

PENGARUH H_2SO_4 PADA PELINDIAN ILMENIT DAN HIDROLISA DINI

MV Purwani, Suyanti

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – BATAN

Jl. Babarsari Yogyakarta

purwanimv@gmail.com

ABSTRAK

PENGARUH H_2SO_4 PADA PELINDIAN ILMENIT DAN HIDROLISA DINI. Telah dilakukan penelitian pelindian ilmenit dari tailing pengolahan mineral zirkon menjadi pasir zirkon. Salah satu tailing pengolahan mineral zirkon adalah ilmenit ($FeTiO_3$) yang mengandung Zr, Ti, Nb dan Fe. Titanium oksida (TiO_2) merupakan bahan baku yang sangat bermanfaat dalam berbagai bidang industri. Untuk membuat TiO_2 dari ilmenit dilakukan beberapa tahapan proses yang dimulai dengan pelindian dan pengenceran. Tujuan dari penelitian ini untuk mencari kondisi optimum konsentrasi atau % H_2SO_4 . Pada penelitian ini akan dilakukan pelindian (leaching) ilmenit memakai H_2SO_4 dan pengenceran memakai air. Pada pengenceran memakai air akan terbentuk hidrolisa dini. Residu dan hasil hidrolisa dini dianalisis memakai XRF (spektrometer pendar sinar X). Semakin besar % H_2SO_4 yang dipakai dalam pelindian ilmenit semakin besar efisiensi pelindian dan hidrolisa dini. Pada pelindian 15 gram ilmenit dengan 100 ml H_2SO_4 selama waktu (t) 250 menit, suhu proses = $200^\circ C$ diperoleh kondisi optimum pada % H_2SO_4 = 50%. Pada kondisi ini diperoleh efisiensi pelindian Ti = 88,45%, efisiensi pelindian Fe = 76,67%, efisiensi pelindian Zr = 40,00% dan efisiensi pelindian Nb = 50,00 %, faktor pisah Ti/Fe = 1,15, Ti/Zr = 2,21 dan Ti/Nb = 1,77. Pada hidrolisa dini diperoleh efisiensi hidrolisa Ti = 12,59%, efisiensi hidrolisa Fe = 2,14%, efisiensi hidrolisa Zr = 6,36% dan efisiensi hidrolisa Nb = 10,87%.

Kata Kunci : Pelindian, ilmenit, H_2SO_4

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF H_2SO_4 AT LEACHING OF ILMENITE AND PREMATURE HYDROLYSIS. Leaching of ilmenite from zircon sand tailings product has done Tailings of zircon sand treatment containing of Zr, Ti, Nb and Fe.. At this research will be done on leaching of ilmenite using H_2SO_4 . Titanium oxide (TiO_2) is a very useful raw material in various industrial fields. To make TiO_2 from ilmenite conducted several stages of the process that begins with leaching and dilution. The purpose of this study to find the optimum conditions of concentration or % H_2SO_4 . This research will be carried out leaching of ilmenite with H_2SO_4 and dilution with water. At dilution using water will be formed premature hydrolysis. Residues and premature hydrolysis results were analyzed using XRF (X- ray fluorescence spectrometer). At 15 grams ilmenite leaching with 100 ml of H_2SO_4 over time (t) 250 min, temperature process = $200^\circ C$ obtained the optimum condition at 50 % H_2SO_4 . In these conditions obtained leaching efficiency of Ti = 88.45 % Ti, leaching efficiency of Fe = 76.67 %, leaching efficiency of Zr = 40.00 % and leaching efficiency of Nb = 50.00 %, separation factor Ti / Fe = 1.15, Ti / Zr = 2.21 and Ti / Nb = 1.77. In the premature hydrolysis obtained hydrolysis efficiency of Ti = 12.59 %, Fe hydrolysis efficiency of Fe = 2.14%, hydrolysis efficiency of Zr = 6.36% and hydrolysis efficiency of Nb = 10.87 %.

