara duplikasi. Namun persen kontribusi dapat dijadikan acuan utama dalam mempertimbangkan proses pelindian asam dalam hal ini kombinasi variabel konsentrasi HCl dan waktu pelindian menjadi parameter dengan pengaruh sangat dominan.

Kemudian mengetahui pelarutan Fe di dalam larutan HCl pada setiap percobaan, dilakukan perhitungan persen ekstraksi Fe yang disajikan pada Tabel V.13.

Tabel V.13 Perhitungan Persen Ekstraksi Fe Pelindian Asam II

Kode	Kadar Fe (awal)	Kadar Fe (endapan)	Fe Awal (g)	Fe Endapan (g)	% Ekstraksi
P2R1	3,8%	2,830%	0,76	0,42	44,98%
P2R2	3,8%	2,719%	0,76	0,42	44,72%
P2R3	3,8%	2,534%	0,76	0,38	50,56%
P2R4	3,8%	2,053%	0,76	0,32	58,05%
P2R5	3,8%	2,328%	0,76	0,35	53,65%
P2R6	3,8%	1,995%	0,76	0,31	59,09%
P2R7	3,8%	2,379%	0,76	0,36	52,78%
P2R8	3,8%	2,329%	0,76	0,37	51,27%
P2R9	3,8%	1,749%	0,76	0,28	63,76%
Rata-rata				0,36	53,21%

Berdasarkan hasil perhitungan yang dilakukan pada data, persen ekstraksi Fe untuk proses pelindian asam II memiliki nilai tertinggi pada percobaan P2R9, yaitu 63,76%. Kemudian diikuti oleh percobaan P2R6, P2R4, P2R5, P2R7, P2R8, P2R3, P2R1, dan yang terakhir P2R2. Hasil tersebut sebanding dengan urutan nilai *recovery* terutama untuk tiga teratas. Secara rata-rata, diperoleh nilai % ekstraksi 53,21%. Hal ini dapat menjelaskan bahwa proses pelindian asam II dapat mengekstraksi Fe tersisa pada sampel, meningkatkan tingkat kadar dan *recovery* dengan persen ekstraksi pada kondisi optimum adalah 63,76%. Sedangkan *recovery* TiO₂ total dapat dihitung dengan mengalikan keseluruhan *recovery* setiap proses. Hasil *recovery* total untuk percobaan tertinggi, yaitu P2R9 adalah sebesar 73,23%

V.4.4 Analisis Fasa Senyawa

Senyawa hasil endapan dilakukan karakterisasi XRD diolah menggunakan perangkat lunak HighScore Plus dan Origin terhadap seluruh percobaan..

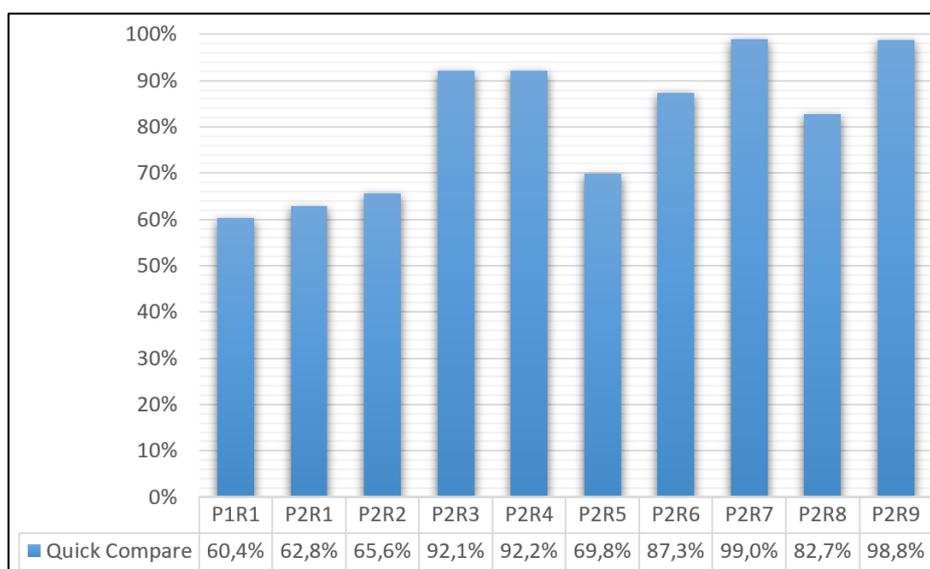
Berdasarkan hasil analisis XRD pada Gambar V.9, data yang dihasilkan pada produk P2R1 dan P2R9 mengonfirmasi keberadaan titanium dioksida sebagai senyawa tunggal dalam bentuk mineral rutil. Hasil analisis menunjukkan sampel tersebut memiliki sebaran beberapa puncak yang teridentifikasi sebagai mineral rutil (TiO₂) sama dengan yang dihasilkan oleh produk P1R1. Perolehan senyawa ini mengonfirmasi hasil penelitian yang dilakukan oleh Ginting, dkk (2022) dimana pada proses pelindian HCl ilmenite yang didahului oleh proses fusi kaustik menghasilkan senyawa tunggal rutil. Adapun rutil terdeteksi pada nilai 2θ [Theta] sekitar 27°; 36°; 41°; 44°; 55°; 63 dan 69° untuk keseluruhan percobaan. Pada produk P2R1, nilai 2θ [Theta] terdeteksi 27,23°; 35,88°; 41,14°; 44,64°; 54,03°; 62,77 dan 69,83°. Pada produk P2R2, nilai 2θ [Theta] terdeteksi 27,56°; 36,08°; 41,10°; 44,61°; 54,21°; 62,74 dan 69,74°. Kemudian di produk P2R3, nilai 2θ [Theta] terdeteksi 27,38°; 35,95°; 41,31°; 44,62°; 54,07°; 62,82 dan 69,79°. Pada produk P2R4, nilai 2θ [Theta] terdeteksi 27,42°; 36,02°; 41,09°; 44,58°; 54,28°; 62,80 dan 69,89°. Produk P2R5, nilai 2θ [Theta] terdeteksi 27,23°; 35,88°; 41,14°; 44,64°; 54,03°; 62,77 dan 69,83°. Pada produk P2R6, nilai 2θ [Theta] terdeteksi 27,13°; 35,97°; 41,09°; 44,61°; 56,54°; 62,87 dan 69,88°. Produk P2R7, nilai 2θ [Theta] terdeteksi 27,33°; 36,07°; 41,01°; 44,61°; 56,44°; 62,81 dan 69,86°.

Sedangkan di produk P2R8, nilai 2θ [Theta] terdeteksi $27,38^\circ$; $35,97^\circ$; $41,10^\circ$; $44,59^\circ$; $54,35^\circ$; $62,91^\circ$ dan $69,76^\circ$. Di produk P2R9, nilai 2θ [Theta] terdeteksi $27,43^\circ$; $36,18^\circ$; $41,24^\circ$; $44,63^\circ$; $54,21^\circ$; $62,87^\circ$ dan $69,82^\circ$. Hal ini membuktikan dan menguatkan hasil analisis kadar pada sub-subbab sebelumnya dimana kadar Ti menunjukkan nilai yang sangat tinggi diatas 85%. Sedangkan dari segi intensitas puncak, masing-masing percobaan memiliki nilai yang sangat mirip sehingga tidak tampak adanya perbedaan berarti.

V.4.5 Analisis Gugus Fungsi

Berdasarkan hasil analisis FTIR, terdeteksi bahwa produk P2R1 memiliki beberapa ikatan pada beberapa panjang gelombang. Bilangan 3194 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 2115 cm^{-1} , 2162 cm^{-1} dan 2323 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1618 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH dan pada panjang gelombang 479 terdapat ikatan Ti-O. Produk P2R2 pada bilangan 3202 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 2110 cm^{-1} , 2200 cm^{-1} dan 2331 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1629 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH dan pada panjang gelombang 487 terdapat ikatan Ti-O. Selanjutnya produk P2R3 pada bilangan 3215 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 2052 cm^{-1} , 2168 cm^{-1} dan 2329 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1629 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH, pada angka 1111 cm^{-1} Ti-O *stretching*, dan pada panjang gelombang 501 terdapat ikatan Ti-O. Kemudian, produk P2R4 pada bilangan 3239 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 1995 cm^{-1} , 2168 cm^{-1} dan 2352 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1623 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH, pada angka 1105 cm^{-1} Ti-O *stretching*, dan pada panjang gelombang 503 terdapat ikatan Ti-O. Produk P2R5 pada bilangan 3209 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 1992 cm^{-1} , 2108 cm^{-1} dan 2326 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1626 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH, pada angka 1105 cm^{-1} Ti-O *stretching*, dan pada panjang gelombang 498 terdapat ikatan Ti-O. Produk P2R6 pada bilangan 3241 cm^{-1}

¹ menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 1979 cm^{-1} , 2165 cm^{-1} dan 2326 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1626 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH, pada angka 1116 cm^{-1} Ti-O *stretching*, dan pada panjang gelombang 503 terdapat ikatan Ti-O. Kemudian, produk P2R7 pada bilangan 3273 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 2047 cm^{-1} , 2165 cm^{-1} dan 2313 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1629 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH, pada angka 1105 cm^{-1} Ti-O *stretching*, dan pada panjang gelombang 485 terdapat ikatan Ti-O. Produk P2R8 pada bilangan 3209 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 1987 cm^{-1} , 2097 cm^{-1} dan 2323 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1613 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH, pada angka 1116 cm^{-1} Ti-O *stretching*, dan pada panjang gelombang 503 terdapat ikatan Ti-O. Dan untuk yang terakhir, produk P2R9 pada bilangan 3239 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Pada bilangan 1995 cm^{-1} , 2168 cm^{-1} dan 2352 cm^{-1} menunjukkan terdeteksinya ikatan O-H yang teradsorpsi pada H_2O . Panjang gelombang 1623 cm^{-1} terdapat O-H *bending* Ti-OH, pada angka 1105 cm^{-1} Ti-O *stretching*, dan pada panjang gelombang 503 terdapat ikatan Ti-O. Adapun diagram hasil *quick compare* menggunakan perangkat lunak OPUS hasil FTIR setiap percobaan terhadap TiO_2 degussa dapat dilihat pada Gambar V.9 berikut.

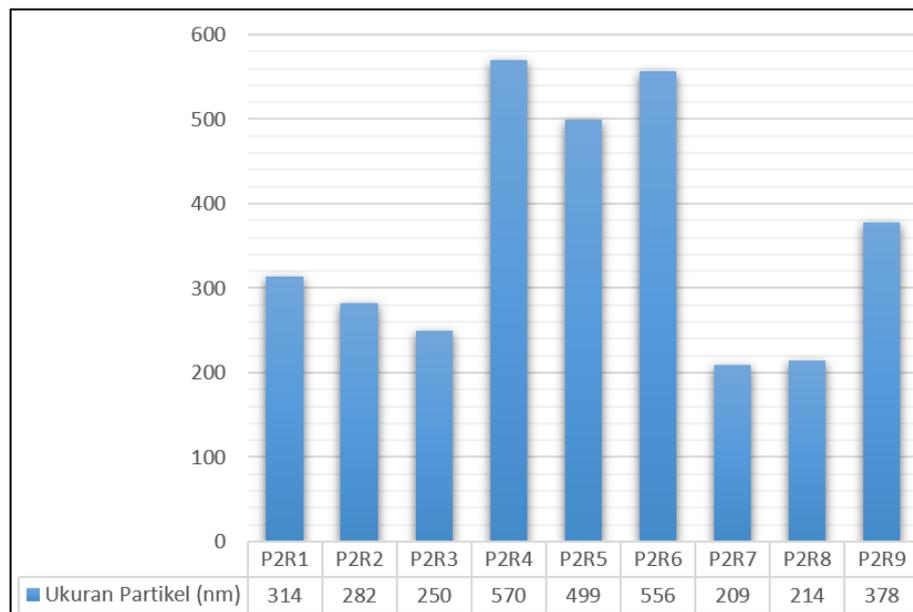


Gambar V.9 *Quick Compare* Hasil FTIR Setiap Variasi

Berdasarkan diagram di atas, dapat dilihat bahwa persentase *quick compare* terbesar ada pada percobaan P2R7. P2R7 memiliki nilai kemiripan 99,0% dengan kombinasi parameter konsentrasi HCl 30%, suhu 60°C, waktu 6 jam, dan rasio *solid/liquid* 1:15. Kemudian diikuti oleh P2R9 dengan nilai 98,8%, peringkat ketiga ada pada percobaan P2R4 dengan nilai 92,2%, P2R3 memiliki persentase 92,1%, P2R6 dengan 87,3% dan P2R8 dengan tingkat kemiripan 82,7%. Sedangkan percobaan yang lain memiliki nilai persentase dibawah 80%. Angka yang rendah dibawah 80% disebabkan oleh kehadiran ikatan O-H hidrasi yang memiliki intensitas cukup tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa peristiwa hidrolisis pada proses pelindian asam II bersifat intensif dan dalam suasana dan kondisi yang mendukung untuk membentuk reaksi kimia terhidrat dalam percobaan tersebut. Adapun berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Lumbantoruan (2024), penghilangan ikatan O-H hidrasi dapat dilakukan dengan kalsinasi dan dapat meningkatkan nilai persentase komparasi hingga diatas 95% kemiripan.

V.4.6 Analisis Ukuran Partikel

Analisis ukuran butir dilakukan untuk memastikan pembentukan nano-titanium dioksida (TiO₂). Adapun karakterisasi ini menggunakan uji PSA dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar V.10.



Gambar V.10 Ukuran Partikel Nano-TiO₂ Setiap Variasi

Nano-Titanium dioksida (TiO_2) memiliki partikel yang sangat kecil. Ukuran nano memiliki satuan 1000^{-1} mikron atau 1×10^{-6} mm. Ukuran yang bahkan lebih kecil dari sel. Nano- TiO_2 banyak dimanfaatkan sebagai fotokatalis karena memiliki sifat optik yang baik (Wei dkk, 2013), toksisitas rendah, memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, harganya relatif terjangkau, keberadaan bijihnya yang cukup melimpah, tidak larut dalam air, bersifat semikonduktor dengan *band gap* yang lebar, dan memiliki luas permukaan yang besar. Keunikan sifat ini juga dapat ditingkatkan dengan mendesain TiO_2 dengan berbagai macam ukuran partikel, kristalinitas, dan morfologi kristal (Sagadevan, 2013; Wang dkk, 2010). Berdasarkan hasil analisis PSA pada produk endapan pelindian asam II, ukuran terkecil diperoleh pada produk P2R7 dengan ukuran 209 nm. Sedangkan ukuran terbesar diperoleh pada produk P2R4 dengan ukuran 570 nm. Partikel TiO_2 terbentuk melalui proses pelarutan frit ilmenite terlebih dahulu. Butiran mengalami reaksi kimia berupa pelepasan dan pertukaran ion, memecah padatan ke dalam bentuk larutan. Selanjutnya, Ti yang larut mengalami proses hidrolisis dengan cara membentuk nukleus-nukleus yang berkembang menjadi mineral-mineral rutil. Adapun nukleasi dalam larutan TiOCl_2 akibat peristiwa hidrolisis diperkirakan terus-menerus bersifat terbatas dalam bentuk inti kecil. Inti ini memiliki ukuran yang tidak melebihi radius dan tidak dapat melanjutkan pertumbuhan butir sehingga menyebabkan ukuran partikel dalam rentang nano hingga mikrometer (Shin dkk, 2019).

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan pada bab sebelumnya, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Pasir ilmenit Banten memiliki karakteristik sampel dengan kandungan mineral ilmenit, kuarsa dan bornit dengan kadar Fe 52,12% dan TiO₂ 34,71%. Sampel bersifat *highly-magnetic* dengan derajat kebebasan 92,77%. Nilai P₈₀ distribusi ukuran partikel ilmenit pada 95,08 mesh dengan persen *recovery* proses magnetisasi bernilai 97,44%. Berdasarkan uji-T, proses magnetisasi tidak bersifat signifikan dalam menurunkan kadar pengotor.
2. Proses fusi kaustik dengan rasio Ti : NaOH (1:2 w/w), suhu 850°C, dan waktu 1 jam serta pelindian air rasio 1:5 w/v, suhu 75°C, waktu 30 menit dapat menghasilkan pembentukan senyawa Na₂TiO₃ dan FeO dengan kadar TiO₂ 38,78% dan Fe 61,22%. Persen *recovery* fusi kaustik dan pelindian air sebesar 93,08%. Berdasarkan uji-T, proses fusi alkali dan pelindian air bersifat signifikan dalam menurunkan kadar pengotor.
3. Pelindian asam I dengan parameter konsentrasi HCl 20%, rasio S/L 1:5 (w/v), temperatur 90°C, dan waktu pelindian 4 jam dapat memisahkan besi dalam larutan dan TiO₂ dalam endapan padat. Kadar yang diperoleh TiO₂ 84,367% dan Fe 3,802%. Senyawa yang teridentifikasi berupa rutil dengan hasil FTIR menunjukkan tingkat komparasi sebesar 60,4%. Rata-rata persen *recovery* TiO₂ bernilai 97,35% dan persen ekstraksi Fe sebesar 97,22%.
4. Pelindian asam II dengan variasi pada parameter konsentrasi HCl, rasio S/L, temperatur, dan waktu pelindian menghasilkan nilai parameter optimal menggunakan SNR Taguchi terhadap kadar adalah konsentrasi 30%, waktu pelindian 4 jam, temperatur 90°C, dan rasio S/L 1:10. Sedangkan parameter optimal terhadap *recovery* adalah konsentrasi 30%, waktu pelindian 4 jam, temperatur 90°C, dan rasio S/L 1:15. Kadar tertinggi diperoleh pada produk

P2R9 sebesar 88,83% sedangkan *recovery* tertinggi pada produk P2R9 dengan nilai 82,94%. Hasil ANOVA menampilkan persen kontribusi variabel terhadap nilai kadar tertinggi ada pada konsentrasi HCl sebesar 56,18%. Sedangkan persen kontribusi variabel terhadap *recovery* didominasi oleh konsentrasi 52,42% dan waktu pelindian 37,05%. Senyawa yang teridentifikasi berupa senyawa tunggal rutil dengan hasil FTIR menunjukkan tingkat komparasi terbesar pada produk P2R7 sebesar 99%. Rata-rata persen ekstraksi Fe sebesar 53,2% dengan ukuran partikel terkecil diperoleh pada 209 nm.

