



TUGAS AKHIR - TL141584

**STUDI VARIASI KOMPOSISI GRAFIT TERHADAP  
PROSES EKSTRAKSI  $\text{TiO}_2$  (*RUTILE*) DARI PASIR  
BESI *TITANOMAGNETITE* DENGAN  
MEMANFAATKAN PEMANASAN GELOMBANG  
MIKRO DAN *LEACHING* ASAM KLORIDA**

Miftakhur Rohmah  
NRP 2711 100 061

Dosen Pembimbing  
Sungging Pintowantoro, S.T, MT, Ph. D  
Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya, 2015

(halaman sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL141584

# GRAPHIT COMPOSITION VARIATION STUDY FOR $\text{TiO}_2$ (RUTILE) EXTRACTION PROCESS FROM TITANOMAGNETITE ORE USING MICROWAVE HEATING AND CHLORIDE ACID LEACHING

Miftakhur Rohmah  
NRP 2711 100 061

Advisor  
Sungging Pintowantoro, S.T, MT, Ph. D  
Dian Mughni Fellicia, S.T.,M.Sc

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya, 2015

(halaman sengaja dikosongkan)

**STUDI VARIASI KOMPOSISI GRAFIT TERHADAP  
PROSES EKSTRAKSI  $\text{TiO}_2$  (*RUTILE*) DARI PASIR  
BESI TITANOMAGNETITE DENGAN  
MEMANFAATKAN PEMANASAN GELOMBANG  
MIKRO DAN LEACHING ASAM KHLORIDA**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik  
Pada  
Bidang Studi Metalurgi Manufaktur  
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**MIFTAKHUR ROHMAH**  
NRP. 2711100061

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Sungging Pintowantoro, S.T.,M.T.,Ph.D. (Pembimbing 1)
2. Dian Mughni F., S.T. M.Sc. (Pembimbing 2)

Surabaya, 10 Agustus 2016



**Studi Variasi Komposisi Grafit Terhadap Proses  
Ekstraksi TiO<sub>2</sub> (Rutile) Dari Pasir Besi Titanomagnetite  
Dengan Memanfaatkan Pemanasan Gelombang Mikro  
Dan Leaching Asam Klorida**

Nama Mahasiswa : Miftakhur Rohmah  
NRP : 2711100061  
Dosen Pembimbing : Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D.  
Dian Mughni Fellicia S.T, M.Sc.

**ABSTRAK**

*Pasir besi titanomagnetite merupakan bahan baku produksi titanium dan titanium dioksida. Pemanasan gelombang mikro merupakan teknologi alternatif ramah lingkungan yang dapat mereduksi titanomagnetite menjadi TiO<sub>2</sub>. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh komposisi grafit terhadap proses ekstraksi TiO<sub>2</sub>. Titanomagnetite dioksidasi pada temperatur 1100°C selama 4 jam di muffle furnace untuk mengubah fasa menjadi hemoilmenite (pseudorutile+hematite). Hemoilmenite direduksi dengan grafit pada microwave batch furnace dalam waktu 2 jam dengan daya 4000 watt. Variasi perbandingan komposisi berat pasir besi : grafit yang digunakan adalah 3.05:0.6 , 3.05:1 , 3.05:1.4. Sampel hasil reduksi dengan kadar terbaik kemudian dileaching dengan asam klorida 20 %, dengan rasio solid : liquid sebesar 1:6. Pengujian XRD dan XRF digunakan untuk mengetahui pengaruh proses oksidasi, reduksi dan leaching. Hasil menunjukkan bahwa komposisi grafit berpengaruh terhadap proses pemisahan TiO<sub>2</sub> dalam titanomagnetite. Penambahan grafit berpengaruh terhadap besarnya penyerapan gelombang mikro, kadar Fe dan Ti. Hasil reduksi terbaik pada komposisi 3.05:1, sedangkan peningkatan kadar Ti signifikan setelah proses leaching asam klorida menjadi 32.6 %.*

**Kata kunci:** gelombang mikro, komposisi, pasir besi titanomagnetite, titanium dioksida



(halaman ini sengaja dikosongkan)



**Graphit Composition Variation Study For TiO<sub>2</sub> (Rutile)  
Extraction Process From Titanomagnetite Ore Using  
Microwave Heating And Clorid Acid Leaching**

NAME : Miftakhur Rohmah  
NRP : 2711100061  
ADVISOR : Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D.  
Dian Mughni Fellicia S.T, M.Sc.

**ABSTRACT**

*Titanomagnetite iron ore is a raw material to produce titanium and titanium dioxide. Microwave heating is environment-friendly technology which is able to reduce titanomagnetite into TiO<sub>2</sub>. This research intends to know the effect of graphit composition to TiO<sub>2</sub> extraction process. Titanomagnetite is oxidized at 1100°C temperature for 4 hours in muffle furnace to have its phase changed into hemoilmenite (pseudorutile + hematite). Hemoilmenite is reduced using graphit in microwave batch furnace for 2 hours with 4000 watt power. The iron ore to graphit composition ratio variation used in this research is 3.05:0.6 , 3.05:1 , 3.05:1.4 . The best reduction product sample is processed further by leaching in 20% clorid acid with 1:6 solid to liquid ratio. XRD and XRF examination is used to know the effect of oxidation, reduction, and leaching process. Results shows that graphit has effect to TiO<sub>2</sub> separation from titanomagnetite. Graphit addition has effect to microwave absorption, Fe level, and Ti level. The best rection product is resulted in 3.05:1 composition ratio, whereas Ti Level is significantly increased to 32.6% after clorid acid leaching.*

**Keyword:** *micro wave, composition, iron ore, titanomagnetite, TiO<sub>2</sub>*



## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat serta hidayah-NYA sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir.

Penulisan Tugas Akhir ini dapat terlaksana dengan baik atas bantuan, bimbingan dan saran dari semua pihak serta segenap keluarga besar Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dikti atas beasiswa Bidikmisi yang menunjang kehidupan kuliah penulis.

Penulis menyadari bahwa penyusunan Tugas Akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak sangat diharapkan. Semoga tulisan ini dapat memberi manfaat. Aamiin

Surabaya, Agustus 2015

MiftakhurRohmah



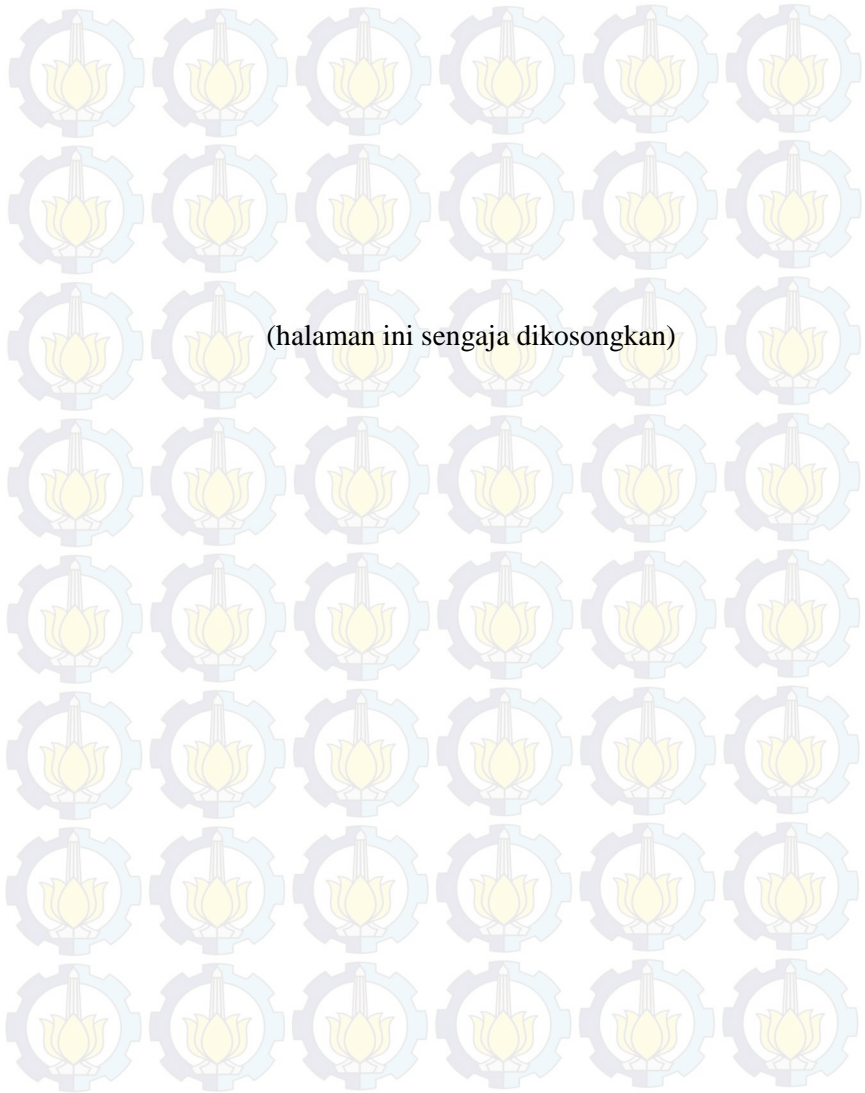


## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL.....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xvii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xxi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Batasan Masalah .....	4
1.4 Tujuan Penelitian .....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Pasir Besi .....	7
2.1.1 <i>Titanomagnetite</i> .....	9
2.2 Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ).....	10
2.3 Metode Ekstraksi Titanium Dioksida dari Besi Titanium Oksida.....	12
2.3.1 Proses Oksidasi Pasir Besi <i>Titanomagnetite</i> .....	14
2.3.2 Proses Reduksi <i>Titanohematite</i> dan <i>Hemoilmenite</i> .....	19
2.3.3 <i>Leaching</i> Asam Klorida.....	21
2.4 Gelombang Mikro .....	24
2.4.1 Pengaruh Gelombang Mikro Terhadap Morfologi Produk.....	27

2.4.2	Interaksi Material dengan Gelombang Mikro...	28
2.4.3	Mekanisme Pemanasan Gelombang Mikro.....	30
2.4.4	Faktor yang Mempengaruhi Pemanasan Dielektrik.....	33
2.4.5	<i>Microwave Batch Furnace</i> .....	36
2.4.6	Perangkat Pembangkit Daya <i>Microwave</i> .....	38
2.4.7	<i>Vector Network Analysis</i> (VNA).....	39
2.5	Grafit.....	41
2.5.1	Pengaruh Jumlah Grafit terhadap Proses Reduksi.....	43
2.6	Reaksi Termodinamika Reduksi <i>Hemoilmenite</i> pada Pemanasan Gelombang Mikro.....	45
2.7	Kajian Penelitian Reduksi Titanium Oksida pada Pasir Besi.....	47
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>		
3.1	Optimasi <i>Microwave Batch Furnace</i> .....	52
3.2	Diagram Alir Penelitian.....	54
3.3	Bahan Penelitian.....	55
3.4	Peralatan Penelitian.....	56
3.5	Pelaksanaan Penelitian.....	60
3.5.1	Preparasi sampel.....	60
3.5.2	Pemisahan Magnetik.....	61
3.5.3	Pre-Oksidasi.....	62
3.5.4	Peletakkan Bahan Baku pada <i>Crucible</i> .....	62
3.5.5	Proses Reduksi Pasir Besi <i>Titanomagnetite</i> .....	62
3.5.5	<i>Leaching</i> Asam Klorida.....	63
3.5.7	Karakterisasi.....	64
3.6	Rancangan Penelitian.....	65
<b>BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1	Karakteristik Bahan Penelitian.....	67

4.1.1	Karakteristik Fasa dan Komposisi Pasir Besi....	67
4.1.2	Grafit.....	72
4.2	Analisa Pengaruh <i>Treatment</i> pada Pasir Besi.....	72
4.2.1	Analisa Pengaruh Proses Oksidasi terhadap Pasir Besi.....	72
4.2.2	Analisa Pengaruh Komposisi Bahan Baku terhadap Sifat Dielektrik Pasir Besi.....	77
4.2.3	Analisa Pengaruh Proses Reduksi pada Pasir Besi.....	82
4.2.4	Analisa Pengaruh Proses <i>Leaching</i> Pada Pasir Besi.....	92
4.2.5	Pengaruh Proses Ekstraksi Terhadap Morfologi.....	96
4.2.6	Pengaruh Desain Terhadap Distribusi Pancaran Gelombang Mikro dan Hasil Reduksi.....	99
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>		
5.1	Kesimpulan.....	103
5.2	Saran.....	104
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>		<b>107</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>113</b>



(halaman ini sengaja dikosongkan)

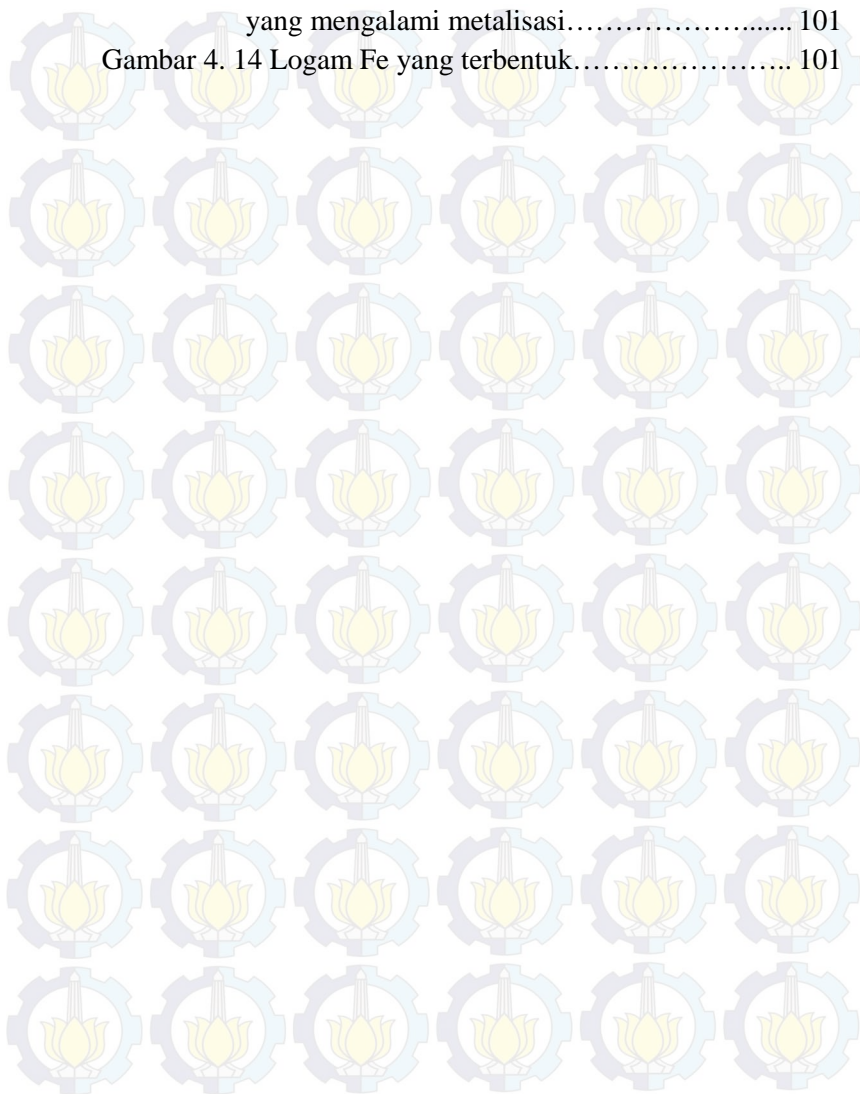


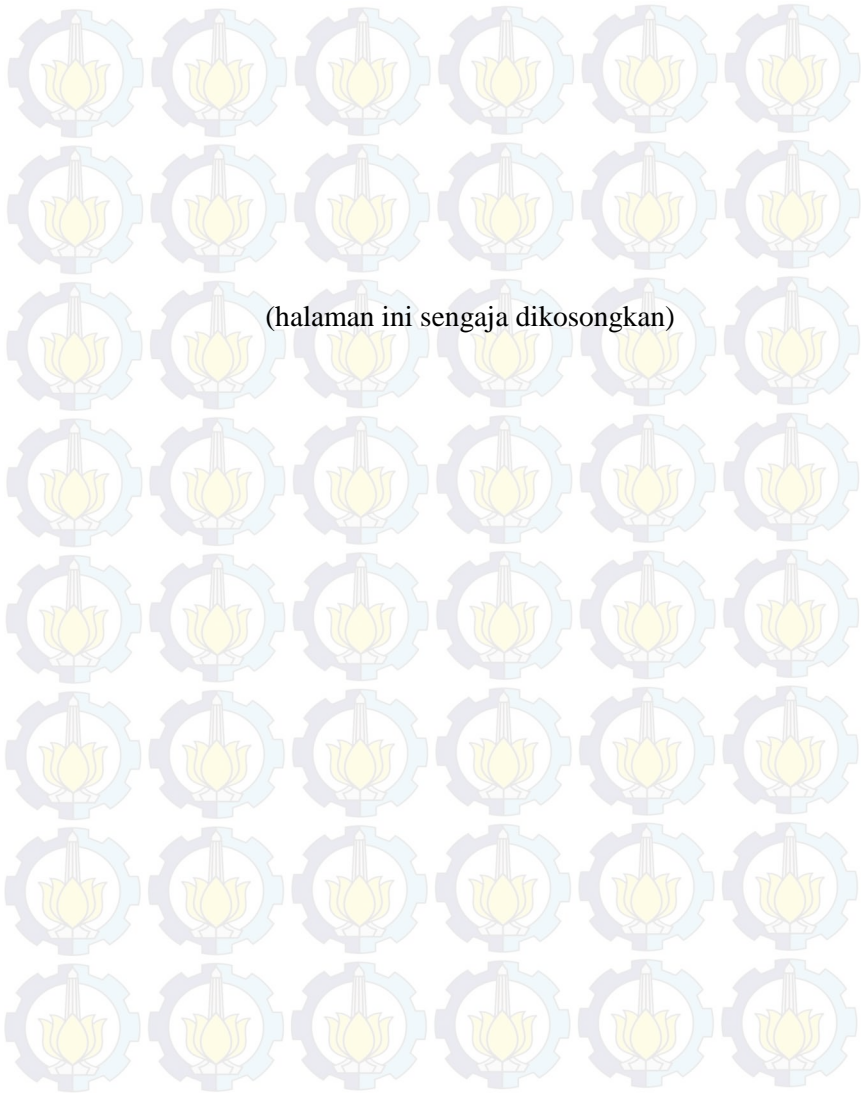
## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Diagram fasa ternery FeO-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiO <sub>2</sub> .....	9
Gambar 2.2	Struktur kristal titanium dioksida.....	11
Gambar 2.3	Skema produksi logam Ti dan pigmen TiO <sub>2</sub> ...	13
Gambar 2.4	Temperatur <i>curie</i> untuk Fe-Ti oksida sebagai fungsi komposisi (a) seri <i>titanomagnetite</i> .....	14
Gambar 2.5	Grain <i>titanomagnetite</i> yang ber- <i>intergrowth</i> pada <i>hemoilmenite</i> .....	16
Gambar 2.6	Struktur kristal <i>Ilmenite</i> .....	18
Gambar 2.7	Kesetimbangan komposisi gas terhadap fungsi temperatur pada sistem besi-karbon-oksigen.....	20
Gambar 2.8	Frekuensi dan panjang gelombang dari spektrum elektromagnetik.....	25
Gambar 2.9	Skema propagasi dari gelombang elektromagnetik.....	26
Gambar 2.10	Mineralogi dan tekstur hasil SEM (a) pasir besi <i>titanomagnetite</i> (b) setelah pemanasan konvensional (c) setelah pemanasan gelombang mikro.....	28
Gambar 2.11	Interaksi gelombang mikro dengan material....	29
Gambar 2.12	Distribusi panas pada pemanasan gelombang mikro.....	31
Gambar 2.13	<i>Microwave batch furnace</i> (a) paten : US 7, 744,810 b2 (b) desain reaktor.....	37
Gambar 2.14	Skema magnetron.....	39
Gambar 2.15	Mekanisme pemanasan grafit sebagai <i>susceptor</i> .....	42

Gambar 2.16 Pemanasan <i>microwave</i> pada grafit yang dicampur dengan material non absorber.....	43
Gambar 2.17 Perbandingan temperatur akibat pemanasan gelombang mikro.....	44
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.....	54
Gambar 3.2 Desain <i>Microwave Batch Furnace</i> .....	58
Gambar 3.3 Skema pemisahan magnetik.....	61
Gambar 3.4 (a) Material under test (b) alat pengujian <i>Vector Network Analysis</i> .....	64
Gambar 4.1 Pola XRD sampel pasir besi.....	69
Gambar 4.2 Pengaruh oksidasi terhadap pasir besi.....	73
Gambar 4.3 Pengaruh komposisi bahan baku terhadap koefisien refleksi.....	79
Gambar 4.4 Pengaruh komposisi bahan baku terhadap koefisien transmisi.....	80
Gambar 4.5 Pengaruh komposisi bahan baku terhadap koefisien absorber.....	81
Gambar 4.6 Hubungan komposisi terhadap temperatur.....	82
Gambar 4.7 Pola XRD hasil reduksi pasir.....	83
Gambar 4.8 Pengaruh komposisi bahan baku terhadap kadar Fe dan Ti.....	92
Gambar 4.9 Pola XRD hasil leaching asam klorida.....	93
Gambar 4.10 Perolehan massa endapan hasil leaching.....	94
Gambar 4.11(a) Endapan filtrat 1 (b) Endapan filtrat 2.....	95
Gambar 4.12 Hasil Pengujian SEM (a) morfologi serbuk filtrat 2 dengan perbesaran 2000x (b) perbesaran morfologi daerah 1 (c) perbesaran morfologi daerah 2.....	97
Gambar 4. 12Pemusatan penyerapan gelombang mikro di dalam <i>microwave batch furnace</i> .....	100

Gambar 4. 13 Pola XRD pasir besi komposisi 3.05 : 1.4 yang mengalami metalisasi.....	101
Gambar 4. 14 Logam Fe yang terbentuk.....	101

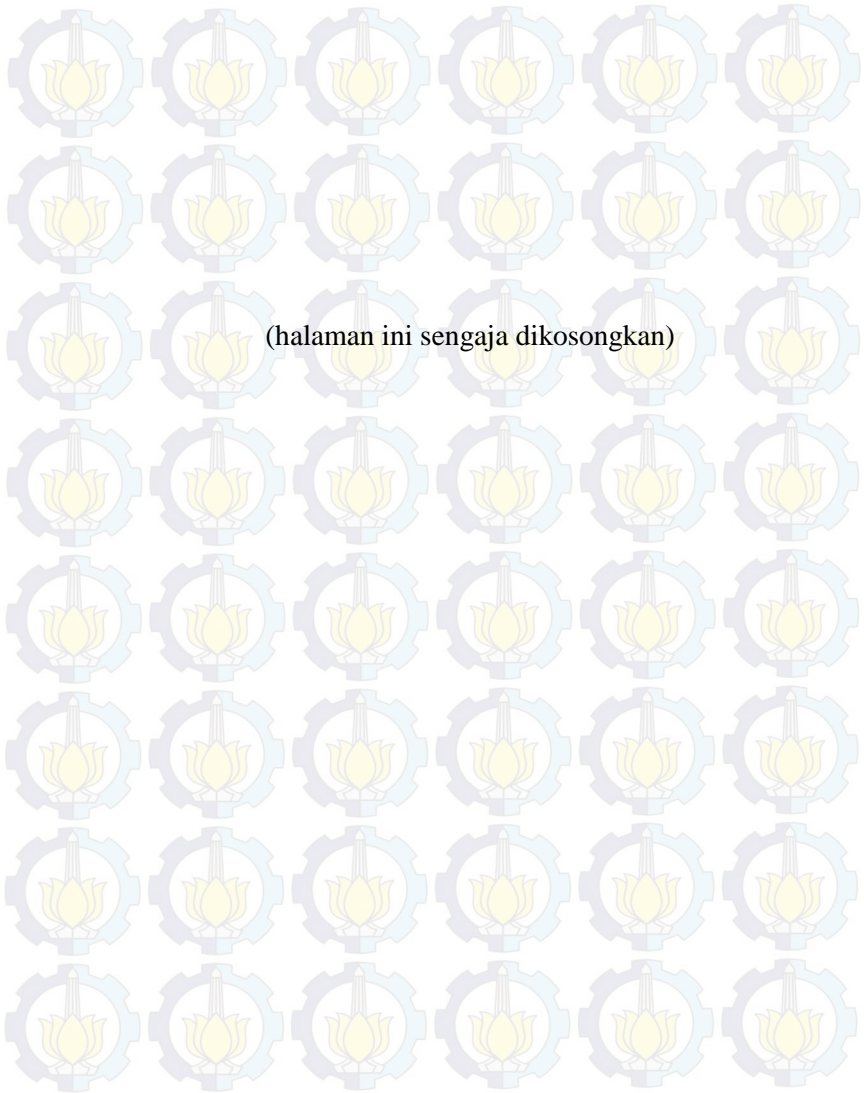






## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Ketersediaan Titanium dan Cadangannya di Indonesia.....	7
Tabel 2.2 Karakteristik Magnetik Senyawa Pasir Besi...	8
Tabel 2.3 Karakteristik TiO <sub>2</sub> .....	11
Tabel 2.4 Mineral Titanium dan Persenyawaannya.....	12
Tabel 2.5 Perbandingan Proses Sulfat dan Proses Klorida.....	22
Tabel 2.6 Perbedaan Pemanasan Gelombang Mikro dengan Pemanasan Konvensional.....	27
Tabel 2.7 Kemampuan Material dalam Penyerapan Gelombang Mikro.....	30
Tabel 2.8 Karakteristik Grafit.....	42
Tabel 3.1 Modifikasi <i>Microwave Batch Furnace</i> .....	53
Tabel 3.2 Rancangan Penelitian.....	65
Tabel 3.3 Rancangan Pengujian.....	66
Tabel 4.1 Komposisi Pasir Besi Hasil Separasi Magnetik	68
Tabel 4.2 Identifikasi Fasa pada Pasir Besi Awal .....	69
Tabel 4.3 Identifikasi fasa pada hasil separasi magnetik...	70
Tabel 4.4 Hasil Pengujian Proxymate Analysis Grafit....	72
Tabel 4.5 Identifikasi Fasa pada Proses Oksidasi .....	73
Tabel 4.6 Komposisi Pasir Besi Hasil Oksidasi.....	76
Tabel 4.7 Pengaruh Komposisi Grafit terhadap S-Parameter.....	77
Tabel 4. 8 Identifikasi Fasa Hasil Reduksi.....	84
Tabel 4. 9 Komposisi Pasir Besi Hasil Reduksi.....	90
Tabel 4. 10Komposisi Filtrat 2.....	96



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kebutuhan titanium dan titanium dioksida semakin meningkat seiring dengan meningkatnya permintaan industri penerbangan, cat, tinta, plastik, kertas dan pigmen di Indonesia. Hingga kini titanium dioksida dan logam titanium belum diproduksi di dalam negeri secara massal sehingga mengakibatkan Indonesia masih bergantung pada impor dari berbagai negara untuk memenuhi kebutuhan industri. Berdasarkan data Kementerian Perindustrian pada tahun 2014 menunjukkan bahwa kebutuhan  $\text{TiO}_2$  dalam periode tahun 2009 - 2013 cenderung menunjukkan tren kenaikan dari sekitar 42,6 kiloton pada tahun 2009 menjadi sekitar 68,1 kiloton pada tahun 2013, atau mengalami kenaikan sebesar 60% secara kumulatif. Namun, selama tahun 2011 hingga tahun 2013 jumlah  $\text{TiO}_2$  yang diimpor menunjukkan stagnansi pada kisaran jumlah 64-68 kiloton (Kemenperin, 2012).