Keywords : leaching, ilmenite, H_2SO_4

PENDAHULUAN

Ilmenit ditemukan berupa bijih dengan skala yang besar atau sebagai deposit alluvial sekunder (berupa pasir) yang mengandung mineral logam berat. Konsentrat ini mengandung kadar besi yang sangat tinggi dari bentuk segregasi hematit dan magnetit dari ilmenit. Besi dipisahkan dari permukaan ilmenit untuk mendapatkan TiO_2 dalam jumlah besar.

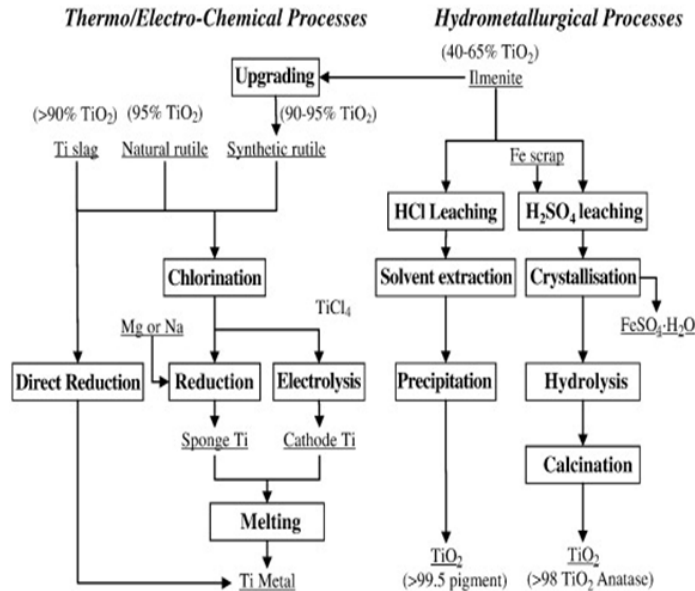
Hampir 95% ilmenit dan rutile diproduksi untuk menghasilkan pigmen tio_2 yang digunakan pada manufaktur logam titanium dan pengelasan

elektroda. Permintaan terhadap bahan baku dengan kandungan tio_2 yang tinggi telah berkembang dengan adanya bahan baku sintesis TiO_2 . Beberapa produk sintesis tersebut berasal dari *titanium slag* (terak) dan rutile sintesis.

Pada *upgrading* pasir zirkon secara mekanik untuk membuat konsentrat zirkon sebelum dilakukan pengolahan secara kimia di PTAPB, diperoleh *tailing* yang mengandung Ti dan Fe (besi). *Tailing* ini mempunyai komposisi yang sangat mirip dengan ilmenit. Tabel 1 adalah data mengenai komposisi yang diperoleh dari *upgrading* pasir Zr^[1].

Tabel 1. Analisis hasil pemisahan pasir zircon secara mekanik

	ZrO ₂	TiO ₂	SiO ₂	FeO ₂	SnO ₂	CrO ₂	Al ₂ O ₃	NbO ₂	MnO ₂
Head sample	54,1	5,4	21,1	2,4	0,6	0,5	0,4	0,1	0,1
Konsentrat	60,9	5,6	5,6	2,7	1,0	0,6	0,5	0,2	0,3
Medeling	40,3	13,1	6,6	3,5	1,2	0,7	1,2	0,3	0,2
Tailing	36,1	10,6	16,3	8,6	0,3	1,4	0,8	0,5	0,4



Gambar 1. Proses pemisahan dan pembuatan TiO₂ dan logam Ti dari ilmenit, pelindian memakai H₂SO₄^[3]

Aplikasi titanium dalam berbagai bidang seperti dalam bidang : militer, industri, kedokteran, mesin. Oleh karena kekuatannya, unsur ini digunakan untuk membuat peralatan perang (tank) dan untuk membuat pesawat ruang angkasa. Beberapa mesin pemindah panas (*heat exchanger*) dan bejana bertekanan tinggi serta pipa tahan korosi memakai bahan titanium. Bahan implan gigi, penyambung tulang, pengganti tulang tengkorak, struktur penahan katup jantung. Titanium juga digunakan sebagai material pengganti untuk batang piston^[2].