VI.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka penulis dapat memberikan saran terhadap penelitian yang akan datang sebagai berikut:

1. Menguji percobaan pada variasi waktu yang lebih sempit (3,5 ; 4 ; dan 4,5 jam) untuk lebih menjelaskan waktu optimal pelindian asam II terhadap *recovery* TiO₂ didasarkan proses hidrolisis yang terjadi.
2. Penetapan nilai optimal proses *washing* pada setiap variasi konsentrasi untuk meningkatkan tingkat komparasi FTIR.
3. Menguji percobaan dengan pengambilan data secara duplo agar hasil uji statistic yang diperoleh lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbad, M. M. B., Abdul, A. H. K., Abu, B. M., Takriff, M. S., Kamaruzzaman, S. (2012). Synthesis and catalytic activity of TiO₂ nanoparticles for photochemical oxidation of concentrated chlorophenols under direct solar radiation. *International Journal of Electrochemical Science*. 7, 4871–4888.
- Abdou, A. A., Manaa, E. A., Zaki, S. A. (2015). Synthetic rutile preparation from Egyptian Ilmenite using hydrochloric acid in the presence of cellulose as reducing agent. *International Journal of Multidisciplinary Research and Development*, 2. pp. 443–451
- Abdelgalil, M. S., El-Barawy, K., Ge, Y., & Xia, L. (2023). The Recovery of TiO₂ from Ilmenite Ore by Ammonium Sulfate Roasting–Leaching
- Abdullah, M., Arutanti, O., Isnaeni, V.A., Fitria, I. Amalia., Maturi, A.H. dan Khairurijjal. 2011. Pengolahan Air Limbah dengan Material Struktur Nanometer, Jurnal Seminar Kontribusi Fisika, INV05Process. *Processes*, 11(9),2570. <https://doi.org/10.3390/pr11092570>
- Amer, A. M. 2002. Alkaline pressure leaching of mechanically activated rosetta ilmenite concentrate. *Hydrometallurgy*, 67(1-3), 125-133.
- Chatterjee, K. K. (2007). *Uses of Metall and Metallic Minerals*, New Delhi New Age International (P) Ltd, Publishers.
- Chekina, F., Samira, B., Sharifah, B. A. H. (2013). Synthesis of Pt doped TiO₂ nanoparticles: characterization and application for electrocatalytic oxidation of l-methionine. *Sensors and Actuators B*. 177, 898-903.
- Chen, Z., Zeilstra, C., van der Stel, J., Sietsma, J. & Yang, Y. (2020). Thermal decomposition reaction kinetics of hematite ore. *ISIJ International*, 60 (1), 65-72.

- Dastan, D., Chaure, N. B. Influence of surfactants on TiO₂ nanoparticles grown by sol-gel technique. *International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing*. 2(1), 21-24.
- Doblin, C., Wellwood, G.A., (2007). TiRO™ — The Development of A New Process To Produce Titanium. *Chemeca 2007*, 23–26,. Melbourne, Victoria, Australia.
- El-Hazek, N., Lasheen, T. A., El-Sheikh, R., Zaki, S. A. (2007). Hydrometallurgical criteria for TiO₂ leaching from Rosetta ilmenite by hydrochloric acid. *Hydrometallurgy*, 87. pp. 45–50.
- Ermawati, R., Naimah, S., Ratnawati, E. (2011). Monitoring dan Ekstraksi TiO₂ dari Pasir Mineral. *Jurnal Kimia Kemasan*, 33 (2), 131-136.
- Ferdiansyah, A., Yuwono, H. (2009). Aplikasi Lapisan Tipis Titanium Dioksida (TiO₂) Sebagai Agen Pembersih Mandiri pada Panel Kaca Bangunan. *Fakultas Teknik, Program Studi Teknik Metalurgi dan Material*. Depok : Universitas Indonesia.
- Fujishima, A., K. Hashimoto, T. Watanabe. (1999). TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications. B.K.C, Inc. Japan.
- Ginting, L. I. B., Manaf, A., Astuti, W., Supriyatna, Y. I., & Bahfie, F. (2023). Study of Titanium Dioxide (TiO₂) Extraction Process from Ilmenite Banten. *IOP Conference Series Earth and Environmental Science*, 1201(1), 012092. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1201/1/012092>
- Guo, Y., Liu, S., Jiang, T., Qiu, G., Chen, F. (2014). A Process for Producing Synthetic Rutile from Panzhihua Titanium Slag. *Hydrometallurgy (147-148)*, pp. 134–141
- Hamor, L., (1986). Titanium dioxide manufacture, a world source of ilmenite, rutile, monazite and zircon. *Conference Proceedings. AusIMM*, Perth, W.A, pp. 143–146.
- Hendratni, A. (1999). Pengembangan Industri Pertambangan di Wilayah DIY Bagian Selatan. *Prosiding Lokakarya Eksploitasi, Eksplorasi, dan Pengolahan Sumberdaya Mneral*. Fakultas Teknik, Jurusan Teknik Geologi. Yogyakarta : Universitas Gadjah Mada.

- Hilman, P. M., Suprpto, S. J., Sunuhadi, D. N., Tampubolon, A., Wahyuningsih, R., Widhyatna, D., Pardiarto, B., Gunradi, R., Franklin, Yudawinata, K., Sutisna, D. T., Dinarsih, D., Sukaesih, Yuningsih, E. T., Candra, Oktaviani, P., Rahmawati, R., Ulfa, R. M., Sukmayana, I., Ostman, I. (2014). Pasir besi di Indonesia: geologi, eksplorasi dan pemanfaatannya. *Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral, Republik Indonesia*.
- Ikhwan, Mohammad. (2007). Studi pendahuluan proses reduksi Titanium Dioksida melalui elektronlis pada lelehan Kalsium Klirida (CaCl₂). Skripsi. *Depok : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia*.
- Indrawati T. (2014). Extraction of titanium dioxide (TiO₂) from iron sand smelting waste (slag) by caustic method. *J Applied Phy. 2014; 2: 61–64*.
- Jena, B., Dresler, W., Reilly, L. (1995). Extraction of Titanium, Vanadium, and Iron from Titanomagnetite Deposits at Pipestone Lake, Manitoba, Canada. *Miner Engineering 8, 159-168*
- Kahn, J.A., (1984). Non-rutile feed stocks for the production of titanium. *JOM 33–38*
- Kordzadeh-Kermani, V., Schaffie, M., Rafsanjani, H. H., & Ranjbar, M. (2020). A modified process for leaching of ilmenite and production of TiO₂ nanoparticles. *Hydrometallurgy, 198,105507*. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2020.105507>
- Kim, T. K, Lee, M. N., Lee, S. H., Park, Y. C., Jung, C. K., Boo, J. H. (2005). Development of surface coating technology of TiO₂ powder and improvement of photocatalytic activity by surface modification. *Thin Solid Films, 475, 171– 177*.
- Konishi, H., Kitagawa, T., Mizuguchi, T., & Akiyama, T. (2022). *Formation and properties of iron oxyhydroxides in aqueous solutions during oxidation of ferrous ions*. *ISIJ International, 62 (5), 823–831*. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-027>
- Kothari, N. (1974). Recent Developments in Processing Ilmenite for Titanium. *International Journal Mineral Process (1), 28-305*
- Kundiman, N., Kurnia, K., Indrayana, I. P. T., & Sadjab, B. A. (2023). Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap Parameter Mikrostruktur (Sturktur

- Kristal Dan Gugus Fungsi) Nanopartikel TiO₂ Sebagai Kandidat Material Fotokatalisis. *Journal Online of Physics*, 8(3), 14–20. <https://doi.org/10.22437/jop.v8i3.26814>
- Leion, H., Lyngfelt, A., M. Johansson, E. Jerndal, T. Mattisson. (2008). The Use Of Ilmenite As An Oxygen Carrier In Chemical-Looping Combustion. *Chem. Eng. Res. Des.*, 86 pp. 1017-1026,
- Levenspiel, O. (1999). Chemical Reaction Engineering 3rd Edition. New York : John Wiley and Sons Inc.
- Liu, S., Zhu, K., Xiang, J., and Huang, P. (2015). Upgrading ilmenite by an oxidation-magnetic separation-pressure leaching process. *Bulg Chemical Communicable*, 47. pp. 1118–1123.
- Lumbatoruan, N. B. (2024). Pengaruh Variasi Waktu dan Rasio Solid-Liquid pada Pelindian Asam Bertingkat dari Ilmenite Banten Terhadap Peningkatan Kadar TiO₂. Skripsi. *Program Studi Teknik Metalurgi, Jurusan Teknik Pertambangan*. Yogyakarta : UPN “Veteran” Yogyakarta.
- Mackey, T. S. (1974). Acid Leaching of Ilmenite into Synthetic Rutile. *Industrial and Engineering Chemistry Product Research and Development*, 13 (1), 9-18.
- Mario, A. & Giuseppe, R. (2016). A surface science approach to TiO₂ P25 photocatalysis: an in situ FTIR study of phenol photodegradation at controlled water coverages from sub-monolayer to multilayer. *Applied Catalysis B. Environmental*.
- Meng, F., Liu, Y., Xue, T., Su, Q., Wang, W., & Qi, T. (2016). Structures, formation mechanisms, and ion-exchange properties of α -, β -, and γ -Na₂TiO₃. *RSC Advances*, 6 (113), 112625–112633. doi:10.1039/c6ra16984h
- Middlemas, S., Fang, Z. Z., & Fan, P. (2012). A new method for production of titanium dioxide pigment. *Hydrometallurgy*, 131–132, 107–113. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2012.11.002>
- Muscat, J., Swamy, V., & Harrison, N. M. (2002). First-principles calculations of the phase stability of TiO₂. *Physical Review. B, Condensed Matter*, 65(22). <https://doi.org/10.1103/physrevb.65.224112>

- Muhid, A. M. (2019). *Analisis Statistik 5 Langkah Praktis Analisis Statistik dengan SPSS for Windows*. Zifatama Jawara.
- Nayl, A. A., and Aly, H. F. (2009). Acid leaching of ilmenite decomposed by KOH. *Hydrometallurgy*, 97. pp. 86–93.
- Nuryadi, Astuti, T., D., Utami, E. S., Budiantara, M. (2017). *Dasar-Dasar Statistik Penelitian*. Universitas Mercu Buana. Yogyakarta : SiBuku Media.
- Nölte, J. (2021). *ICP Emission Spectrometry : A Practical Guide*. Second Edition. Switzerland : Wiley-VCH. <https://doi.org/10.1002/9783527823635>
- Pistorius, P. C. (2008). Ilmenite Smelting : The basics. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 108 (1), 35-48.
- Purwanti, M.V., Suyanti. (2016). Model Penyusutan Partikel pada Pelindian Titanium dalam Ilmenit Memakai HCl. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir*. Pusat Sains dan Teknologi Akselerator BATAN.
- Ramadan, A. M., Farghaly, M., Fathy, W. M., dan Ahmed, M. M. (2016). Leaching and kinetics studies on processing of Abu-Ghalaga ilmenite ore. *International Researcher Journal Engineering Technical*, 3. pp.46–53.
- Ramakokovhu, M. M., Olubambi, P. A., Mbaya, R. K. K., Mojisola, T., & Teffo, M. L. (2020). Mineralogical and Leaching Characteristics of Altered Ilmenite Beach Placer Sands. *Minerals*, 10(11), 1022. <https://doi.org/10.3390/min10111022>
- Ravella, S. R., C. Ganesh Kumar, R. Shetty Prakasham, Phil J. Hobbs. (2008). The Taguchi methodology as a statistical tool for biotechnological applications: A critical appraisal. *Biotechnology Journal* (3). pp :510–523.
- Roy, R K. (1990). *A Primer on the Taguchi Method*. Van Nostrand Reinhold. New York.
- Roy, R K. (2001). *Design of Experiments Using the Taguchi Approach*. Jhon Wiley and Sons, Inc. New York.
- Sagadevan, S. (2013). Synthesis and electrical properties of TiO₂ nanoparticles using a wet chemical technique. *American Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 1(1), 27-30.

- Samal, S., (2011). The dissolution of iron in the hydrochloric acid leach of titania slag obtained from plasma melt separation of metalized ilmenite. *Chemical Engineering Researcher Design*, 89. pp. 2190–2193.
- Sasikumar, C., Rao, D. S., Srikant, S., Mukhopadhyay, N. K. (2007). Dissolution studies of mechanically activated manavalakurichi ilmenite with HCl and H₂SO₄. Department of metallurgy Institute of Technology, Banaras Hindu University, Varanasi, India.
- Setiawati, L. D., Tito, P. R., Dwi, W. N., Nofrizal, Radium, I., Suryandaru, Yuswono, Siswanto, Nurul, T.R. (2013). Extraction of titanium dioxide (TiO₂) from iron sand by hydrometallurgical method. *Proce. of Semirata. Lampung: FMIPA University of Lampung*. 467-468.
- Shin, D. J., Joo, S., Lee, D., Kang, J. S., Kim, M., Park, J., Min, D. J., & Shin, S. M. (2019). Leaching Behavior of Titanium from Na₂TiO₃. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 61(1), 150–155. <https://doi.org/10.2320/matertrans.mtm2019198>
- Sudjana. (1996). *Metode Statistika*. Bandung : Sinar Baru Algasindo
- Supriyatna, Y. I., Astuti, W., Sumardi, S., Sudibyoy, Prasetya, A., Ginting, L. I., Irmawati, Y., Asri, N. S., & Petrus, H. T. B. M. (2021). Correlation of nano titanium dioxide synthesis and the mineralogical characterization of ilmenite ore as raw material. *International Journal of Technology*, 12(4), 749. <https://doi.org/10.14716/ijtech.v12i4.4270>
- Supriyatna, Y., Astuti, W., Sumardi, S., Prasetya, A., Ginting, L. B., Wahab, W., & Petrus, H. M. (2025). Titanium Dioxide Production from Low-Grade Ilmenite Ore: Mineral Characterization and Optimization. *Archives of Metallurgy and Materials*, 77–86. <https://doi.org/10.24425/amm.2025.152508>
- Suzana, M. P., Francisco, R., Valmor, R. (2002). Inhibition of the anatase–rutile phase transformation with addition of CeO₂ to CuO–TiO₂ system: raman spectroscopy, X-ray diffraction, and textural studies. *Chem. Mater* (14), 2514-2518.
- Stuart, B. H. (2004). *Infrared spectroscopy: Fundamentals and Applications*. Wiley & Sons.

- Tampubolon, A. (2013). The Indonesian Titanium Deposit Types And Their Resources : The Aspects for Titanium Commodity Development. *Buletin Sumber Daya Geologi (8) 3*, Pusat Sumber Daya Geologi, Bandung.
- Tao, T., Chen, Q. Y., Hu, H. P., Yin, Z. L., and Chen, Y. (2012). TiO₂ nanoparticles prepared by hydrochloric acid leaching of mechanically activated and carbothermic reduced ilmenite. *Transactions Nonferrous Met Social China*, 22. pp. 1232–1238.
- Taylor, A. (1999). Biomedical applications of atomic spectroscopy. In *Elsevier eBooks* (pp. 174–182). <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-374413-5.00110-x>
- Van Baalen, M.J.C.G. (1993). Titanium mobility in metamorphic systems: a review. 110, 233–249.
- Vallet-Regi, M., Penta, J., Martinez, A., Gomez-Calbet. (1993). Selection of Structural Type and Particle Size in Titanium Oxide. *Journal of Material Research (8)*, 9, pp 2236-2343.
- Wahyuningsih, S., Ramelan, A.H., Pramono, E., Argawan, P., Djatisulistya, A., Firdiyono, F., Sulistiyono, E., Sari, P. P. (2018). The effects of leaching process to the TiO₂ synthesis from Bangka ilmenite. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 333 012049.
- Wang, J., Li, S., Wen, Y., Stephen, D. T., Qiang, Y. (2010). Synthesis of TiO₂ nanoparticles by premixed stagnation swirl flames. *Proceedings of the Combustion Institute*.
- Wang, S., Li, J., Wu, S., Yan, W., Huang, W., Miao, L., Chen, Z., (2016). The distribution characteristics of rare metal elements in surface sediments from four coastal bays on the northwestern South China Sea. *Estuarine, Coastal Shelf Sci.* 169, 106–118.
- Wanta, K.C., Tanujaya, F.H., Susanti, R.F., Petrus, H.T.B.M., Perdana, I., and Astuti, W. (2018), Studi kinetika proses atmosferic pressure acid leaching bijih laterit limonit menggunakan larutan asam nitrat konsentrasi rendah. *J. Rek. Pros.*, 12 (2), 77 384.
- Wei, B. X., Lin, Z., Wang, T. J., Han, G., Wu, H. X., Yong, J. (2013). PhotoStability of TiO₂ particles coated with several transition metal oxides and its

- measurement by rhodamine-b degradation. *Advanced Powder Technology*, 62, 1923–1926.
- Winkler, Jochen. (2013). Titanium Dioxide : Production, Properties, and Effective Usage 2nd Revised Edition. Hanover, Germany : Vincentz Network GmbH.
- Wills, B.A. and Finch, J. (2015) Mineral Processing Technology. 8th Edition. Elsevier, Amsterdam
- Woolf, P. (2009). Chemical Process Dynamics and Controls. University of Michigan. Utah : LibreTexts
- Yang, C., & Sun, B. (2021). Kinetic modeling of the competitive-consecutive reaction system. *Modeling, Optimization, and Control of Zinc Hydrometallurgical Purification Process*, 39–62. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-819592-5.00013-2>
- Zhai, J., Chen, P., Sun, W., Chen, W., & Wan, S. (2020). A review of mineral processing of ilmenite by flotation. *Minerals Engineering*, 157, 106558. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106558>
- Zhang, G., Ostrovski, O. (2001). Reduction of ilmenite concentrates by methane containing gas, part II: effects of preoxidation and sintering. *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 40, pp. 489-497.
- Zhang, W., Zhu, Z., Yong, C. (2011). A Literature Review of Titanium Metallurgical Processes. *Hydrometallurgy*, 106, 177-188
- Zhang, Li. Et al. (2010) Hydrochloric Acid Behavior of Mechanically Activated Panxi Ilmenite. *Separation and Purification Technology*, vol. 73, 173-178.
- Zhigang, Z. F., Froes, F. H., Zhang, Y. (2020). Extractive Metallurgy of Titanium : Conventional and Recent Advances in Extraction and Production of Titanium Metal. Elsevier Inc.