Pada tahun 2010, total produksi dunia mencapai 7 juta  $\text{m}^3$  ton untuk *ilmenite* dan *leucosene*, dimana mineral tersebut mengandung *rutile* ( $\text{TiO}_2$ ) hingga 710.000 ton (Gambagi, 2010). Hampir sekitar 4,5 juta ton  $\text{TiO}_2$  diproduksi oleh beberapa perusahaan, seperti group DuPont sekitar 23%, kelompok Millenium 16%, Hunstmant ioxide serta Ker-McGee masing-masing sekitar 13%, Kronos 10%, ISK 4% serta Kemira 3%. Sedangkan sisanya yang 18% dikuasai oleh perusahaan-perusahaan lainnya. Sementara itu, di Indonesia baru akan dilakukan pembangunan Pabrik Titanium Dioksida dalam jangka waktu 10 tahun ke depan yang direncanakan di Pulau Bangka (finance.detik.com).

Melihat semakin meningkatnya jumlah impor  $\text{TiO}_2$  dan pengembangan kebutuhan akan titanium dan  $\text{TiO}_2$  maka diperlukan upaya untuk meminimalisir jumlah impor  $\text{TiO}_2$  dengan cara mencari alternatif lain untuk memproduksi  $\text{TiO}_2$  di



dalam negeri yaitu dengan memanfaatkan pasir besi jenis *low grade* titanium atau *titanomagnetite* ( $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ )

Indonesia mempunyai deposit titanium di dalam mineralnya dalam bentuk pasir placer, alluvial, dan lateritik. Deposit placer pantai mencapai 71.314.810 ton dengan kandungan  $\text{TiO}_2$  berkisar 0.15 % – 25.15%, sedangkan perkiraan cadangan di Pulau Jawa sekitar 21.922.229 dengan kadar  $\text{TiO}_2$  berkisar 8.92- 9.629% (pusat sumber daya geologi, 2013). Pasir plaser sepanjang garis pantai selatan Jawa menunjukkan konsistensi dari segi mineralogi dimana kandungan  $\text{TiO}_2$  cukup merata (Direktorat sumber daya mineral, 2007).

Adanya kandungan  $\text{TiO}_2$  dalam *titanomagnetite* dan *ilmenite* (*hemoilmenite*) dapat memberikan nilai tambah yang signifikan pada pasir besi. Batasan minimum pengolahan dan permunian mineral logam mengenai peningkatan nilai tambah mineral untuk pasir besi (*titanomagnetite*, *ilmenite*, dan *rutile*) harus memiliki kadar  $\text{TiO}_2$  98% (Ditjen Minerba ESDM, 2012). Sesuai dengan arahan yang tercantum dalam Peraturan Menteri ESDM nomor 07 tahun 2012 dan UU Nomor 4 tahun 2009 tentang Mineral dan Batubara yang menyebutkan pada pasal 4 ayat 1 yang berbunyi “**Mineral dan batubara sebagai sumber daya alam yang tak terbarukan merupakan kekayaan nasional yang dikuasai oleh negara untuk sebesar-besar kesejahteraan rakyat.**”. Oleh karena itu, diperlukan sebuah proses reduksi untuk meningkatkan kadar titanium dalam konsentrat pasir besi menjadi bahan baku titanium dioksida.

Produksi  $\text{TiO}_2$  dari *Titanomagnetite* dikembangkan dengan proses pirometallurgi, hidrometallurgi, atau kombinasi keduanya. Pada proses pirometallurgi, *titanomagnetite* direduksi dengan pereduksi antrasit (sumber karbon) hingga mencapai temperatur leleh sekitar 1800°C sehingga menjadi *molten iron* dan slag yang mengandung  $\text{TiO}_2$ . Slag ini selanjutnya akan diproses kembali dengan menggunakan thermo-elektrik untuk mendapatkan logam titanium. Proses ini memerlukan konsumsi energi yang tinggi dalam operasinya dan rendahnya efisiensi





akan menyebabkan proses pyrometallurgi ini mahal untuk diterapkan, sedangkan proses hidrometallurgi menggunakan metode *leaching* dengan pelarut berupa asam sulfat, asam klorat dan lainnya. Proses *leaching* menggunakan asam sulfat ini memerlukan tahapan yang kompleks, konsumsi energi yang tinggi, emisi CO<sub>2</sub> yang tinggi, dan limbah besi sulfat kurang bernilai ekonomis (Wensheng Zhang, Zhaowu Zhu, Cheng, 2011). Berdasarkan kekurangan dan kelebihan kedua metode tersebut maka diperlukan pengembangan metode alternatif lainnya untuk mereduksi *ilmenite* yaitu dengan menggunakan prinsip pirometallurgi namun dengan sumber pemanasan gelombang mikro (*microwave*).

Kandungan TiO<sub>2</sub> pada pasir besi di Indonesia tergolong kecil kadarnya, sehingga tidak mencukupi persyaratan untuk bahan baku proses kroll. Berbagai cara dilakukan untuk mengupgrade unsur titanium dalam senyawa *titanomagnetite* sehingga besi (Fe) dengan struktur perovskite ini dihilangkan dan titanium berada dalam struktur perovskite ditingkatkan. Perlakuan terhadap *titanomagnetite* menjadi perhatian utama, salah satunya dengan pretreatment awal yaitu oksidasi, reduksi, aktivasi mekanik dan *leaching* pada *titanomagnetite*.

Reaksi reduksi pada *pasir besi titanomagnetite* dengan memanfaatkan pemanasan gelombang mikro akan membutuhkan waktu yang lebih cepat. Pemilihan komposisi bahan baku, lama penyinaran, frekuensi, tingkat daya yang tepat pada pemanasan gelombang mikro akan meningkatkan efisiensi proses reduksi. Oleh karena itu, dibutuhkan penelitian tentang **“Studi Variasi Komposisi Grafit Terhadap Proses Ekstraksi TiO<sub>2</sub> dari Pasir Besi *Titanomagnetite* dengan Memanfaatkan Pemanasan Gelombang Mikro dan *Leaching* Asam Klorida.** Komposisi yang optimal ini akan menentukan efisiensi dari proses reduksi *titanomagnetite*.



## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang digunakan dalam penelitian antara lain:

1. Bagaimana mekanisme proses ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir besi *titanomagnetite* dengan pemanasan gelombang mikro dan diikuti *leaching* asam klorida?
2. Bagaimana pengaruh variasi komposisi grafit terhadap perolehan  $\text{TiO}_2$  pada produk hasil ekstraksi *titanomagnetite*?

## 1.3 Batasan Masalah

Agar penelitian ini terarah dan tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau, maka batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Pasir besi berasal dari daerah Lumajang.
2. Pasir besi yang digunakan dianggap *low grade titanomagnetite* ( $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ ).
3. Diasumsikan proses oksidasi pada *muffle furnace* berjalan sempurna dengan parameter tertentu.
4. Diasumsikan tidak ada *heat loss* dalam *microwave batch furnace* selama proses penyinaran gelombang mikro.
5. Diasumsikan proses *leaching* HCl dilakukan setelah pemanasan gelombang mikro dianggap sempurna dengan parameter tertentu.

## 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mengetahui mekanisme proses ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir besi *titanomagnetite* dengan pemanasan gelombang mikro.
2. Menganalisa pengaruh variasi komposisi grafit dan menentukan komposisi yang optimal terhadap fasa yang terbentuk, kadar  $\text{TiO}_2$ , dan tingkat perolehan  $\text{TiO}_2$  pada produk hasil reduksi *titanomagnetite*.



### **I.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sebagai literatur dan *empirical study* terhadap upaya meningkatkan pengetahuan akan pemanfaatan teknologi gelombang mikro dalam melakukan ekstraksi mineral.
2. Sebagai teknologi alternatif berbasis ramah lingkungan dalam proses ekstraksi titanium dioksida.
3. Sebagai bahan masukan bagi pemerintah untuk mendukung dan mengembangkan usaha pengolahan mineral secara mandiri.







## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Pasir Besi

Besi merupakan unsur penyusun kerak bumi yang jumlahnya menempati urutan keempat, sekitar 50.000 ppm, sedangkan titanium menempati urutan ke sembilan, sekitar 4400 ppm. Hampir semua bebatuan mengandung bijih besi dalam bentuk mineral. Ketersediaan titanium di Indonesia ditunjukkan pada tabel Di Indonesia, bijih besi ditemukan dalam bentuk *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), *geotithe* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), *limonite* ( $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), *siderite* ( $\text{FeCO}_3$ ), bahkan *ilmenite* ( $\text{FeTiO}_3$ ) dimana masing - masing jenis ini memiliki karakteristik yang berbeda-beda seperti pada Tabel 2.1

**Tabel 2. 1** Ketersediaan Titanium dan Cadangannya di Indonesia

Pulau	Type Deposit	Resource $\text{TiO}_2$ (tons)	Ket
Sumatera	Placer	11.072.620 (5.47 – 25.15 %)	Mungkin sebagai bahan baku
	Laterite	107.800.859 (0.5 – 15 %)	
Jawa	Placer	27.469.600 (9.12 – 23.17 %)	Mungkin sebagai bahan baku
Kalimantan	Laterite	596.497.700 (0.5 - 15 %)	
Flores	Placer	175.000 (7.15 %)	
Sulawesi	Placer	32.597.590 (0.9 – 9.85 %)	Mungkin sebagai bahan baku
	Laterite	37.000.000 (0.15 %)	
Total		812.613.169 (0.15 – 25.15% )	

(Sumber :Pusat Sumber Daya Geologi, 2013)



Berdasarkan sifat magnetiknya, mineral dalam pasir besi dikelompokkan menjadi dua komponen yaitu mineral magnetik dan mineral non magnetik. Mineral magnetik ini jumlahnya sangat melimpah dan sering dimanfaatkan karena bernilai ekonomi tinggi. Selain besi oksida, senyawa magnetik lainnya yang cukup dominan dalam pasir besi adalah oksida besi - titanium ( $Fe_xTi_yO_z$ ). Sifat kemagnetan senyawa yang terkandung dalam pasir besi ditunjukkan pada Tabel 2.2.

**Tabel 2. 2** Karakteristik Magnetik Senyawa Pasir Besi

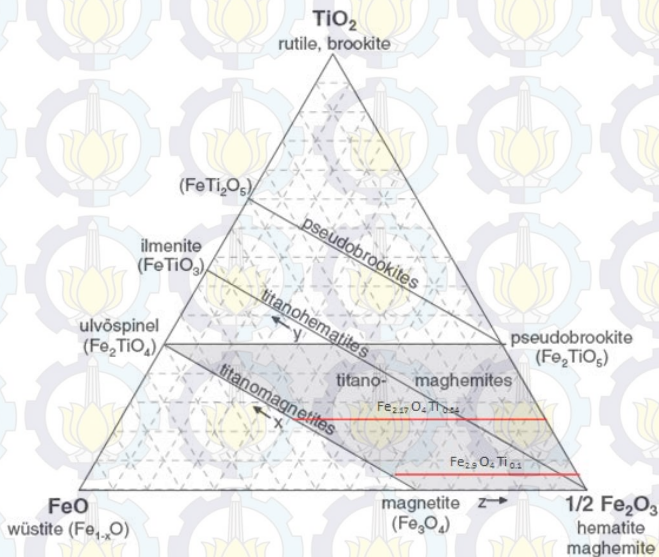
Senyawa	Intensitas Magnet (T)	Senyawa	Intensitas Magnet (T)
<i>Bustamite</i>	0.1 - 0.5	<i>Anthophyllite</i>	0.5 -> 1.7
<i>Albite, Feldspar</i>	> 1.7	<i>Iron titanium Oxide</i>	0.25 - 0.4
<i>Albite</i>	> 1.7	<i>Magnetite, titan</i>	0.1 - 1.1
<i>Titaniferrous magnetite</i>	< 0.1 - 0.3	<i>Magnetite, ulvospinel</i>	0.1 - 1.1
<i>Augite</i>	0.2-1.3	<i>Fayalite</i>	1.1 - 1.5
<i>Titanium dioksida</i>	0.80 - 1.7	<i>Maghemite</i>	0.3 - 0.5
<i>Ilmenite</i>	0.8 - 1.6	<i>Magnetite</i>	< 0.1 - 0.5

(Sumber: Rosenblum, 1999)

Kumpulan senyawa oksida besi - titanium ini terdiri dari mineral-mineral yang memenuhi diagram terneri yang terdiri dari  $TiO_2$ ,  $FeO$ , dan  $Fe_2O_3$ , seperti pada Gambar 2.1. Diagram ini menjelaskan tentang komposisi kimia dari mineral oksida antara lain  $FeO$  (*wustite*),  $Fe_3O_4$  (*magnetite*),  $\gamma-Fe_2O_3$  (*maghemite*),  $\alpha-Fe_2O_3$  (*hematite*),  $FeTiO_3$  (*ilmenite*),  $Fe_2TiO_4$  (*ulvospinel*),  $Fe_2TiO_5$  (*pseudobrookite*), dan  $FeTi_2O_5$  (*ilmeno - rutile* atau



*ferropseudobrookite*). Mineral-mineral tersebut membentuk tiga deret sistem *solid solution*, yaitu *titanomagnetite* (kebalikan dari struktur spinel), *titanohematite* (rhombohedral *hematite* - *ilmenite*), dan *pseudobrookite* seperti Gambar 2.1. Senyawa *titanomagnetite* tergolong senyawa dengan sifat magnetik yang paling tinggi (Yulianto, 2003).



**Gambar 2. 1** Diagram fasa ternery FeO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>  
(sumber: Putnis, 1992)

### 2.1.1 Titanomagnetite

Sistem *titanomagnetite* merupakan kumpulan dari senyawa *magnetite* dan *ulvospinel* yang bersifat magnetik. *Magnetite* adalah senyawa paling umum besi titanium oksida yang bersifat feromagnetik. *Magnetite* memiliki struktur kristal invers spinel dengan kation Fe menempati sisi tetrahedral dan oktahedral. Sisi tetrahedral hanya diisi oleh ion Fe<sup>3+</sup>, sedangkan





sisi oktahedral didominasi oleh  $\text{Fe}^{2+}$ . Sisi *magnetite* oktahedral dengan mudahnya menggabungkan titanium dengan cara membentuk magnetit yang kaya titanium atau disebut *titanomagnetite*. *Titanomagnetite* ( $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ ) merupakan larutan padat yang mempunyai komposisi transisi antara *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dan *ulvöspinel* ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ) (Waychunas, 1991). *Titanomagnetite* membentuk *anorthosite massif* dan lapisan *mafic intrusions* membentuk jaringan *intergrowth* pada *magnetite* atau *hematite*. Deposit *anorthosite* mempunyai karakteristik ikatan dengan batuan alkali yang tinggi (CaO dan MgO) (Murphy and Frick, 2006).

## 2.2 Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ )

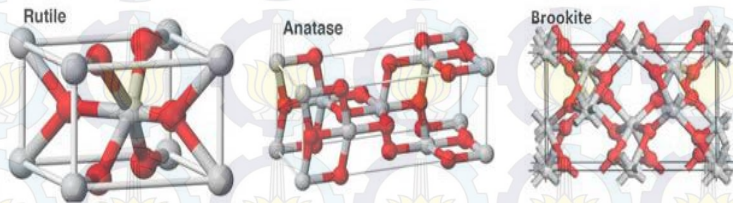
Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan serbuk berwarna putih dengan sifat tidak tembus cahaya (material transparant) sehingga diaplikasikan sebagai bahan baku cat, industri kertas, plastik, dan sensor gas (Zhang et al. 2001). Titanium dioksida termasuk dalam senyawa polimorfi dengan tiga struktur kristal yaitu *rutile* (fase yang stabil pada temperatur tinggi secara termodinamik), *anatase* (fase yang stabil pada temperatur rendah dan metastabil secara termodinamika), dan *brookite*. *Rutile* merupakan jenis yang paling umum digunakan dalam industri pigment. *Brookite* mempunyai struktur orthorhombik dan mengalami perubahan sistem kristal menjadi *rutile* pada temperatur 750 °C, sedangkan *anatase* memiliki struktur tetragonal dan mengalami perubahan bentuk menjadi *rutile* pada temperatur 915 °C (Farrell, 2001).



**Tabel 2. 3** Karakteristik TiO<sub>2</sub>

Karakteristik	<i>Rutile</i>	<i>Anatase</i>
Indeks Bias	2.71	2.55
<i>Tint strength</i>	1750 – 1850	1250
<i>Oil Absorption</i>	16-36	16.26
Kekerasan	6.0 – 7.0	5.5 – 6.0
Aplikasi	Pigment untuk segala jenis kebutuhan	Pigment untuk katalis dan tinta
Produksi	Proses Klorida	Proses Sulfat

(Sumber : Bondt, 2012)



**Gambar 2. 2** Struktur Kristal Titanium Dioksida

(Sumber: Bondt, 2012)

Tabel 2.3 menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub> sebagai pigmen dalam struktur *rutile* mempunyai keunggulan karena memiliki indeks bias, *tinting strength*, dan *oil absorption* yang lebih besar daripada anatase. Selain itu, *rutile* digunakan dalam segala jenis properti yang menggunakan pigmen. Dengan demikian, akan lebih menguntungkan memproduksi pigmen dalam bentuk *rutile*.

Di alam, TiO<sub>2</sub> ditemukan dalam mineral *ilmenite* (FeTiO<sub>3</sub>), mineral batuan *rutile* dan *titanomagnetite* (Fe<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) serta mineral *leuxene* seperti slag titanium and sintetik *rutile* (Mehdilo, 2011) seperti pada Tabel 2.4. *Rutile* mempunyai



sifat diamagnetik dan dapat dipisahkan dari fraksi paramagnetik dan ferromagnetik di mineral (Meinhold, 2010).

**Tabel 2. 4** Mineral Titanium dan Persenyawaannya

Mineral	Komposisi	Kandungan TiO <sub>2</sub> (%)
<i>Rutile</i>	TiO <sub>2</sub> (Tetragonal)	± 95 %
<i>Anatase</i>	TiO <sub>2</sub> (Tetragonal, Near Octahedral)	± 95 %
<i>Brookite</i>	TiO <sub>2</sub> (Orthorhombic)	± 95 %
<i>Ilmenite</i>	FeTiO <sub>3</sub>	40 – 65 %
<i>Leucoxene</i>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . nTiO <sub>2</sub>	> 65%
<i>Arizonite</i>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . nTiO <sub>2</sub> . mH <sub>2</sub> O	-
<i>Perovskite</i>	CaTiO <sub>3</sub>	40 – 60 %
<i>Geikielite</i>	MgTiO <sub>3</sub>	-
<i>Titanite or sphene</i>	CaTiSiO <sub>5</sub>	30 – 42 %
<i>Titanomagnetite</i>	(Fe.Ti) <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2-20 %

(sumber : Wensheng Zhang, 2011)

### 2.3 Metode Ekstraksi Titanium Dioksida dari *Besi Titanium Oksida*

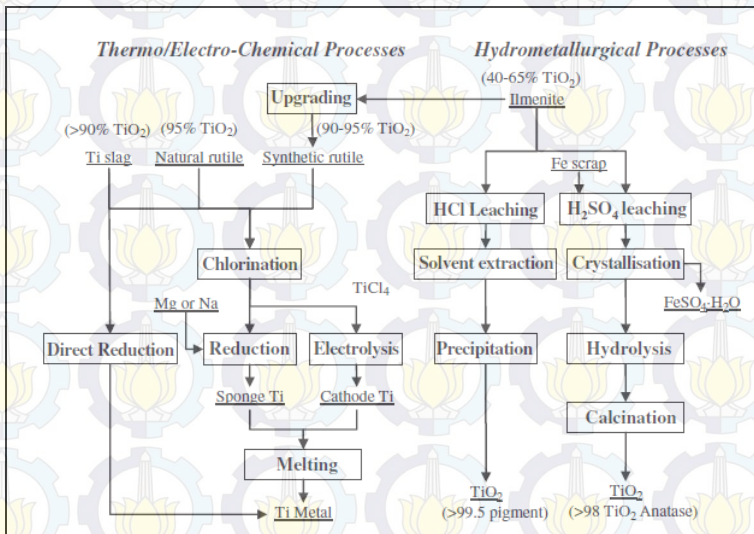
Besi oksida titanium, salah satunya *ilmenite* dan *titanomagnetite* merupakan mineral yang sering digunakan sebagai bahan baku membuat titanium dioksida. *Ilmenite* merupakan bentuk spinel dari besi oksida dan titanium oksida, sehingga mustahil untuk memisahkan besi dari titanium pada *ilmenite* menggunakan pemisahan fisika. Mahmoud (2004) mengembangkan benefisi *ilmenite* menjadi sintetik *rutile* dengan cara sebagai berikut:

1. *Smelting Process*, proses reduksi hingga menjadi *molten* dan slag yang kaya titanium. Slag kemudian di-*leaching* dengan asam sulfat atau asam klorida pada temperatur tertentu.





2. Reduksi *ilmenite* secara parsial dengan mengkonversi dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menjadi  $\text{FeO}$  atau secara sempurna menjadi besi metalik, yang diikuti proses *leaching* asam.
3. Reduksi kandungan besi pada *ilmenite* menjadi besi metalik yang diikuti proses korosi dengan oksigen dan ammonium klorida.
4. Oksidasi dan reduksi *ilmenite* yang diikuti *leaching* dengan asam klorida (proses MURSO).
5. Roasting dan pemisahan magnetik yang diikuti *leaching* asam klorida (proses ERMS).



**Gambar 2. 3** Skema Produksi Logam Ti dan Pigmen  $\text{TiO}_2$   
(Sumber: Wenzheng Zang, 2011)

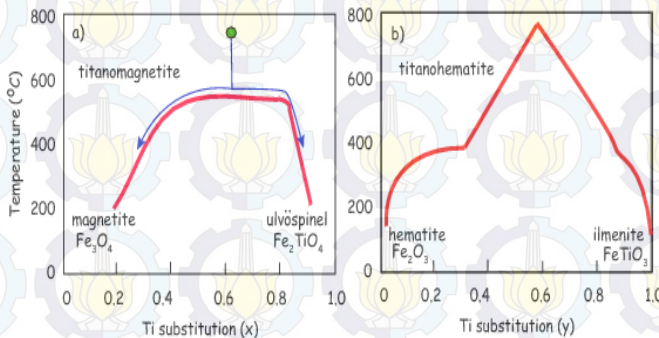
Sehingga, secara keseluruhan terbagi menjadi dua yaitu proses hidrometallurgi untuk memproduksi titanium dioksida, dan proses thermo / elektrokimia untuk meningkatkan kadar



*ilmenite* menjadi sintetik *rutile* atau logam titanium seperti pada Gambar 2.3. Secara garis besar, proses produksi  $TiO_2$  menggunakan *leaching* sulfat dan *leaching* asam klorida.

### 2.3.1 Proses Oksidasi Pasir Besi Titanomagnetite

Proses oksidasi pada pasir besi *titanomagnetite* bertujuan untuk memudahkan proses reduksi. Selama proses oksidasi, *titanomagnetite* dapat diubah menjadi *titanohematite* dengan pemanasan hingga melewati temperatur *curie* ( $T_c$ ), yaitu temperatur dimana material yang bersifat ferromagnetik akan berubah kemagnetannya menjadi paramagnetik. *Titanohematite* atau *hemoilmenite* ( $Fe_{2-y}Ti_yO_3$ ), dimana  $y$  merupakan fraksi mol dari *end-member ilmenite*. Titanohematite (Franke, 2007). Perubahan ini seperti gambar 2.4. Pemanasan pada temperatur di atas temperatur *curie* akan menyebabkan homogenitas senyawa dan pengurangan intensitas magnetik.



**Gambar 2. 4** Temperatur *Curie* untuk Fe-Ti Oksida Sebagai Fungsi Komposisi (a) seri *titanomagnetite* (b) seri *titanohematite*.

(sumber : Krasa, 2003)



*Titanomagnetite* dan *hemoilmenite* mengkristal pada temperatur sekitar 1300 °C. Pemanasan di atas temperatur 600°C, terbentuk larutan padat antara *magnetite* menjadi *ulvöspinel*, sedangkan pemanasan di atas tempertur 800 °C akan mengubah antara *hematite* menjadi *ilmenite*. Tingkat oksidasi *titanomagnetite* diwakili oleh parameter z seperti pada gambar 2.1 *Titanomagnetite* berinteraksi dengan oksigen sehingga membentuk *ilmenite* dengan kandungan Ti yang rendah dan ber-*intergrowth* pada *magnetite* Ti rendah. Bentuk oksidasi dikenal sebagai *oksidasi deuterik*.