Pada penelitian ini akan dilakukan pemisahan atau pembuatan TiO₂ dari ilmenit *tailing* pengolahan pasir zircon. Gambar 1 adalah diagram kotak pemisahan atau pembuatan TiO₂. Proses awal pengolahan adalah leaching atau pelindian memakai H₂SO₄.

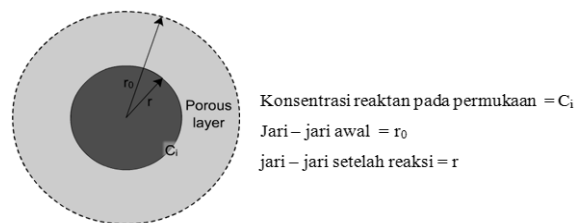
Pelindian atau *leaching*: ekstraksi *solid-liquid* yang merupakan proses ekstraksi suatu konstituen yang dapat larut (*solute*) pada suatu campuran solid dengan mempergunakan pelarut

Proses yang terjadi dalam operasi *leaching*:

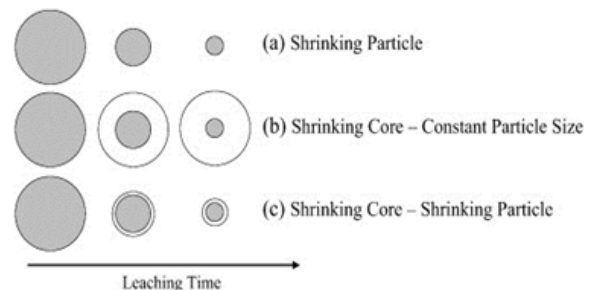
- Pelarutan konstituen (*solute*)
- Pemisahan larutan terhadap *solid* residu
- Pencucian *solid* residu^[4]

Pada proses pelindian, butir-butir padatan akan menyusut karena bereaksi dengan pelarut (Gambar 2, 3 dan 4)

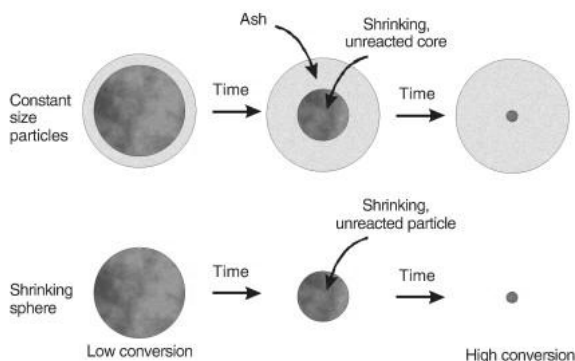
Proses pelindian berdasar model penyusutan inti^[5]
 $aA \text{ (fluida)} + bB \text{ (padatan)} \rightarrow \text{hasil fluida, hasil padatan dan padatan}$



Gambar 2. Gambaran reaktan mendifusi lewat lapisan porus (berongga)⁽⁴⁾



Gambar 3. Skema perbedaan perubahan partikel pada proses pelindian



Gambar 4. Skema perbedaan perubahan partikel pada proses pelindian menurut model inti tidak bereaksi^[4].