LAMPIRAN

Lampiran A. Dokumentasi Penelitian



Gambar A.1 Pengayakan



Gambar A.2 Sampel Pasir Ilmenit



Gambar A.3 Pengeringan Sampel *Raw*



Gambar A.4 Pencucian Sampel *Raw*



Gambar A.5 Proses Magnetisasi



Gambar A.6 Penimbangan *Raw* -100+150#



Gambar A.7 Penimbangan Konsentrat



Gambar A.8 Preparasi NaOH



Gambar A.9 Penimbangan NaOH



Gambar A.10 Penimbangan Konsentrat



Gambar A.11 Pencampuran Pra-Fusi



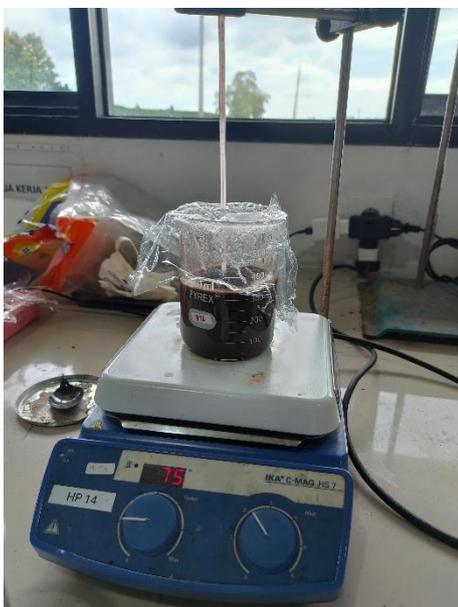
Gambar A.12 Campuran pada Wadah SS



Gambar A.13 Pengaturan Suhu *Furnace*



Gambar A.14 Kondisi *Furnace* 850°C



Gambar A.15 Proses Pelindian Air



Gambar A.16 Larutan Pelindian Air



Gambar A.17 Pengukuran pH filtrat WL



Gambar A.18 Penimbangan Hasil WL



Gambar A.19 Penimbangan Endapan WL



Gambar A.20 Proses Filtrasi WL



Gambar A.21 Penimbangan Frit WL



Gambar A.22 Basis Pelindian Asam I



Gambar A.23 Proses Pelindian Asam I (PIR1)



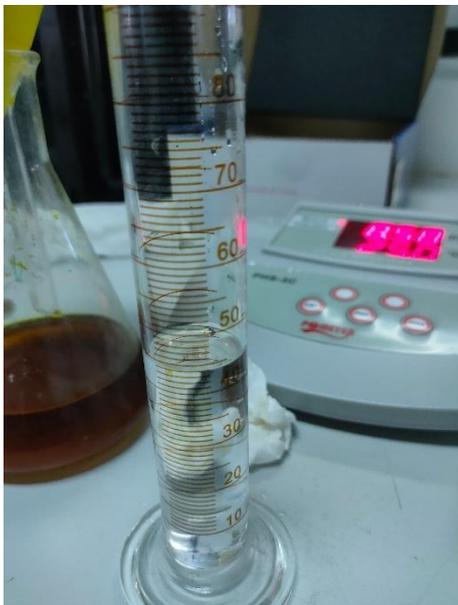
Gambar A.24 Filtrat Pelindian Asam I



Gambar A.25 Filtrasi P1R1



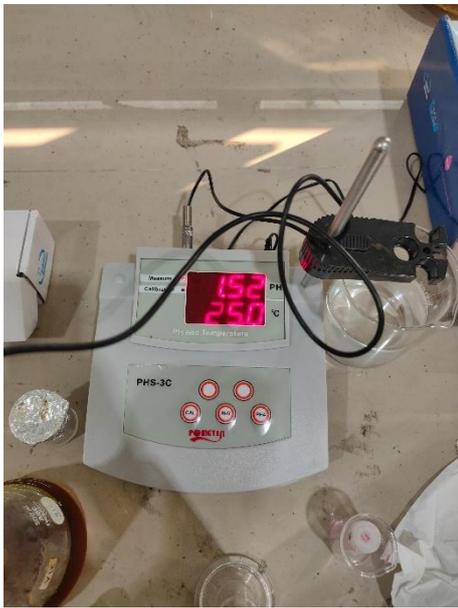
Gambar A.26 Pengukuran pH Filtrat



Gambar A.27 Pengukuran Aquades



Gambar A.28 Proses *Washing*



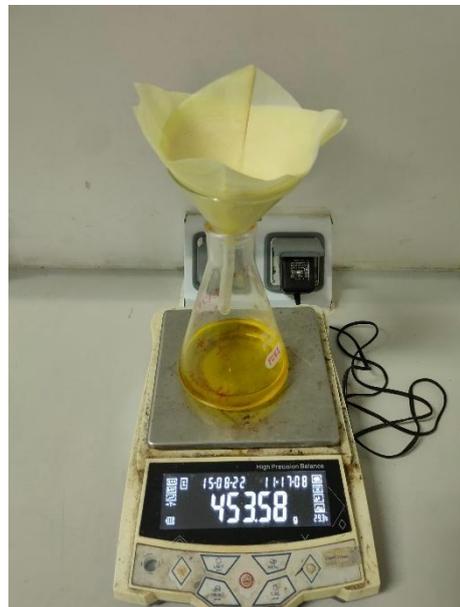
Gambar A.29 pH *Washing*



Gambar A.30 Pengeringan Endapan P1R1



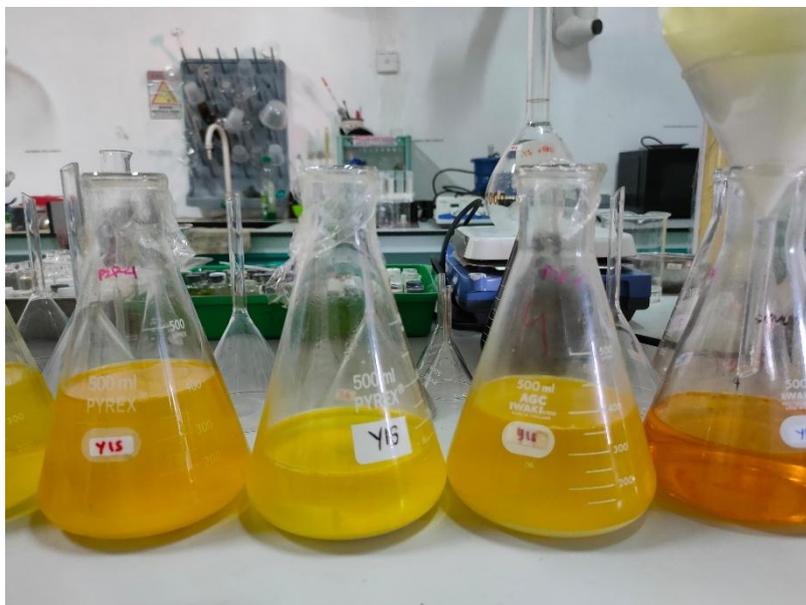
Gambar A.31 Pelindian Asam II



Gambar A.32 Penimbangan Produk P2



Gambar A.33 Filtrat P1R1-P2R1-P2R2-P2R3



Gambar A.34 Filtrat P2R4-P2R5-P2R6-P2R7



Gambar A.35 Filtrat P2R7-P2R8-P2R9



Gambar A.36 Penimbangan Endapan P2



Gambar A.36 Produk TiO_2 P2

Lampiran B. Perhitungan

I. Perhitungan P₈₀ Pasir Ilmenit Banten

Tabel B.1 Data Proses Pengayakan

Aperture Size (mesh)	Sieve Fraction		cum. Weight (%)	passed cum. Weight (%)
	(g)	(%)		
100	393,29	27,16%	27,16%	72,84%
150	1053,53	72,75%	99,91%	0,09%
-150	1,37	0,09%	100,00%	0,00%

Persamaan Garis Regresi Linear

- Sumbu-x (*x axis*) = *passed cumulative weight (%)*
- Sumbu-y (*y axis*) = *aperture size (mesh)*
- Rata-rata :

$$\bar{x} = \frac{72,84+0,09}{2} = 36,465$$

$$\bar{y} = \frac{100+150}{2} = 125$$

- *Slope (b)*

$$b = \frac{\sum(xi-\bar{x})(yi-\bar{y})}{\sum(xi-\bar{x})^2}$$

$$b = \frac{-909,375 + (-909,375)}{1323,141 + 1323,141} \approx -0,687$$

- *Intercept (a)*

$$a = \bar{y} - b \cdot \bar{x} = 125 - (0,687 \cdot 36,465) \approx 150,07$$

- Persamaan Regresi Linear

$$y = 150,07 - 0,687x$$

$$y = 150,07 - 0,687(80)$$

$$y = 95,058$$

Nilai P₈₀ lolos dari pasir ilmenit Banten ada pada ukuran 95,058 mesh.

II. Perhitungan Proses Magnetisasi

Tabel B.2 Data Proses Magnetisasi

Sampel	Berat Net (g)	Persen (%)
RM_b (<i>Raw Material</i> -100+150#)	1048,53	100,00
CM (<i>Concentrated Magnetic</i>)	972,67	92,77
TM (<i>Tailing Magnetic</i>)	75,80	7,23

- Derajat Kemagnetan

$$\% \text{ Derajat Kemagnetan} = \frac{C}{F} \times 100\%$$

$$\% \text{ Derajat Kemagnetan} = \frac{972,67}{1048,53} \times 100\% = 92,77\%$$

- Neraca Massa

$$F = C + T$$

$$1048,53 = 972,67 + 75,80$$

$$1048,53 \neq 1048,47$$

- Persentase Kehilangan (*Mass Loss*)

$$\% \text{ Mass Loss} = \frac{F - (C + T)}{F} \times 100\%$$

$$= \frac{0,06}{1048,53} \times 100\% = 0,01\%$$

- *Recovery*

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C.c}{F.f} \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{972,67.36,66\%}{1048,53.34,71\%} \times 100\% = 97,441\%$$

III. Perhitungan Proses Fusi Kaustik dan Pelindian Air

- Kebutuhan Bahan Fusi Kaustik
 - %Kadar Ti pada produk CM = 36,66%
 - Rasio Ti dan NaOH (w/w) = 1:2
 - Massa Ilmenit percobaan (g) = 150 ; 250 ; 300
 - Massa Ti pada ilmenite = % Kadar x Massa Ilmenit
 - Massa Ti percobaan I = 36,66% x 150
= 54,98 g
 - Massa Ti percobaan II = 36,66% x 250
= 91,63 g
 - Massa Ti percobaan III = 36,66% x 300
= 109,965 g
 - Massa NaOH (g) = 2 x Massa Ti percobaan
 - Massa NaOH percobaan I = 2 x 54,98
= 109,96 g
 - Massa NaOH percobaan II = 2 x 91,63
= 183,27 g
 - Massa NaOH percobaan III = 2 x 109,96
= 219,93 g

- Hasil Percobaan Terukur Fusi Alkali

Tabel B.3 Data Proses Fusi Kaustik

Berat Awal Total (g)	Berat Akhir Fusi (g)	Berat Hilang (g)
259,98	213,26	46,72
519,95	419,76	100,19
285,86	240,01	45,85
1065,79	873,03	192,76

- Neraca Massa

$$\text{Berat Awal} = \text{Berat Akhir}$$

$$1065,79 \neq 873,03$$

- Berat Hilang = Berat Awal Total – Berat Akhir Fusi

$$= 1065,79 - 873,03 = 192,76 \text{ g}$$

**NaOH yang berubah fasa menjadi uap*

- Persentase Kehilangan (*Mass Loss*)

$$\begin{aligned} \% \text{Mass Loss} &= \frac{\text{Berat Hilang}}{\text{Berat Awal}} \times 100\% \\ &= \frac{192,76}{1065,79} \times 100\% = 18,08\% \end{aligned}$$

- Hasil Percobaan Terukur Pelindian Air

$$\text{Berat Umpan Total} = 653,24 \text{ g} \quad \text{*setelah proses disc mill}$$

$$\text{Berat Produk Basah} = 688,63 \text{ g}$$

$$\text{Berat Produk Kering} = 574,73 \text{ g}$$

$$\text{Persen Kelembapan} = \frac{\text{Produk Basah} - \text{Produk Kering}}{\text{Produk Basah}} \times 100\%$$

$$= \frac{688,63 - 574,73}{688,63} \times 100\% = 16,54\%$$

Persentase Berat Larut

$$\% \text{Mass Loss} = \frac{\text{Berat Umpan} - \text{Berat Kering}}{\text{Berat Umpan}} \times 100\%$$

$$= \frac{653,24}{574,73} \times 100\% = 12,02\%$$

- *Recovery*

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C.c}{F.f} \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{574,73.38,78\%}{653,24.36,66\%} \times 100\% = 93,08\%$$

IV. Perhitungan Proses Pelindian Asam I

- Kebutuhan Bahan Pelindian Asam I

$$\begin{aligned} \text{Mr HCl} &= 36,46 \text{ g/mol} \\ \text{Densitas HCl 37\%} &= 1,18 \text{ g/cm}^3 \\ \text{Molaritas HCl 37\%} &= \frac{10 \times \rho \times \% \text{ massa}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{10 \times 1,18 \times 37}{36,46} = 11,97 \text{ M} \\ \text{Molaritas HCl 20\%} &= \frac{10 \times 1,098 \times 20}{36,46} = 6,02 \text{ M} \\ \text{Basis 50 gr dengan Rasio S/L 1:5} & \\ \text{Kebutuhan Larutan HCl} &= 5 \times 50 = 250 \text{ ml} \\ \text{Kebutuhan HCl 37\%} & \quad V_2 = M_1 \times V_1 / M_2 \\ &= 6,02 \text{ M} \times 250 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} \\ &= 125,74 \text{ ml} \\ \text{Kebutuhan Aquades} &= 250 - 125,74 \\ &= 124,25 \text{ ml} \end{aligned}$$

Proses pelindian dilaksanakan 9 kali, maka membutuhkan HCl 37% dan aquades sebanyak :

$$\begin{aligned} - \text{ HCl 37\%} &= 9 \times 125,74 = 1131,69 \text{ ml} \\ - \text{ Aquades} &= 9 \times 124,25 = 1118,30 \text{ ml} \end{aligned}$$

- *Recovery* Titanium Dioksida

Tabel B.4 Data Ti Proses Pelindian Asam I

Kadar Ti FA_WL (awal)	Kadar Ti PIR1 (endapan)	Berat Awal (g)	Berat Endapan (g)
		50,08	21,41
		50,02	22,73
38,78%	84,37%	50,03	22,66
		50,03	22,32
		50,07	22,68

Kadar FA_WL (awal)	Ti (endapan)	Kadar Ti P1R1	Berat Awal (g)	Berat Endapan (g)
			50,02	22,07
			50,04	22,67
			50,03	22,11
			50,00	22,86

$$\% Recovery = \frac{C.c}{F.f} \times 100\%$$

- I : $\% Recovery = \frac{21,41.84,37\%}{50,08.38,78\%} \times 100\% = 93,00\%$
- II : $\% Recovery = \frac{22,73.84,37\%}{50,02.38,78\%} \times 100\% = 98,86\%$
- III : $\% Recovery = \frac{22,66.84,37\%}{50,03.38,78\%} \times 100\% = 98,53\%$
- IV : $\% Recovery = \frac{22,32.84,37\%}{50,03.38,78\%} \times 100\% = 97,05\%$
- V : $\% Recovery = \frac{22,68.84,37\%}{50,07.38,78\%} \times 100\% = 98,54\%$
- VI : $\% Recovery = \frac{22,07.84,37\%}{50,02.38,78\%} \times 100\% = 95,99\%$
- VII : $\% Recovery = \frac{22,67.84,37\%}{50,04.38,78\%} \times 100\% = 98,56\%$
- VIII : $\% Recovery = \frac{22,11.84,37\%}{50,03.38,78\%} \times 100\% = 96,14\%$
- IX : $\% Recovery = \frac{22,86.84,37\%}{50,00.38,78\%} \times 100\% = 99,46\%$

Rata-rata *Recovery*

$$\bar{R} = \frac{93,00 + 98,86 + 98,53 + 97,05 + 98,54 + 95,99 + 98,56 + 96,14 + 99,46}{9}$$

$$= 97,35\%$$

- Persen Ekstraksi Fe

Tabel B.5 Data Fe Proses Pelindian Asam I

Kadar Fe FA_WL (awal)	Kadar Fe P1R1 (endapan)	Massa Fe Frit (g)	Massa Fe pada P1R1 (g)
		30,66	0,81
		30,62	0,86
		30,63	0,86
		30,63	0,85
61,22%	3,80%	30,65	0,86
		30,62	0,84
		30,63	0,86
		30,63	0,84
		30,61	0,87

Fe awal = Kadar Fe FA_WL (awal) x Berat awal

Fe endapan = Kadar Fe P1R1 (endapan) x Berat endapan

$$\% \text{ Ekstraksi} = \frac{\text{Fe awal} - \text{Fe Endapan}}{\text{Fe awal}} \times 100\%$$