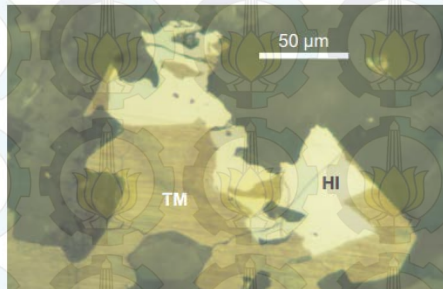
Ketika mineral FeTi - oksida diberi perlakuan oksidasi maka terjadi peningkatan rasio  $Fe^{2+}$  menjadi  $Fe^{3+}$  yang menyertai oksidasi deuterik yaitu akan terjadinya *ilmenite* yang berlamellar dalam butir *titanomagnetite*. Proses ini membagi *titanomagnetite* ke dalam butiran kecil yang miskin titanium (Krasa, 2003). Oksidasi pada *titanomagnetite* dilakukan dengan 2 cara yaitu:

- a. Oksidasi pada temperatur rendah  
Oksidasi ini dilakukan dengan cara pemanasan di bawah temperatur *cuire*. *Titanomagnetite* berbentuk spinel akan kekurangan kation sehingga akan berubah menjadi *hemoilmenite* secara larutan padat.
- b. Oksidasi pada temperatur tinggi  
Oksidasi ini dilakukan dengan cara pemanasan di atas temperatur *curie*. Proses oksidasi senyawa *titanomagnetite* pada temperatur tinggi disebut *deuterik oxidation*. *Titanomagnetite* yang teroksidasi akan mempertahankan struktur kristal spinel dan tidak terbentuk kristal yang lainnya. Namun, rasio Fe/O menurun ketika proses maghemitisasi karena kation Fe bermigrasi keluar dari kisi spinel dan terjadi kekosongan kisi. Dengan meningkatnya





jumlah kekosongan kisi, kisi spinel dari *titanomagnetite* akan tidak stabil sehingga akan membentuk *ilmenite* ( $\text{FeTiO}_3$ ) yang miskin Ti dan ber-*intergrowth* pada *magnetite*. Hasil Uji SEM ditunjukkan pada Gambar 2.5



**Gambar 2.5** Grain *Titanomagnetite* yang berintergrowth pada *hemoilmenite*  
(sumber : Krasa, 2003)

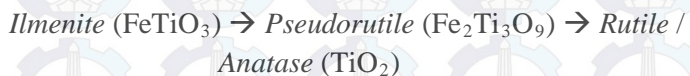
Temperatur *curie* adalah temperatur ketika terjadi perubahan sifat kemagnetan suatu bahan. Untuk senyawa *titanomagnetite* yang didominasi senyawa *magnetite*, biasanya temperatur curie berkisar  $\pm 520$  °C (Krasa, 2003). Perubahan dalam tahapan oksidasi mengikuti garis putus-putus horizontal dan produk yang dihasilkan tidak berupa *titanohematite* fasa tunggal melainkan campuran dari *titanohematite* dan *hemoilmenite* yang stabil pada temperatur rendah (Franke, 2007). Reaksi yang terjadi berupa :



*Ilmenite* merupakan termasuk ke dalam klasifikasi titanohematite. *Ilmenite* mengandung 36.8% Fe, 31.6% Ti, dan 31.6% oksigen. Kandungan Fe lebih tinggi sehingga titanium

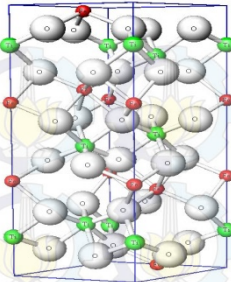


bersubstitusi ke dalam besi atau elemen lainnya sebagai impurities dari *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). *Ilmenite* mempunyai struktur heksagonal seperti gambar 2.6, dengan ikatan Fe berupa oktahedral dan disubstitusi dengan Ti membentuk oktahedral. Dua ikatan oktahedral yang saling mengikat oksigen ini menyebabkan sulit untuk dipisahkan (Aguet al, 2001). Oleh karena itu, perubahan *ilmenite* terjadi hanya pada layer besi dan merubah karakteristik magnetik. Sehingga, secara umum mekanisme reduksi yang menyebabkan perubahan *ilmenite* (Suresh, 1994) sebagai berikut :



Beberapa literatur menyebutkan bahwa preoksidasi *ilmenite* pada temperatur  $\geq 900^\circ\text{C}$  akan mengubah *ilmenite* menjadi *pseudobrookite* ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) sebagai produk antara untuk pembentukan  $\text{TiO}_2$  anatase (Grey, 1975). Selain itu, adanya proses oksidasi dapat meningkatkan laju reduksi *titanomagnetite* karena *ilmenite* diberikan perlakuan penguatan secara gain sehingga energi pada batas butirnya rendah (Zhang dan Ostrovki (2002) ). Zhao (2010) juga mengemukakan bahwa *ilmenite* yang telah di-*pelletizing* dioksidasi pada temperatur  $800^\circ\text{C}$  selama 2 jam memiliki fasa yang terbentuk  $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$ ,  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Pada temperatur yang lebih tinggi fasa utama yang terbentuk adalah  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ . Namun, penelitian Reyneke (2007) menjelaskan bahwa oksidasi pada kondisi pH yang rendah dan lingkungan oksidator rendah hanya membentuk sampai fasa *pseudorutile*.



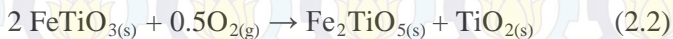


**Gambar 2. 6** Struktur Kristal *Ilmenite*

(sumber : Shannon, 2007)

*Ilmenite* diberi perlakuan preoksidasi untuk mendapatkan penguatan dan peningkatan pada kinetika reduksi.

*Ilmenite* dioksidasi sekitar 1100 °C untuk mengubah fase *ilmenite* menjadi kombinasi *rutile* dan *pseudobrookite* sebagai berikut :



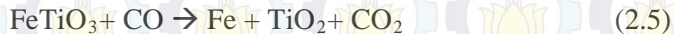
Pickels dan Merk (2009) menyatakan bahwa preoksidasi berfungsi untuk mengubah butiran *ilmenite* dari ukuran yang besar menjadi lebih halus ke dalam arah dari kristal *pseudobrookite* yang mengandung *rutile* secara acak. Oksidasi akan menyebabkan crack dan ekspansi kisi. Selama proses reduksi, Fe akan berpresipitasi pada sub batas butir *ilmenite* yang kemudian memperbesar porositas. Selain itu, Fe memiliki afinitas terhadap O<sub>2</sub> yang lebih tinggi sehingga menyebabkan kecepatan difusinya lebih tinggi dibandingkan titanium. Potensial oksidasi Fe (II) → Fe (III) lebih tinggi dibandingkan potensial oksidasi Ti (IV) → Ti (V), sehingga besi mudah teroksidasi.



Fasa pseudobrokite merupakan fasa yang lebih mudah dilarutkan dalam asam (Molina dan Vasquez, 2008).

### 2.3.2 Proses Reduksi *Titanohematite* dan *Hemoilmenite*

Mineral – mineral yang tergabung dalam *titanohematite* bahkan *hemoilmenite* akan mengalami proses reduksi. Namun, proses reduksi ini harus diubah dulu ke dalam fasa *pseudobrokiite* +  $\text{TiO}_2$ . Proses reduksi *hemoilmenite* khususnya pseudorutile mengikuti reaksi 4.3 – 4.5. Pseudobrookite +  $\text{TiO}_2$  ini akhirnya direduksi dengan reduktor CO yang dihasilkan oleh gasifikasi karbon yang akan membentuk *ilmenite*. *Ilmenite* ini akan tereduksi kembali dengan gas reduktor CO sehingga menghasilkan logam yang kaya Ti sebagai slag (Whenzhang, 2010)

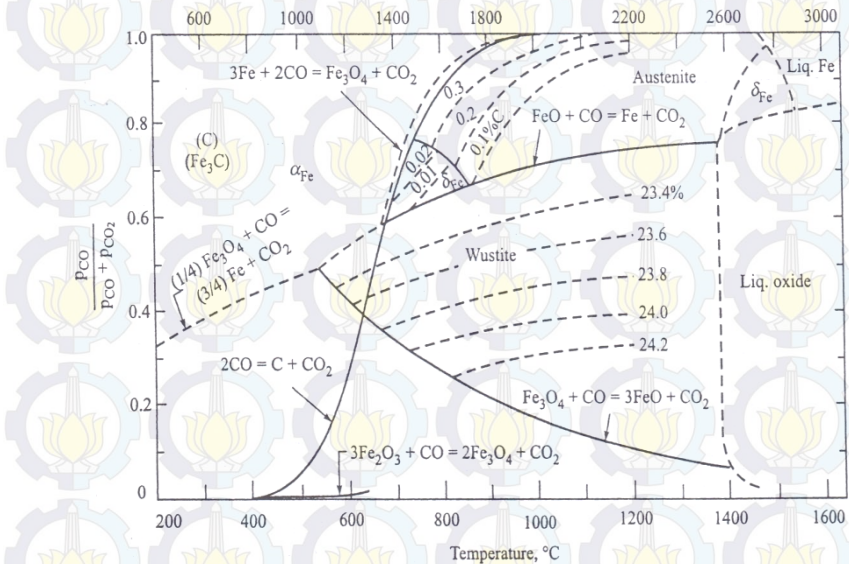


Reduksi karbotermik pada temperatur di bawah  $1200^\circ\text{C}$  menghasilkan besi metalik dan bentuk oksida yang tereduksi ( $\text{Ti}_n\text{O}_{2n-1}$ ) dan  $(\text{Fe,Ti})_3\text{O}_5$ . Sedangkan pada temperatur lebih dari  $1300^\circ\text{C}$ , reduksi karbotermik berfungsi untuk menghasilkan karbon cair besi jenuh dan titanium oxycarbide. Hasil penelitian menyebutkan bahwa temperatur adalah faktor yang paling signifikan. Derajat metalisasi mencapai hingga 99% untuk jangka waktu 6 jam pada  $1200^\circ\text{C}$  menggunakan ukuran partikel 200 mesh (A.A Francis, 2008).





Namun, reaksi *solid state* ini tidak terjadi bahkan setelah 20 jam pada 1000 °C, karena tidak adanya kontak partikel (Kodjo, 1988) sehingga reaksi yang terjadi berupa solid-gas. Sehingga reaksi solid - gas akan terjadi terlebih dahulu daripada reaksi solid-solid. Reaksi tersebut mengikuti reaksi 2.5.



**Gambar 2. 7** Kestimbangan Komposisi Gas Terhadap Fungsi Temperatur Pada Sistem Besi-Karbon-Oksigen (Sumber: Sarangi, 2011)

Menurut Tsodikov (1995), *pseudorutile* juga dapat bertransformasi menjadi senyawa  $Fe_xTi_{1-x}O_2$  dan sedikit  $TiO_2$ . Pembentukan fasa  $Fe_xTi_{1-x}O_2$  merupakan hasil dari Fasa Fe yang masih berpresipitasi terhadap  $TiO_2$  (*anatase*) dengan kelarutan Fe sebesar 9.8 % , yang terjadi akibat *treatment* pada temperatur 500 °C.





*Rutile* yang telah terbentuk akan mengalami reduksi kembali yaitu dengan membentuk fasa  $Ti_nO_{2n-1}$  baik berupa  $Ti_2O_3$ ,  $Ti_3O_5$  maupun  $Ti_9O_{17}$ . Fasa ini merupakan fasa magneli dimana dua dimensi rantai  $TiO_2$  oktahedral pada setiap lapisan ada pelepasan atom oksigen guna menjaga kesetimbangan. Keuntungan dari senyawa ini adalah lebih stabil dalam larutan kimia. Fasa-fasa ini terbentuk pada *fugacity* oksigen sebesar  $10^{16.2}$  atm (den Hood, 2011).

*Pseudobrookite* ( $Fe_2TiO_5$  atau  $Fe_2O_3 \cdot TiO_2$ ) mengalami reaksi reduksi hanya pada layer besi Fe saja, yang mengubah *hematite* menjadi *magnetite* menjadi *wustite* menjadi Fe, sehingga pada dasarnya reaksi reduksi besi titanium oksida ini mengikuti reaksi *boudard*. Reaksi *boudard* ini menggambarkan kebutuhan fraksi mol CO dan temperatur untuk reduksi.

Penelitian mengenai reaksi *boudard* belum ada pada kondisi pemanasan gelombang mikro, sehingga masih mengacu pada pemanasan konvensional. Perubahan *hematite* menjadi *magnetite* hanya memerlukan temperatur operasi minimal  $600\text{ }^\circ\text{C}$  dengan kebutuhan jumlah gas CO yang sedikit. *Magnetite* dapat berubah menjadi *wustite* pada kondisi temperatur minimum  $\pm 600\text{ }^\circ\text{C}$  dan jumlah gas CO minimum sebesar 10 % CO. Prinsipnya reaksi reduksi ini berlaku pada dua faktor yaitu temperatur dan jumlah gas CO. Penggunaan temperatur rendah mengharuskan kondisi *microwave* bersifat kaya akan CO karena kesetimbangan akan bergeser ke kiri. Sebaliknya, dengan menaikkan temperatur operasi kerja, kita tidak perlu menambahkan gas CO terlalu banyak pada *microwave*.

### 2.3.3 *Leaching* Asam Klorida

Proses *leaching* adalah pemisahan fase senyawa secara selektif. Ekstraksi dengan proses *leaching* biasanya terbagi





menjadi dua langkah yaitu melarutkan mineral yang dicari kemudian mengkristalkan kembali atau dengan cara mengendapkan. Penggunaan *leaching* asam pada proses ekstraksi *ilmenite* dikarenakan kristal  $\text{TiO}_2$  yang bersifat tidak larut dalam air, asam klorida, asam sulfat encer, dan alkohol. Penggunaan *leaching* asam sulfat merupakan teknologi komersial pertama, namun proses ini tergolong panjang dan limbah besi sulfat dinilai kurang ekonomis, sehingga menyebabkan perkembangan proses ekstraksi  $\text{TiO}_2$  beralih menggunakan asam klorida.

**Tabel 2. 5** Perbandingan Proses Sulfat dan Proses Klorida

Aspek	Proses Klorida	Proses Sulfat
Bahan Baku	Kandungan $\text{TiO}_2$ dalam <i>ilmenite</i> tinggi (minimal 60 %) *	Kandungan $\text{TiO}_2$ dalam <i>ilmenite</i> berjenis rendah. (minimal 40 %) **
Produk yang dihasilkan	Produk setengah jadi (prekursor) dengan kandungan $\text{TiO}_2$ tinggi **	Produk dengan kadar $\text{TiO}_2$ kurang dari proses klorida, karena dalam bentuk anatase ( <i>low grade</i> ). *
Produk sampingan	Proses klorida diyakini lebih ramah karena produk samping berupa besi(III) klorida yang bernilai jual.*	Limbah besi sulfat besi sulfat yang diyakini berbahaya pada lingkungan dan bernilai kurang ekonomis **
Aplikasi	Pigment untuk berbagai properti **	Pigment untuk katalis dan tinta **

\* = (Bondt, 2012)

\*\* = (Zhang, 2011)

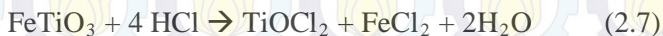
Berikut ini merupakan perbandingan antara proses sulfat dengan proses klorida dalam penggunaannya untuk mendapatkan



pigmen titanium dioksida pada Tabel 2.5. Dengan mempertimbangkan aspek lingkungan, perkembangan ekstraksi titanium dioksida saat ini ke arah pemanfaatan *leaching* asam klorida, seperti yang dilakukan pada proses Murso, proses *Laporte*, proses *Benelite*, dan proses *Austpac*.

### 2.3.3.1 Proses *Leaching* Klorida

Berkovich (1975) mengembangkan proses *leaching* dengan konsentrasi HCl untuk melarutkan *ilmenite* yang memiliki kadar minimum 80 %. Fraksi *ilmenite* dalam pasir besi dilarutkan sesuai dengan reaksi 2.4 , sedangkan fraksi *hematite* sesuai reaksi 2.5. Ion  $\text{Fe}^{3+}$  direduksi menjadi ion  $\text{Fe}^{2+}$  oleh HCl sehingga menghasilkan  $\text{FeCl}_2$  yang akan terkristalisasi dan dipisahkan. Reduksi ini diperlukan karena afinitas dari  $\text{TiO}_2$  terhadap Fe(III) dan sulit memisahkan Fe(III) dari  $\text{TiO}_2$ . Sedikit reduktan berlebih juga diperlukan untuk mereduksi beberapa  $\text{Ti}^{4+}$  menjadi  $\text{Ti}^{3+}$ . Titanium klorida ( $\text{TiOCl}_2$ ) dalam larutan mengalami hidrolisis, presipitasi, permurnian, dan kalsinasi sehingga menjadi pigment  $\text{TiO}_2$  (minimal 99.5%) seperti pada reaksi 2.7.



(2.8)



Penambahan reduktor Fe berfungsi untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Fe reduktor akan membentuk gas hidrogen sesuai reaksi berikut :





Bahan baku *ilmenite* berkadar rendah juga dapat digunakan pada proses ini, tetapi harus diberikan perlakuan untuk meningkatkan kadar  $\text{TiO}_2$  menjadi *rutile* sintetik. Metode yang sering digunakan yaitu pengaktifan mekanik dengan *ball milling*, oksidasi, dan reduksi (Li Zhang, 2011). Pasir besi *ilmenite* ( $\text{Fe-TiO}_3$ ) direduksi pada *rotary kiln* menjadi *pseudobrookite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiO}_2$ ) pada temperatur  $900^\circ\text{C}$  selama 8 jam. Reaksi yang terjadi adalah :



*Pseudobrookite* dileaching dengan asam klorida 20 wt% pada temperatur  $105^\circ\text{C}$  selama 2,5 jam untuk melarutkan Fe ke dalam air dalam bentuk  $\text{FeCl}_3$  (Mozammel, 2012). Reaksi yang terjadi :



Endapan  $\text{TiO}_2$  kemudian dicuci dan dikeringkan, sedangkan  $\text{FeCl}_3$ , sebagai *byproduct* dipekatkan hingga 40% liquid.  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh kemudian direaksikan dengan gas  $\text{Cl}_2$  pada *fluidized bed chlorinator* pada suhu  $235^\circ\text{C}$  untuk menghasilkan gas  $\text{TiCl}_4$  (Vazquez, 2008).



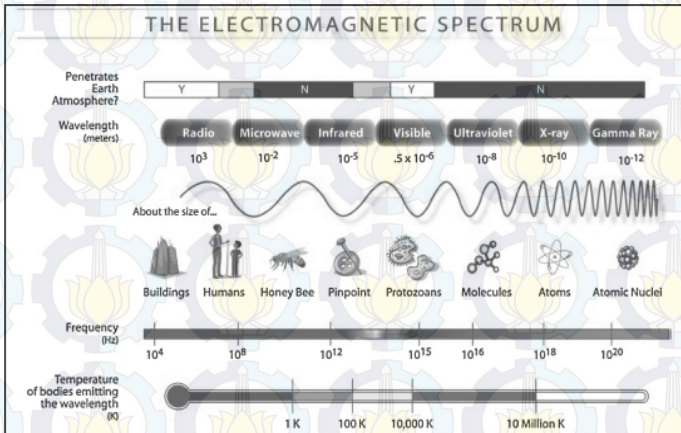
## 2.4 Gelombang Mikro

Gelombang mikro merupakan bentuk energi elektromagnetik dengan ruang lingkup frekuensi 300 MHz sampai 300 GHz serta mempunyai panjang gelombang dari 1 sampai 1000 mm. Gelombang mikro terbagi dalam 3 kelompok yaitu *Ultra High Frequency* (300 MHz - 3 GHz), *Super High*





*Frequency (3 GHz - 30 GHz ), dan Extremely High Frequency (30GHz – 300 GHz)(Zhu & Hang, 2013).*



**Gambar 2. 8** Frekuensi dan Panjang Gelombang dari Spektrum Elektromagnetik  
(Sumber: Gupta, 2007)

Dalam propagasinya, gelombang elektromagnetik menyebarkan gelombang listrik (E) dan magnetik (H) yang arah rambatan saling tegak lurus satu sama lain dan juga tegak lurus terhadap arah propagasi (Gupta, 2007) seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.7 Gelombang elektromagnetik dapat merambat dalam hampa udara sehingga memiliki karakteristik yang mirip dengan gelombang yang umum yaitu refleksi (pemantulan), refraksi (pembiasan), difraksi, penyerapan dengan mengikuti persamaan 2.14 (Giancoli, 1988):

$$c = \lambda \cdot f \quad (2.14)$$

Dimana  $c$  = Kecepatan cahaya ( $3.0 \times 10^8$  m/s)

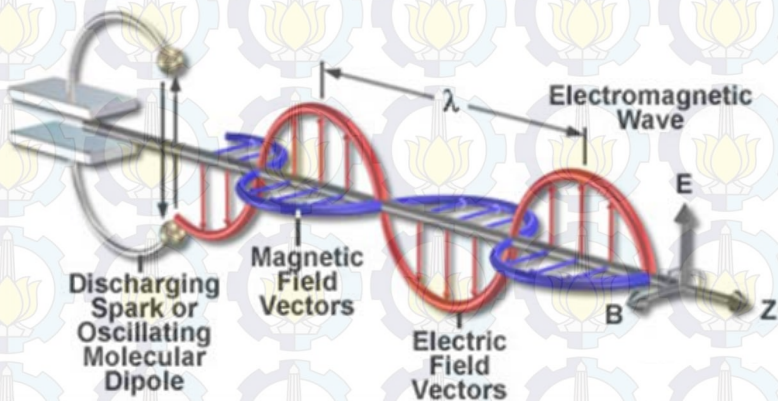




$\lambda$  = Panjang gelombang di ruang hampa (m)

$f$  = Frekuensi (Hz)

Energi gelombang mikro merupakan konversi dari energi listrik dengan efisiensi sekitar 50 % untuk 2.45 GHz (keperluan domestik) dan 85% untuk 915 MHz (keperluan industri) (Cigdem Cerpar, 2005). Frekuensi 2.45 GHz menandakan bahwa atom akan bergerak sebanyak 2450 kali per detik dalam medan elektromagnetik sehingga akan menimbulkan panas pada material. Hal ini disebut pemanasan gelombang mikro (Werner Vorster, 2001). Tabel 2.6 menunjukkan perbedaan pemanasan gelombang mikro dengan pemanasan konvensional.



**Gambar 2. 9** Skema Propagasi dari Gelombang Elektromagnetik  
(Sumber: micro.magnet.fsu.edu)



**Tabel 2. 6** Perbedaan Pemanasan Gelombang Mikro dengan Pemanasan Konvensional

<b>Pemanasan Gelombang Mikro</b>	<b>Pemanasan Konvensional</b>
Transfer energi dalam medan elektromagnetik dan tidak bergantung pada transfer panas dari permukaan*	Panas disalurkan dari permukaan ke bagian inti material secara konduksi, konveksi maupun radiasi.*
Panas disebabkan oleh material itu sendiri sebagai akibat absorpsi gelombang mikro sehingga inti material memiliki temperatur yang lebih tinggi dibandingkan bagian permukaan.***	Panas disebabkan energi eksternal sehingga temperatur permukaan lebih tinggi daripada bagian inti.**
Kemungkinan pemanasan yang lebih cepat*	Laju perpindahan panas terbatas oleh difusi panas dan temperatur permukaan.*
Pemanasan volumetrik sehingga lebih cepat panas dan membutuhkan waktu singkat.*	Pemanasan antarpermukaan material sehingga membutuhkan waktu lama.*

\*Stuerga and Gaillard, 1996, Sumnu et al., 2005

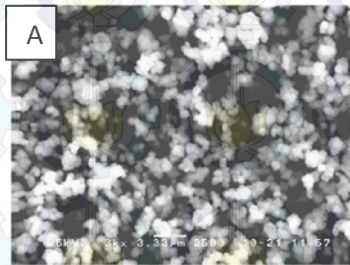
\*\* Veasey dan Fitzgibbon, 1990

\*\*\* Gupta, 2007

#### **2.4.1 Pengaruh Gelombang Mikro Terhadap Morfologi Produk**



Pemanasan gelombang mikro yang digunakan untuk mereduksi pasir besi *titanomagnetite* membutuhkan waktu yang lebih cepat serta menghasilkan sifat fisik maupun morfologi yang berbeda dengan hasil pemanasan konvensional. Faktor yang berpengaruh adalah radiasi. Radiasi ini berpengaruh pada bentuk struktur kristal seperti pada Gambar 2.10.



**Gambar 2. 10** Mineralogi dan Tekstur Hasil SEM  $\text{TiO}_2$  hasil proses pemanasan konvensional (sumber: Scott Middlemas dkk , 2013)

Pada Gambar 2.10 (a) menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  membentuk butiran spherical dengan ukuran  $0.3 - 0.5 \mu\text{m}$  dan berfasa anatase karena butirannya berwarna putih.

#### **2.4.2 Interaksi Material dengan Gelombang Mikro**

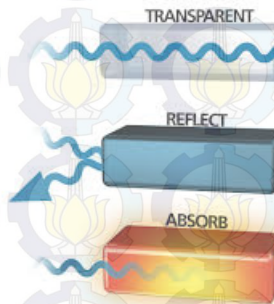
Pemanasan gelombang mikro bergantung pada sifat interaksi gelombang mikro dengan material khususnya sifat konduktifitas. Material dengan konduktifitas tinggi (konduktor), contohnya logam, akan memantulkan gelombang mikro sehingga tidak menimbulkan panas. Material absorber yaitu material dengan *dielektrik loss* tinggi (antara konduktor ke isolator) akan menyerap gelombang mikro sehingga dapat mengkonversi menjadi panas. Material *transparent* yaitu material dengan





*dielectric loss* rendah (isolator), contohnya gelas, keramik akan meneruskan gelombang mikro. (Kazi E. Haque, 1998).

Ketika gelombang mikro berinteraksi dengan material dielektrik, medan internal elektromagnet dibangkitkan sehingga berpengaruh pada volume material. Volume ini diartikan sebagai efek pergerakan muatan seperti elektron, ion dan perputaran muatan kompleks seperti dipole dan akan menahan gerakan sehingga menyebabkan *losses* (Sutton, 1989).



**Gambar 2. 11** Interaksi Gelombang Mikro dengan Material  
(Sumber: Sutton, 1989)

Interaksi antara energi listrik dan magnet pada gelombang mikro dan material dapat mengakibatkan *dielectric losses* (dipolar) dan *conduction losses*. *Conduction losses* sering terjadi pada logam, material dengan konduktivitas tinggi, sedangkan dielektrik losses terjadi pada material insulator seperti keramik. *Dielectric losses* sebagai akibat dari polarisasi di bawah pengaruh medan listrik eksternal.

Dengan tidak adanya medan listrik, molekul yang acak berorientasi pada materi karena aktivasi thermal. Ketika medan listrik diterapkan, polarisasi dipol terjadi karena energi listrik akan menyejajarkan molekul secara parallel. Perbedaan fasa





akibat perputaran dipol inilah yang menyebabkan molekul saling bertabrakan dan melepaskan energi panas (Gupta, 2007)

Pemanasan gelombang mikro pada mineral ditunjukkan pada Tabel 2.7. Penyerapan gelombang mikro inilah yang menyebabkan panas sehingga disimpulkan *ilmenite* dapat dipanaskan dengan gelombang mikro.

**Tabel 2. 7** Kemampuan material dalam penyerapan gelombang mikro

Mineral	Pemanasan <i>microwave</i>
<i>Pyrrhotite</i> ( $Fe_{1-x}S$ )	Cepat panas
<i>Pentlandite</i> ( $Fe.Ni$ ) <sub>9</sub> S	Cepat panas
<i>Chalcopyrite</i> ( $CuFeS_2$ )	Cepat panas
<i>Ilmenite</i> ( $FeTiO_3$ )	Cepat panas
<i>Magnetite</i> ( $Fe_3O_4$ )	Cepat panas
<i>Plagioclase</i> ( $Na,Ca$ )( $Si,Al$ ) <sub>4</sub> O <sub>6</sub>	Tidak panas
<i>Pyroxene</i> ( $Ca,Na$ ) ( $Mg,Al,Fe, Ti$ )( $Si,Al$ ) <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	Tidak panas

(sumber: Cober Electronic, 1998)

### 2.4.3 Mekanisme Pemanasan Gelombang Mikro

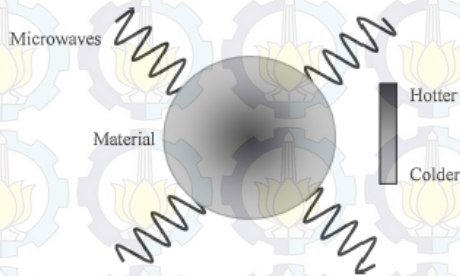
Pemanasan oleh radiasi gelombang mikro dikenal dengan pemanasan dielektrik. Pemanasan dielektrik terjadi pada level molekul ataupun atom dari suatu material . Hal ini disebabkan oleh kombinasi 4 metode yaitu perputaran dipole, pemanasan elektromagnetik, *resistive heating*, dan pemanasan dielektrik (Cober Electronic, 1998).