Reaksi pelindian yang terjadi antara oksida basa dengan asam sebagai berikut :



Setelah pelindian dilakukan penyaring-an dan pencucian residu (yang tidak terlindi). Pada pencucian ini akan terjadi hidrolisa dini, sehingga akan terbentuk padatan baru. Parameter yang berpengaruh pada proses pelindian adalah konsentrasi atau % H_2SO_4 . Selain terhadap efisiensi pelindian, konsentrasi atau % H_2SO_4 juga berpengaruh pada hidrolisa dini.⁽⁵⁾

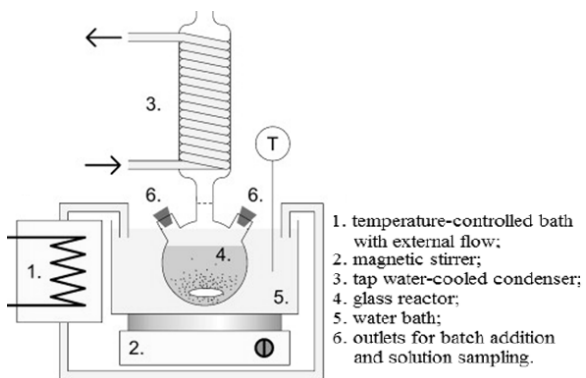
TATA KERJA

Bahan

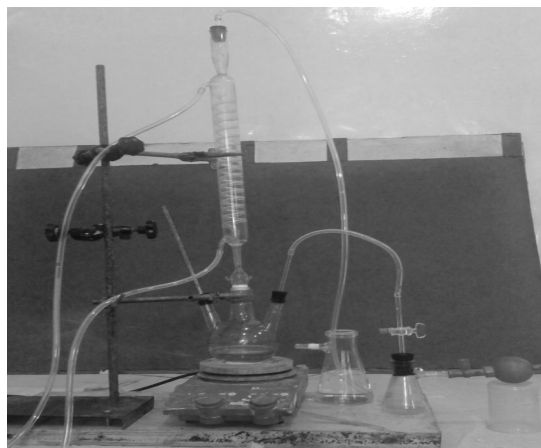
Bahan yang digunakan adalah ilmenit hasil *tailing* pasir zirkon, H_2SO_4 teknis, air, TiO_2 Merck, Fe_2O_3 Merck, NbO_2 Merck, ZrO_2 Merck

Alat

Rangkaian peralatan pelindian, timbangan, oven, alat – alat gelas, spectrometer pendar sinar X



Gambar 5. Sketsa rangkaian peralatan pelindian^[7]



Gambar 6. Rangkaian peralatan pelindian yang dipakai

Cara kerja

Ilmenit digiling dan diayak sampai ukuran menjadi 100 mesh. Asam sulfat 40% sebanyak 100 ml dimasukkan dalam labu leher tiga, dipanaskan sampai suhu didih (200°C). Ilmenit sebanyak 15 gram dimasukkan ke dalam labu, pemanasan dilanjutkan selama 250 menit. Uap dan gas yang terbentuk didinginkan dengan pendingin dan masuk kembali ke dalam labu (refluk), gas yang tidak mencair ditampung dalam wadah supaya tidak mencemari lingkungan. Setelah 250 menit, larutan dan padatan sisa pelindian disedot keluar, setelah dingin disaring. Padatan hitam atau residu dicuci dengan air, pada pencucian ini akan timbul padatan baru yang berwarna putih. Padatan hitam yang tersisa dan padatan yang berwarna putih dikeringkan dan ditimbang, kemudian dianalisis memakai XRF. Pekerjaan diulangi untuk 50, 60, 70 dan 80% H_2SO_4 Besarannya yang diukur

- Berat padatan hitam atau residu (a gram)
- Kadar unsur dalam residu (%)
- Berat padatan putih (b gram)
- Kadar unsur dalam padatan putih (%)

Ukuran keberhasilan proses

Efisiensi pelindian

$$\eta_{\text{pelindian unsur}} = \frac{\text{berat unsur terlarut / terlindi}}{\text{berat unsur awal}} \times 100\% \quad (1)$$

- Berat unsur dalam umpan = kadar unsur x berat ilmenit (umpan), gram
- Berat unsur dalam residu = kadar x berat residu , gram
- Berat unsur yang terlindi = Berat unsur dalam umpan - Berat unsur dalam residu.