- I : % Ekstraksi = $\frac{30,66-0,81}{30,66} \times 100\% = 97,34\%$

- II : % Ekstraksi = $\frac{30,62-0,86}{30,62} \times 100\% = 97,18\%$

- III : % Ekstraksi = $\frac{30,63-0,86}{30,63} \times 100\% = 97,19\%$

- IV : % Ekstraksi = $\frac{30,63-0,85}{30,63} \times 100\% = 97,23\%$

- V : % Ekstraksi = $\frac{30,65-0,86}{30,65} \times 100\% = 97,19\%$

- VI : % Ekstraksi = $\frac{30,62-0,84}{30,62} \times 100\% = 97,26\%$

- VII : % Ekstraksi = $\frac{30,63-0,86}{30,63} \times 100\% = 97,19\%$

- VIII : % Ekstraksi = $\frac{30,63-0,84}{30,63} \times 100\% = 97,26\%$

- IX : % Ekstraksi = $\frac{30,61-0,87}{30,61} \times 100\% = 97,16\%$

Rata-rata Persen Ekstraksi

$$\begin{aligned}\overline{\% E} &= \frac{97,34 + 97,18 + 97,19 + 97,23 + 97,19 + 97,26 + 97,19 + 97,26 + 97,16}{9} \\ &= 97,22\%\end{aligned}$$

V. Perhitungan Proses Pelindian Asam II

- Kebutuhan Bahan Pelindian Asam II

Mr HCl	= 36,46 g/mol
Densitas HCl 37%	= 1,18 g/cm ³
Molaritas HCl 37%	= $\frac{10 \times \rho \times \% \text{ massa}}{Mr}$
	= $\frac{10 \times 1,18 \times 37}{36,46} = 11,97 \text{ M}$
Molaritas HCl 20%	= $\frac{10 \times 1,098 \times 20}{36,46} = 6,02 \text{ M}$
Molaritas HCl 25%	= $\frac{10 \times 1,098 \times 25}{36,46} = 7,68 \text{ M}$
Molaritas HCl 30%	= $\frac{10 \times 1,098 \times 30}{36,46} = 9,45 \text{ M}$

Basis 20 gr dengan Rasio S/L 1:10 ; 1:15 ; dan 1:20

Kebutuhan Larutan HCl 1:10 = 20 x 10 = 200 ml

Kebutuhan Larutan HCl 1:15 = 20 x 15 = 300 ml

Kebutuhan Larutan HCl 1:20 = 20 x 20 = 400 ml

- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 20% dan rasio S/L 1:10

$$V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$$

$$V_2 = 6,02 \text{ M} \times 200 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 100,59 \text{ ml}$$

Kebutuhan Aquades = 200 – 100,59 = 99,40 ml

- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 20% dan rasio S/L 1:15

$$V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$$

$$V_2 = 6,02 \text{ M} \times 300 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 150,89 \text{ ml}$$

Kebutuhan Aquades = 300 – 150,89 = 149,11 ml

- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 20% dan rasio S/L 1:20
 $V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$
 $V_2 = 6,02 \text{ M} \times 400 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 201,19 \text{ ml}$
Kebutuhan Aquades = $400 - 201,19 = 198,81 \text{ ml}$
- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 25% dan rasio S/L 1:10
 $V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$
 $V_2 = 7,68 \text{ M} \times 200 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 128,26 \text{ ml}$
Kebutuhan Aquades = $200 - 128,26 = 71,73 \text{ ml}$
- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 25% dan rasio S/L 1:15
 $V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$
 $V_2 = 7,68 \text{ M} \times 300 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 192,39 \text{ ml}$
Kebutuhan Aquades = $300 - 192,39 = 107,60 \text{ ml}$
- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 25% dan rasio S/L 1:20
 $V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$
 $V_2 = 7,68 \text{ M} \times 400 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 256,53 \text{ ml}$
Kebutuhan Aquades = $400 - 256,52 = 143,47 \text{ ml}$
- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 30% dan rasio S/L 1:10
 $V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$
 $V_2 = 9,45 \text{ M} \times 200 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 157,91 \text{ ml}$
Kebutuhan Aquades = $200 - 157,91 = 42,09 \text{ ml}$
- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 30% dan rasio S/L 1:15
 $V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$
 $V_2 = 9,45 \text{ M} \times 300 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 236,85 \text{ ml}$
Kebutuhan Aquades = $300 - 236,85 = 63,15 \text{ ml}$
- Kebutuhan HCl 37% untuk konsentrasi 30% dan rasio S/L 1:20
 $V_2 = M_1 \times V_1 / M_2$
 $V_2 = 9,45 \text{ M} \times 400 \text{ ml} / 11,97 \text{ M} = 315,80 \text{ ml}$
Kebutuhan Aquades = $400 - 315,80 = 84,20 \text{ ml}$

- *Recovery Titanium Dioksida*

$$\% Recovery = \frac{C.c}{F.f} \times 100\%$$

- P2R1 : $\% Recovery = \frac{14,79.87,15\%}{20,01.84,37\%} \times 100\% = 76,35\%$
- P2R2 : $\% Recovery = \frac{15,46.87,17\%}{20,00.84,37\%} \times 100\% = 79,87\%$
- P2R3 : $\% Recovery = \frac{14,85.86,63\%}{20,02.84,37\%} \times 100\% = 76,17\%$
- P2R4 : $\% Recovery = \frac{15,56.88,41\%}{20,03.84,37\%} \times 100\% = 81,41\%$
- P2R5 : $\% Recovery = \frac{15,14.88,05\%}{20,00.84,37\%} \times 100\% = 79,00\%$
- P2R6 : $\% Recovery = \frac{15,61.88,65\%}{20,02.84,37\%} \times 100\% = 81,93\%$
- P2R7 : $\% Recovery = \frac{15,10.88,54\%}{20,01.84,37\%} \times 100\% = 79,19\%$
- P2R8 : $\% Recovery = \frac{15,91.85,32\%}{20,00.84,37\%} \times 100\% = 80,45\%$
- P2R9 : $\% Recovery = \frac{15,77.88,83\%}{20,02.84,37\%} \times 100\% = 82,94\%$

- *Persen Ekstraksi Fe*

Fe awal = Kadar Fe P1R1 (awal) x Berat awal

Fe endapan = Kadar Fe P2 (endapan) x Berat endapan

$$\% Ekstraksi = \frac{Fe\ awal - Fe\ Endapan}{Fe\ awal} \times 100\%$$

- I : $\% Ekstraksi = \frac{0,76-0,42}{0,76} \times 100\% = 44,98\%$
- II : $\% Ekstraksi = \frac{0,76-0,42}{0,76} \times 100\% = 44,72\%$
- III : $\% Ekstraksi = \frac{0,76-0,38}{0,76} \times 100\% = 50,56\%$
- IV : $\% Ekstraksi = \frac{0,76-0,32}{0,76} \times 100\% = 58,05\%$
- V : $\% Ekstraksi = \frac{0,76-0,35}{0,76} \times 100\% = 53,65\%$
- VI : $\% Ekstraksi = \frac{0,76-0,31}{0,76} \times 100\% = 59,09\%$
- VII : $\% Ekstraksi = \frac{0,76-0,36}{0,76} \times 100\% = 52,78\%$

- VIII : % *Ekstraksi* = $\frac{0,76-0,37}{0,76} \times 100\% = 51,27\%$
- IX : % *Ekstraksi* = $\frac{0,76-0,28}{0,76} \times 100\% = 63,76\%$

Rata-rata Persen Ekstraksi

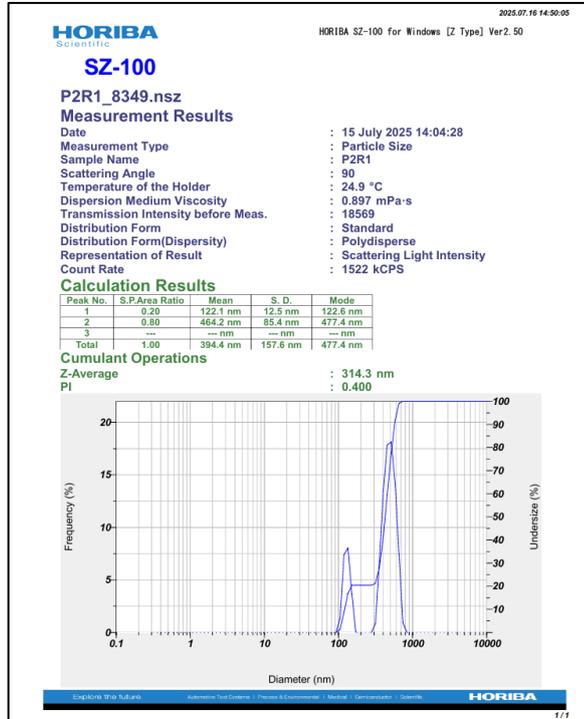
$$\overline{\% E} = \frac{44,98 + 44,72 + 50,56 + 58,05 + 53,65 + 59,09 + 52,78 + 51,27 + 63,76}{9}$$