Katoda akan menghasilkan elektron yang akan berputar di antara katoda-anoda pada magnetron dibawah pengaruh medan magnet. Perputaran elektron atau dipole akan menyebabkan medan elektromagnetik (Gupta, 2007). Pada



frekuensi rendah, dipole memiliki waktu yang cukup untuk berputar mengikuti medan listrik yang diterapkan, dan energi yang diterapkan dapat sepenuhnya disimpan dalam material dielektrik. Seiring peningkatan frekuensi, dipole tidak dapat sepenuhnya mengembalikan posisi gelombang elektro-magnetik, sehingga polarisasi dipole mulai tertinggal ketika medan elektromagnet eksternal diterapkan (Grant Scott, 2006).

Polarisasi yang tertinggal ini menunjukkan seberapa besar energi yang dikeluarkan material ke lingkungan. Dipole tidak dapat sepenuhnya menyimpan energi yang diberikan oleh medan listrik sehingga menimbulkan didisipasi energi yang mengakibatkan kenaikan temperatur dalam material. Disimpulkan bahwa pemanasan elektromagnetik merupakan kemampuan medan listrik untuk mengubah arah polarisasi pada material dan ketidakmampuan polarisasi ini untuk mengikuti pembalikan (perubahan arah sebesar  $180^\circ$ ) yang sangat cepat dari medan listrik atau melalui efek konduksi langsung (Werner Voster, 2001).



**Gambar 2. 12** Distribusi Panas pada Pemanasan Gelombang Mikro

(Sumber: Grant Scot, 2006)



Pemanasan pada material tergantung pada faktor konstanta dielektrik dan loss faktor pada material. Konstanta dielektrik adalah kemampuan suatu material untuk menghambat energi gelombang mikro yang melewati, sedangkan loss faktor merupakan jumlah input gelombang mikro pada material yang berubah menjadi panas. Oleh karena itu, material dengan *loss* faktor yang tinggi mudah dipanaskan oleh energi gelombang mikro.

Besarnya energi elektromagnetik yang dikonversi menjadi panas pada pemanasan gelombang mikro dirumuskan sebagai besarnya daya elektromagnetik yang terserap oleh material. Daya yang terserap ( $P_{av}$ ) dipengaruhi daya akibat kerugian listrik dan kerugian magnet dalam polarisasi, sehingga dirumuskan sebagai berikut :

1. Akibat kerugian listrik

$$\begin{aligned}
 P_{av} &= \sigma E_{rms}^2 \\
 &= \omega \epsilon_0 \epsilon_{eff}'' E_{rms}^2 \\
 &= 2\pi f \epsilon_0 \epsilon_{eff}'' E_{rms}^2 \\
 &= 2\pi f \epsilon_0 n \delta E_{rms}^2
 \end{aligned} \tag{2.15}$$

2. Akibat kerugian magnet saja,

$$\begin{aligned}
 P_{av} &= \omega \mu_0 \mu_{eff}'' H_{rms}^2 \\
 &= 2\pi f \mu_0 \mu_{eff}'' H_{rms}^2
 \end{aligned} \tag{2.16}$$

Sehingga daya terserap total adalah daya akibat kerugian listrik dikurangi daya akibat kerugian magnet.

$$\begin{aligned}
 P_{av} &= \text{kerugian listrik} + \text{kerugian magnet} \\
 &= \omega \epsilon_0 \epsilon_{eff}'' E_{rms}^2 + \omega \mu_0 \mu_{eff}'' H_{rms}^2
 \end{aligned} \tag{2.17}$$

Dimana :  $\omega$  = frekuensi

$E_{rms}$  = luas medan listrik



$\epsilon''_{eff}$  = efektifitas relative *dielectric loss factor*

$\mu''_{eff}$  = efektifitas relative *magnetic loss factor*.

Kerugian polarisasi terdiri dari polarisasi dipol, polarisasi elektronik, polarisasi atom dan polarisasi *interface*.

$$\begin{aligned}\epsilon''_{eff} &= \epsilon''_{polarization} + \epsilon''_{conduction} \\ &= (\epsilon''_{dipolar} + \epsilon''_{atomic}) + (\sigma/\omega\epsilon_0)\end{aligned}\quad (2.18)$$

#### 2.4.3.1 Laju Peningkatan Temperatur

Daya yang dibutuhkan untuk menaikkan temperatur per kg massa material dari temperatur awal ( $T_0$ ) ke temperatur tertentu ( $T$ ) pada  $t$  detik mengikuti persamaan sebagai berikut :

$$P_{av} = mc_p(T - T_0)/t \quad (2.19)$$

Dimana  $T$  merupakan temperatur,  $t$  waktu,  $\rho$  merupakan massa jenis material dan  $c_p$  merupakan panas spesifik material. Kombinasi antara properti sifat dielektrik material dan frekuensi yang mengakibatkan medan elektromagnetik akan mengontrol pemanasan. Sehingga laju pemanasan gelombang mikro sebagai berikut :

$$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{\text{Power absorbed}}{\rho C_p} = \frac{2\pi f \epsilon_0 \epsilon''_{eff} E_{rms}^2}{\rho C_p} \quad (2.20)$$

#### 2.4.4 Faktor yang Mempengaruhi Pemanasan Dielektrik

Material dielektrik memiliki kemampuan untuk menyerap dan menyimpan energi melalui polarisasi ketika diterapkan medan elektromagnetik. Sifat dielektrik ini bergantung pada permitivitas (yang tergantung frekuensi dan temperatur), konduktivitas termal, kapasitas panas, geometri sampel dan





rongga *microwave*, kepadatan, tingkat daya, ukuran partikel, massa sampel atau sampel ukuran, kehadiran susceptor serta terjadinya reaksi kimia atau perubahan fase (Pickles, 2009).

- **Permittivitas**

Permittivitas adalah rasio perpindahan listrik terhadap kekuatan medan listrik (F/m). Permittivitas terdiri dari permittivitas nyata dan imajiner. Permittivitas nyata ( $\epsilon'$ ) merupakan ukuran kemampuan material untuk terpolarisasi dan menyimpan energi. Permittivitas imajiner ( $\epsilon''$ ) adalah ukuran dari kemampuan bahan untuk mengubah energi yang tersimpan menjadi panas (C.A Pickles, 2009). Untuk material magnetik, permittivitas imajiner akan mempengaruhi kecepatan pemanasan gelombang mikro.

$$\epsilon^* = \epsilon_0(\epsilon_r' - j\epsilon''_{eff}) \quad (2.21)$$

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''_{eff}}{\epsilon'} = \frac{\sigma}{2\pi f \epsilon_0 \epsilon'} \quad (2.22)$$

Dimana :  $\epsilon'$  = permittivitas

$\epsilon_0$  = permittivitas pada keadaan bebas ( $8.854 \times 10^{-12}$  F/m)

$\epsilon_r'$  = permittivitas nyata relative (konstanta dielektrik)

$\epsilon''_{eff}$  = permittivitas imajiner efektif (efektif loss faktor)

$J = \sqrt{-1}$

$\tan \delta$  = rasio efektif *loss* faktor

Rasio efektif *loss factor* dengan konstanta dielektrik disebut *loss tangent* efektif seperti pada Persamaan 2.22. Rasio ini menunjukkan seberapa baik suatu material



menyerap energi elektromagnetik dan menghilang (disisipasi) sebagai panas (Pickles, 2009).

Permittivitas nyata dan imajiner dari *ilmenite* ( $\text{FeTiO}_3$ ) Panzhihua meningkat seiring dengan peningkatan temperatur setelah mengalami radiasi gelombang mikro. Peningkatan permittivitas nyata ini memiliki tren yang sama dengan peningkatan konstanta dielektrik bijih feronikel dan *laterite* (Chen-hui LIU, 2013).

- **Temperatur dan Frekuensi**

Temperatur merupakan fungsi dari relaksasi dielektrik. Relaksasi dielektrik adalah waktu yang dibutuhkan oleh dipole untuk kembali ke orientasi acak ketika medan listrik dihilangkan (Sebastian, 2008). Untuk air, konstanta dielektrik menurun dengan meningkatnya frekuensi (Gupta, 2007).

- **Permeabilitas ( $\mu$ )**

Permeabilitas merupakan respon material terhadap medan magnet. Permeabilitas mempengaruhi kedalaman penetrasi. Semakin tinggi permeabilitas akan mengurangi gelombang elektromagnetik yang akan menembus ke dalam material (Gupta, 2007).

Permeabilitas terdiri dari permeabilitas relatif dan permeabilitas kompleks.  $\mu''$  merepresentasikan dari *magnetic loss factor* akibat proses relaksasi dan resonansi dai pengaruh medan magnet.

$$\mu' = \mu_0 \mu_r' \quad (2.23)$$

$$\mu^* = \mu' - j \mu'' \quad (2.24)$$

dimana  $\mu_0 =$  permeabilitas pada ruang bebas  
( $4\pi \times 10^{-7}$  H/m)

$\mu_r'$  = permeabilitas relatif



- **Konduktifitas**

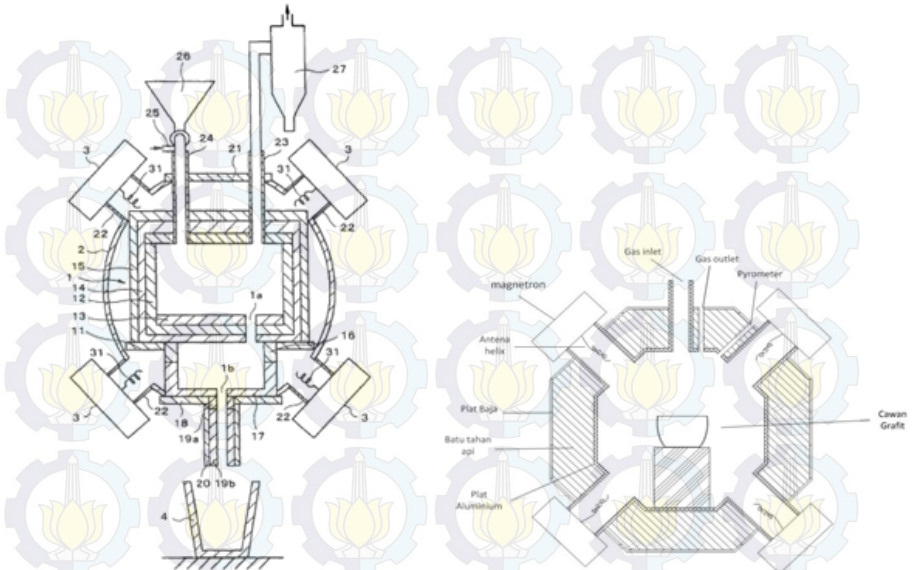
Konduktifitas *ilmenite* akan meningkat seiring peningkatan temperatur yang disebabkan oleh peningkatan bilangan oksidasi ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ) dan ( $\text{Ti}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$ ). Ketika *ilmenite* diradiasi gelombang mikro pada frekuensi 2.45 GHz, polarisasi dipole berpengaruh kuat terhadap fenomena pembentukan konduktifitas *losses* (Metaxas A.C, 1991). Konduktifitas *losses* berpengaruh terhadap permitifitas efektif dari material (Werner Voster,2001).

#### 2.4.5 *Microwave Batch Furnace*

*Microwave batch furnace* yang digunakan untuk membuat *pig iron* telah dipatenkan oleh amerika seperti pada Gambar 2.13. *Microwave batch furnace* ini tersusun dari reaktor dengan dinding terdiri dari tiga lapisan yaitu casing yang terbuat dari batu tahan api  $\text{MgO}$ , blanket yang terbuat dari fiber alumina serta papan isolasi panas. Refraktori berbahan dasar magnesia ( $\text{MgO}$ ) dipilih karena memiliki sifat penyerapan gelombang mikro yang rendah (material transparan) sehingga tidak terbentuk panas dan akan menjaga panas agar tidak keluar reaktor (isolasi panas).

Gelombang mikro dipancarkan melalui *microwave oscillator* untuk menyinari bagian dalam reaktor. *Microwave oscillator* yang digunakan sebanyak 4 buah, dan dilengkapi dengan antenna helix dan *waveguide*. Antena helix berfungsi untuk mengurangi *losses* akibat pantulan energi elektromagnetik pada dinding, serta menambah luas area dengan kepadatan energi dalam *furnace* sehingga pemanasan berjalan secara uniform.





**Gambar 2. 13** *MicrowaveBatch Furnace* (a) Paten : US 7, 744,810 B2 (b) Desain reaktor

Material yang akan direduksi (bijih besi dan reduktor) dimasukkan ke dalam reaktor melalui hopper dan pipa besi yang dihubungkan dengan gas inlet. Material akan menyerap gelombang mikro sehingga menyebabkan terjadinya pemanasan dan kenaikan temperatur. Kokas sebagai sumber karbon akan bereaksi dengan material sehingga bijih besi tereduksi. *Molten iron* terakumulasi pada *bottom plate* yang terbuat dari campuran MgO dengan grafit. Setelah itu, *molten iron* akan mengalir keluar reaktor melalui lubang (1a) dan ditampung oleh *crucible* grafit yang memiliki kontak listrik dengan frame *furnace*. Material yang tidak bereaksi dan slag akan mengapung dalam *molten iron* karena perbedaan densitas.



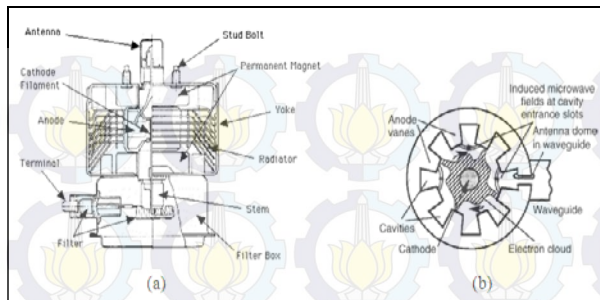


Pada penelitian ini akan menggunakan *microwave furnace* yang dimodifikasi. Desain *furnace* berbentuk persegi delapan dengan dinding yang terdiri dari 2 lapisan yaitu *casing* yang terbuat dari plat aluminium, blanket yang terbuat dari refraktori berbasis alumina. Plat aluminium memiliki konduktivitas yang tinggi sehingga tidak akan menyerap gelombang mikro, karena bersifat memantulkan. Material yang akan direduksi diletakkan pada *crucible* berbahan alumina. *Frame furnace* merupakan kerangka paling luar, terbuat dari besi, stainless steel atau material lainnya yang tidak dapat dilewati gelombang mikro dan harus tidak menyebabkan kebocoran. *Crucible* yang digunakan berbahan alumina dengan lapisan bagian dalam berupa magnesia.

#### **2.4.6 Perangkat Pembangkit Daya Microwave**

##### **Sumber Pembangkit Gelombang Mikro (Magnetron)**

Perangkat pertama yang mampu menghasilkan gelombang mikro adalah magnetron. Magnetron dipilih karena efisiensi tinggi dan murah sehingga dapat digunakan dalam pemanasan material. Magnetron mengubah energi listrik menjadi radiasi gelombang mikro. Magnetron beroperasi pada frekuensi 2.45 GHz (Gupta, 2007). Magnetron merupakan salah satu bentuk dioda vakum berbentuk lingkaran yang terdiri dari rongga resonansi yang mengelilingi katoda yang terletak dalam arah tegak lurus medan magnet. Ketika magnetron beroperasi, elektron yang terpancarkan dari katoda akan berotasi di antara katoda dan anoda karena pengaruh poros medan magnet (Galawa, 2000).



**Gambar 2. 14** Skema Magnetron  
(Sumber: Galawa, 2000)

### **Propagasi Gelombang Mikro (Antenna)**

Gelombang mikro merambat seperti cahaya sehingga dapat dipantulkan pada permukaan dielektrik dan difokuskan oleh *reflector* atau antenna (Smith, 1995). Kehilangan energi gelombang mikro dalam propagasinya akibat polarisasi dapat diminimalisir dengan penggunaan antenna sebagai *travelling wave*. Antena sebagai penerus gelombang terbimbing oleh *waveguide* menuju material yang akan diradiasi. Selain itu, antenna ini berfungsi untuk penguatan gain pada radiasi. Desain untuk antenna helix dapat dilihat pada lampiran 1.

Antena yang digunakan pada pemanasan gelombang mikro yaitu antenna horn, antenna parabola dan antenna helix. Pola radiasi Antena helix diharapkan memiliki mode aksial. Antena helix ini mempunyai intensitas radiasi maksimum yang terletak di sepanjang sumbu helix.

#### **2.4.7 Vector Network Analysis (VNA)**

*Vector Network Analysis* (VNA) merupakan suatu pengukuran sifat magnetik suatu material. Alat ini mengukur S-parameter dengan cara menembakkan gelombang dengan rentang frekuensi tertentu pada spesimen. Gelombang inilah



yang nantinya akan dipantulkan atau diteruskan oleh material yang kemudian diterima oleh *port* adapter (*port output*). Besarnya gelombang yang dipantulkan dan diteruskan akan dikonversi menjadi nilai absorpsi material dan juga nilai *reflection loss* terhadap gelombang mikro

Pada alat ini dipancarkan sejumlah gelombang dengan frekuensi 300 KHz hingga 20 GHz yang kemudian dialirkan pada *probe*  $S_{11}$  dan pancarannya diterima oleh *probe*  $S_{22}$ . Material uji diletakkan diantara *probe*  $S_{11}$  dan  $S_{21}$  sehingga pada layar monitor dapat diketahui nilai frekuensi yang direfleksikan, ditransmisikan, dan diabsorpsi. *Reflection loss* merupakan perbandingan antara sinyal terpantul ( $S_{21}$ ) dan sinyal datang ( $S_{11}$ ) dan dirumuskan sebagai berikut :

$$RL = -20 \text{ Log } |-S_{11}| \quad (2.25)$$

Nilai *reflection loss* tersebut dikonversikan kedalam koefisien *absorption coefficient* sesuai dengan persamaan :

$$C_{abs} = (1 - 10^{RL/10}) \times 100\% \quad (2.26)$$

Dimana  $C_{abs}$  : Koefisien Penyerapan  
RL : *Reflection Loss*

Besarnya gelombang yang diteruskan tanpa adanya serapan dinilai pada koefisien refleksi. Pada grafik VNA diperoleh koefisien refleksi yang dirumuskan sebagai berikut :

$$\Gamma = X \pm \sqrt{X^2 - 1} \quad (2.27)$$

$$X = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (2.28)$$





Dimana  $\Gamma$  = Koefisien refleksi (dB)

Sedangkan besarnya gelombang yang diserap oleh material dinilai dengan koefisien transmisi yang dirumuskan sebagai berikut :

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} - S_{21})\Gamma} \quad (2.29)$$

Dimana T = Koefisien Transmisi (dB)

Faktor – faktor yang mempengaruhi sifat penyerapan terhadap gelombang mikro antara lain homogenitas persebaran material penyerap ke dalam material non-absorber dan jumlah massa penyerap. Kepadatan atau jumlah massa sampel mempengaruhi interaksi gelombang mikro dengan material, sehingga semakin rapat butiran mengakibatkan interaksi yang terjadi lebih sempurna dan berlangsung lebih lama karena tidak adanya ruang kosong pada antar butir dan gelombang yang ditransmisikan lebih kecil (Endyas, 2012).

## 2.5 Grafit

Grafit merupakan penyerap gelombang mikro yang baik sehingga menyebabkan laju pemanasan tinggi. Selama proses, beberapa dari elektron kemungkinan akan meloncat pada material sehingga meningkatkan energi kinetik (Sekaran, 2013). Peristiwa delokalisasi elektron inilah yang memungkinkan adanya hantaran listrik (Entegris, 2013)

Pada *iron making*, grafit berfungsi sebagai sumber panas dan reduktor karena memiliki konduktivitas elektron losses tinggi. Titania tidak dapat dipanaskan dengan gelombang mikro lebih dari temperatur 1000°C sehingga properties dielektriknya





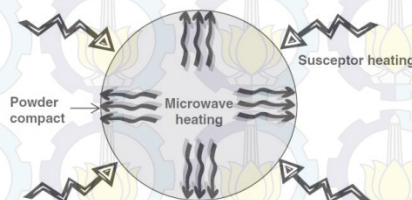
tinggi (Sekaran, 2013). Tabel 2.8 menjelaskan tentang karakteristik grafit. Pada tabel tersebut, grafit berperan sebagai sumber panas, reduktor, maupun susceptor.

Pada pemanasan gelombang mikro, grafit berperan sebagai *susceptor* sehingga pemanasan yang terjadi lebih cepat. Pemanasan ini terjadi pada dua sisi yaitu pemanasan secara konduksi dari permukaan ke *ilmenite* dan pemanasan volumetrik akibat polarisasi padamedan listrik. Karbon akan mengkonduksi energi ke dalam sampel sehingga elektron pada material non elektrik akan bergerak dengan mudah. Pergerakan inilah yang menyebabkan panas pada material (Pickles, 2009).

**Tabel 2. 8** Karakteristik Grafit

Karakteristik	Nilai
Densitas	1.30 – 1.88 g/cm <sup>3</sup>
Kekuatan	(2 – 10) x 10 <sup>3</sup> psi
Resistifitas elektrik	450 – 1000 (μ Ω in)
Koefisien termal ekspansi	(7 – 8.8) x 10 <sup>-6</sup> (in/in)/°C
Konduktifitas panas	65 – 95 Btu-ft.hr/ft <sup>3</sup> °F
Kapasitas panas	0.17 cal/(g °C)
Fixed carbon	90-94 % C
Nilai panas spesifik (STP)	0.690 – 0.719 kJ/kg.K
Panas fusi	100 kJ/mol

(sumber : Entegris, 2013)

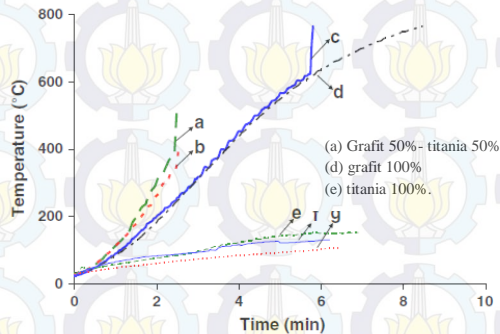


**Gambar 2. 15** Mekanisme Pemanasan Grafit Sebagai Susceptor

(sumber: Gupta, 2007)



Karbon berperan sebagai susceptor pemanasan dikarenakan adanya proses relaksasi dielektrik sehingga menghasilkan panas melalui polarisasi interface untuk material berwujud padat.



**Gambar 2. 16** Pemanasan *Microwave* pada Grafit yang Dicampur dengan Material Non Absorber  
(Sumber : Pickles, 2009)

### 2.5.1 Pengaruh Jumlah Grafit terhadap Proses Reduksi

Hua Yixin (1996) menyimpulkan bahwa laju pemanasan akan menurun dengan meningkatnya laju reaksi. Penambahan karbon pada pasir besi akan meningkatkan laju reaksi. Ketika fraksi karbon kurang dari 20 %. Peningkatan fraksi karbon akan mempercepat pembentukan CO sehingga meningkatkan reaksi pada permukaan karbon. Ketika lebih dari 20 %, reaksi akan dikontrol dengan reaksi boudard.

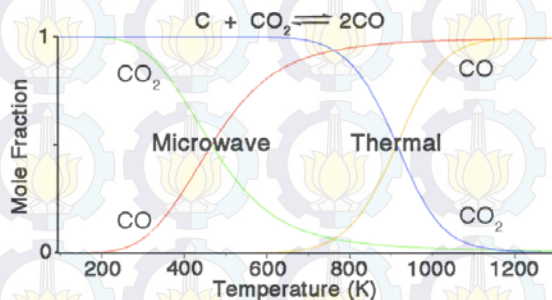
Reaksi boudard seperti pada Gambar 2.7 akan menjadi dasar parameter pereduksi dari besi oksida. *Ilmenite* dapat direduksi dengan menggunakan karbon pada temperatur sekitar 1150 °C ketika tekanan CO<sub>2</sub> yaitu 1 bar. *Ilmenite* juga dapat direduksi dengan karbon monoksida pada temperatur 900 °C saat



tekanan parsial  $\text{CO}_2 + \text{CO}$  adalah 1 bar (Reaksi *Boudard*), sehingga diperlukan rasio karbon yang tepat untuk komposisi ini (Kodjo I, 1988).

Fasa *pseudobrookite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiO}_3$ ) akan mengalami reduksi pada layer *hematite*. Dalam reaksi *boudard*, *hematite* dapat direduksi pada tekanan parsial CO yang rendah, namun memerlukan temperatur yang tinggi ( $\geq 500^\circ\text{C}$ ), sedangkan *magnetite* dapat direduksi menjadi *wustite* memerlukan tekanan parsial CO yang berbanding terbalik dengan temperatur.

Penggunaan radiasi gelombang mikro akan menggeser kesetimbangan reaksi gasifikasi karbon ke arah kanan seperti pada gambar 2.17. Sehingga memungkinkan terjadi nya produksi CO dengan temperatur  $\pm 400^\circ\text{C}$  lebih rendah daripada yang bisa dicapai oleh pemanasan konvensional (Krasa, 2003). Peningkatan temperatur akan menyebabkan pembentukan gas CO yang semakin banyak. Namun reaksi gasifikasi karbon ini dicompare dengan reaksi *boudard* secara pemanasan secara konvensional sehingga dapat digunakan sebagai acuan proses reduksi pada pemanasan gelombang mikro.



**Gambar 2. 17** Perbandingan Temperatur akibat Pemanasan Gelombang Mikro  
(Sumber: Krasa,2003)

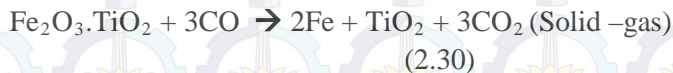




## 2. 6 Reaksi Termodinamika Reduksi *Hemoilmenite* pada Pemanasan Gelombang Mikro

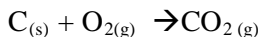
Diagram Ellingham merupakan diagram yang menjelaskan tentang hubungan energy bebas gibs, temperatur dan tekanan parsial sebagai syarat terjadinya reaksi. Nilai  $\Delta G^\circ$  untuk reaksi oksidasi merupakan ukuran afinitas kimia suatu logam terhadap oksigen. Semakin negatif nilai  $\Delta G^\circ$  suatu logam menunjukkan logam tersebut semakin stabil dalam bentuk oksida.  $\Delta G^\circ$  bernilai negatif menunjukkan bahwa reaksi tersebut berlangsung secara spontan. Energi Gibbs juga merupakan hubungan dari entalpi maupun entropi suatu reaksi.  $\Delta H^\circ$  bernilai positif menunjukkan reaksi bersifat endotermik / memerlukan panas dari lingkungan, dan sebaliknya,  $\Delta H^\circ$  bernilai negative menunjukkan reaksi bersifat eksotermik / melepas panas ke lingkungan.