Selain besaran diatas, diamati juga hubungan antara konsentrasi atau % H_2SO_4 dengan efisiensi unsur pada hidrolisa dini.

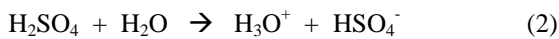
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada analisis ilmenit sebagai umpan diperoleh hasil pada Tabel 2. Selain Ti dan Fe ternyata juga mengandung Zr dan Nb.

Tabel 2. Analisis ilmenit hasil tailing pasir zirkon

Kadar unsur,%		Kadar oksida,%	
Ti	35,82	TiO ₂	59,77
Fe	9,72	Fe ₂ O ₃	13,90
Zr	1,08	ZrO ₂	1,46
Nb	0,98	Nb ₂ O ₃	1,2

Brönsted – Lowry mengungkapkan bahwa sifat asam – basa ditentukan oleh kemampuan senyawa untuk melepas / menerima proton (H⁺). Menurut Brönsted – Lowry, asam adalah senyawa yang memberi proton (H⁺) kepada senyawa lain.



Sedangkan basa adalah senyawa yang menerima proton (H⁺) dari senyawa lain, dalam hal ini oksida Fe, Ti, Zr dan Nb.

Dalam larutan, asam / basa lemah akan membentuk kesetimbangan dengan pelarutnya.

- Asam konjugasi : asam yang terbentuk dari basa yang menerima proton
- Basa konjugasi : basa yang terbentuk dari asam yang melepas proton

Reaksi yang terjadi pada pelindian ilmenit dengan H₂SO₄ sebagai berikut



Ilmenit (FeTiO₃) terpecah menjadi FeSO₄ dan TiOSO₄, disamping Fe dan Ti dalam ilmenit juga terkandung Zr dan Nb.

Pada Gambar 7 dapat dilihat hubungan % H₂SO₄ dengan % berat residu. Semakin besar % H₂SO₄, % berat residu semakin kecil. Dengan semakin banyaknya % H₂SO₄, jumlah mol H₂SO₄ sehingga reaksi antara oksida dengan H₂SO₄ semakin sempurna, dengan demikian yang terlindi semakin besar. Tetapi pada % H₂SO₄ diatas 60%, % berat residu hampir tetap.

Hal ini disebabkan kemungkinan karena derajat ionisasi atau disosiasi α masing masing oksida basa atau basa terutama Zr dan Nb yang terbentuk terbatas atau tidak = 1 (tidak sempurna). Penjelasan selanjutnya dapat dilihat pada hubungan antara % H₂SO₄ dengan efisiensi pelindian

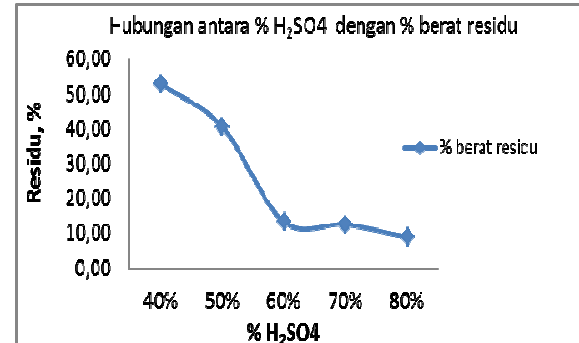
$$\alpha = \frac{\text{jumlah zat yang mengion}}{\text{jumlah zat mula - mula}}; 0 \leq \alpha \leq 1 \quad (4)$$

Oksida basa adalah oksida logam yang dapat bereaksi dengan asam membentuk garam dan air. Secara umum, reaksi oksida basa dan asam adalah sebagai berikut:

Oksida Basa + Asam → Garam + Air

Dalam larutan, asam / basa lemah akan membentuk kesetimbangan dengan pelarutnya.