$$= 53,20\%$$

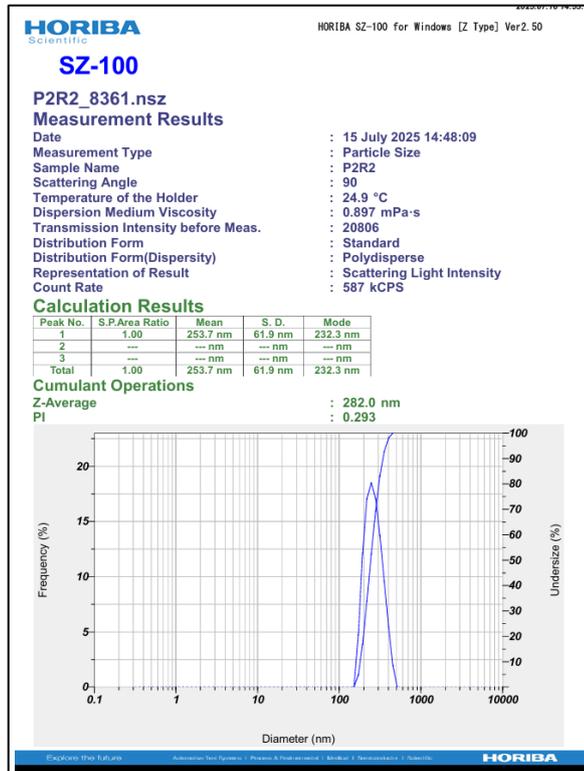
Lampiran C. Hasil Penelitian

Hasil Analisis PSA

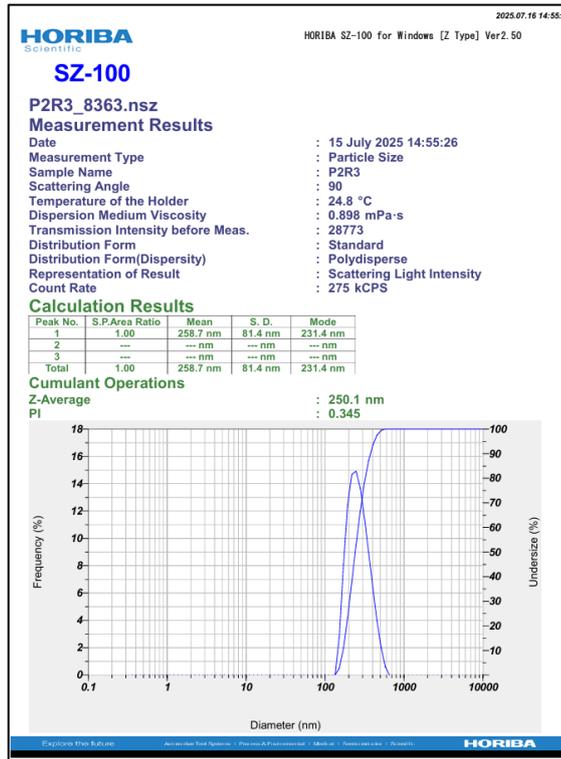
1. P2R1



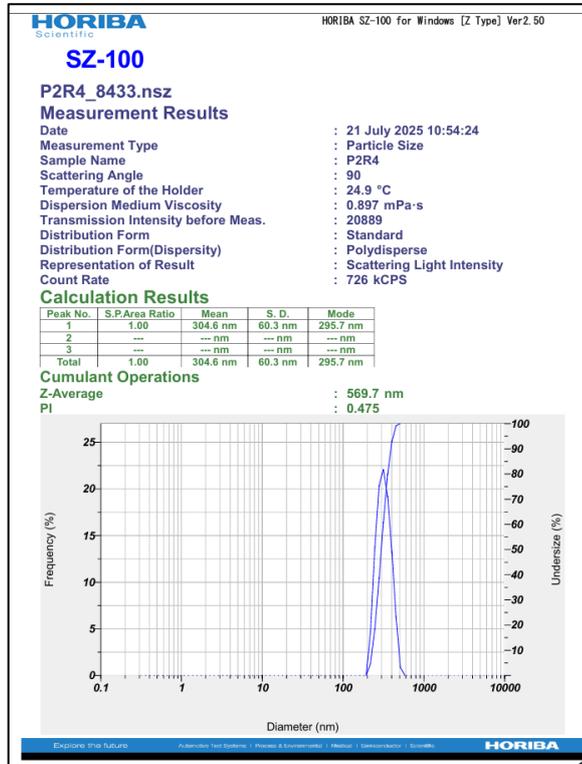
2. P2R2



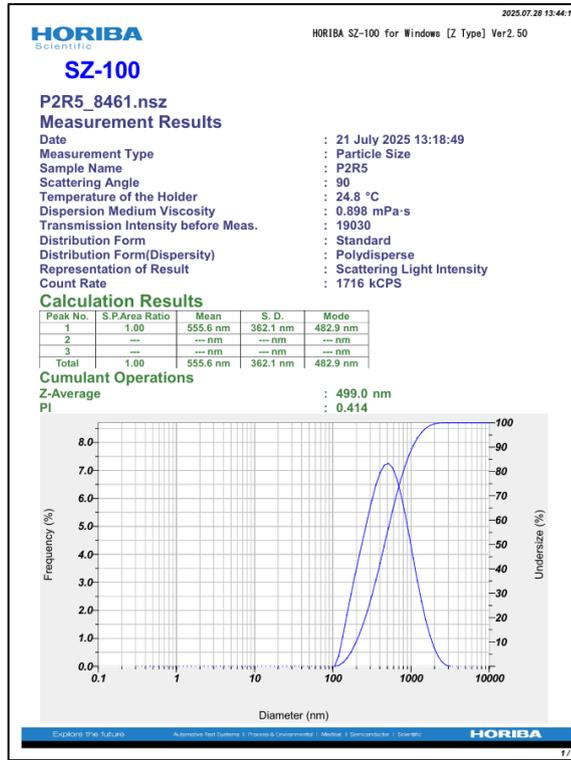
3. P2R3



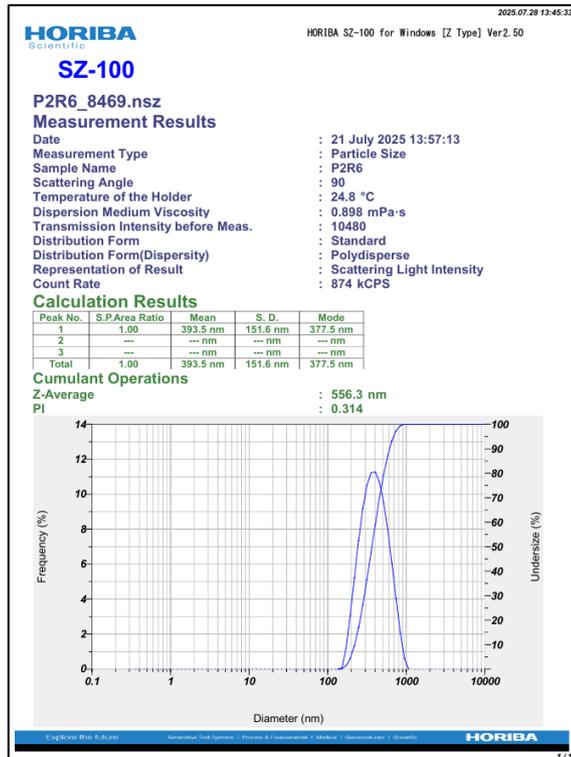
4. P2R4



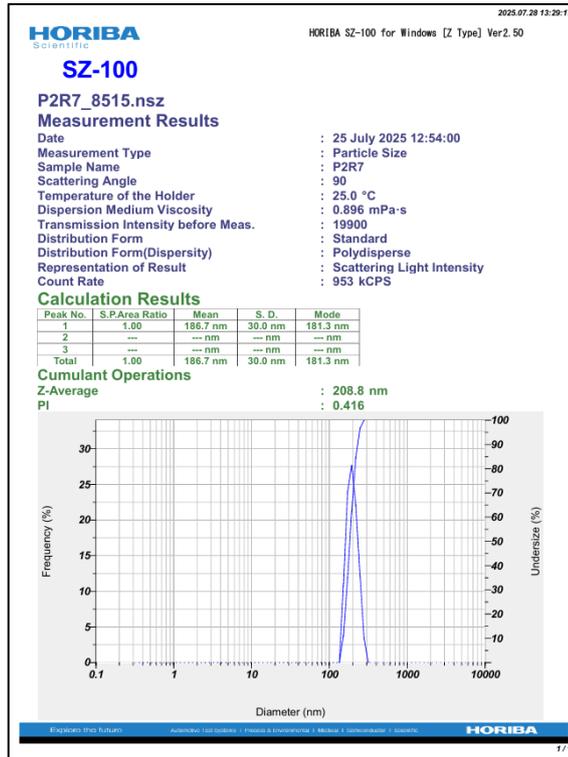
5. P2R5



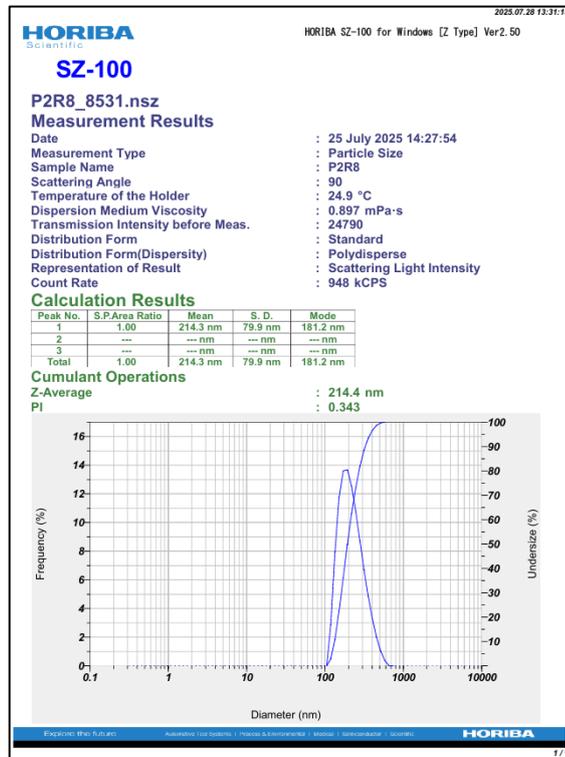
6. P2R6



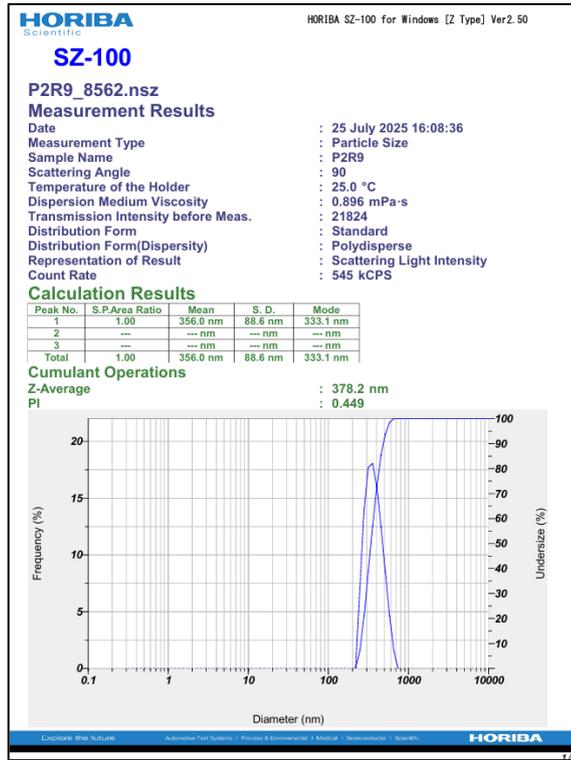
7. P2R7



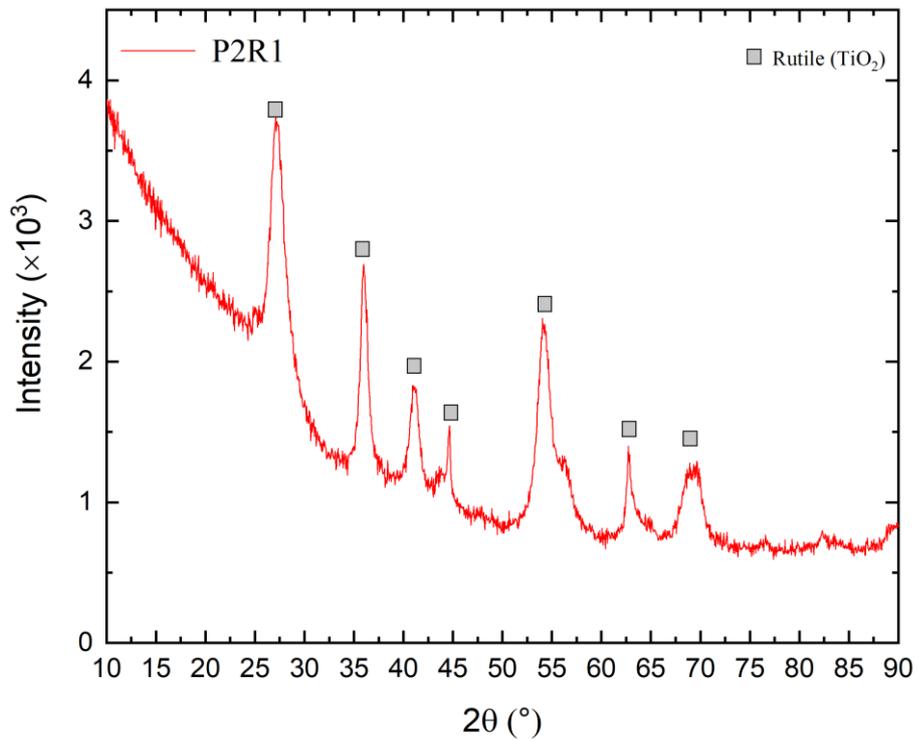
8. P2R8

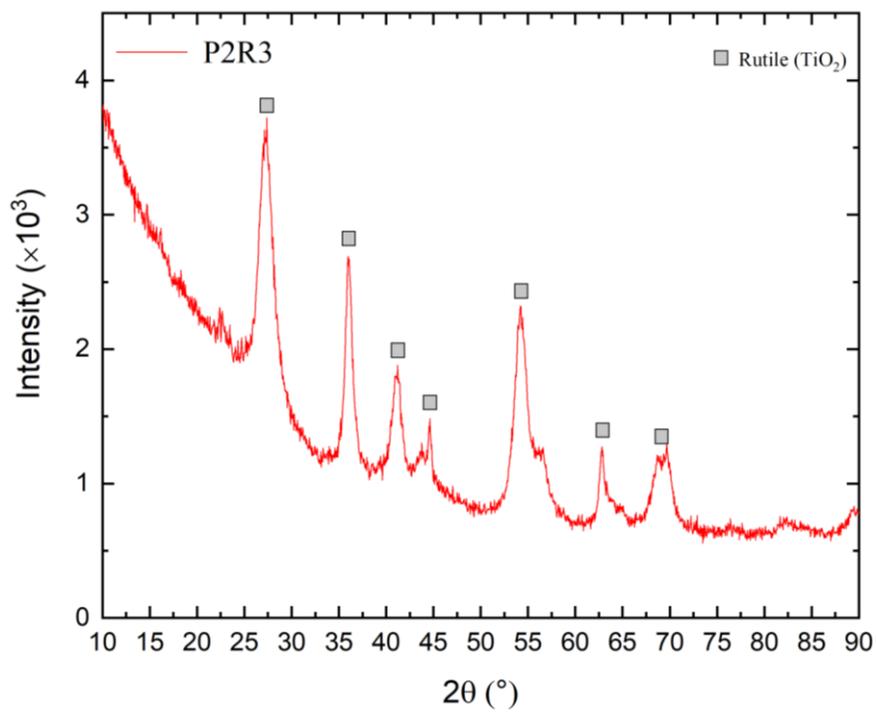
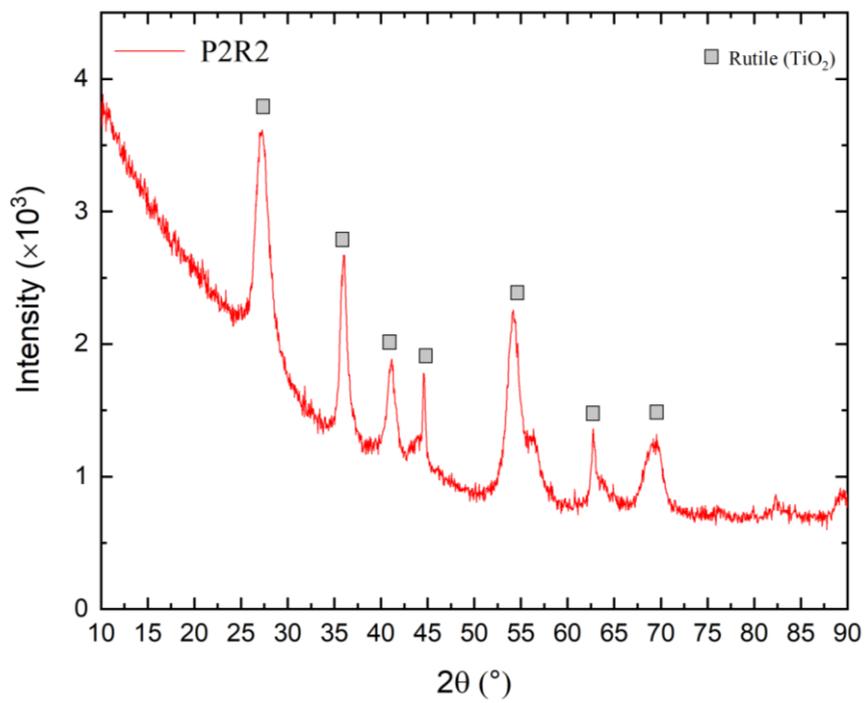


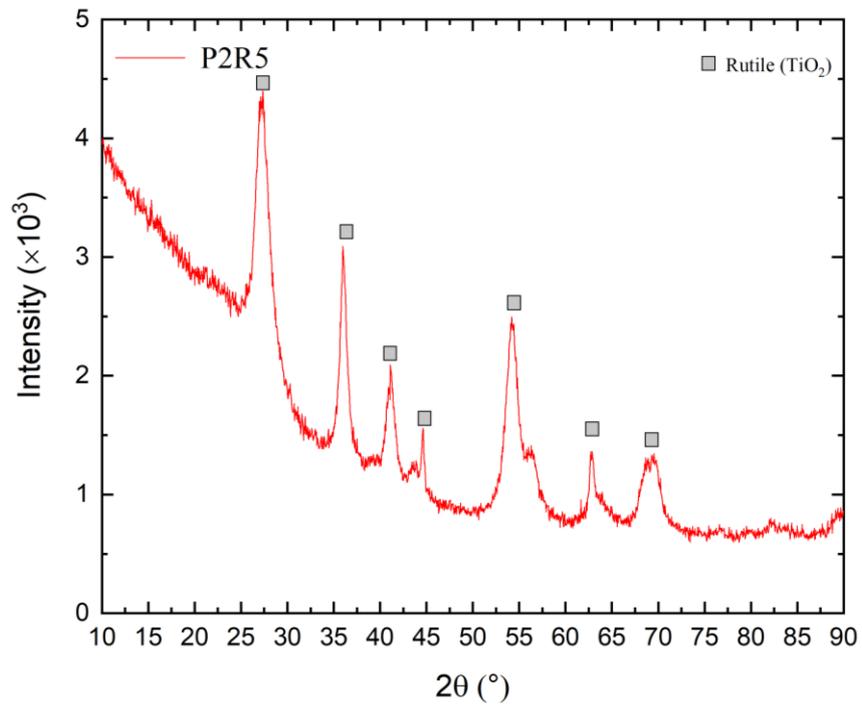
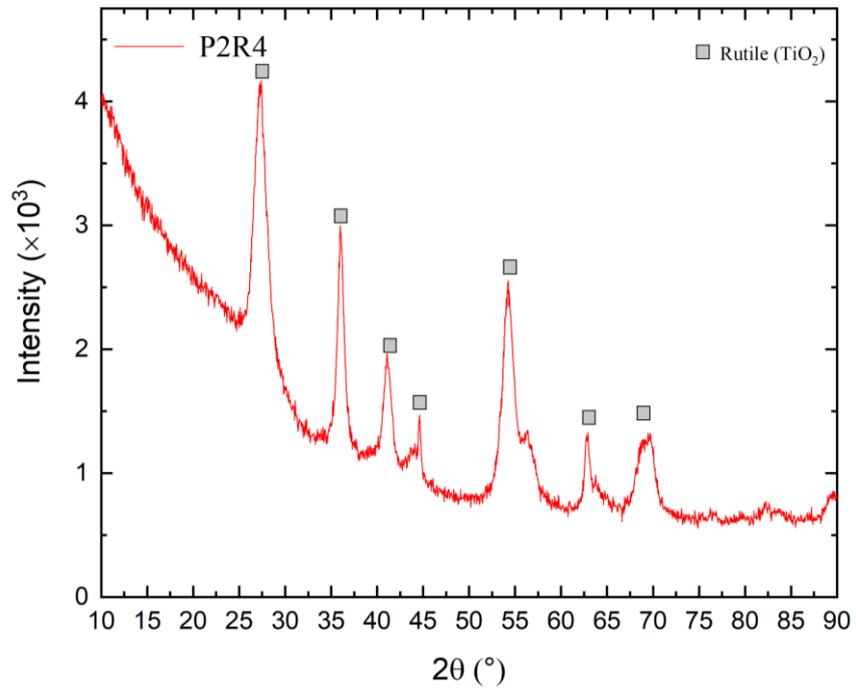
9. P2R9

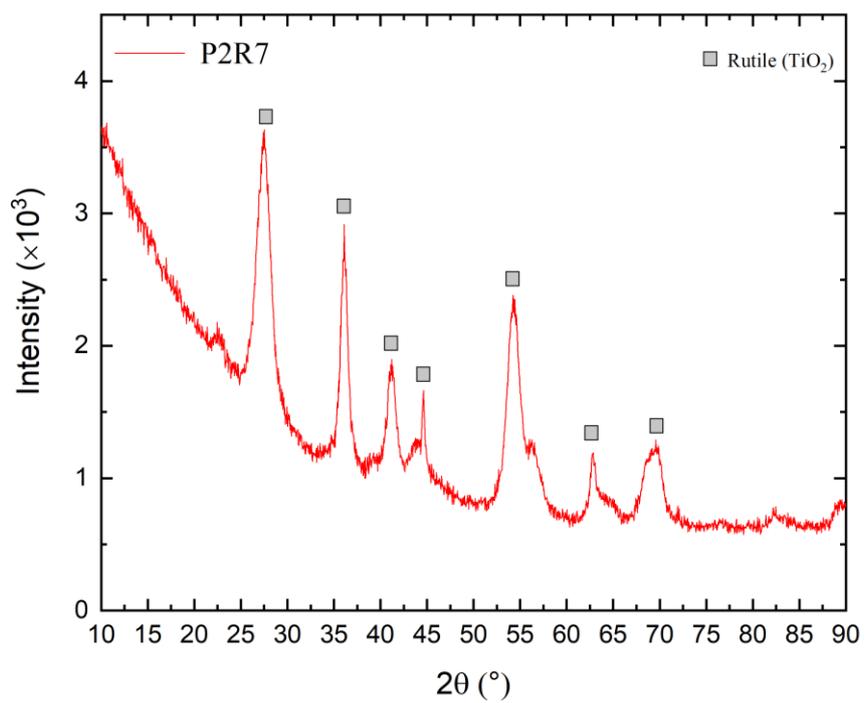
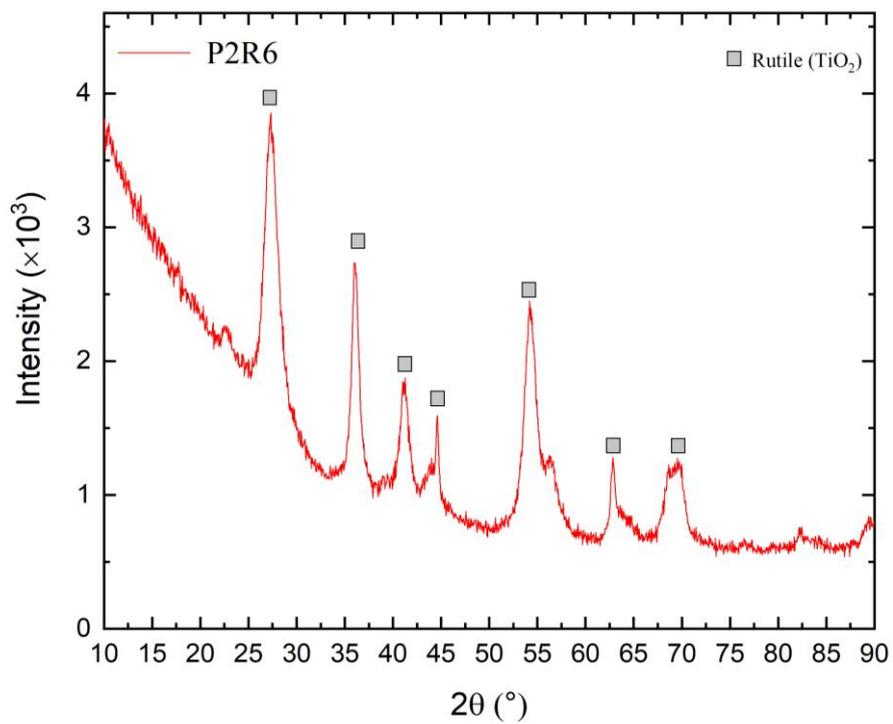