Menurut Chatterje (1988), reaksi reduksi pasir besi titan dapat melalui dua proses yaitu dengan reaksi solid-solid maupun solid-gas. Reaksi solid-solid membutuhkan reduktor karbon dengan adanya kontak partikel secara atomik, sedangkan reaksi solid-gas membutuhkan reduktor gas CO.

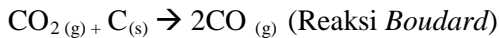


Mineral yang terkandung dalam pasir besi lumajang dianggap yang paling dominan adalah *ilmenite* ( $\text{FeTiO}_3$ ) dan magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), sehingga proses reduksi besi oksida titan ini dapat digambarkan sebagai berikut :

### 1. Tahapan Gasifikasi Karbon







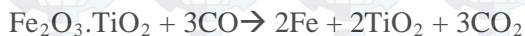
2. Tahapan reduksi pasir besi

- Besi oksida

Tiga reaksi reduksi dan entalpi reaksi pada 25°C dapat dituliskan sebagai berikut:



- Besi oksida titan



Reduksi langsung antara *ilmenite* dengan karbon akan memproduksi CO dan CO<sub>2</sub>. Reduksi langsung ini terjadi ketika adanya kontak antara oksida dengan partikel karbon. Sesuai reaksi diatas, fase metalik akan terbentuk pada permukaan oksida dan mungkin berdifusi untuk membentuk layer atau shell di sekitar oksida yang tidak tereduksi dan kemudian menghambat reaksi pada oksida dan karbon partikel sehingga tidak dapat kontak (Kodjo I, 1988).

Reaksi reduksi *hematite* dan *wustite* mempunyai enthalpy reaksi bernilai negatif, yang berarti reaksi tersebut bersifat eksotermik. Sedangkan, reduksi *magnetite* mempunyai entalpi bernilai positif, yang berarti reaksi tersebut bersifat endotermik. Kebutuhan energi untuk mereduksi *ilmenite* didapatkan dari energi gelombang elektromagnetik yang dikonversi ke panas, dan kekurangannya didapat dari reaksi gasifikasi karbon (lampiran 4)



## 2.7 Kajian Penelitian Reduksi Titanium Oksida pada Pasir Besi

Karakteristik pasir besi Indonesia menunjukkan adanya mineral *titanomagnetite*, *ilmenite*, dan magnetit sehingga diperlukan sebuah teknologi untuk memisahkan pasir besi oksida titan dan mengolahnya menjadi senyawa berharga berupa titanium dioksida ataupun logam titanium. *Recovery* perolehan *ilmenite* (bahan baku) pada pasir besi ini telah diteliti oleh WAPJ. Premaratne (2002) menggunakan pemisahan magnetik. Pasir besi diseparasi dengan magnet lemah (0.04 T) untuk memisahkan magnetik dengan *ilmenite* sehingga didapatkan *ilmenite* pada fraksi non magnetik. Fraksi non magnetic ini diseparasi ulang dengan menggunakan magnet kuat (0.1 T ; 0.3 T; dan 0.5 T) sehingga didapatkan *ilmenite* maupun *pseudorutile* pada konsentrat. Dengan metode pemisahan ini berhasil ditingkatkan kadar Ti dari 1.13 % menjadi 39.9 %.

Peningkatan kadar titanium dalam senyawa *ilmenite* dilakukan untuk menghilangkan Fe pada struktur kristal perovskite, salah satunya dengan menggunakan pretatmen awal berupa oksidasi, reduksi, maupun aktivasi mekanik. Qingshan Zhu (2013) meneliti pengaruh oksidasi pada *temperatur* tinggi dan reduksi *ilmenite* sebagai pretreatment awal yang selanjutnya *ilmenite* dileaching menggunakan 20 % HCl pada *temperatur* 105°C. Oksidasi pada 600 – 1000 °C selama 4 jam belum dapat menghancurkan struktur kompleks *ilmenite* Panzhihua. Oksidasi ini hanya merubah fasa saja dengan membentuk fasa pseudobrookite. Kemudian, *Ilmenite* direduksi dengan menggunakan reduktor gas H<sub>2</sub> pada *temperatur* 750 °C selama 30 menit. Reduksi ini berpengaruh signifikan terhadap laju *leaching* (pelarutan). Peningkatan laju *leaching* ini disebabkan oleh *crack* dan lubang yang terjadi selama proses reduksi.



Penelitian yang dilakukan Chen, dkk (2012) yaitu pengaruh radiasi gelombang mikro terhadap karakteristik permukaan *ilmenite* Panzhihua. Temperatur pada sampel akan meningkat seiring dengan lama waktu radiasi karena besi pada *ilmenite* merupakan penyerap gelombang mikro yang baik meskipun dengan konsentrasi rendah. Radiasi gelombang mikro menyebabkan timbulnya crack pada grain boundry *ilmenite* dan pengotor yang terikat dalam *ore* akan terpisahkan. Selain itu, penggunaan reduktor grafit pada pemanasan gelombang mikro akan mempercepat kenaikan temperatur (Sekaran, 2013) sehingga dapat membantu proses reduksi besi oksida.

Elda Rayhana dan Azwar Manaf (2012) tentang perolehan  $\text{TiO}_2$  dari bijih besi titan melalui proses reduksi karbon dan pelarutan asam. Biji besi mengandung 59.71 %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan 40.29%  $\text{FeTiO}_3$ , sehingga kadar  $\text{TiO}_2$  dalam iron ore yaitu 21.21%. Proses reduksi karbon menggunakan ball milling untuk mencampurkan bijih besi dengan karbon (rasio 1:1) selama 3 jam kemudian dilakukan pemanasan *furnace* pada temperatur 1000 °C dengan waktu penahanan sebesar 0, 1, dan 3 jam. Hasil optimum didapatkan pada kondisi penahanan selama 1 jam dengan hasil kadar 52,28 % Fe; 19,88 %  $\text{FeTiO}_3$  ; 27,83 %  $\text{TiO}_2$ . Untuk mengetahui tingkat perolehan  $\text{TiO}_2$  dilakukan *leaching* dengan larutan HCl 20 % wt sehingga didapatkan endapan. Endapan ini dicuci, dikeringkan, dan dikalsinasi. Berdasarkan analisa kuantitatif didapatkan perolehan  $\text{TiO}_2$  sebesar 73.73 % 32.05 %  $\text{FeTiO}_3$  dan  $\text{TiO}_2$  67.95 %

Linda Taufanny (2008) meneliti tentang tingkat perolehan  $\text{TiO}_2$  dari pasir mineral melalui proses *leaching* HCl dengan reduktor Fe. Variasi konsentrasi (30 %, 25%, 20 %) dan penambahan reduktor Fe (0.05 ; 0.075 ; 0.1 ; 0.125 gram Fe/g) menjadi fokus utama. Pertama-tama, pasir besi disepari





magnetik (0.42 T dan 1.1 T) kemudian di *leaching* dengan cara memanaskan HCl pada temperatur 90-110 °C dan memasukkan pasir besi dengan rasio (s/l) sebesar 1:19, kemudian didiamkan agar terjadi endapan  $\text{TiO}_2$  dan larutan  $\text{FeCl}_3$ . Fe terlarut meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi HCl. Hasil optimal pada 30% Fe dan penambahan Fe reduksi 0,125 g/g yaitu pelarutan Fe hingga 85 %. Endapan ditambahkan HCl 5 % sebanyak 50 ml dan di *centrifuge* pada kecepatan 2500 rpm selama 10 menit. Endapan dilarutkan dengan 50 mL aquades dan di *centrifuge* 2500 rpm, selama 10 menit. Selanjutnya dilakukan pengeringan, pencucian menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan kalsinasi pada temperatur 900 °C. Untuk meningkatkan perolehan Ti, jumlah Fe yg terlarut harus besar. Namun, jumlah Ti yg terlarut juga sangat besar untuk nilai kelarutan Fe yg besar. Peningkatan  $\text{TiOCl}_2$  akan menambah perolehan  $\text{TiO}_2$  pada pengendapan, namun jumlah air harus mencukupi, jika tidak akan terbuang bersama Fe. Hasil akhir berupa  $\text{TiO}_2$  *rutile* dengan kemurnian 35% dan tingkat perolehan 20 %.

Migfari A (2014) meneliti proses reduksi *ilmenite* dengan menggunakan variasi komposisi reduktor. Reduktor yang dipakai berupa arang yang terbuat dari tempurung kelapa. Penambahan reduktor arang ini ternyata menurunkan kandungan Ti pada pasir besi karena jumlah kandungan impurities yang dapat mengganggu proses reduksi pada arang kelapa juga meningkat. Hasil optimal didapatkan pada rasio pasir besi : grafit sebesar 1: 0.25 dengan kadar Ti sebesar 4,25%





### BAB III

#### METODE PENELITIAN

Penelitian terhadap proses ekstraksi titanium dioksida dari pasir besi *titanomagnetite* terbagi dalam 3 tahapan proses, yaitu proses oksidasi, proses reduksi, dan proses *leaching*. Dalam masing-masing proses ini difokuskan untuk mengetahui pengaruh setiap proses terhadap hasil ekstraksi titanium dioksida serta mengoptimalkan pemanfaatan gelombang mikro sebagai teknologi ekstraksi pada pasir besi.

Pemanasan gelombang mikro ini dilakukan di dalam *microwave batch furnace*. Berdasarkan penelitian yuhandika (2013), *microwave batch furnace* belum maksimal karena pancaran gelombang mikro di dalam furnace kurang maksimal mengenai sampel. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan optimasi alat *microwave batch furnace* terlebih dahulu. Modifikasi yang dilakukan yaitu pengecekan ulang desain perangkat pada sistem *microwave batch furnace*. Desain ini meliputi pembuatan antenna helix, *waveguide*, serta posisi peletakkan *crucible*. Dimensi antenna helix dirubah sesuai perhitungan pada lampiran 1 sehingga diharapkan dapat meneruskan gelombang mikro tepat pada sampel. Pembuatan *waveguide* dari aluminium (bahan konduktor) untuk membantu mengarahkan gelombang. Simulasi pancaran gelombang mikro dilakukan permodelan dengan menggunakan *software* CST 2012 (*Computer Simulation Technology*) untuk mengetahui bentuk atau pola radiasi gelombang mikro dari magnetron. Hasil simulasi dapat dilihat pada lampiran 1.



Bahan baku utama berupa pasir besi lumajang atau tempat penambangan pasir besi PT Dampar Golden Internasional. Pasir besi ini dilakukan preparasi awal berupa pemisahan magnetik, *shieving* hingga ukuran 100 mesh, pencucian, dan pengeringan dengan sinar matahari. Pemisahan magnetik dilakukan untuk memisahkan senyawa senyawa magnetik berupa *magnetite*, *hematite*, maupun *titanomagnetite*.

Pasir besi *titanomagnetite* diberi perlakuan oksidasi dengan pemanasan pada temperature 1100 °C kemudian diberi perlakuan reduksi dengan pemanasan gelombang mikro pada *microwave batch furnace* yang telah dioptimasi. Penelitian ini untuk mengetahui pengaruh komposisi grafit pada proses reduksi. Komposisi grafit yang digunakan sebanyak 3 variabel. Hasil reduksi dengan kadar Ti paling tinggi kemudian diberi perlakuan *leaching* asam klorida untuk mendapatkan serbuk berupa  $TiO_2$ .

### 3.1 Optimasi *Microwave Batch Furnace*

Pada penelitian ini yang pertama dilakukan adalah melakukan studi dan modifikasi *Microwave Batch Furnace* karya Laboratorium Pengolahan Mineral dan Material di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS. Modifikasi pada beberapa komponen diharapkan menghasilkan radiasi gelombang mikro yang optimal sehingga dapat memanaskan sampel dengan sempurna. Modifikasi yang dilakukan antara lain penggantian jenis magnetron, dimensi antenna helix, serta sistem rangkaian listrik yang digunakan pada penelitian sebelumnya oleh Yuhandika (2013). Dimensi dan posisi perangkat *microwave batch furnace* dapat dilihat di lampiran



**Tabel 3. 1** Modifikasi *Microwave Batch Furnace*

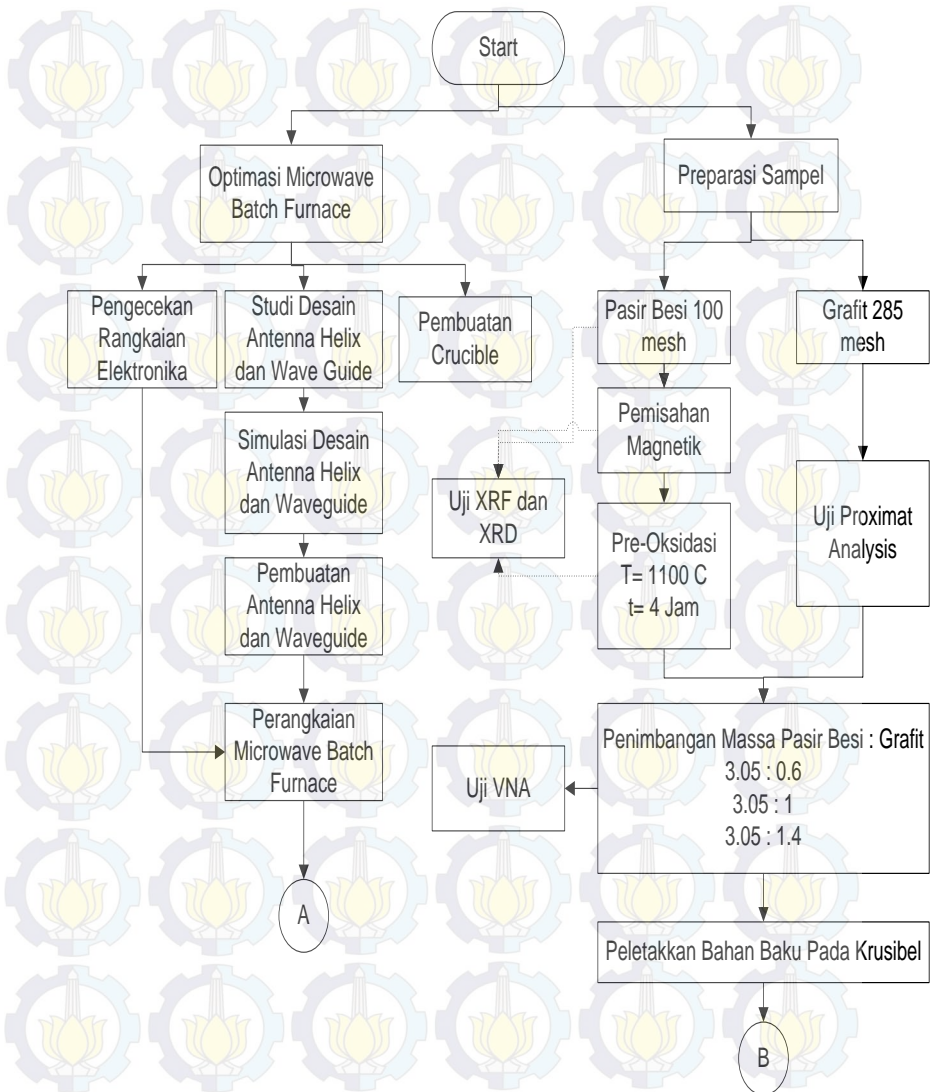
Aspek	Sebelum Modifikasi		Sesudah Modifikasi
	(Yuhandika, 2013)	(Dian, 2014)	
Magnetron	Samsung OM75S(31) dengan daya output 640 watt.	Samsung OM75P(31) dengan daya output 715 watt.	- Samsung OM75 S(31) untuk sebelah bawah - Samsung OM75 P(31) untuk sebelah atas
Antenna Helix	Dimensi yang digunakan: - S = 2,6 cm - D = 3,897 cm - L = 12,61 cm - Pitch Angle (12°)	Dimensi yang digunakan: - S = 3.061 cm - D = 4,77 cm - L= 15.305 cm - Pitch Angle (11.54 °)	Dimensi yang digunakan : - S = 3.061 cm - D = 4.77 cm - L= 15.305 cm - Pitch Angle (11.54 °)
Waveguide	-	-	<i>Waveguide</i> dengan bentuk silinder: - Diameter 12.5 - Panjang 27 cm untuk magnetron sebelah atas, dan panjang 15 cm untuk magnetron sebelah bawah

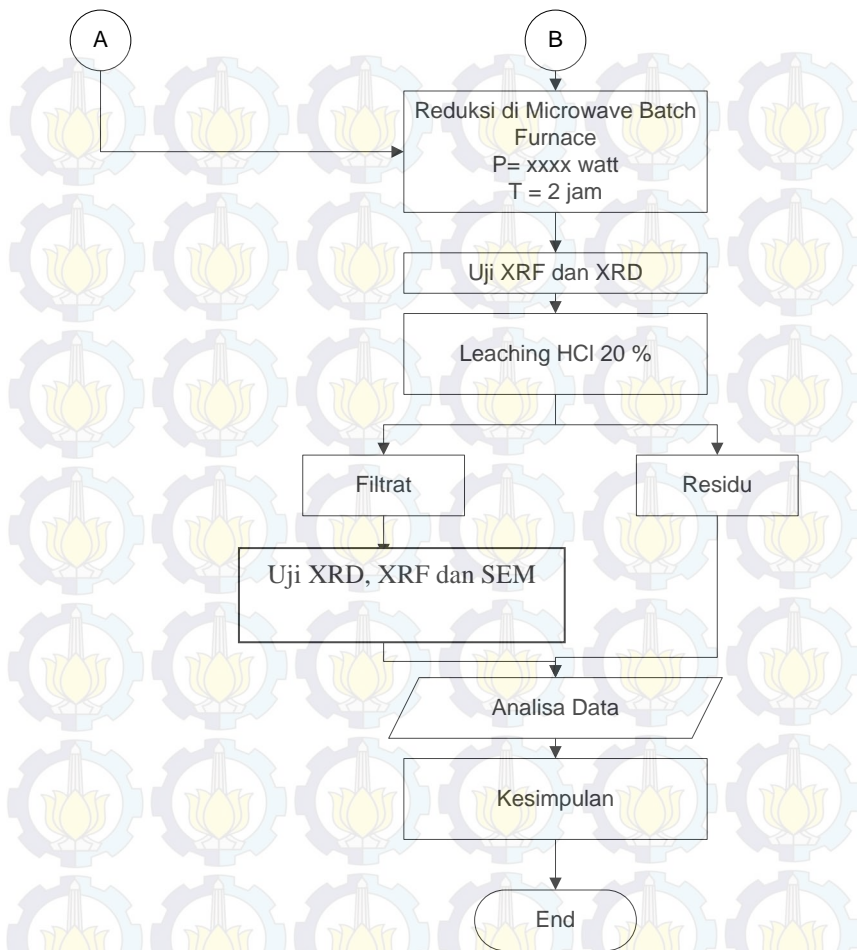
(lihat lampiran 1)





### 3.2 Diagram Alir Penelitian





Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

### 3.3 Bahan Penelitian

Bahan- bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:



### 1. Pasir Besi

Pasir besi yang digunakan dalam penelitian ini berasal pantai selatan daerah lumajang, Jawa Timur.

### 2. Grafit

Grafit yang digunakan adalah grafit MERCK. Grafit merupakan penyedia gas reduktor (karbon monoksida) dan penyedia panas. Pada penelitian ini, grafit dihaluskan dan *dishieving* dengan ukuran 285 mesh.

### 3. Asam Klorida

Larutan asam klorida yang digunakan adalah HCl 20 % dan 3 %. Asam klorida merupakan pelarut dari besi titanium oksida selama proses *leaching*. HCl 20 % berfungsi untuk melarutkan pasir besi, sedangkan HCl 3% ditambahkan untuk mencuci dan mendapatkan endapan  $TiO_2$  secara maksimal.

### 4. Aquades

Aquades digunakan untuk proses pencucian endapan yang terbentuk setelah dilakukan *leaching* asam klorida.

### 5. Hidrogen Peroksida

Larutan Hidrogen Peroksida yang digunakan adalah  $H_2O_2$  30 %. Hidrogen peroksida digunakan untuk mengoksidasi endapan titanium dioksida dalam residu.

## 3.4 Peralatan Penelitian

Adapun peralatan yang digunakan pada penelitian ini sebagai berikut :

### 1. Crucible

*Crucible* digunakan sebagai tempat terjadinya proses reduksi pasir besi *titanomagnetite*. *Crucible* terbuat dari semen tahan api berbasis alumina ( $Al_2O_3$ ) dengan tipe



HCR 18. Sifat dari bahan *crucible* ini harus mampu meneruskan gelombang mikro. *Crucible* berbentuk silinder dengan dimensi sebagai berikut:

Diameter dalam	: 8 cm
Diameter luar	: 10 cm
Tinggi bagian luar	: 8 cm
Tinggi bagian dalam	: 7 cm

## 2. *Muffle Furnace*

*Muffle furnace* digunakan untuk proses pre-oksidasi yang bertujuan untuk mengoksidasi pasir besi *titanomagnetite*. Proses oksidasi dilakukan di Laboratorium Central Universitas Negeri Malang. Perlakuan pre-oksidasi ini yaitu pemanasan hingga temperature 1100 °C dengan waktu tahan selama 4 jam.

## 3. *Microwave Batch Furnace*

Proses reduksi dilakukan dengan menggunakan *microwave batch furnace* milik Laboratorium Pengolahan Mineral dan Material ITS. *Microwave* ini berbentuk persegi delapan dengan dinding yang terdiri dari dua lapisan. Empat magnetron diletakkan pada *casing* yang terbuat dari plat aluminium, *blanket* yang terbuat dari refraktori berbasis alumina, plat terluar terbuat dari baja.

Magnetron merupakan perangkat pembangkit gelombang mikro dengan cara mengubah energi listrik yang berasal dari trafo menjadi radiasi gelombang. Magnetron ini bekerja pada frekuensi operasi  $2.45 \pm 0.05$  GHz. Untuk rangkaian elektronika dan karakteristik komponen dapat dilihat di lampiran 1.





**Gambar 3. 2** Desain *Microwave Batch Furnace*

#### 4. Magnet

Magnet digunakan pada proses pemisahan magnetik yaitu memisahkan *titanomagnetite* dan *ilmenite* dengan mineral lainnya. Ada dua jenis magnet yang digunakan, yaitu magnet kuat dan magnet lemah. Magnet kuat terbuat dari magnet neodymium-besi-boron grade N38. Magnet ini memiliki kekuatan magnet sebesar 1.18 – 1.28 T atau setara 11900 Gauss, sedangkan untuk magnet lemah terbuat dari magnet ferritik. Magnet ini memiliki kekuatan magnet sebesar 1100 T. Spesifikasi magnet tertera pada lampiran 2.



**5. Timbangan digital**

Timbangan digunakan untuk menimbang pasir besi dan grafit. Timbangan yang digunakan bermerk *Excelent Scale JCS-B LED* dan mempunyai kapasitas 30 kg.

**6. Mortar**

Mortar berfungsi untuk mempermudah memperkecil ukuran pasir besi dan grafit sesuai kebutuhan.

**7. Shieving**

Alat *shieving* digunakan untuk mendapatkan ukuran butir partikel pasir besi dan grafit yang diinginkan. *Shieving* yang digunakan untuk pasir besi berukuran 100 mesh, sedangkan untuk grafit berukuran 285 mesh.

**8. Thermometer Infrared**

*Termometer infrared* digunakan untuk mengetahui temperatur pada saat proses reduksi di *microwave batch furnace*. *Thermometer* yang digunakan bermerk *Sanfix*.

**9. Hot Plate dan Magnetic Strirrer**

*Hot plate* dan *magnetic strirrer* berfungsi untuk membentuk solution dari serbuk dan pelarutnya pada saat proses leaching asam klorida.

**10. Centrifuge**

*Centrifuge* berfungsi untuk memisahkan endapan  $TiO_2$  dengan larutan berdasarkan prinsip perbedaan gravimetri.

**11. Proximate Analysis**

Analisis proksimat bertujuan untuk menentukan kadar moisture yang mencakup nilai *fixed carbon*, *volatile maters*, *free moisture*, dan debu (*ash*) pada grafit. Standar pengujian dilakukan dengan ASTM D 3172-02



(Fixed carbon), ASTM D 3173-02 (Moisture), ASTM D3174-02 (Ash), dan ASTM D3175-02 (Volatile matter).

#### 12. X-Ray Fluorescence (XRF)

Alat ini berfungsi untuk mengetahui kandungan unsur dalam pasir besi setelah diberi perlakuan oksidasi, reduksi, dan *leaching*. XRF yang digunakan bermerk PANalytical, Type Minipal 4 di Laboratorium Central, Universitas Negeri Malang.

#### 13. X-Ray Diffraction (XRD)

Alat uji XRD yang digunakan yaitu PAN *analytical* X'Pert PRO MPD X-ray diffraction. Alat ini berfungsi untuk mengetahui fasa, sistem kristal dan struktur kristal dari pasir besi *titanomagnetite* setelah proses *microwave treatment* dan *leaching* HCl.

#### 14. Vector Network Analyzer (VNA)

Alat uji VNA digunakan untuk mengukur nilai penyerapan gelombang mikro dan reflection loss. Alat yang digunakan adalah FieldFox RF Vector Network Analyzer Agilent Technologies di Laboratorium Antenna dan Propagasi, Jurusan Teknik Elektro FTI-ITS. VNA tipe ini memiliki dua port yaitu port transmisi dan port *output*.

#### 15. Scanning Electron Microscope

Alat uji SEM digunakan untuk menganalisa morfologi dari produk ekstraksi  $\text{TiO}_2$ . Alat yang digunakan adalah SEM tipe FEI INSPECT S50.