- Asam konjugasi : asam yang terbentuk dari basa yang menerima proton
- Basa konjugasi : basa yang terbentuk dari asam yang melepas proton

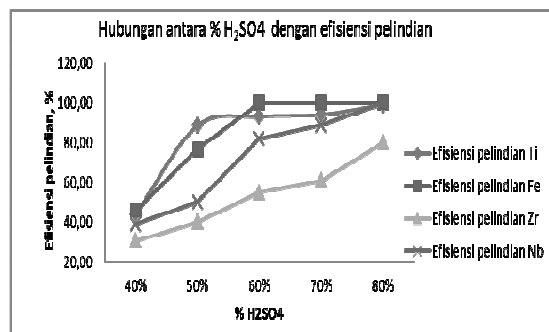


Gambar 7. Grafik hubungan % H₂SO₄ dengan % berat residu

Pada % H₂SO₄ yang rendah reaksi yang terjadi mengikuti teori Arrhenius, sedang pada % H₂SO₄ yang tinggi dapat mengikuti teori Brönsted – Lowry.

Efisiensi pelindian terbesar pada variasi % H₂SO₄ adalah pelindian Fe dan paling kecil adalah Zr. Hal ini dapat dijelaskan sebagai berikut : mengacu pada reaksi Fe₂O₃ dengan H₂SO₄ pekat terjadi antara oksida basa dengan asam kuat, Besi (Fe) paling kuat bereaksi dengan H₂SO₄ dibanding Ti, Nb dan Zr yang paling lemah. Feri oksida yang merupakan oksida basa lemah tidak akan terionisasi dengan sempurna, sehingga ketika bereaksi dengan asam meskipun merupakan asam kuat tidak bereaksi dengan sempurna. Apalagi H₂SO₄ selain bereaksi dengan Fe₂O₃ juga bereaksi dengan TiO₂, ZrO₂ dan NbO₂.

Dari persamaan kecepatan reaksi (5), dapat dilihat bahwa kecepatan reaksi berbanding lurus dengan konsentrasi reaktan. Semakin besar molaritas % H₂SO₄, reaksi semakin cepat, dengan demikian efisiensi pelindian untuk semua unsur semakin besar. Kondisi ini dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Grafik hubungan % H₂SO₄ dengan efisiensi pelindian

A + B → hasil

A = Fe (Ti, Zr dan Nb)

B = H₂SO₄

Kecepatan reaksi

$$-r_A = k_1 \cdot C_A^n \cdot C_B = (k_1 C_B) C_A^n = k C_A^n \quad (5)$$

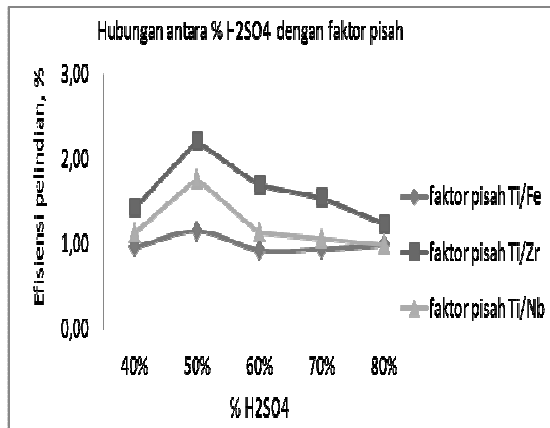
n = orde reaksi

k = tetapan kecepatan reaksi overall

C_A = konsentrasi (mol) Fe, Ti, Zr dan Nb

C_B = konsentrasi (mol) H₂SO₄

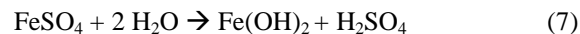
Faktor pisah merupakan perbandingan efisiensi pelindian Ti dengan efisiensi pelindian unsur lain (Fe, Zr dan Nb). Semakin besar harga faktor pisah, pemisahan Ti dengan unsur lainnya semakin baik. Diharapkan Ti berada dalam larutan atau terlindi sedang Fe, Zr dan Nb tertinggal dalam residu.