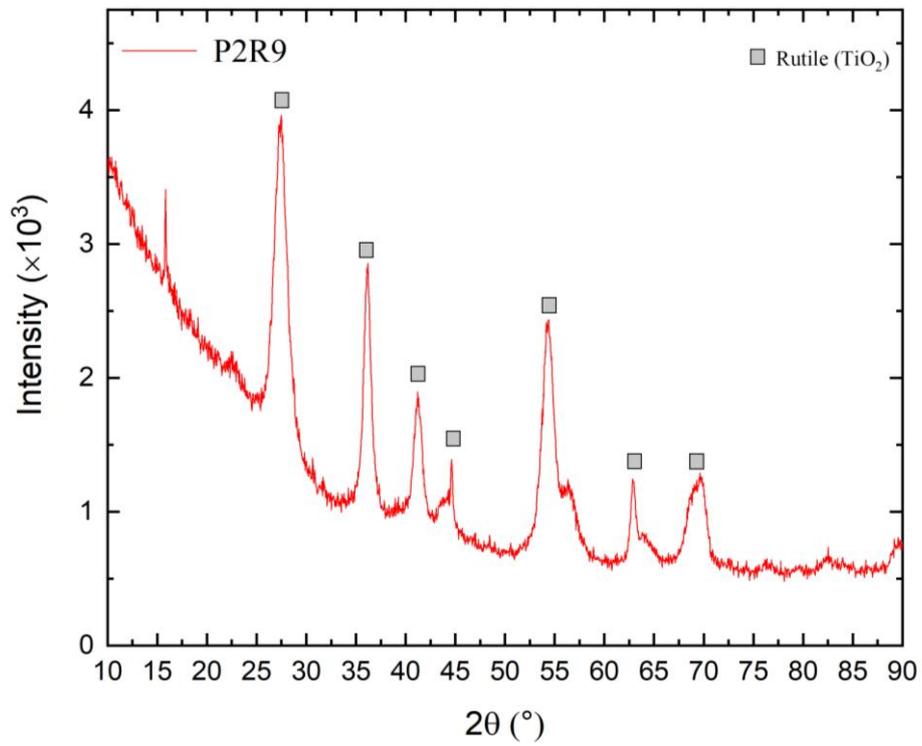
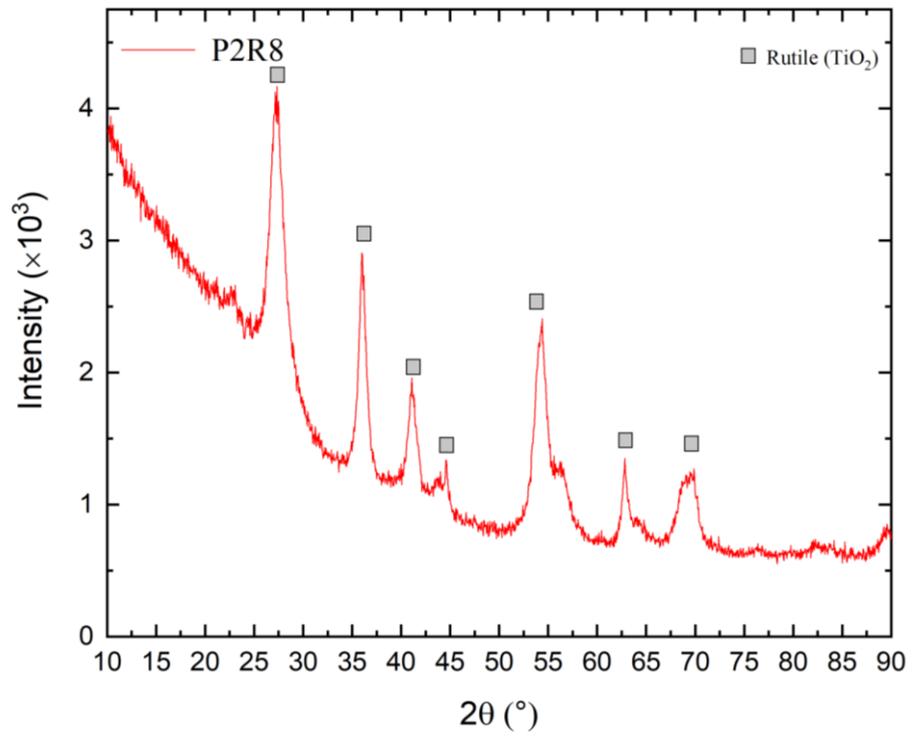
Hasil Pengujian XRD



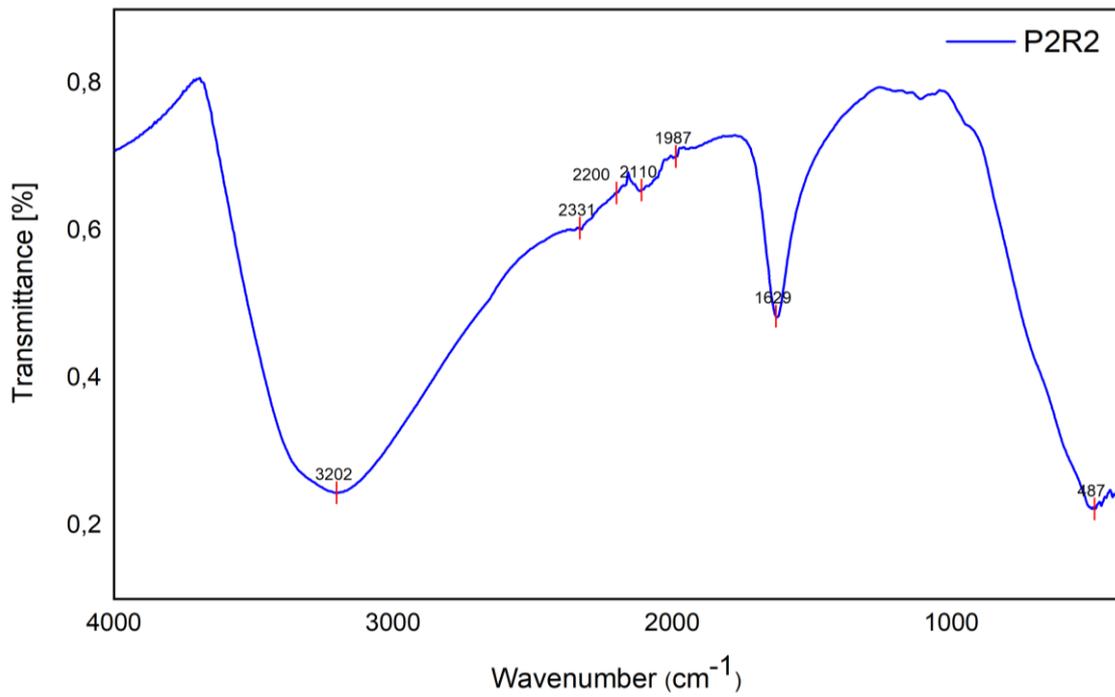
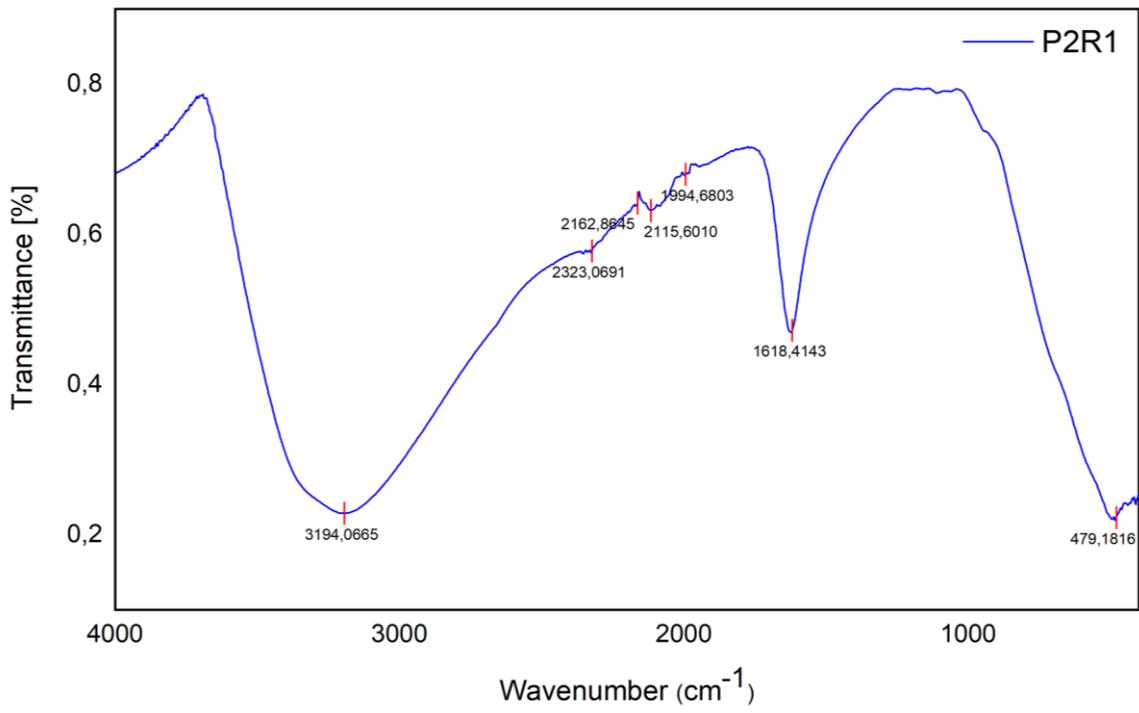


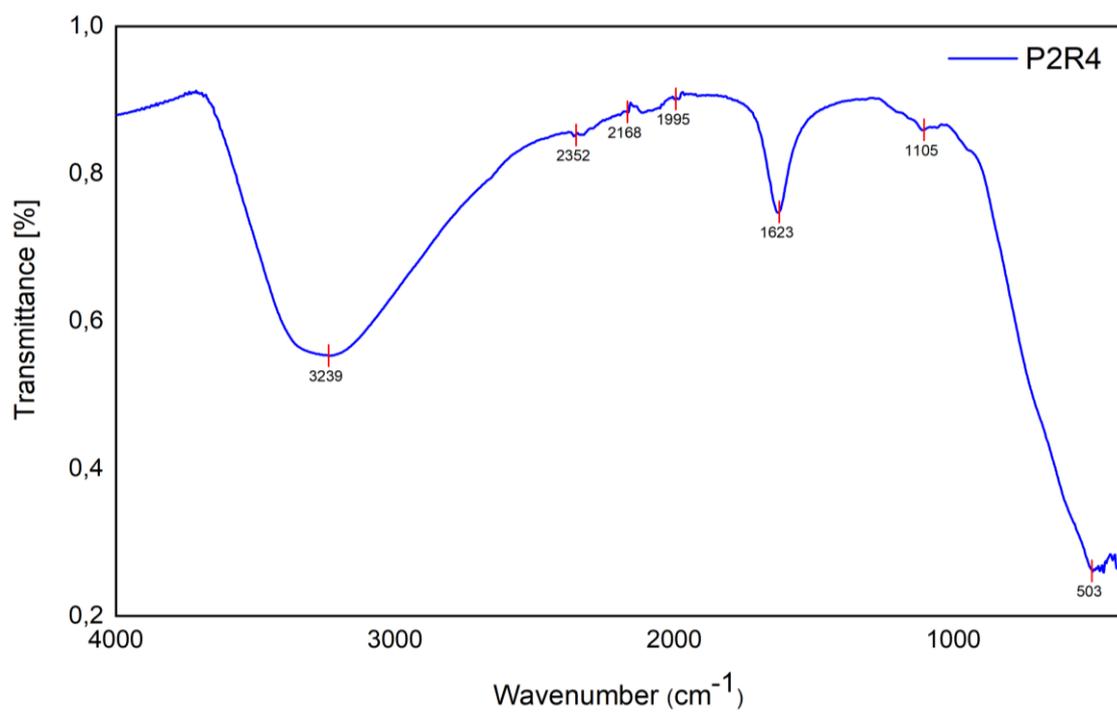
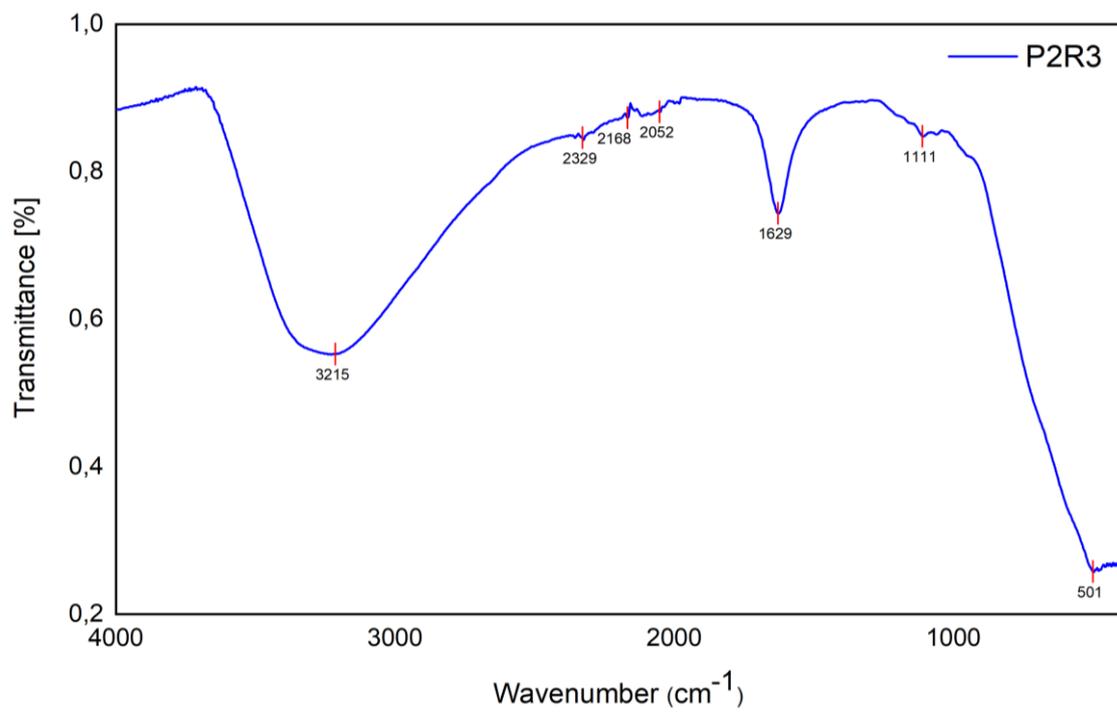


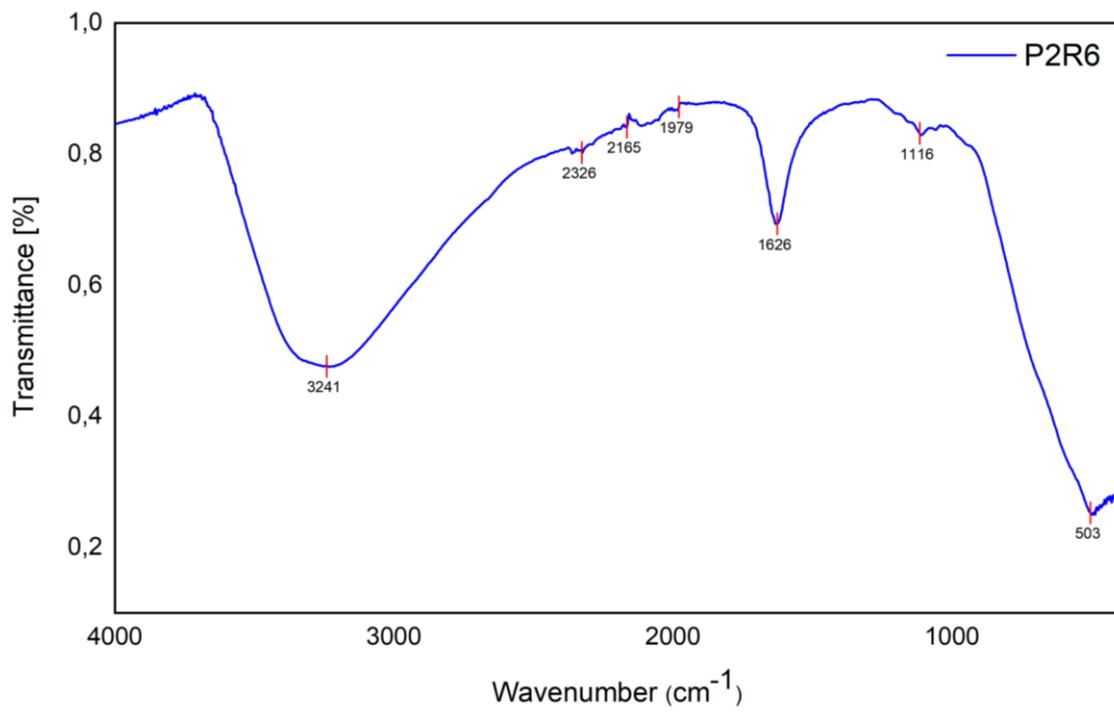
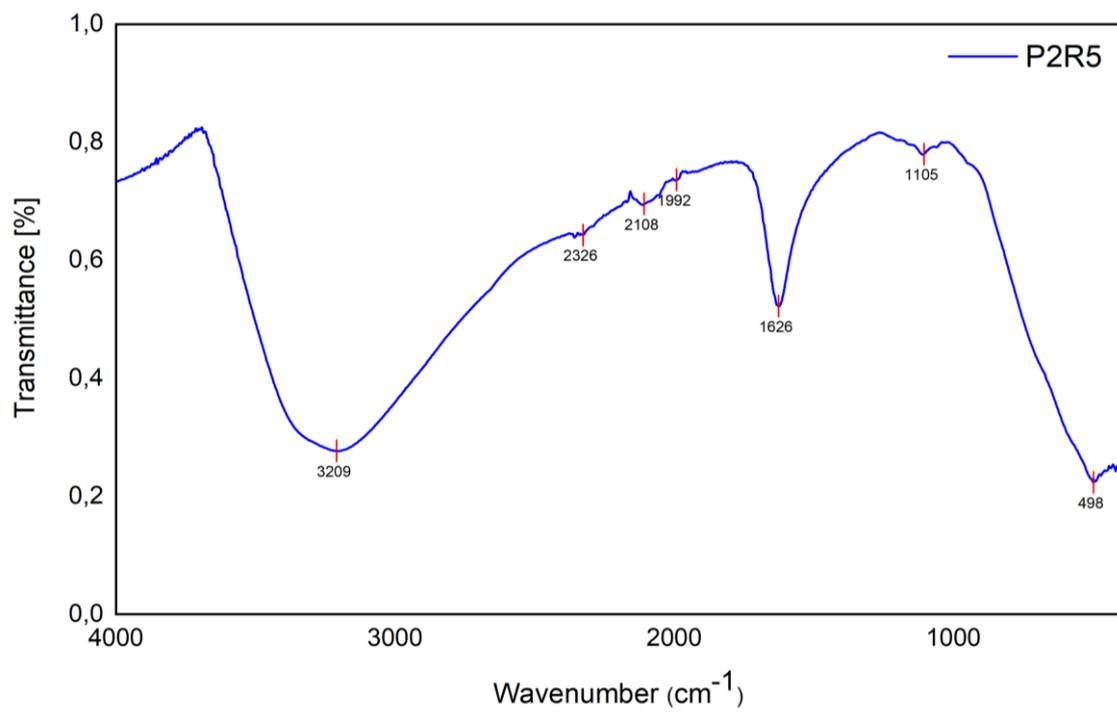