### 3.5 Pelaksanaan Penelitian

#### 3.5.1 Preparasi sampel

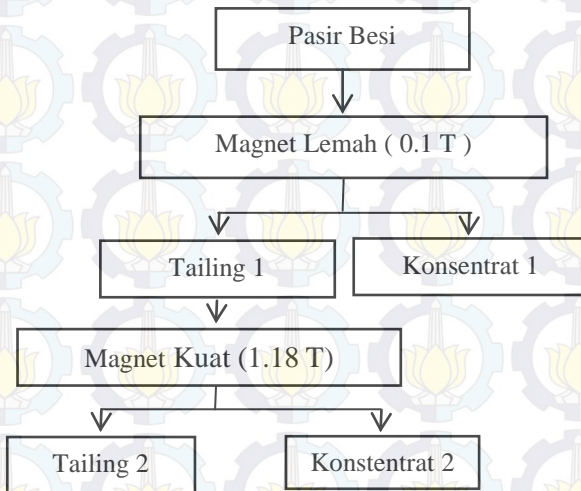
Preparasi sampel meliputi preparasi pasir besi dan grafit. Pasir besi dicuci kemudian dikeringkan di bawah sinar



matahari dengan tujuan menghilangkan pengotor serbuk kayu dan tanah liat (*clay*). Pasir besi digerus dengan menggunakan mortar dan *dishieving* dengan ukuran *meshing* 100 mesh. Pasir besi diuji XRF untuk mengetahui kandungan unsur pada pasir besi awal. Sedangkan preparasi untuk grafit berupa *shieving* dengan ukuran 285 mesh lalu diuji *proximat analysis* untuk mengetahui kadar karbon sebagai sumber reduktor.

### 3.5.2 Pemisahan Magnetik

Pasir besi dipisahkan menggunakan magnet lemah dan magnet kuat. Proses separasi ini memisahkan material pasir besi yang bersifat magnetik (konsentrat) dan non magnetik (*tailing*) seperti pada gambar 3.4. Untuk melakukan separasi magnetik, pasir diletakkan pada selembar kertas kemudian diratakan hingga ketebalan pasir sekitar 1 cm. Pasir yang menempel kemudian dikumpulkan.



Gambar 3. 3 Skema Pemisahan Magnetik





Pasir besi terlebih dahulu diseparasi dengan menggunakan magnet lemah. Pasir yang tertarik pada magnet diharapkan sebagian besar dalam fasa magnetite. Sisa pasir yang telah diseparasi oleh magnet lemah kemudian diseparasi kembali dengan magnet kuat. Pasir yang tertarik magnet (konsentrat 2) diharapkan memiliki fasa *titanomagnetite*, hematite, dan ilmenite. Konsentrat 2 inilah yang digunakan ke dalam tahap selanjutnya (proses oksidasi). Hasil separasi kemudian diuji XRF untuk mengetahui peningkatan kadar titanium dan diuji XRD untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam pasir besi.

### 3.5.3 Pre-Oksidasi

*Crucible* yang berisi pasir besi hasil separasi dimasukkan ke dalam *muffle furnace*. Proses roasting berfungsi untuk mengoksidasi pasir besi titanium oksida sehingga terjadi perubahan fasa agar mempermudah proses reduksi. Proses pre-oksidasi dilakukan dengan pemanasan pada temperatur 1100 °C dengan waktu holding selama 4 jam untuk menghomogenkan perubahan fasa pasir besi.

### 3.5.4 Peletakkan Bahan Baku pada *Crucible*

Pasir besi hasil *pre-oksidasi* ditimbang dengan rasio berat pasir besi : gakit sebesar 3.05:1.4 ; 3.05:1; 3.05:0.6. Sebelum diletakkan pada *crucible* , pasir besi dan grafit di mix agar persebaran partikel penyerap gelombang mikro merata.

### 3.5.5 Proses Reduksi *Pasir Besi Titanomagnetite*

Pasir besi hasil pre-oksidasi digerus dan dishieving 100 mesh kemudian diletakkan di dalam *crucible*. *Crucible* yang berisi bahan baku dimasukkan dalam *microwave batch furnace*. Posisi sampel harus tepat berada ditengah untuk memaksimalkan daerah radiasi gelombang mikro (lampiran 1). Proses reduksi terjadi di dalam *Microwave Batch Furnace* selama 2 jam, dengan variasi waktu on/off sebesar 60:1 menit.



Setelah proses reduksi selesai, sampel didinginkan di dalam *microwave batch furnace*. Hasil reduksi dilakukan penimbangan dan pengujian XRD serta XRF.

### 3.5.5 *Leaching Asam Klorida*

Asam klorida 20 wt % dipanaskan dengan menggunakan *hot plate* hingga temperatur 120 °C. Saat HCl mendidih yang ditandai dengan munculnya gelembung di bagian dasar, hasil reduksi pasir besi dimasukkan ke dalam larutan HCl sehingga membentuk rasio massa pasir besi *titanomagnetite* : HCl sebesar 1:6. Pemanasan dilanjutkan selama 20 menit, kemudian ditambahkan Fe<sup>0</sup> reduktor dengan rasio 0.1 gram/ gram pasir besi. Pemanasan ini berlangsung selama 40 menit. Selesai pemanasan, larutan diangkat dari *hot plate* dan dibiarkan selama 1 hari agar terjadi endapan. Warna larutan menjadi kuning jingga dan endapan yang terbentuk berwarna putih kekuningan. Larutan yang tidak mengendap dibuang, sedangkan endapan disaring.

Endapan yang terbentuk disaring kemudian dikeringkan. Endapan yang terbentuk ditimbang untuk mengetahui perolehan massa. Selanjutnya, ditambahkan HCl 3% sebanyak 10 ml/ gram pasir besi. Sampel di *centrifuge* pada kecepatan 2500 rpm selama 10 menit. Endapan hasil *centrifuge* ini dilarutkan dengan 50 mL aquades dan di *centrifuge* pada kecepatan 2500 rpm selama 30 menit. Endapan yang terjadi akan dikeringkan di atas *hot plate* pada temperatur 120 °C.

Titanium dan besi yang terlarut dalam residu dapat di-*recovery* kembali dalam bentuk padatan dengan cara menambahkan HCl hingga tidak lagi terbentuk endapan berwarna putih. Endapan yang terjadi berupa filtrate 2 yang kemudian ditambahkan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% untuk mengoksidasi titanium dan besi. Selesai proses *leaching* ditandai dengan hilangnya warna kuning larutan. Tahap terakhir yaitu pencucian dengan aquadenim, lalu dikeringkan. Untuk



mendapatkan  $\text{TiO}_2$  dalam bentuk *rutile*, endapan harus dikalsinasi pada temperatur  $900\text{ }^\circ\text{C}$ .

### 3.5.7 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan antara lain analisis komposisi kimia berupa pengujian XRD dan XRF, serta analisis penyerapan gelombang mikro berupa pengujian VNA.

#### A. Pengujian Sifat Dielektrik

Pengukuran sifat dielektrik menggunakan *Vector Network Analysis* dengan metode *transmission / reflection*. Pengukuran ini menggunakan kabel koaksial yang dihubungkan pada sampel pengukuran. Metode ini menggunakan 2 port yaitu *port input* dan *port output*. Metode ini mengukur nilai S-parameter yaitu sinyal pantulan ( $S_{11}$ ) dan sinyal yang dikirimkan ( $S_{21}$ ). Mekanisme pengambilan data network analysis dengan cara menembakkan atau memancarkan gelombang elektromagnetik oleh pembangkit gelombang mikro ke dalam sampel. Sampel diletakkan di MUT (*Material Under Test*) yang kemudian dihubungkan oleh kabel koaksial menuju port 1 dan port 2. Gelombang tersebut diteruskan dan diinterpretasikan oleh VNA sehingga didapat data berupa grafik.



**Gambar 3. 4** (A) *Material Under Test* (B) Alat Pengujian *Vector Network Analysis*





### B. Pengujian Kandungan Fasa

Pengujian XRD dilakukan dengan sudut 2 Theta dari  $10^\circ$  sampai  $90^\circ$ . Hasil dari pengujian XRD berupa grafik hubungan 2 Theta dengan intensitas. Posisi 2 Theta inilah yang kemudian dianalisa untuk menentukan senyawa atau fasa yang terkandung pada pasir besi. Untuk proses fitting, digunakan perangkat lunak berupa software *Match!* dan *PDF2 Release 2011*. Selain itu, dicocokkan pada JCPDS card.

### C. Pengujian Komposisi

Pengujian XRF dilakukan untuk mengetahui perubahan komposisi pasir besi akibat proses oksidasi, reduksi dan *leaching*.

### D. Pengujian Morfologi

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi produk *leaching*.

## 3.6 Rancangan Penelitian

Tabel 3. 2 Rancangan Penelitian

Roasting		Rasio berat (pasir besi : grafit)	Microwave			Leaching		
% Ti atau % TiO <sub>2</sub>	Fasa yang terbentuk		T (°C)	% Ti atau % TiO <sub>2</sub>	Fasa yang terbentuk	% Ti atau % TiO <sub>2</sub>	Fasa yang terbentuk	% Recovery TiO <sub>2</sub>
2		3.05:0.6						
		3.05:1						
		3.05 :						





		1.4					
--	--	-----	--	--	--	--	--

**Tabel 3. 3** Rancangan Pengujian

Rasio berat Pasir besi: grafit	Pengujian		
	Uji XRD	Uji XRF	Uji VNA
3.34 : 0.45	V	V	V
3.34 : 1	V	V	V
3.34 : 1.55	V	V	V



## BAB IV

### ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Karakteristik Bahan Penelitian

##### 4.1.1 Karakteristik Fasa dan Komposisi Pasir Besi

Pasir besi yang berasal dari Lumajang ini dicuci untuk dengan aquades untuk menghilangkan kandungan garam, dan kemudian diayak dengan ayakan 100 mesh atau 149  $\mu\text{m}$ . Sebelum dilakukan *running*, pasir besi diuji komposisi terlebih dahulu untuk mengetahui kandungan unsur dalam pasir besi. Identifikasi kandungan unsur menggunakan mesin XRF type PANalytical MiniPal 4. Komposisi pasir besi akan mempengaruhi perhitungan neraca massa dan neraca energi pada proses selanjutnya yang nantinya akan menentukan parameter proses yang digunakan saat proses oksidasi dan proses reduksi.

Pasir besi lumajang telah dilakukan benefikasi dengan metode separasi magnetik. Benefikasi menggunakan magnet lemah ferritik menghasilkan tailing 1 dan konsentrat 1. Hasil dari tailing 1 kemudian diseparasi menggunakan magnet kuat neodymium sehingga menghasilkan konsentrat 2 dan tailing 2. Konsentrat 2 inilah yang akan digunakan sebagai *raw material* dalam proses oksidasi.

Separasi magnetik bertujuan untuk mengurangi unsur impurities dan mengambil titanium yang membentuk persenyawaan dengan besi yang bersifat ferromagnetik maupun paramagnetik. Hasil benefikasi dari separasi magnetik bisa dilihat pada Tabel 4.1. Peningkatan kadar titanium seiring dengan penurunan unsur pengotor (aluminium, silika, kalsium). Titanium mengalami



peningkatan kadar sebesar 3.42%, sedangkan besi juga mengalami peningkatan konsentrasi sebesar 49.6%.

**Tabel 4. 1** Komposisi pasir besi hasil separasi magnetik

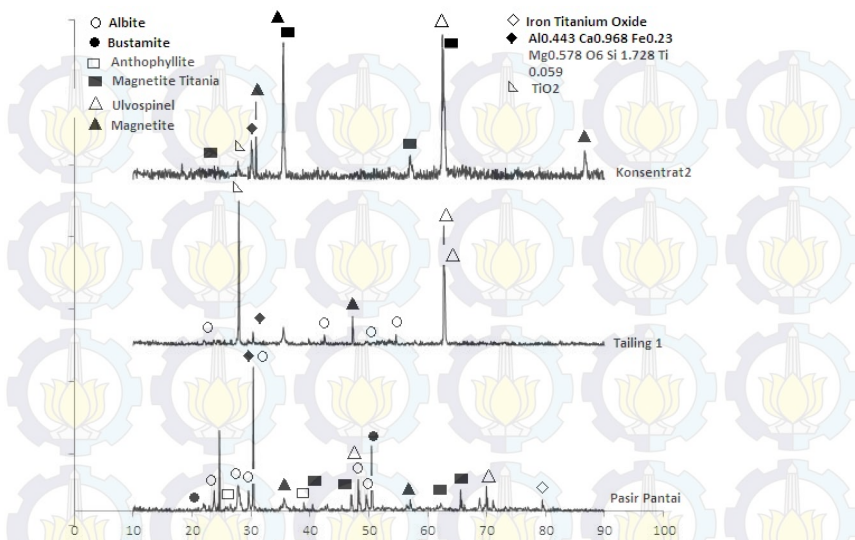
Material	Komposisi (%)					
	Al	Si	Ca	Ti	Fe	Mn
Pasir Besi Lumajang	8.4 ± 0.9	26.3 ± 2.4	17.9 ± 0.3	1.87 ± 0.06	39.4 ± 2.5	0.77 ± 0.05
Konsentrat 1	5.8 ± 0.2	18.5 ± 0.2	11.7 ± 0.05	1.65 ± 0.01	58.39 ± 0.17	0.84 ± 0.04
Tailing 1	2.4 ± 0.7	9 ± 2	6.68 ± 0.17	3.48 ± 0.03	74.91 ± 2.65	0.62 ± 0.02
Konsentrat 2	-	1.7 ± 0.06	1.002 ± 0.008	5.29 ± 0.03	89 ± 0.05	0.49 ± 0.003

Berdasarkan hasil XRF diatas, konsentrat 2 dari pasir besi lumajang yang digunakan untuk proses oksidasi. Namun, Hasil pengujian tersebut tidakbisa langsung diterapkan untuk perhitungan neraca massa dan neraca panas untuk proses selanjutnya. Unsur - unsur di atas membentuk senyawa mineral yang memiliki rumus kimia tertentu. Untuk mencari rumus kimia tersebut, maka dilakukan pengujian XRD. Identifikasi senyawa dari pasir besi dilakukan menggunakan mesin XRD *PANalytical X'Pert*. Pengujian dilakukan dengan posisi  $2\theta$  sebesar  $10^\circ$  sampai  $90^\circ$  dan menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar  $1.54056 \text{ \AA}$ . Selanjutnya, hasil XRD dianalisa dengan menggunakan *software Match!* dan posisi dari puncak - puncak dicocokkan dengan kartu dari *software PDF-2 Release 2011*. Gambar 4.2 menunjukkan hasil pengujian XRD proses benefikasi separasi magnetik.





## Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



**Gambar 4.** 1Pola XRD sampel pasir besi

**Tabel 4. 2** Identifikasi fasa pada pasir besi awal

Senyawa	Rumus Kimia	No Kartu JCPDS
Magnetite titania	$Fe_{2.17}O_4Ti_{0.54}$	01-071-6449
Magnetite	$Fe_3O_4$	01-077-1545
Magnetite titanian	$Fe_{2.75}O_4Ti_{0.25}$	01-075-1374
Magnetite	$Fe_{2.9}O_4Ti_{0.096}$	01-077-8398
ulvospinel		
Besi titanium oksida	$Fe_{0.1482}O_2Ti_{0.8882}$	01-070-0143
Bustamite calcian	$Ca_{0.81}Mn_{0.19}O_3Si$	01-086-1607
Albite	$Al_{1.08}NaO_8Si_{2.92}$	01-076-0757
Anthophyllite	$(Mg, Fe^{+2})_7 Si_8 O_{22} (OH)_2$	00-045-1343



*Magnetite* titania, *magnetite* titanian, dan *magnetite* ulvospinel termasuk dalam klasifikasi mineral besi titanium oksida atau *titanomagnetite* ( $Fe_{3-x}Ti_xO_4$ ). Sedangkan senyawa bustamite, albite dan anthophyllite termasuk dalam klasifikasi silikat mineral (Rosenblum, 1999). Identifikasi fasa ditunjukkan pada Tabel 4.2. Senyawa *titanomagnetite* merupakan senyawa yang harus di-*recovery* pada proses separasi magnetik sehingga unsur pengotor (mineral silikat) berkurang. Sifat kemagnetan dari senyawa yang terkandung dalam pasir besi dapat dilihat pada Tabel 2.2

**Tabel 4. 3** Identifikasi fasa pada hasil separasi magnetik

Material	Senyawa	Rumus Kimia	No Kartu JCPDS
Tailing 1	Ulvospinel	$Fe_2TiO_4$	
	<i>Magnetite</i>	$Fe_3O_4$	01-071-6337
	Anatase	$TiO_2$	01-082-0514
	<i>Ilmenite</i>	$FeTiO_3$	
	Albite	$Na(AlSi_3O_8)$	01-071-1156
Konsentrat 2	<i>Magnetite</i> titania	$Fe_{2.17}O_4Ti_{0.54}$	01-071-6449
	<i>Magnetite</i>	$Fe_3O_4$	01-077-1545
	<i>Magnetite</i> ulvospinel	$Fe_{2.9}O_4Ti_{0.096}$	01-077-8398
		$Ca_{0.9}Na_{0.1}$	
	<i>Augite</i>	$Mg_{0.9}Fe_{0.2}Al_{0.4}Ti_{0.1}Si_{1.9}O_6$	01-073-8543

Senyawa-senyawa pada tailing 1 merupakan senyawa paramagnetik dan diamagnetik dengan tingkat kemagnetan lebih dari 0.1 T , sehingga tidak tertarik magnet lemah ferritik yang memiliki intensitas magnet sebesar 1100 Gauss (0.11



T).Material paramagnetik mengacu pada mineral kurang dari feromagnetik dan dipisahkan dengan separasi magnetik (intensitas 1.7 T). Senyawa utama *ulvospinel* ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ) dapat ditemukan di alam karena ber-*intergrowth* di dalam bijih besi *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sehingga intensitas magnetiknya berkurang dan tidak dapat ditarik oleh magnet lemah. Sedangkan, senyawa *magnetite* masih teridentifikasi pada tahap separasi ini dikarenakan proses separasi yang tidak berulang sehingga hasil pemisahan kurang maksimal.

Senyawa - senyawa pada konsentrat 2 merupakan senyawa paramagnetik dengan intensitas magnetik berkisar 0.1-1.7 sehingga tertarik magnet kuat neodmium yang memiliki intensitas magnet sebesar 11000 Gauss.

Menguatnya puncak senyawa *magnetite ulvospinel* karena sifatnya yang tergolong paramagnetik yang berikatan dengan senyawa Fe, sedangkan menurunnya puncak mineral silikat karena material ini bersifat diamagnetik. Hasil akhir dari proses separasi magnetik didominasi oleh senyawa *titanomagnetite* atau ferrimagnetik *titanomagnetite* ( $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ ) dengan parameter x berkisar  $0 \leq x \leq 1$ . Senyawa ini termasuk dalam anggota larutan padat *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) – *ulvospinel* yang memiliki struktur kristalografi berupa invers spinel kubik (Krasa, 2003). Hal ini didukung oleh hasil uji XRF pada kandungan titanium dan besi yang mengalami peningkatan. Namun, proses ini tidak signifikan menghasilkan pemisahan kandungan *titanomagnetite* pada matriks *magnetite* karena di dalam proses ini tidak terjadi penghancuran struktur lamellar *titanomagnetite*.



#### 4.1.2 Grafit

Grafit berperan penting sebagai penyedia karbon yang bertindak sebagai reduktor yang akan mereduksi besi oksida. Pengujian *proximate analysis* merupakan pengujian yang sangat penting dalam menentukan kadar *moisture*, *ash*, *volatile matter* dan *fixed carbon*. Hasil pengujian *proximate analysis* grafit yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 4.4

**Tabel 4. 4** Hasil pengujian *proxymate analysis* grafit

Parameter	Kadar (%)
<i>Moisture</i>	0.314
<i>Ash</i>	0.025
<i>Volatile Matter</i>	11.941
<i>Fixed Carbon</i>	87.72

Tabel 4.4 menunjukkan hasil analisa proksimat grafit yang digunakan untuk perhitungan neraca massa dan neraca panas perhitungan ini menentukan parameter jumlah grafit yang akan digunakan untuk proses reduksi.

Dengan semakin besarnya nilai *fixed carbon* yang dikandung menunjukkan bahwa semakin besar nilai kalor yang terkandung, dan juga menunjukkan bahwa semakin besar pula energi panas yang dapat dilepaskan selama proses pembakaran maupun pemindahan kalor.

#### 4.2 Analisa Pengaruh *Treatment* pada Pasir Besi

##### 4.2.1 Analisa Pengaruh Proses Oksidasi terhadap Pasir Besi

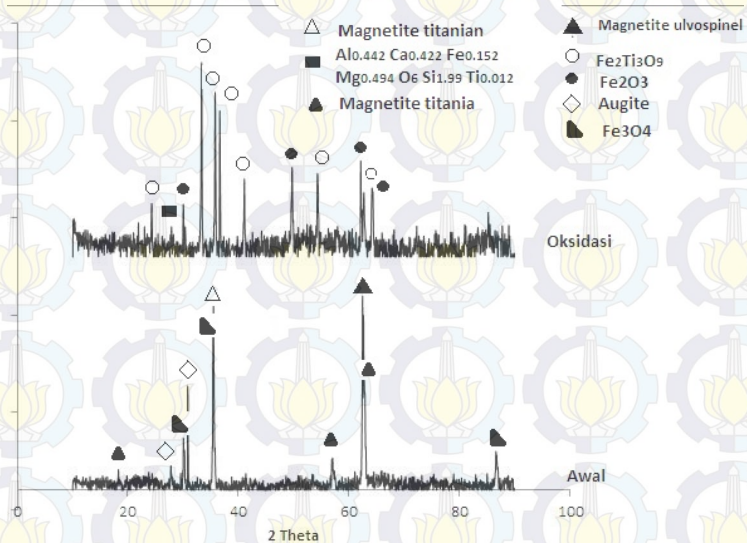
Pasir besi *titanomagnetite* ( $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ ) meliputi *magnetite* titanian, *magnetite* titania, *magnetite* ulvospinel,





## Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

dan *magnetite* diberi perlakuan preoksidasi berupa pemanasan dengan menggunakan *furnace* tipe Zhengzhou Brother *Furnace* pada temperatur 1100 °C. Pemanasan tersebut di-*holding* selama 4 jam untuk menghomogenkan perubahan-perubahan senyawa pasir besi. Transformasi fasa pada pasir besi *titanomagnetite* ini seperti pada Gambar 4.2.



**Gambar 4. 2** Pengaruh oksidasi terhadap pasir besi

**Tabel 4. 5** Identifikasi fasa pada proses oksidasi

Senyawa	Rumus Kimia	No Kartu
<i>Pseudorutile</i>	$Fe_2Ti_3O_9$	00-013-0326
<i>Hematite</i>	$Fe_2O_3$	01-072-6225
<i>Unnamed Mineral</i>	$Al_{0.442} Ca_{0.422} Fe_{0.152} Mg_{0.494} O_6 Si_{1.99} Ti_{0.012}$	01-075-9341



Perubahan pasir besi *titanomagnetite* menjadi *hematite* dan *pseudorutile* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{TiO}_2$ ) terjadi dalam dua tahapan. Tahapan pertama, senyawa *magnetite* ketika pemanasan mencapai temperatur  $350^\circ\text{C}$  akan bertransformasi menjadi *maghemite*. Pada temperatur  $450^\circ\text{C}$ , berubah menjadi *maghemite* dengan bentuk struktur kristal tetragonal. Sedangkan *hematite* mulai terbentuk pada temperatur  $550^\circ\text{C}$  dan mendominasi pada temperatur  $700\text{-}800^\circ\text{C}$  (Mashuri et al, 2007).

Proses oksidasi pada temperatur  $1100^\circ\text{C}$  termasuk *deuterix oxidation* atau oksidasi temperatur tinggi. Hal ini dikarenakan temperatur  $1100^\circ\text{C}$  telah melebihi temperatur *curie* senyawa *titanomagnetite* pada umumnya. Dengan adanya *deuterix oxidation*, kation Fe dalam *titanomagnetite* akan bermigrasi keluar dari kisi spinel sehingga terjadi kekosongan kisi dan rasio Fe/O semakin menurun. Kisi spinel dalam *titanomagnetite* menjadi tidak stabil dengan adanya kekosongan kisi sehingga untuk menjaga kesetimbangannya, *titanomagnetite* bertransformasi membentuk senyawa *ilmenite* yang miskin Ti dengan melepas ion  $\text{Fe}^{3+}$ .

Pada Gambar 2.1, menjelaskan bahwa pasir besi dengan kandungan *magnetite titania* (fraksi mol  $x = 0.096$ ) dan *magnetite ulvospinel* (fraksi mol  $x = 0.54$ ) jika dioksidasi akan mengalami pergeseran komposisi massal ke arah kanan mengikuti garis berwarna merah dan produk yang dihasilkan tidak berupa fasa tunggal *titanohematite* melainkan campuran dengan *hemoilmenite* yang stabil pada temperatur rendah. Sistem *hemoilmenite* yang terbentuk berupa *ilmenite* dengan komposisi  $\text{TiO}_2$  mendekati *magnetite*.

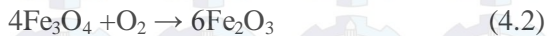


*Ilmenite* yang terbentuk akan ber-*intergrowth* pada *magnetit* sehingga proses oksidasi ini belum mampu menghancurkan struktur dari *titanomagnetite* yang membentuk lamella. Perubahan ini terjadi disekitar temperatur *curie* *titanomagnetite* yaitu  $\pm 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Senyawa *ilmenite* yang terbentuk pada perubahan *titanomagnetite* akan mengalami pemanasan kembali karena pemanasan masih berlangsung hingga temperatur  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  sehingga mengakibatkan transformasi fasa menjadi *pseudorutile*. Panas yang diberikan *furnace* hingga temperatur  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  mengubah menjadi *pseudorutile*, yang merupakan fasa *intermediet* dari perubahan *ilmenite* menuju *rutile*. Perubahan *ilmenite* hanya terjadi pada layer besi saja sehingga dengan adanya oksidasi hingga temperatur  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  akan mengubah *ilmenite* menjadi senyawa trivalent dari *ilmenite*, yaitu fasa *pseudorutile* ( $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$ ).

Oksidasi ini menyebabkan semua ion  $\text{Fe}^{2+}$  pada *ilmenite* maupun *magnetite* berubah menjadi ion  $\text{Fe}^{3+}$  dalam *pseudorutile* dan hematite. Sedangkan ion Ti tidak mengalami perubahan sehingga reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut

:



Pemanasan pasir besi *titanomagnetite* tidak membentuk fasa *pseudobrookite* sebagaimana yang dijelaskan pada penelitian sebelumnya. Hal ini dikarenakan energi panas yang dihasilkan oleh *furnace* telah habis diserap oleh sampel untuk mengubah *titanomagnetite* menjadi *ilmenite* dan *hematite* pada temperatur *curie*, sehingga panas yang

---





dibutuhkan untuk mengubah ke fasa *pseudobrookite* tidak mencukupi. Selain itu, pemanasan yang dilakukan tanpa adanya penambahan oksigen pada *furnace* sehingga dianggap lingkungan oksidasi rendah. Pemanasan ini memungkinkan terjadinya perubahan *titanomagnetite* menjadi *pseudorutile* dan *magnetite* menjadi *hematite*.