Gambar 9. Grafik hubungan % H₂SO₄ dengan faktor pisah

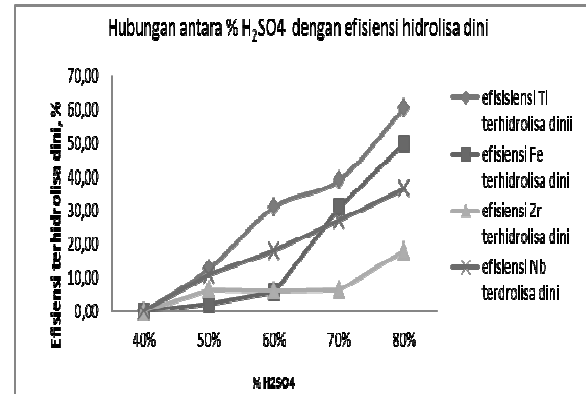
Semakin besar molaritas % H₂SO₄, ion SO₄⁻² yang dihasilkan semakin banyak, sehingga tidak hanya bereaksi dengan Ti dan Fe, tetapi juga bereaksi dengan Zr dan Nb. Dengan demikian faktor pisah menjadi turun. Gambar 9 menunjukkan faktor pisah paling besar Ti/Fe = 1,15, Ti/Zr = 2,21 dan Ti/Nb = 1,77, dicapai pada 50% H₂SO₄

Hidrolisa dini terjadi karena adanya H₂O dan suhu yang tinggi, semakin tinggi suhu larutan semakin mudah terjadi hidrolisa dini. Unsur – unsur yang terhidrolisa selain Ti juga Fe, Zr dan Nb. Reaksi hidrolisa dalam air sebagai berikut⁽⁶⁾.



Semakin besar % H₂SO₄, semakin besar terjadi hidrolisa dini. Hal ini disebabkan karena semakin besar % H₂SO₄ suhu semakin naik ketika dilakukan pengenceran dengan air. Reaksi pengenceran adalah reaksi air H₂SO₄. Pada reaksi pengenceran ini merupakan reaksi eksotermis, sehingga semakin pekat atau semakin besar % H₂SO₄ semakin banyak panas yang ditimbulkan hidrolisa dini semakin mudah.

Hidrolisa dini ini dihindari karena, sebelum dilakukan pemisahan Fe dari larutan hasil pelindian sudah terbentuk padatan yang mengandung Fe dan unsur lain. Dengan demikian dipilih efisiensi hidrolisa dini srkecil mungkin. Oleh karena itu perlu dipilih kondisi % H₂SO₄ yang optimum dengan mempertimbangkan efisiensi pelindian dan faktor pisah. Hubungan % H₂SO₄ dengan hidrolisis dini dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Grafik hubungan % H₂SO₄ dengan hidrolisis dini

Kadar unsur yang terkandung dalam padatan dapat dilihat pada Tabel 3 dan kadar oksida hasil hidrolisa dini dapat dilihat pada Tabel 4.. Pada Tabel 3 dapat dilihat bahwa pada pemakaian 40% H₂SO₄ belum terjadi hidrolisa dini, pemakaian % H₂SO₄ mulai 50% terjadi hidrolisa dini. Kadar Ti dan oksida Ti meningkat pada pemakaian 50 % H₂SO₄ dan 60 % H₂SO₄, tetapi pada pemakaian % H₂SO₄ diatas 70% kadar unsur dan oksida Fe, Zr dan Nb ikut meningkat, sehingga menurunkan kadar Ti.