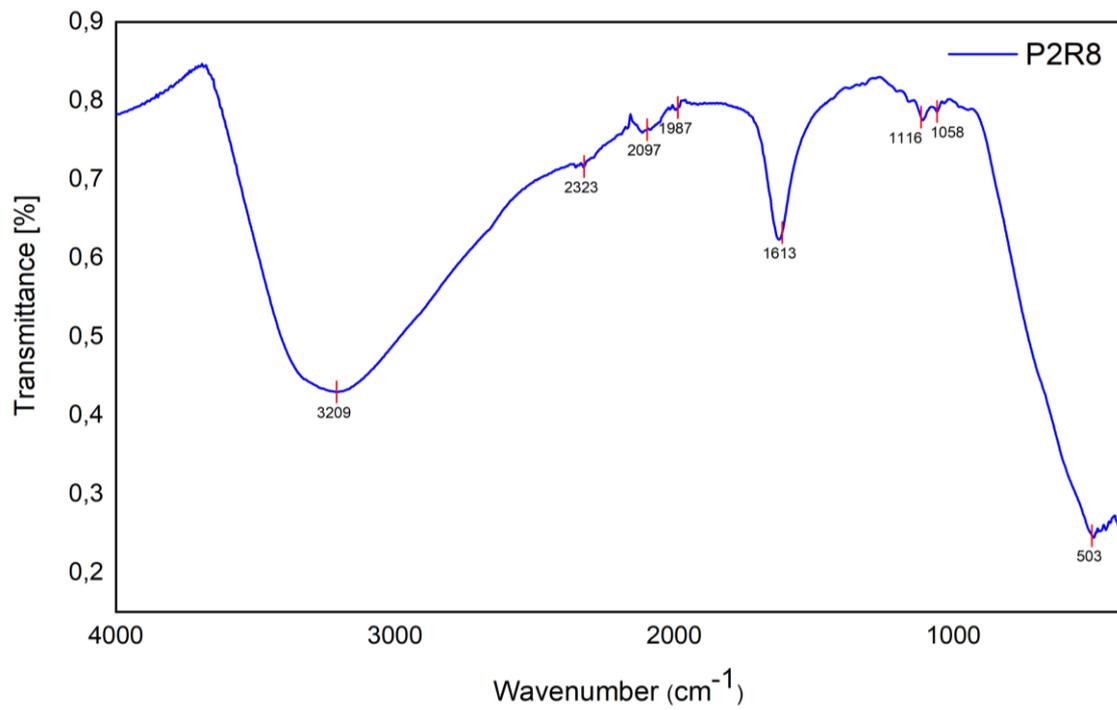
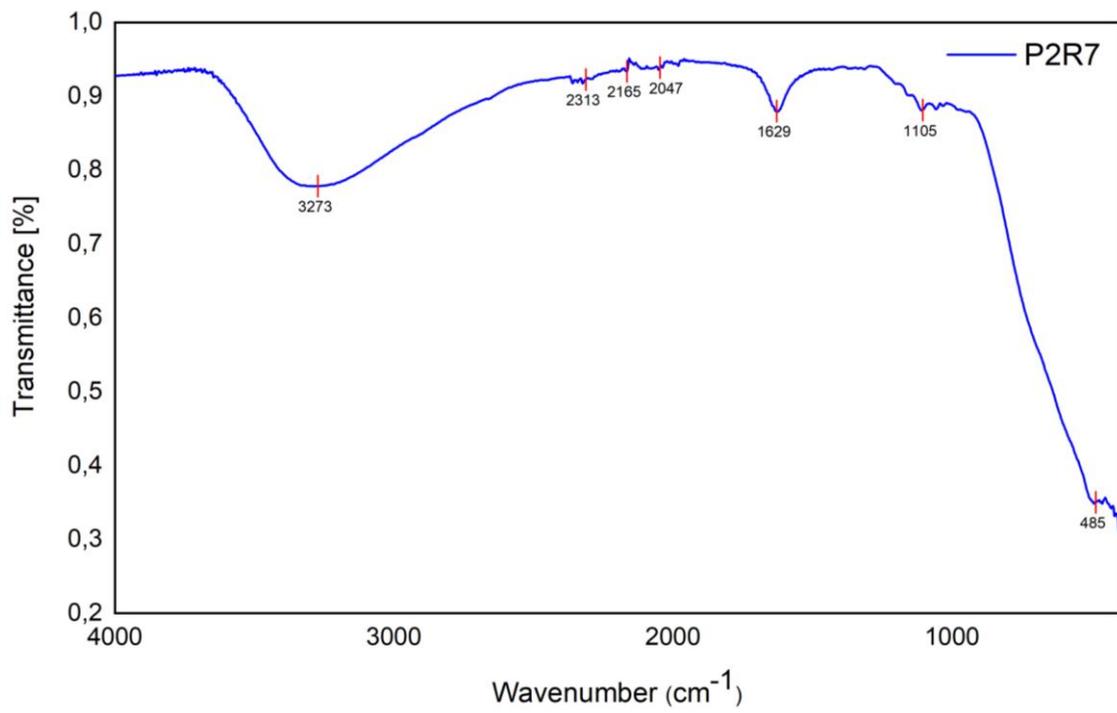


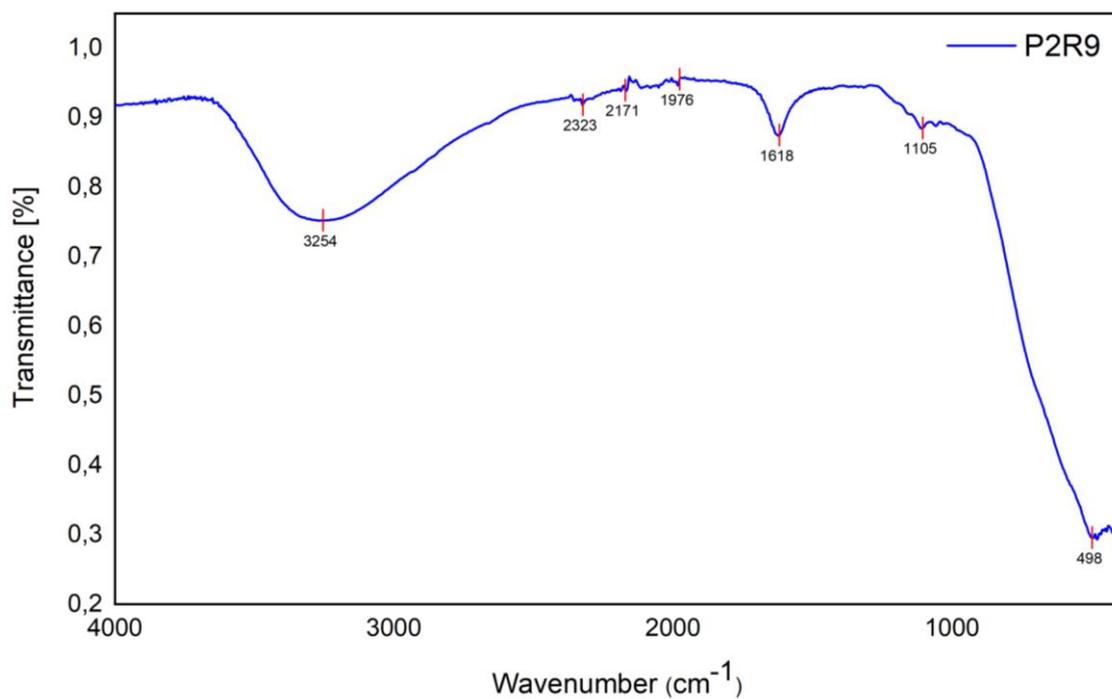
Hasil Pengujian FTIR











Search Library 17/07/2025 08:56:56

ST Japan

Compound Name	CIMCLEAN 50
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	CIMCOOL
Comment	manuf. in the netherlands Metal-cutting oil
Reference	LST0570/ NIC01458
Copyright	(c) 2014 Nicodom
Entry No.	490

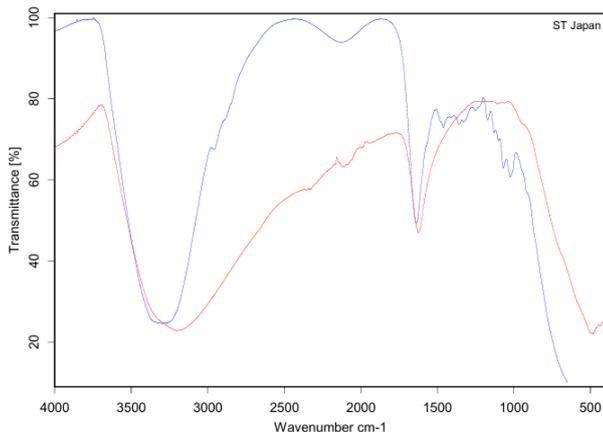
Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
■	880	CIMCLEAN 50			

Color	File	Path	Spectrum Type
■	P1R1.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Page 1 of 1

Search Library

17/07/2025 08:59:03



Compound Name	CIMCLEAN 50
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	CIMCOOL
Comment	manuf. in the netherlands Metal-cutting oil
Reference	LST0570/ NIC01458
Copyright	(c) 2014 Nicodom
Entry No.	490

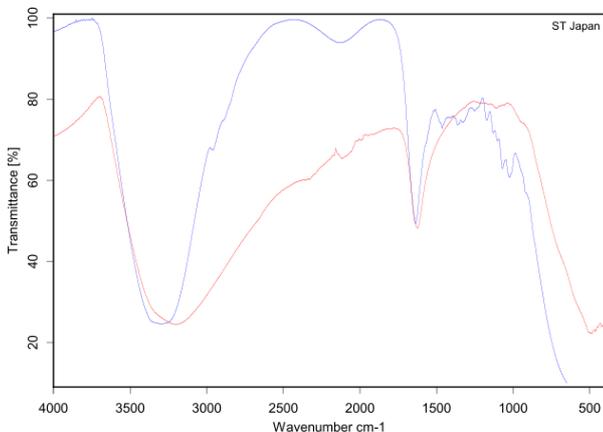
Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
Blue	881	CIMCLEAN 50			

Color	File	Path	Spectrum Type
Red	P2R1.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Page 1 of 1

Search Library

17/07/2025 09:01:12



Compound Name	CIMCLEAN 50
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	CIMCOOL
Comment	manuf. in the netherlands Metal-cutting oil
Reference	LST0570/ NIC01458
Copyright	(c) 2014 Nicodom
Entry No.	490

Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
Blue	884	CIMCLEAN 50			

Color	File	Path	Spectrum Type
Red	P2R2.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Page 1 of 1

Search Library 17/07/2025 09:02:42

Compound Name	CIMCLEAN 50
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	CIMCOOL
Comment	manuf. in the netherlands Metal-cutting oil
Reference	LST0570/ NIC01458
Copyright	(c) 2014 Nicodom
Entry No.	490

Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
911		CIMCLEAN 50			

Color	File	Path	Spectrum Type
P2R3.0		D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Page 1 of 1

Search Library 17/07/2025 09:03:58

Compound Name	CIMCLEAN 50
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	CIMCOOL
Comment	manuf. in the netherlands Metal-cutting oil
Reference	LST0570/ NIC01458
Copyright	(c) 2014 Nicodom
Entry No.	490

Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
917		CIMCLEAN 50			

Color	File	Path	Spectrum Type
P2R4.0		D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Page 1 of 1

Search Library 17/07/2025 09:06:21

Compound Name	CIMCLEAN 50
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	CIMCOOL
Comment	manuf. in the netherlands Metal-cutting oil
Reference	LST0570/ NIC01458
Copyright	(c) 2014 Nicodrom
Entry No.	490

Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
■	851	CIMCLEAN 50			

Color	File	Path	Spectrum Type
■	P2R5.D	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Page 1 of 1

Search Library 17/07/2025 09:07:31

Compound Name	CIMCLEAN 50
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	CIMCOOL
Comment	manuf. in the netherlands Metal-cutting oil
Reference	LST0570/ NIC01458
Copyright	(c) 2014 Nicodrom
Entry No.	490

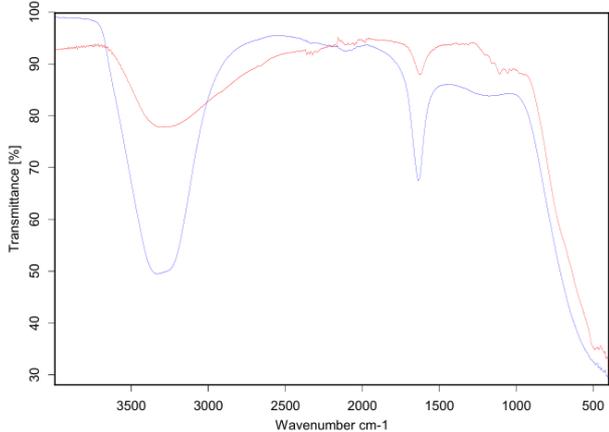
Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
■	921	CIMCLEAN 50			

Color	File	Path	Spectrum Type
■	P2R6.D	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Page 1 of 1

Search Library

17/07/2025 09:08:17



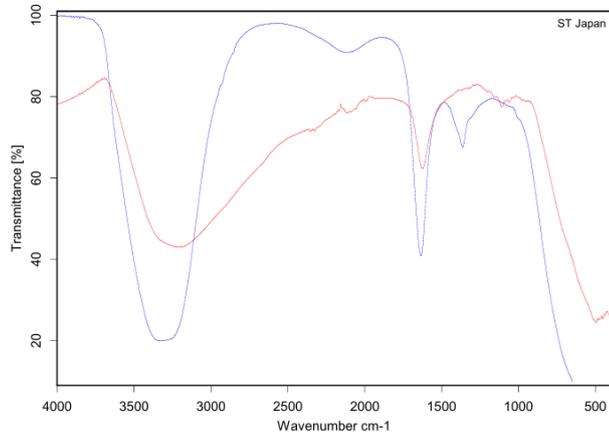
NAMA SAMPEL	Standart AU
PENELITIAN	FIKA
Entry No.	10
Library name	BRIN LAMPUNG.S01
Library description	12 MEI 2023
Copyright	User library

Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
Blue	879	Standart AU			

Color	File	Path	Spectrum Type
Red	P2R7.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum

Search Library

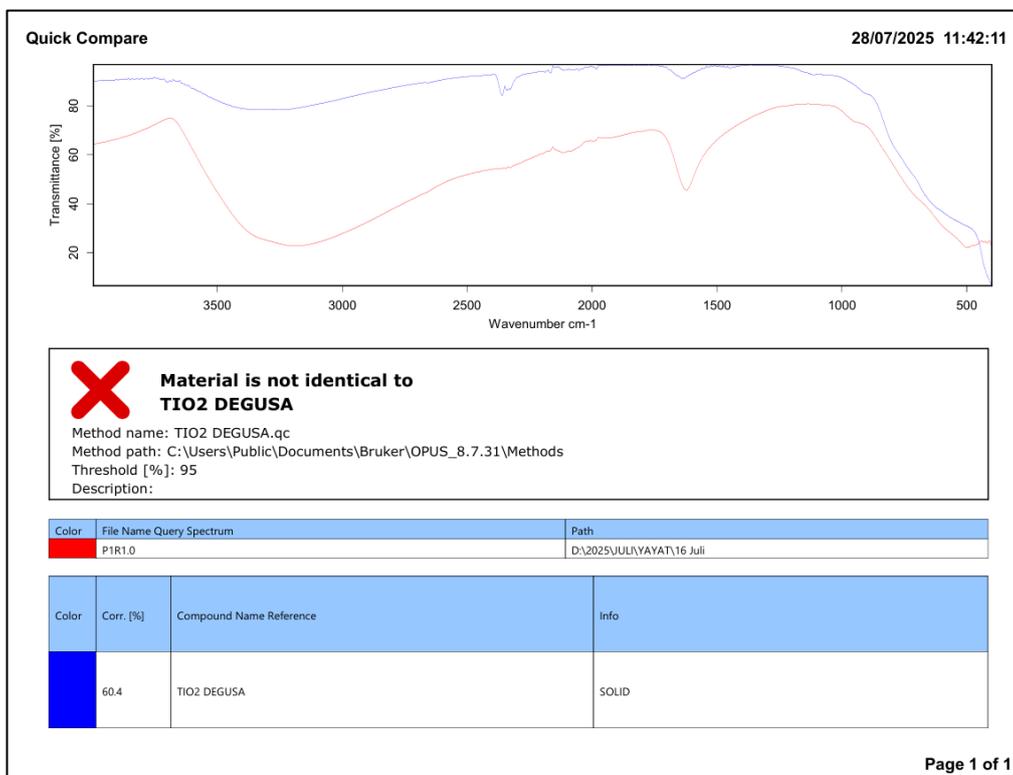
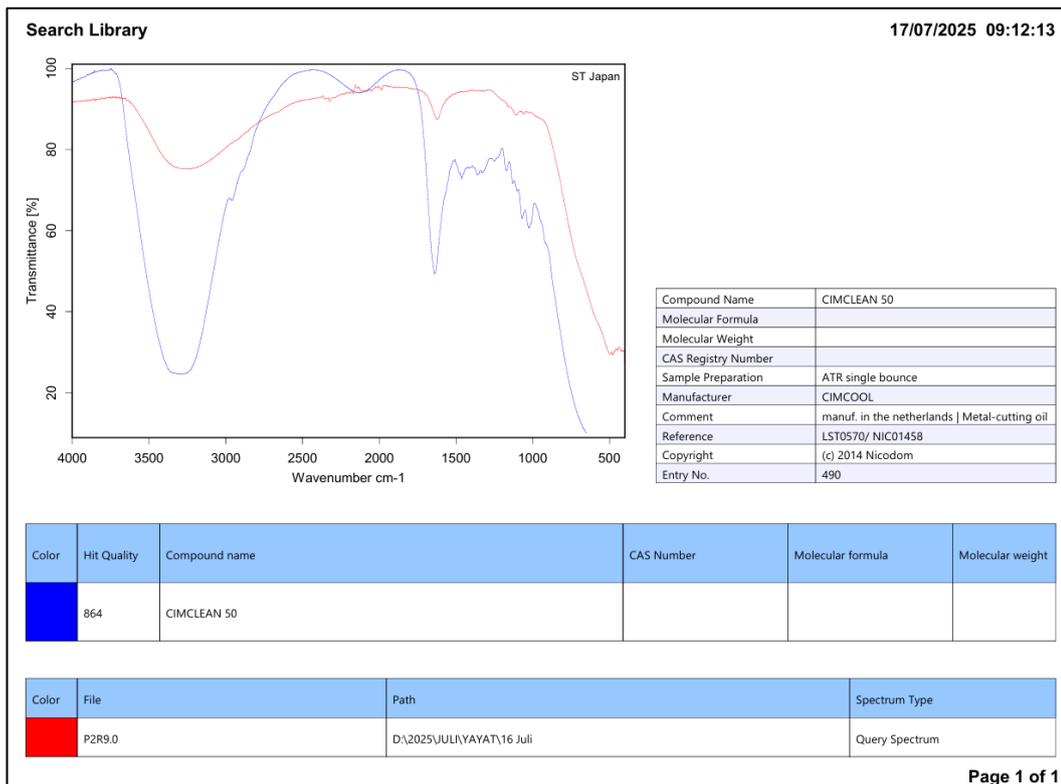
17/07/2025 09:10:34