**Tabel 4. 6** Komposisi pasir besi hasil oksidasi

Material	Komposisi (%)					
	Al	Si	Ca	Ti	Fe	Mn
Konsentrat 2	-	1.7 ± 0.06	1.002 ± 0.008	5.29 ± 0.03	89 ± 0.05	0.49 ± 0.003
Oksidasi	3 ± 0.3	2.5 ± 0.03	1.10 ± 0.01	4.41 ± 0.05	85.40 ± 0.32	0.37 ± 0.01

Komposisi pasir besi hasil oksidasi dapat dilihat pada tabel 4.6. Berdasarkan tabel diatas, kadar titanium dalam pasir besi menurun dari yang awalnya 5.29 % menjadi 4.41 %. Penurunan kadar titanium ini disebabkan oleh oksidasi pada temperatur tinggi yang menghasilkan *titanomagnetite* dengan kadar Ti yang rendah (komposisi yang mendekati *magnetite*). Penurunan kadar akan menyebabkan peningkatan kejenuhan magnet dan temperatur *curie* sehingga pada saat oksidasi terdapat pembagian kristal ke dalam volume yang lebih kecil (Krasa, 2003). Selain itu, pemanasan hingga melebihi temperatur *curie* hanya menaikkan konsentrasi Fe saja tanpa menaikkan kadar Ti (Sitorus, 2005).

*Titanomagnetite* berubah menjadi bentuk rhombohedral yang ber - *intergrowth* pada *hemoilmenite* dan menghasilkan kelarutan Ti yang sangat kecil.





#### 4.2.2 Analisa Pengaruh Komposisi Bahan Baku terhadap Sifat Dielektrik Pasir Besi

Pengukuran parameter dielektrik pasir besi menggunakan alat *Vector Network Analysis* di Laboratorium Antenna dan Propagasi Jurusan Teknik Elektro ITS. Hasil pengukuran berupa nilai dari S-parameter yaitu  $S_{11}$ ,  $S_{22}$ ,  $S_{21}$ , dan  $S_{12}$ . S - parameter adalah perbandingan antara sinyal terukur yang direfleksikan dengan sinyal yang ditransmisikan pada port jaringan.

Nilai  $S_{11}$  yang terukur sama dengan nilai  $S_{22}$  terukur, sedangkan nilai  $S_{21}$  terukur sama dengan nilai  $S_{12}$  sehingga data yang digunakan adalah  $S_{11}$  dan  $S_{21}$ . Data  $S_{11}$  dikonversi menjadi *reflection loss*, sedangkan data  $S_{21}$  dikonversi menjadi koefisien refleksi, koefisien transmisi, dan koefisien absorber. Data serapan diukur pada daerah 2250-2650 MHz sesuai frekuensi kerja magnetron. Nilai S-parameter pada berbagai komposisi penambahan grafit seperti pada Tabel 4.7.

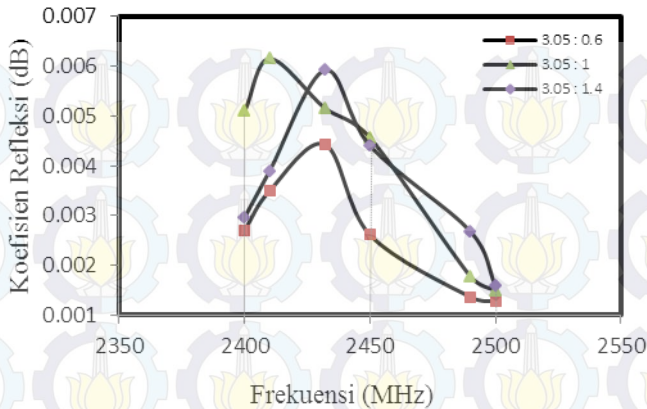
**Tabel 4. 7** Pengaruh komposisi grafit terhadap s-parameter

Fre- kuen -si	Perbandingan Return Loss (dB)			Perbandingan S21 (dB)		
	3.05: 0.6	3.05: 1	3.05: 1.4	3.05: 0.6	3.05: 1	3.05: 1.4
2250	-13.14	-14.93	-16.51	-34.37	-32.88	-39.33
2300	-5.87	-8.04	-5.70	-40.14	-41.36	-49.5
2350	-4.81	-5.47	-4.86	-43.47	-36.46	-48.84
2400	-10.28	-10.57	-10.50	-41.95	-38.56	-40.53
2450	-12.91	-14.74	-16.46	-39.49	-31.25	-37
2500	-7.42	-8.39	-8.47	-44.72	-41.2	-47.27
2550	-10.18	-8.60	-8.35	-45.43	-45.18	-50.61
2600	-19.84	-16.41	-14.48	-34.7	-37.78	-39.06
2650	-14.47	-14.47	-14.77	-37.72	-29.57	-37.1



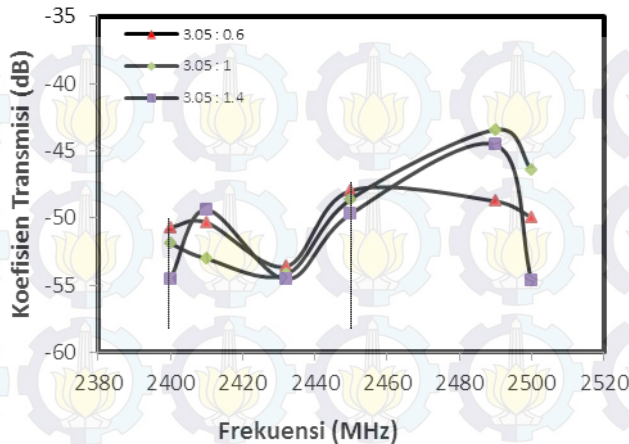
Pada Tabel 4.7 didapatkan nilai maksimal *return loss* berkisar -12.91 dB sampai dengan -17.16 dB untuk komposisi 3.05 : 0.6 . Nilai maksimal *return loss* berkisar -14.74 dB sampai dengan -14.93 dB untuk komposisi grafit 3.05 : 1. Nilai maksimal *return loss* berkisar -10.50 dB sampai dengan -16.61 dB untuk komposisi 3.05 : 1.4. Nilai maksimal *reflection loss* pada frekuensi 2250, 2450, dan 2600 MHz, sehingga sesuai dengan frekuensi kerja magnetron dari *microwave batch furnace* sekitar  $2450 \pm 50$  MHz. Nilai *return loss* ini representatif dari nilai penguatan gain yang dimiliki oleh antenna helix. Semakin besar gain suatu antenna, maka kerja antenna semakin bagus pada rentang frekuensi tersebut (Linda, 2010).

Nilai negatif pada *return loss* menunjukkan bahwa semakin besar sinyal yang dipancarkan oleh magnetron diterima oleh antenna helix sehingga material tersebut mampu menyerap gelombang mikro. Semakin besar nilai negatif *returnloss*, maka semakin besar daya serap bahan terhadap gelombang mikro (Phang, dkk., 2008). Akan tetapi, *return loss* yang tinggi tidak selamanya menghasilkan penyerapan gelombang mikro yang tinggi karena tidak semua gelombang mikro yang mengenai material tersebut diabsorpsi, tetapi ada sebagian yang juga direfleksikan dan ditransmisikan (Rinata, dkk., 2011). Koefisien refleksi ( $S_{11}$ ) dan koefisien transmisi ( $S_{21}$ ) seperti pada gambar 4.3



**Gambar 4. 3** Pengaruh komposisi bahan baku terhadap koefisien refleksi

Semakin rendah koefisien refleksi menunjukkan bahwa sebagian gelombang akan diteruskan tanpa adanya penyerapan gelombang mikro. Hal ini ditunjukkan pada komposisi 3.05 : 0.6 terlihat gelombang mikro tidak banyak diserap melainkan diteruskan, dan berbeda dengan komposisi yang lainnya. Pada gambar 4.3, didapatkan bahwa secara keseluruhan koefisien refleksi yang paling besar di semua frekuensi adalah pada komposisi 3.05: 1 dan 3.05: 1.4



**Gambar 4. 4** Pengaruh komposisi bahan baku terhadap koefisien transmisi

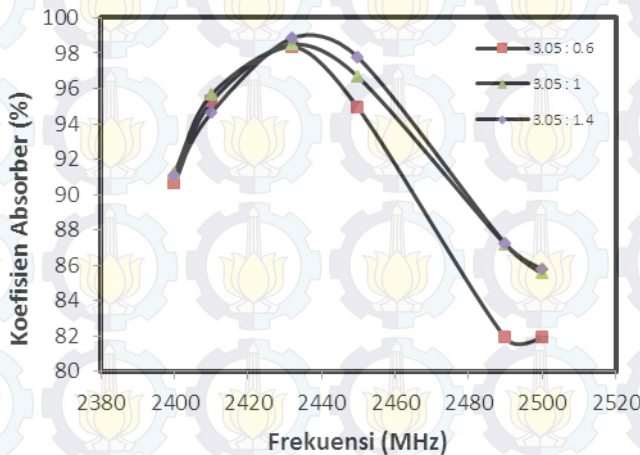
Berdasarkan koefisien transmisi, penambahan grafit semakin besar akan menurunkan koefisien transmisi. Hal ini terbukti dengan nilai puncak yang semakin ke bawah pada rentang frekuensi kerja magnetron sehingga gelombang yang mampu diserap oleh sampel semakin banyak. Semakin rendah koefisien transmisi maka menunjukkan semakin banyak gelombang yang diserap oleh sampel. Koefisien paling rendah pada komposisi grafit 3.05 : 1.4 dan 3.05 : 1.

Koefisien absorber ditunjukkan pada gambar 4.5 . Koefisien absorber semakin tinggi menunjukkan tingkat penyerapan gelombang mikro. Seiring dengan penambahan grafit, maka koefisien absorpsi nya lebih tinggi. Pada frekuensi  $\pm$  2450 MHz terlihat bahwa dengan kenaikan frekuensi, koefisien absorber bahan baku mengalami penurunan.





Komposisi yang paling bagus dalam menyerap gelombang mikro adalah pada komposisi 3.05 : 1.4 dikarenakan koefisien refleksinya paling tinggi, koefisien transmisinya paling rendah, dan koefisien absorbernya paling tinggi. Namun, nilai ini tidak jauh berbeda dengan komposisi 3.05:1. Hal ini dikarenakan grafit merupakan material yang menyerap gelombang mikro sehingga digunakan oleh *susceptor* dalam pemanasan *microwave*. Penambahan zat yang bersifat penyerap gelombang mikro maka akan mempengaruhi interaksi material. Dalam hal ini kepadatan atau banyaknya jumlah massa yang bersifat absorber akan mempengaruhi kerapatan butiran dan interaksi yang terbentuk lebih sempurna karena tidak adanya ruang kosong pada butir.



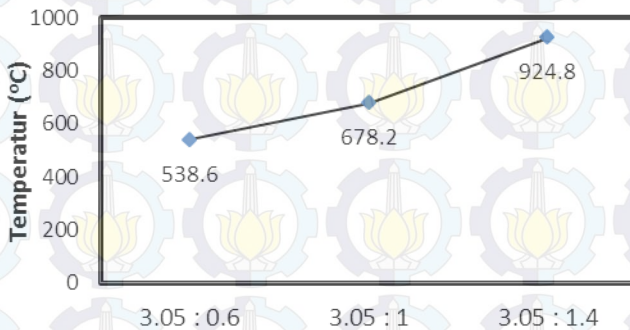
**Gambar 4. 5** Pengaruh komposisi bahan baku terhadap koefisien absorber



### 4.2.3 Analisa Pengaruh Proses Reduksi pada Pasir Besi

#### 4.2.3.1 Analisa Pengaruh Komposisi Grafit terhadap Temperatur

Komposisi grafit mempengaruhi kenaikan temperatur pada *microwave batch furnace*. Kenaikan temperatur seiring dengan penambahan grafit seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.7. Kenaikan temperatur ini diakibatkan dari penyerapan gelombang mikro oleh sampel, sehingga terjadi polarisasi *interface* dan pemanasan selektif pada pasir besi *titanomagnetite*.



Gambar 4. 6 Hubungan komposisi (pasir besi:grafit) terhadap temperatur

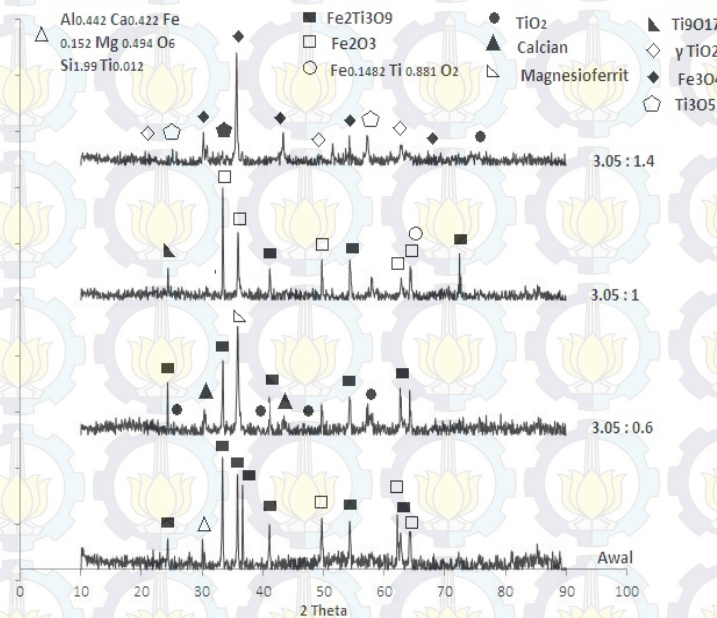
#### 4.2.3.2 Analisa Pengaruh Komposisi Grafit terhadap Fasa Hasil Reduksi

Pasir besi *titanomagnetite* yang telah bertransformasi menjadi pasir besi oksidasi dengan kandungan fasa akhir berupa hematite dan *pseudorutile* diberikan perlakuan selanjutnya yaitu proses reduksi. Pasir besi hasil oksidasi



## Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

kemudian direduksi dengan variasi perbandingan komposisi pasir besi : grafit sebesar 3.05:1.4 ; 3.05: 1 ; 3.05:0.6 dengan daya sebesar 4000 watt dan lama penyinaran gelombang mikro selama 120 menit. Pasir yang telah direduksi menggunakan *microwave batch furnace* kemudian diuji XRD. Gambar 4.7 merupakan identifikasi dari fasa pasir besi yang telah mengalami proses reduksi.



**Gambar 4. 7** Pola XRD hasil reduksi pasir besi dengan variasi perbandingan komposisi pasir besi : grafit yaitu 3.05:1.4 ; 3.05: 1 ; 3.05:0.6



**Tabel 4. 8** Identifikasi fasa hasil reduksi

Pasir Besi: Grafit	Senyawa	Rumus Kimia	No JCPDS
3.05 : 0.6	<i>Iron titanium oxide</i>	$(\text{Fe}_{0.1482}\text{Ti}_{0.882}\text{O}_2)$	01-070-0143
	<i>Brookite</i>	$(\text{TiO}_2)$	00-015-0875
	<i>Pseudorutile</i>	$(\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9)$	00-013-0326
	<i>Calcian</i>	$(\text{Al}_{0.648}\text{Ca}_{0.367}\text{Fe}_{0.065}\text{Mg}_{0.318}\text{Na}_{0.571}\text{O}_6\text{Si}_{1.982})$	01-075-9340
	<i>Magnesioferrit</i>	$\text{Fe}_2\text{MgO}_4$	01-075- 3711
3.05 : 1	<i>Hematite</i>	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	
	<i>Pseudorutile</i>	$\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$	00-041-1777
	<i>titanium oksida</i>	$\text{Ti}_9\text{O}_{17}$	00-018-1405
3.05 : 1.4	<i>Magnesium Titanium Oxide</i>	$\text{MgTiO}_3$	01-075-3959
	<i>titanium oksida</i>	$\gamma \text{TiO}_2$	00-053-0619
	<i>Titanium oksida</i>	$\text{Ti}_3\text{O}_5$	
	<i>Magnetite</i>	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	

Fokusan penelitian ini adalah perubahan fasa *pseudorutile*, yang merupakan salah satu penyusun besi titanium oksida. Pada komposisi pasir besi : grafit sebesar 3.05 : 0.6 telah teridentifikasi fasa  $\text{TiO}_2$  dan fasa  $\text{Fe}_{0.1482}\text{Ti}_{0.82}\text{O}_2$ . Pada komposisi 3.05 : 1 telah teridentifikasi fasa  $\text{Ti}_9\text{O}_{17}$ . Sedangkan, pada komposisi 3.05 : 1.4 telah teridentifikasi fasa  $\text{MgTiO}_3$ ,  $\gamma \text{TiO}_2$ ,  $\text{Ti}_3\text{O}_5$ . Fasa- fasa ini menjelaskan bahwa telah terjadi reaksi reduksi dari *pseudorutile* namun belum berjalan sempurna.





*Pseudorutile* direduksi dengan cara mengubah terlebih dahulu ke fasa *pseudobrookite* ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) dan rutil ( $\text{TiO}_2$ ) pada temperatur tinggi. Produk perubahan dari *pseudorutile* inilah yang akan mengalami reaksi reduksi dengan reduktor gas CO. Bentuk besi oksida pada *pseudobrookite* ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) tereduksi menjadi *ilmenite* ( $\text{FeO}\cdot\text{TiO}_2$ ) yang kemudian menjadi logam Fe dan harapannya ikatan kristal  $\text{TiO}_2$  lepas pada butir logam Fe sebagai *slag* sesuai dengan reaksi 2.3 – 2.5. Penambahan grafit diharapkan mampu mempercepat reaksi reduksi serta membantu pembentukan logam Fe.

Pada setiap pola hasil XRD, belum terbentuk puncak Fe dan masih terdapat besi oksida berupa *magnetite* dan *hematite* sehingga membuktikan proses reduksi pada *microwave batch furnace* telah terjadi namun belum maksimal. Belum maksimalnya gasifikasi karbon di dalam *microwave* sehingga kebutuhan karbon untuk mengubah *pseudorutile* menjadi Fe tidak tercukupi.

Berdasarkan Gambar 2.16, pada reaksi *boudard* tentang reaksi gasifikasi karbon menjelaskan bahwa temperatur pembentukan CO pada temperatur 200 °C untuk sistem *microwave*. Temperatur ini lebih rendah 400 °C daripada pemanasan konvensional. Jumlah CO yang terbentuk meningkat seiring dengan kenaikan temperatur. Kenaikan temperatur dipengaruhi oleh jumlah grafit sebagai reduktor dan sumber panas. Selain itu, dipengaruhi oleh jumlah oksigen di dalam *microwave batch furnace*.

Hingga saat ini belum ada penelitian tentang reaksi *boudard* yang menggunakan *microwave* sehingga untuk reaksi reduksi besi oksida mengikuti reaksi pemanasan

---



konvensional. Untuk mencapai reduksi *pseudorutile* dan hematite menjadi logam Fe dibutuhkan temperatur minimal 600 °C dan jumlah CO minimal sebesar 60 %.

Pengurangan komposisi grafit sebanyak 40 % akan menyebabkan pembentukan gas reduktor CO yang berkurang sehingga kebutuhan reduktor untuk reaksi kurang dan akhirnya fasa *pseudorutile* tidak mengalami perubahan yang signifikan untuk proses pemisahan titanium pada layer besi. Pada komposisi 3.05 : 0.6 , *pseudorutile* yang seharusnya bertransformasi menjadi *hematite* dan TiO<sub>2</sub> tidak mengalami perubahan signifikan, yaitu hanya bertransformasi menjadi Fe<sub>x</sub>Ti<sub>1-x</sub>O<sub>2</sub> dan sedikit TiO<sub>2</sub> yang terbentuk. Fasa Fe<sub>x</sub>Ti<sub>1-x</sub>O<sub>2</sub> merupakan hasil dari Fe yang masih berpresipitasi terhadap TiO<sub>2</sub> (anatase) dengan kelarutan Fe sebesar 9.8 %, yang terjadi akibat *treatment* pada temperatur 500 °C (Tsodikov, 1995). Pada saat pengukuran temperatur pada material didapatkan temperatur sebesar 538.6 °C. Temperatur yang tidak mencukupi kebutuhan reaksi inilah yang menyebabkan tidak optimalnya reduksi pada senyawa *pseudorutile* dan *hematite*.

Pada komposisi pasir besi : grafit sebesar 3.05:1, *pseudorutile* tidak mengalami transformasi , namun hanya berkurangnya intensitas fasa *pseudorutile* jika dibandingkan dengan komposisi 3.05:0.6. Reduksi ini menghasilkan oksida titanium yang mengalami reduksi berupa Ti<sub>9</sub>O<sub>17</sub>. Fasa ini merupakan fasa yang memiliki dimensi rantai TiO<sub>2</sub> oktahedral pada setiap lapisan dan ada pelepasan atom oksigen guna menjaga kesetimbangan pada saat reduksi. Pembentukan senyawa ini menunjukkan bahwa telah terbentuk TiO<sub>2</sub> pada komposisi ini, namun TiO<sub>2</sub> kembali bereaksi dengan grafit

---



yang belum mengalami gasifikasi. Sedangkan, perubahan fasa besi titanium oksida hanya berubah secara pengurangan intensitas. Reaksi pembentukan seperti berikut:



Pada saat pengukuran temperatur didapatkan temperatur bagian atas sampel sekitar 678°C. Kebutuhan temperatur ini masih belum mencukupi dan kemungkinan pembentukan gas CO pada temperatur ini terjadi secara delokalised atau belum merata. Adanya reaksi reduksi pada TiO<sub>2</sub> menunjukkan bahwa grafit pada temperatur ini belum sepenuhnya diubah menjadi reduktor CO.

Penambahan komposisi grafit berlebih sebanyak 40 % menyebabkan terbentuknya gas reduktor CO berlebih sehingga kebutuhan reduktor CO berlebih. Pada komposisi ini telah terbentuk sebagian TiO<sub>2</sub>, dan Ti<sub>3</sub>O<sub>5</sub>. Adanya fasa *magnetite* juga membuktikan bahwa reaksi reduksi dari hematite telah berjalan. Logam Fe pada bagian dasar krusibel terbentuk diakibatkan temperatur dan reduktor telah mencukupi kebutuhan reduksi dari hematite menjadi Fe. Karbon berlebih ini akhirnya bereaksi kembali dengan TiO<sub>2</sub> yang telah terpisah dari layer besi *pseudorutile* sehingga membentuk Ti<sub>3</sub>O<sub>5</sub> seperti reaksi 4.2. Reaksi balik ini terjadi pada saat temperatur minimum ± 781 °C



Pada saat pengukuran temperatur pada sampel bagian bawah krusibel didapatkan temperatur sebesar 924.6 °C . Temperatur yang mencukupi kebutuhan reaksi pada diagram boudard untuk pembentukan logam Fe dan reaksi gasifikasi karbon. Dengan kadar CO minimal 70 % dapat membentuk logam Fe di bagian bawah krusibel. .namun temperatur ini

---





hanya terjadi pada bagian tertentu belum merata di semua bagian krusibel sehingga didapatkan hasil pasir besi masih dalam bentuk oksida pada bagian lainnya.

Pada komposisi 3.05:1.4 terbentuk  $MgTiO_2$  sedangkan pada komposisi 3.05 : 0.6 terbentuk magnesio ferrit ( $Fe_2MgO_4$ ). Selama proses reduksi *titanomagnetite*, reduksi magnesium terjadi lebih dahulu dan meningkat pada konsentrasi *titanomagnetite* akibat reduksi langsung  $Fe^{2+}$ . Rendahnya aktivitas termodinamika dari  $Fe^{2+}$ , membuat reduksi semakin lebih sulit. Hal ini menyebabkan konsentrasi magnesium menjadi begitu tinggi, dan aktivitas besi menjadi rendah sehingga reduksi  $Fe^{2+}$  menjadi besi metalik hampir berhenti. Selain itu, mangan dan aluminium oksida memiliki efek yang sama pada kinetika reduksi magnesium oksida. Magnesium oksida memiliki efek yang signifikan pada kinetika reduksi karena magnesium oksida akan membentuk larutan padat yang lebih stabil dengan mengikat titanium dan besi oksida daripada impuritis yang lainnya.

Secara umum, penambahan reduktor dengan jumlah sesuai variabel penelitian ini ternyata belum mampu mereduksi semua senyawa *titanohematite* ( $Fe_{2-y}Ti_yO_3$ ) menjadi semua menjadi Fe dan  $TiO_2$  meskipun puncak  $TiO_2$  mengalami peningkatan dan puncak besi titanium oksida mengalami penurunan. Hal ini dikarenakan proses reduksi masih belum terjadi secara sempurna karena kurangnya waktu radiasi gelombang mikro dan banyaknya pengotor sehingga menghalangi kontak antara gas CO dengan sampel pasir besi. Selain itu, kebutuhan CO belum tercukupi dan energi yang dipancarkan oleh antenna helix diserap oleh pengotor. Energi gelombang mikro yang dipancarkan oleh magnetron ternyata

---





belum mampu memberikan atau membangkitkan atom-atom mineral sehingga bergerak secara polarisasi *interface* dan mengeluarkan panas dari dalam. Reaksi gasifikasi karbon yang melibatkan proses pembakaran grafit menjadi reduktor CO ini belum terbentuk secara sempurna pada microwave, karena tidak adanya penambahan udara bebas yang mengandung O<sub>2</sub> sehingga kebutuhan O<sub>2</sub> untuk reaksi tidak terpenuhi.

#### **4.2.3.3 Analisa Pengaruh Komposisi Grafit terhadap Komposisi Hasil Reduksi**

Grafit berperan sebagai reduktor dan sumber panas pada proses reduksi di dalam microwave karena grafit merupakan absorber gelombang mikro. Dalam penelitian ini bertujuan untuk mencari komposisi grafit yang optimal dengan cara penambahan dan pengurangan berat grafit sebanyak 40 % dari perhitungan secara teoritis (lampiran 3). Variasi komposisi grafit ini akan mempengaruhi peningkatan kadar Ti dan Fe pada hasil reduksi. Hasil pengujian XRF untuk mengetahui kandungan unsur-unsur hasil reduksi pasir besi dapat dilihat pada Tabel 4.9



**Tabel 4. 9** Komposisi pasir besi hasil reduksi

Element	Perbandingan Pasir Besi : Grafit		
	3.05 : 0.6	3.05 : 1	3.05 : 1.4
Al	3.3 ± 1.2	4 ± 1	11.6 ± 1.7
Si	1.6 ± 0.1	1 ± 0.04	11 ± 1
P	0.2 ± 0.0097	0.37 ± 0.02	0.32 ± 0.03
Ca	3.12 ± 0.07	0.99 ± 0.007	7.65 ± 1
Ti	2.34 ± 0.06	4.6 ± 0.04	4.35 ± 0.098
V	0.32 ± 0.004	0.66 ± 0.01	0.52 ± 0.03
Cr	0.1 ± 0.006	0.13 ± 0.01	0.15 ± 0.01
Mn	0.66 ± 0.008	0.38 ± 0.6	0.38 ± 0.05
Fe	86.68 ± 1.22	87.1 ± 1.27	62.20 ± 3.91
Ni	0.12 ± 0.009	0.27 ± 0.03	0.21 0.03

Pada tabel diatas, terlihat peningkatan kadar Fe yang awalnya 85.4 % menjadi 86.68 % dengan penambahan 19.66 gram grafit , 87.1 % dengan penambahan 32.76 gram grafit, dan mengalami penurunan menjadi 62.20 % dengan penambahan 45.87 gram grafit. Seharusnya seiring dengan penambahan grafit, kadar Fe semakin meningkat karena proses reduksi semakin berlangsung dan terjadi perubahan dalam struktur kristal besi oksida.