Tabel 3. Pengaruh % H₂SO₄ terhadap kadar unsur pada padatan hasil hidrolisa dini

% H ₂ SO ₄	Kadar unsur. %			
	Ti	Fe	Zr	Nb
40	0,00	0,00	0,00	0,00
50	38,10	1,79	0,59	0,92
60	38,87	1,51	0,54	0,72
70	12,93	3,52	0,08	0,21
80	17,31	3,89	0,05	0,29

Tabel 4. Pengaruh % H₂SO₄ terhadap kadar oksida pada padatan hasil hidrolisa dini

% H ₂ SO ₄	Kadar oksida. %			
	Ti	Fe	Zr	Nb
40	0,00	0,00	0,00	0,00
50	63,56	2,56	0,80	1,16
60	64,85	2,16	0,73	0,90
70	21,58	5,03	0,11	0,26

KESIMPULAN

Semakin besar % H_2SO_4 yang dipakai dalam pelindian ilmenit semakin besar efisiensi pelindian dan hidrolisa dini. Pada pelindian 15 gram ilmenit dengan 100 ml H_2SO_4 selama waktu (t) 250 menit, suhu proses = $200^\circ C$ diperoleh kondisi optimum pada % H_2SO_4 = 50%. Pada kondisi ini diperoleh efisiensi pelindian Ti = 88,45%, efisiensi pelindian Fe = 76,67% , efisiensi pelindian Zr = 40,00% dan efisiensi pelindian Nb = 50,00 % , faktor pisah Ti/Fe = 1,15, Ti/Zr = 2,21 dan Ti/Nb = 1,77. Pada hidrolisa dini diperoleh efisiensi hidrolisa Ti = 12,59%, efisiensi hidrolisa Fe = 2,14%, efisiensi hidrolisa Zr = 6,36% dan efisiensi hidrolisa Nb = 10,87%.

DAFTAR PUSTAKA

1. <http://id.wikipedia.org/wiki/Titanium>.
2. http://en.wikipedia.org/wiki/Titanium_dioxide.
3. Bin Liang , Chun Li, Chenggang Zang, Yongkui Zang, Leaching kinetic of Panzhuhua ilmenite in sulfuric acid, Hydrometallurgy 26 (2005) 173-179.
4. Octave Levenspiel., Chemical reaction engineering., Dept of Chem. Engineering, Oregon State University, Wiley Eastern Ltd, New Delhi, Bangalore, Bombay, Calcutta, 1972.
5. K. N. Han, T. Rubcumintara, M. C. Fuerstenau , Leaching behavior ilmenite with sulfuric acid, Metallurgical Transactions B June 1987, Volume 18, Issue 2, pp 325-330.
6. Chun Li, Bin Liang, Hai Yu Wang., Preparation of synthetic rutile by hydrochloric acid leaching of mechanically activated Panzhuhua ilmenite., Hydrometallurgy 91 (2008) 121-129.

7. Sasikumar, DS Rao, Srikanth, Mukhopadhyay, Mehrotra., Dissolution studies of mechanically activated Manavalakurichi ilmenite with HCl and H_2SO_4 ., Department of metallurgy Institute of Technology, Banaras Hindu University, Varanasi, India, (2007).
8. Li Zhang, Huiping Hu, Zhi Liao, Qiyuan Chen, Jun Tan., Hydrochloric acid leaching behavior of different treated Panxi ilmenite concentrations, Science Direct, hydrometallurgy 107 (2011) 40-47.
9. Suchun Zhang, Michael J. Nicol., Kinetics of the dissolution of ilmenite in sulfuric acid solutions under reducing conditions., Science Direct, hydrometallurgy 103 196-204(2010).
10. R.H. Petrucci, W.S. Harwood, and F.G. Herring, General Chemistry (8th edn, Prentice-Hall, p.666, (2002).

TANYA JAWAB

Isman Mulyadi Triatmoko

- Bagaimana korelasi antara endapan putih yang terbentuk terhadap konsentrasi H_2SO_4 ?

MV. Purwani

- Endapan putih yang diperoleh terjadi karena adanya panas, sehingga terjadi hidrolisa dini. Semakin besar persentase H_2SO_4 , pada saat pencucian suhunya semakin tinggi, karena reaksi antara H_2SO_4 dengan air pencuci merupakan reaksi eksotermis.