Compound Name	DRUM CLEANER
Molecular Formula	
Molecular Weight	
CAS Registry Number	
Sample Preparation	ATR single bounce
Manufacturer	Aresal
Comment	Cleaner
Reference	E618/ NIC11031
Copyright	(c) 2014 Nicodrom
Entry No.	1045

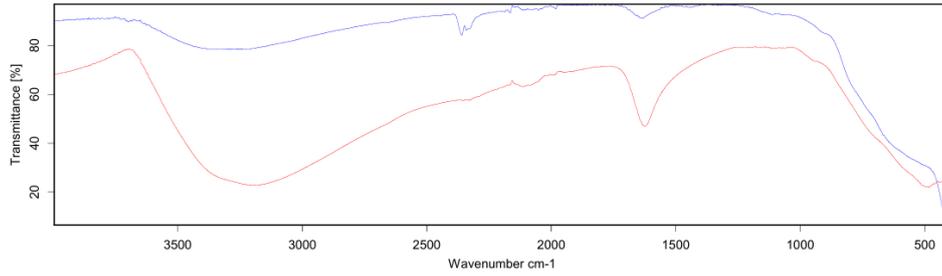
Color	Hit Quality	Compound name	CAS Number	Molecular formula	Molecular weight
Blue	887	DRUM CLEANER			

Color	File	Path	Spectrum Type
Red	P2R8.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli	Query Spectrum



Quick Compare

28/07/2025 11:42:39



**Material is not identical to
TiO2 DEGUSA**

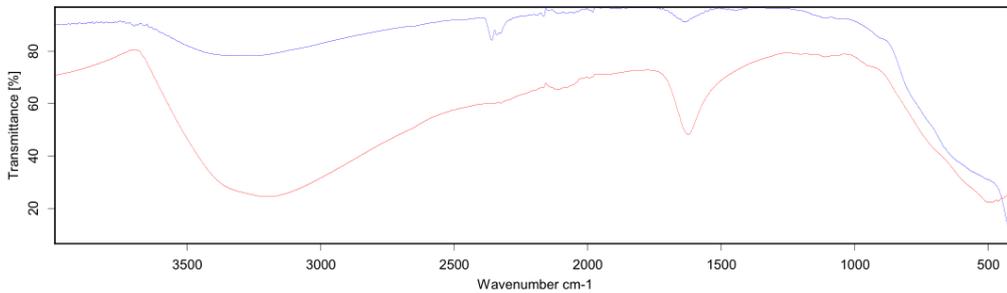
Method name: TIO2 DEGUSA.qc
 Method path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.7.31\Methods
 Threshold [%]: 95
 Description:

Color	File Name Query Spectrum	Path
Red	P2R1.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli

Color	Corr. [%]	Compound Name Reference	Info
Blue	62.8	TiO2 DEGUSA	SOLID

Quick Compare

28/07/2025 11:43:10



**Material is not identical to
TiO2 DEGUSA**

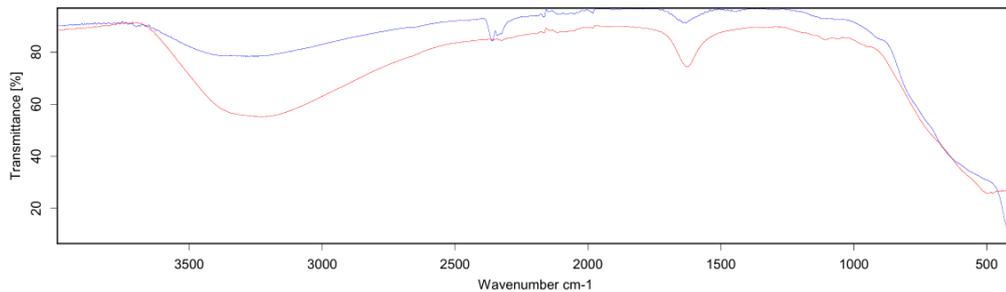
Method name: TIO2 DEGUSA.qc
 Method path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.7.31\Methods
 Threshold [%]: 95
 Description:

Color	File Name Query Spectrum	Path
Red	P2R2.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli

Color	Corr. [%]	Compound Name Reference	Info
Blue	65.6	TiO2 DEGUSA	SOLID

Quick Compare

28/07/2025 11:56:44



**Material is not identical to
TiO2 DEGUSA**

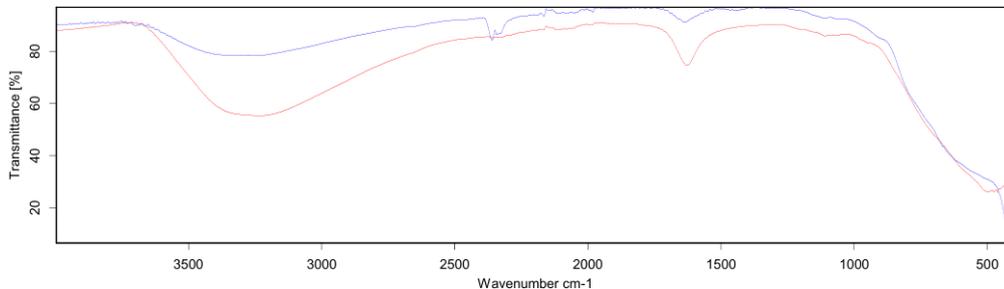
Method name: TIO2 DEGUSA.qc
Method path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.7.31\Methods
Threshold [%]: 95
Description:

Color	File Name Query Spectrum	Path
Red	P2R3.0	D:\2025JULI\YAYAT\16 Juli

Color	Corr. [%]	Compound Name Reference	Info
Blue	92.1	TiO2 DEGUSA	SOLID

Quick Compare

28/07/2025 11:57:51

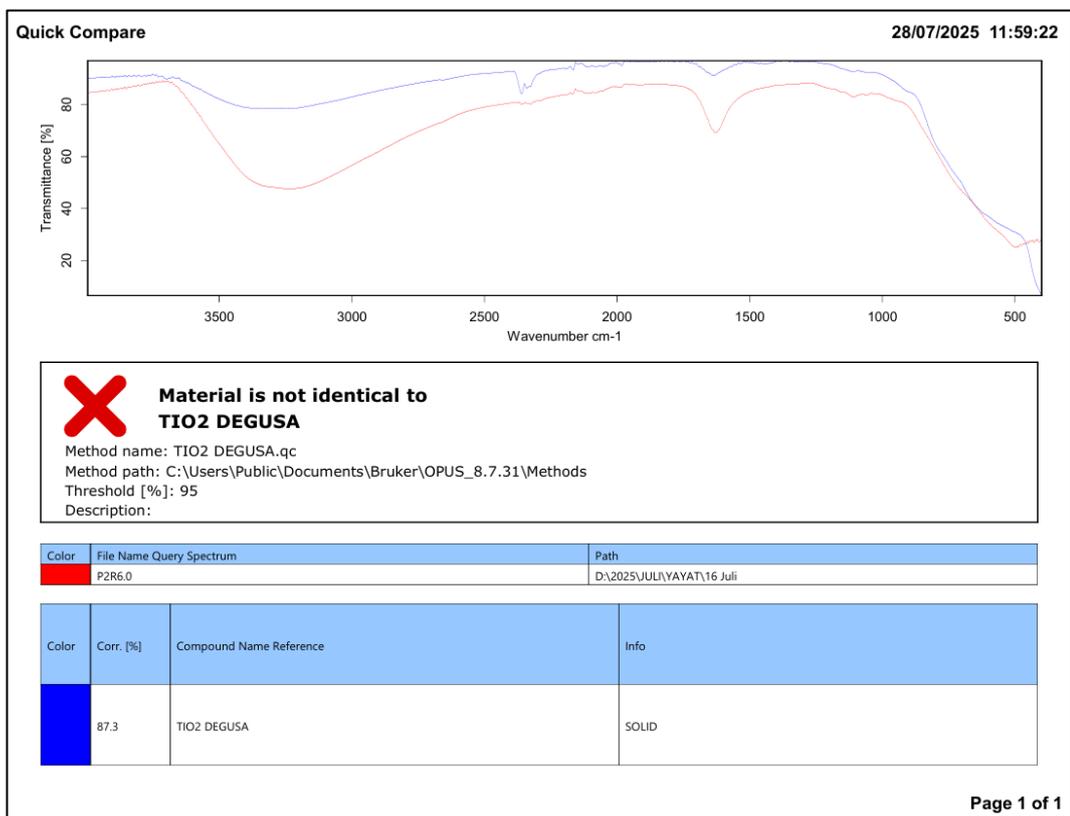
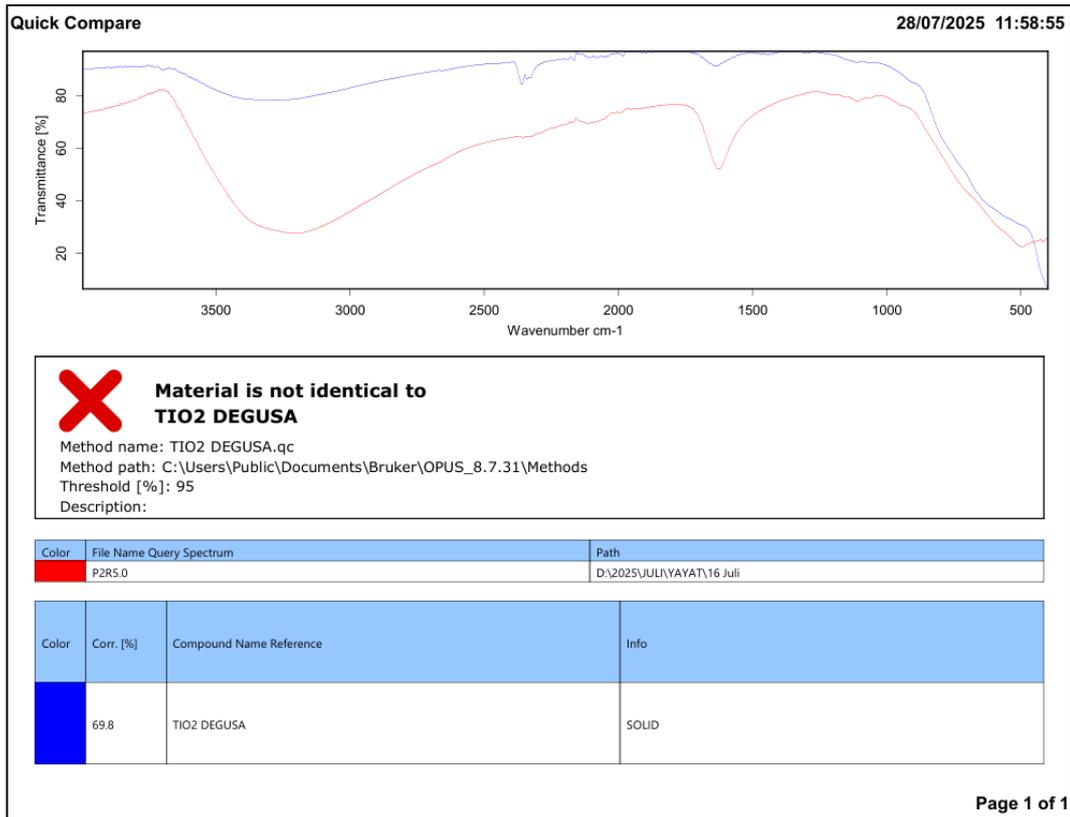


**Material is not identical to
TiO2 DEGUSA**

Method name: TIO2 DEGUSA.qc
Method path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.7.31\Methods
Threshold [%]: 95
Description:

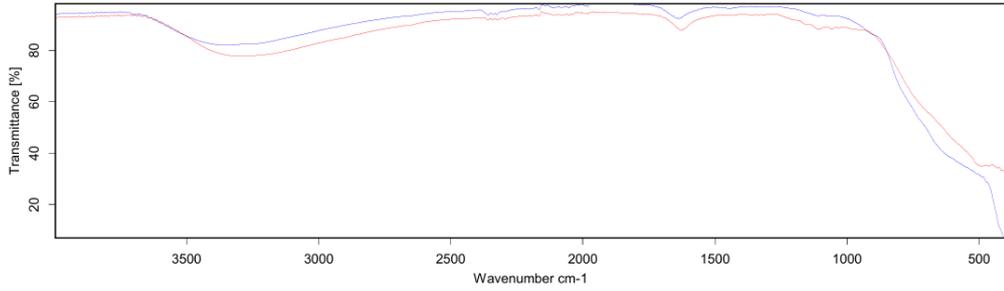
Color	File Name Query Spectrum	Path
Red	P2R4.0	D:\2025JULI\YAYAT\16 Juli

Color	Corr. [%]	Compound Name Reference	Info
Blue	92.2	TiO2 DEGUSA	SOLID



Quick Compare

28/07/2025 11:54:00



**Material is identical to
TiO2 DEGUSA**

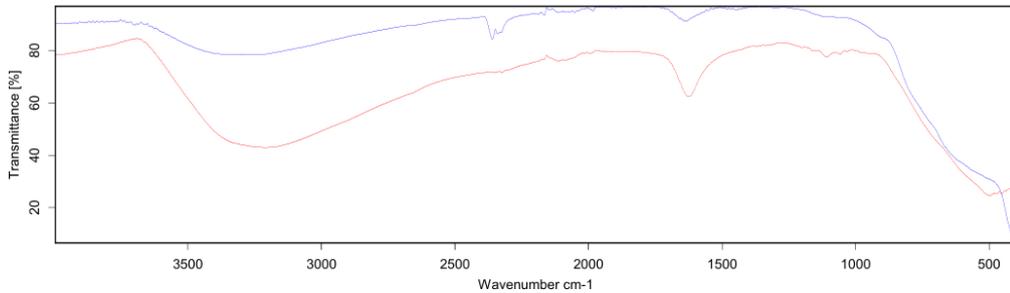
Method name: TIO2 DEGUSA.qc
Method path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.7.31\Methods
Threshold [%]: 95
Description:

Color	File Name Query Spectrum	Path
	P2R7.0	D:\2025\JUL\YAYAT\16 Juli

Color	Corr. [%]	Compound Name Reference	Info
	99.0	TIO2 DEGUSA	SOLID

Quick Compare

28/07/2025 11:54:34



**Material is not identical to
TiO2 DEGUSA**

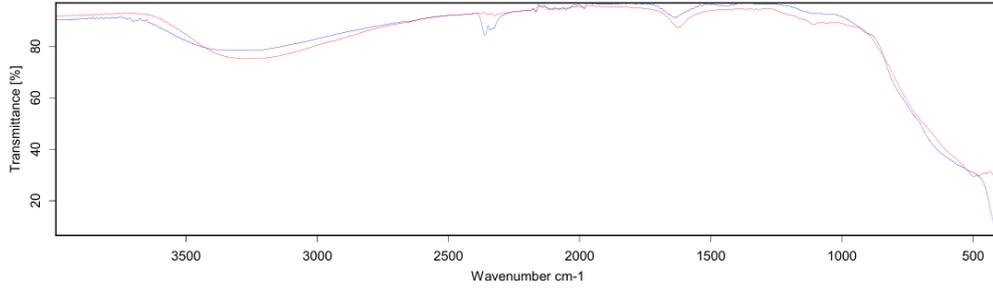
Method name: TIO2 DEGUSA.qc
Method path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.7.31\Methods
Threshold [%]: 95
Description:

Color	File Name Query Spectrum	Path
	P2R8.0	D:\2025\JUL\YAYAT\16 Juli

Color	Corr. [%]	Compound Name Reference	Info
	82.7	TIO2 DEGUSA	SOLID

Quick Compare

28/07/2025 11:55:04



 **Material is identical to
TiO2 DEGUSA**
Method name: TiO2 DEGUSA.qc
Method path: C:\Users\Public\Documents\Bruker\OPUS_8.7.31\Methods
Threshold [%]: 95
Description:

Color	File Name Query Spectrum	Path
Red	P2R9.0	D:\2025\JULI\YAYAT\16 Juli

Color	Corr. [%]	Compound Name Reference	Info
Blue	98.8	TiO2 DEGUSA	SOLID