Penurunan kadar Fe ini dikarenakan pasir besi bereaksi dengan krusibel yang terbuat dari HCr 18 dengan komposisi dasar berbahan  $Al_2O_3$  dan  $SiO_2$  (lampiran 1). Hal ini diperkuat dengan peningkatan kadar Al yang awalnya 3 % dan Si yang awalnya 2.5 %. Penambahan Al dan Si ini diduga berasal krusibel. *Crucible* alumina akan bereaksi dengan senyawa FeO yang sudah terbentuk dan menyebabkan erosi. Hal ini mengindikasikan bahwa tekanan parsial oksigen pada



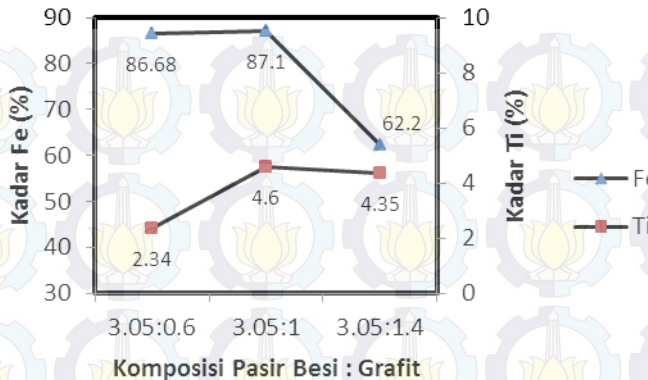
## Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

---

saat itu terlalu tinggi sehingga mencapai syarat kesetimbangan besi oksida.

Kenaikan kadar Fe meningkat seiring dengan penambahan jumlah reduktor. Jika ditinjau dari kadar Fe dan Ti pada hasil XRF maka komposisi pasir besi : grafit sebesar 3.05 : 1 merupakan yang paling optimal, namun hasil XRD menunjukkan belum adanya reaksi reduksi. Kadar Fe dan Ti yang tinggi ini dalam bentuk senyawa besi oksida. Sedangkan jika ditinjau dari banyaknya fasa titanium dioksida yang terbentuk maka komposisi 3.05 : 1.4 merupakan komposisi terbaik. Hal ini juga didukung oleh terjadinya metalisasi pada komposisi ini dan pada pengujian VNA didapatkan koefisien refleksi, koefisien transmisi, koefisien absorber yang paling optimum pada komposisi ini.

Berdasarkan Gambar 4.8 terlihat hubungan prosentase kadar Ti dan Fe yang sebanding. Ketika kadar Fe mengalami peningkatan, maka kadar Ti juga ikut meningkat. Ketika kadar Fe mengalami penurunan, maka kadar Ti juga menurun. Hal ini dikarenakan unsur Fe dan Ti ini bergabung menjadi larutan padat karena Ti berikatan dengan Fe secara struktur kristal. Hal ini sama dengan penelitian Sitorus (2005) yang menyatakan bahwa proses pemisahan senyawa *titanomagnetite* dengan cara menaikkan unsur Fe maka secara alami unsur Ti juga ikut meningkat. Setiap kenaikan Fe akan diikuti oleh kenaikan Ti dalam kandungan Fe tertentu (Ti yang terlarut dalam fasa *hematite* dan *magnetite*).



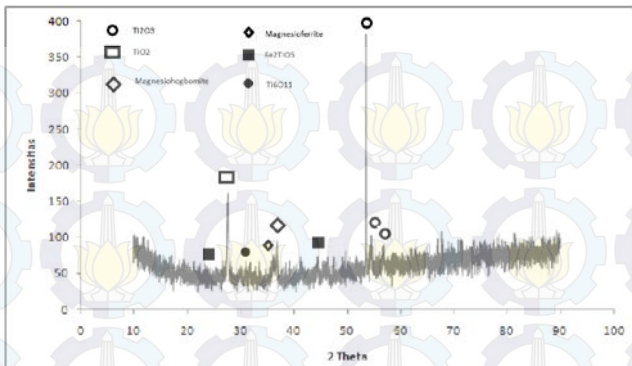
**Gambar 4. 8** Pengaruh komposisi bahan baku terhadap kadar Fe dan Ti

#### 4.2.4 Analisa Pengaruh Proses *Leaching* Pada Pasir Besi

Hasil reduksi dengan kadar Ti paling tinggi yaitu pada komposisi 3.05:1 sehingga pasir besi inilah yang kemudian mengalami proses *leaching* asam klorida. Pasir besi sebanyak 20 gram yang kaya akan fasa hematite dan *pseudorutile* dilarutkan dalam asam klorida 20 %. Penambahan HCl diharapkan ion Fe diikat oleh Cl yang akan membentuk  $\text{FeCl}_3$ . Hasil proses *leaching* ditunjukkan pada gambar 4.9

Pada Gambar 4.9, Hasil *leaching* didominasi oleh fasa titanium dioksida ( $\text{Ti}_2\text{O}_3$ ,  $\alpha$   $\text{Ti}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  rutile,  $\text{T}_6\text{O}_{11}$ ), selain itu terdapat peak berupa *pseudobrookite* ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) dan pengotor *magnesioferrit* ( $\text{Fe}_2\text{MgO}_4$ ) dan *magnesiohogbomite*. Terdapatnya peak pengotor yang lain menandakan proses *leaching* tidak berjalan sempurna. Hal ini disebabkan unsur pengotor pada pasir besi hasil reduksi jumlahnya sangat signifikan.





Gambar 4. 9 Pola XRD hasil leaching asam klorida

Reaksi yang terjadi selama proses *leaching* yaitu berupa pelindihan fasa *hematite*(reaksi 2.5) dan *pseudorutile* (reaksi 2.8 dan 2.6).

Pelarutan  $Fe^{3+}$  dari *pseudorutile* dan *hematite* ke dalam HCl membentuk  $FeCl_3$ . Warna larutan menjadi kuning kecoklatan menandakan larutnya  $FeCl_3$ , sedangkan warna dari  $TiOCl_2$  tidak dapat terlihat saat *leaching*. Ion  $TiO^{2+}$  berwarna putih akan larut bersama  $FeCl_3$  yang selanjutnya dibuang menjadi residu 1(lampiran 7).

$Fe^{3+}$  lebih sulit terlarut dalam HCl maka dibutuhkan proses reduksi untuk mengubah  $Fe^{3+}$  dari  $Fe_2O_3$  dan  $Fe_2Ti_3O_9$  menjadi  $Fe^{2+}$  yang lebih mudah larut. Penambahan serbuk besi reduktor agar bereaksi dengan asam klorida membentuk besi (II) klorida dan gas hidrogen. Hal ini ditandai dengan adanya gelembung gelembung gas pada larutan. Peristiwa berubahnya ion  $Fe^{3+}$  menjadi ion  $Fe^{2+}$  ditandai dengan berubahnya warna larutan menjadi kuning kejinggaan.

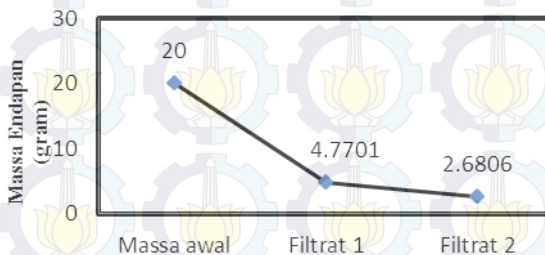




Reaksi reduksi yang sama terjadi pada ion Ti, ion  $\text{Ti}^{4+}$  *pseudorutile* akan tereduksi menjadi ion  $\text{Ti}^{3+}$  membentuk senyawa titanium dioksida dengan bilangan oksidasi  $\text{Ti}^{3+}$ . Senyawa yang paling memungkinkan untuk terbentuk pada pelarutan HCl berupa  $\text{Ti}_2\text{O}_3$ . Adanya pengotor berupa Si, Al dan Ca akan menaikkan kelarutan Ti pada HCl sehingga Ti yang larut dalam TiOCl akan semakin banyak dan proses leaching menjadi kurang maksimal dalam pembentukan  $\text{TiO}_2$ . Selain itu, gas  $\text{H}_2$  yang dihasilkan oleh penambahan serbuk besi ternyata dapat mereduksi endapan  $\text{TiO}_2$  yang telah terbentuk sesuai reaksi berikut:



Hasil terakhir dari proses *leaching* berupa filtrat 2 yaitu endapan berwarna putih kecoklatan. Perolehan massa setiap endapan ditunjukkan pada Gambar 4.10 dan kadar filtrat 2 ditunjukkan pada Gambar 4.11



**Gambar 4. 10** Perolehan Massa Endapan Hasil *Leaching*

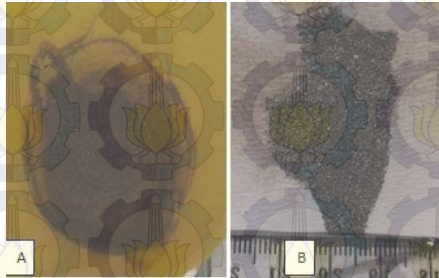


## Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

---

Perolehan endapan filtrat 1 berkurang hingga 80 % dari massa awal. Hal ini sesuai dengan penelitian Mahmoud (2004) tentang efek penambahan agen pereduksi Fe yang dapat meningkatkan pelarutan besi mencapai 90 % sehingga massa endapan berkurang signifikan.

Jumlah akuades yang ditambahkan. Sesuai reaksi 2.8, merupakan faktor penting. Jika  $H_2O$  kurang, maka tidak akan terjadi reaksi pengendapan sehingga tidak akan terbentuk  $TiO_2$ . Jika itu terjadi,  $TiOCl_2$  akan terbuang bersama Fe saat larutan sisa leaching dibuang (Residu 1).  $TiOCl_2$  larut dalam bentuk ion  $TiO^{2+}$  dan  $Cl^-$  (Taufanny, 2008). Kadar air berkurang karena setting temperatur pada saat proses *leaching* asam klorida diatas temperatur didih air.



**Gambar 4. 11** (a) Endapan filtrat 1 (b) Endapan filtrat 2

Banyaknya Fe yang terlarut sangat berpengaruh pada perolehan  $TiO_2$ . Ti oksida  $TiO_2$  akan meningkat seiring berkurangnya Fe selain pada fasa *magnetite* dan *hematite*. Kadar Fe sebesar 57.7 % disebabkan karena kurangnya HCl sebagai pelarut, sehingga HCl bersifat jenuh dan tidak mampu melarutkan kembali. Sedangkan unsur Si akan ikut mengendap karena kelarutan Si dalam HCl memiliki Ksp nya

---



larutan yang besar. Endapan senyawa Si ini ditandai dengan adanya endapan berwarna coklat.

**Tabel 4. 10** Komposisi Filtrat 2

Element	Kadar (%)
Al	$1.6 \pm 0.095$
Si	$3.6 \pm 0.2$
Ti	$32.6 \pm 0.4$
Mn	$0.97 \pm 0.006$
Fe	$57.7 \pm 0.2$

Hasil pengujian XRF pada filtrat 2 ditunjukkan pada tabel 4.10. Unsur Ti sebanyak 32.6 % terkandung dalam fasa  $TiO_2$  dan  $Ti_2O_3$ . Kandungan yang hanya 32.6 % dengan fasa dominasi  $Ti_2O_3$  menunjukkan bahwa proses  $TiO_2$  belum berakhir.

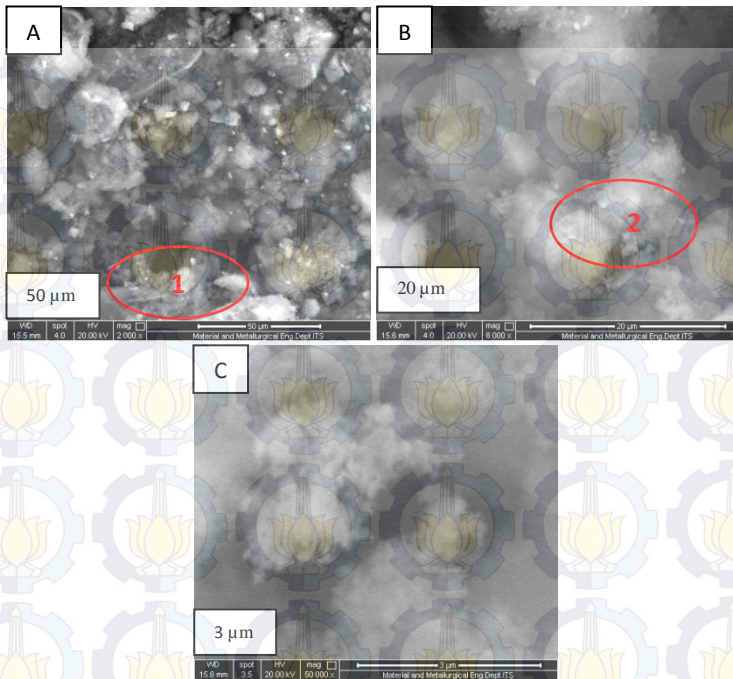
#### 4.2.5 Pengaruh Proses Ekstraksi Terhadap Morfologi

Pengujian SEM berfungsi untuk menganalisa morfologi struktur kristal yang terdapat pada filtrat 2 hasil ekstraksi pengolahan pasir besi *titanomagnetite* menggunakan radiasi gelombang mikro diikuti *leaching* asam klorida. Gambar 4.12 menunjukkan hasil pengujian SEM serbuk  $TiO_2$  dan  $Ti_2O_3$ .





## Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Gambar 4.12 Hasil Pengujian SEM (a) morfologi serbuk Filtrat 2 dengan perbesaran 2000x (b) perbesaran morfologi daerah 1 (c) perbesaran morfologi daerah 2

Gambar 4.12 (a) menunjukkan bahwa morfologi produk *leaching* berupa butiran - butiran halus yang berbentuk aglomerasi *irregular* dengan ukuran yang tidak seragam. Gambar 4.12 (b) menunjukkan bahwa morfologi dari perbesaran daerah 1. Pada gambar ini terlihat bahwa morfologi serbuk filtrat 2 masih berbentuk butiran *irregular* yang terdiri dari kumpulan gumpalan (aglomerasi) serbuk  $\text{TiO}_2$  dengan ukuran yang lebih kecil  $\pm 9 \mu\text{m}$ . Aglomerasi merupakan sifat alami dari  $\text{TiO}_2$ . Aglomerasi yang terjadi



mempunyai ketebalan tipis. Pada gambar 4.12 (c) terlihat semakin jelas bahwa agglomerasi dari  $\text{TiO}_2$  mengandung porositas yang kecil (*microporous*) dan sedikit bahkan pada daerah tertentu tidak terlihat adanya porositas.

Bentuk mirip agglomerasi irregular ini dikarenakan suplai energi dari *microwave furnace* selama proses reduksi terlalu tinggi sehingga menyebabkan mikropartikel  $\text{TiO}_2$  menggumpal. Selain itu, radiasi gelombang mikro disertai proses *leaching* asam klorida menghasilkan distribusi ukuran yang besar (Fidel dan Miguel Galvan, 2013).

Pada pemanasan gelombang mikro, bentuk butiran serbuk terlihat lebih halus, berwarna agak gelap dan mampu menghasilkan ukuran serbuk hingga kurang dari  $3 \mu\text{m}$ . Warna agak gelap mengindikasikan bahwa  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk berupa fasa *rutile*. Sedangkan, pemanasan konvensional akan menghasilkan bentuk *spherical* dengan ukuran  $0.3 - 0.5 \mu\text{m}$  dengan warna putih karena berfasa anatase (Scott dkk, 2013). Pemanasan konvensional ini menggunakan *furnace* dan material awal sudah berbentuk  $\text{TiO}_2$  murni dengan ukuran nano. Sedangkan material awal yang diradiasi gelombang mikro pada penelitian ini berupa pasir besi *titanomagnetite* dengan ukuran 100 mesh ( $149 \mu\text{m}$ ).

Menurut Gribb dan Banfield (1997), stabilitas *rutile* dan anatase bergantung pada ukuran partikel sehingga pada ukuran yang kecil (skala micron) fasa *rutile* lebih stabil. Fasa *rutile* yang terbentuk menunjukkan bahwa pemanasan gelombang mikro lebih membutuhkan waktu (kenaikan temperatur) lebih cepat dari pada pemanasan *furnace*. Kenaikan temperatur pada pemanasan gelombang mikro bersifat non linearitas seiring dengan lamanya waktu dan



didukung oleh pemanasan selektif pada material tertentu sehingga menyebabkan adanya daerah yang menghasilkan panas lebih banyak (bersifat material absorber gelombang mikro) (C. Garcia R dan A.A Minzoni, 1996). Panas berlebih menyebabkan kristal dengan ukuran nano akan mudah bergabung menjadi kluster dikarenakan energi permukaan yang tinggi. Laju pemanasan yang cepat dan pemanasan “hot spot” menyebabkan reaksi pada sistem pemanasan gelombang mikro meningkat, sehingga pertumbuhan butir (nukleasi) akan semakin cepat yang kemudian berkumpul membentuk nanokristalin aggregate irregular (Xuyang wang dkk, 2015).

Pada proses *leaching* asam klorida (*hydrothermal*) terjadi proses rekristalisasi, proses menghilangkan impurities, dan pengurangan ukuran butir. HCl akan bereaksi dengan kristal  $TiO_2$  dalam produk fusi dan menginduksi panas untuk mendorong interaksi dan memulai kristalisasi (Mahdi dkk, 2013). Perilaku kristalisasi dalam sistem asam klorida mungkin berubah dengan properti permukaan hasil reduksi *titanomagnetite*.

#### **4.2.5 Pengaruh Desain Terhadap Distribusi Pancaran Gelombang Mikro dan Hasil Reduksi**

Pada desain *microwave batch furnace*, radiasi gelombang mikro menggunakan daya 4000 watt/magnetron. Magnetron merupakan sumber pembangkit gelombang mikro diletakkan di bagian atas dan bawah sehingga diharapkan pancaran gelombang mikro tepat menuju sampel. Desain ini meliputi pembuatan *waveguide*, antenna helix dan penempatan *crucible*. Desain ini akan mempengaruhi





distribusi gelombang mikro di dalam *microwave batch furnace* (lampiran 1).

Pada gambar 4.13, terlihat bahwa distribusi panas yang tidak merata sehingga terjadi pemusatan penyerapan gelombang mikro. Hal ini terlihat dengan perbedaan warna pada *crucible*. Desain antenna helix, *waveguide*, dan posisi peletakkan *crucible* yang digunakan belum memberikan hasil maksimal untuk dapat mereduksi sampel pasir besi *titanomagnetite*. Terpusatnya gelombang mikro pada bagian bawah krusibel menyebabkan perbedaan hasil reduksi. Dalam hal ini, pada komposisi grafit 3.05 : 1.4 terjadi produk logam besi dengan jumlah sedikit pada krusibel bagian bawah. Pasir Besi yang diradiasi gelombang mikro sebesar 100 gram, namun yang menjadi logam Fe hanya sebesar 15 gram.



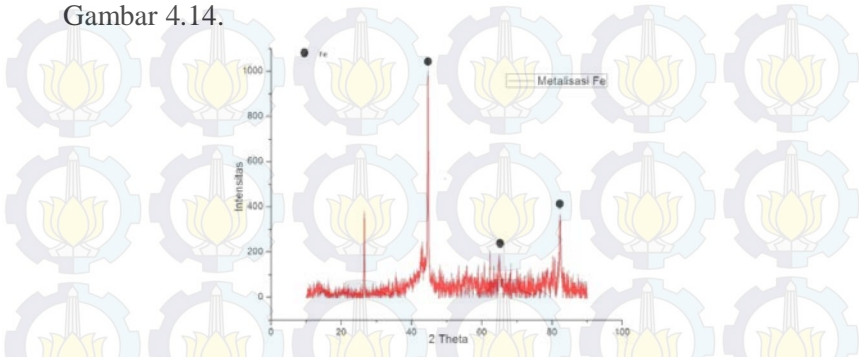
**Gambar 4. 13** Pemusatan penyerapan gelombang mikro di dalam *microwave batch furnace*

Selain itu, kurang meratanya distribusi pancaran gelombang mikro juga disebabkan tidak homogen bahan baku. Hal ini disebabkan perbedaan sifat penyerapan gelombang mikro pada setiap fasa dari pasir besi. Pola XRD



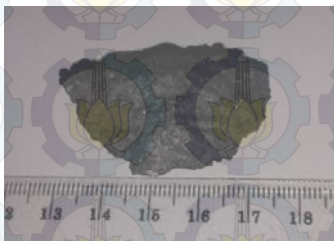


hasil logam Fe pada krusibel bagian bawah ditunjukkan pada Gambar 4.14.



**Gambar 4. 14** Pola XRD pasir besi komposisi 3.05 : 1.4 yang mengalami metalisasi

Pada gambar 4.13, terlihat adanya puncak tertinggi Fe pada pola XRD pasir besi komposisi 3.05:1.4. Puncak Fe pada posisi 2 Theta  $44.65^\circ$  ,  $65.04^\circ$  ,  $82.297^\circ$  sesuai dengan kartu no 00-006-0696. Adanya puncak Fe menunjukkan bahwa telah terjadi reaksi reduksi pada krusibel bagian bawah. Hal ini disebabkan oleh jumlah CO dan temperatur pada daerah ini mencukupi kebutuhan reduksi.



**Gambar 4. 15** Logam Fe yang terbentuk



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian dan analisa data yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Mekanisme proses ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir besi titanomagnetite terdiri dari:
  - a. Proses oksidasi diatas temperatur *curie* akan menghasilkan penurunan kadar Ti hingga 4.26 % dan belum mampu memisahkan  $\text{TiO}_2$  pada pasir besi
  - b. Proses reduksi dengan penambahan grafit akan meningkatkan kadar Fe-Ti dalam pasir besi dan belum mampu memisahkan  $\text{TiO}_2$  pada pasir besi
  - c. Proses *leaching* asam klorida menghasilkan peningkatan kadar Ti sebesar 32.6 % dan terjadi pemisahan  $\text{TiO}_2$  (endapan putih)
2. Pengaruh grafit dalam perolehan  $\text{TiO}_2$  :
  - a. Semakin meningkatnya jumlah grafit, koefisien transmisi pada penyerapan gelombang mikro akan semakin tinggi. Koefisien transmisi terbaik pada frekuensi kerja magnetron
  - b. Semakin meningkatnya jumlah grafit , produksi gas reduktor CO akan semakin banyak dan temperatur semakin tinggi, namun akan terjadi reaksi balik sehingga  $\text{TiO}_2$  akan bereaksi kembali membentuk  $\text{Ti}_3\text{O}_5$ .
  - c. Peningkatan kadar Fe akan meningkatkan kadar Ti pada proses reduksi. Kadar Ti yang paling



tinggi terdapat pada komposisi pasir besi: grafit sebesar 3.05:1 yaitu 4.6 %.

## 5.2 Saran

Untuk penelitian yang akan dilakukan selanjutnya terdapat beberapa saran antara lain:

1. Perlu dilakukan permodelan radiasi gelombang mikro pada *microwave batch furnace* untuk mengetahui distribusi radiasi.
2. Perhitungan untuk energi radiasi gelombang mikro yang diserap oleh material sehingga tepat mengetahui jumlah panas yang dibutuhkan reaksi dan laju pemanasan gelombang mikro.
3. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap parameter proses *leaching* asam klorida untuk mendapatkan hasil endapan titanium dioksida yang optimal.
4. Memperhatikan temperatur *curie* pemanasan pasir besi sehingga peningkatan kadar Ti optimal.
5. Memperhatikan syarat desain reaktor terhadap parameter reaksi *boudard*, yaitu tekanan parsial CO/CO<sub>2</sub>. Atau menambahkan gas CO ke dalam reaktor.
6. Penimbangan massa akhir setiap proses untuk mengetahui efisiensi proses.
7. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang bahan dasar krusibel karena krusibel *base* alumina akan bereaksi dengan pasir besi.
8. Penambahan termokopel pada *microwave batch furnace* untuk mengukur temperatur operasi.





Laporan Tugas Akhir  
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

---

9. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan kemurnian  $\text{TiO}_2$  dan massa endapan yang terbentuk.
10. Perlu dilakukan pengujian karakterisasi SEM untuk mengetahui perbedaan produk antara pemanasan gelombang mikro dengan pemanasan konvensional.





## DAFTAR PUSTAKA

- , 2013. Kajian Supply Demand Mineral. Pusat Data dan Teknologi Informasi Energi dan Sumber Daya Mineral: Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral.
- , 2012. Akselerasi Industrialisasi dalam Rangka Mendukung Percepatan dan Pembangunan Ekonomi. Bahan Direktur Jenderal Mineral dan Batubara dalam Rapat Kerja Tahun 2012 dengan Kementerian Perindustrian. Direktorat Jenderal Mineral dan Batubara Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral.
- Afewu, Kodjo I. 1988. *The Reduction of Chinkombe Ilmenite with Graphite*. Thesys. The University of Zambia, Lusaka
- Angga Aliya. (2011, 25 Januari). India Investasi US\$ 850 Juta Untuk Industri Titanium RI, diakses 17 februari 2015, dari <http://finance.detik.com/read/2011/01/25/150221/1554214/1036/india-investasi-us--850-juta-untuk-industri-titanium-ri>
- Agui,A., dkk. 2001. *Soft X-ray Absorption Spectra of Ilmenite Family*. *Journal of Synchrotron Radiation*. Vol 8. Hal 907 – 909.
- Bont, Robin De. 2012. *TiO<sub>2</sub>, the Technical and the Rational . Tronox Incorporated*.
- Chardrasekaran, sekaran. 2013. *Microwave Heating Characteristics of Graphite Based Powder Mixtures*. *International Comminucations in Heat and Mass Transfer* Vol 48. Halaman 22-27
- Cirpar, cigdem. 2005. *Heat Treatment of Iron Ore Agglomerates by Microwave Energy*. Thesis of Middle East Technical University

Dewan, Mohammad. 2010. *Carbothermal reduction of a primary ilmenite concentrate in different gas atmospheres*. The Mineral, Metals & Material Society and ASM International. University of Wollongong Research Online.

Entegris.2013. *Properties and Characteristic of Graphite*. For the Semiconductor Industri.

Farrel, K.A. 2001. *Synthesis Effects on Grain Size and Phase Content in the Anatase-Rutile TiO<sub>2</sub> System*. MSc Thesis, Worcester Polytechnic,UK.

Fitzgibbon, K. E and Veasey,T.J. 1990. *Thermally Assisted Liberation - a Review*. *Minerals Engineering*, 3. Hal 181-185.

Franke, C. et all. 2007. *Identification of Magnetic Fe-Ti Oxides in Marine Sediments by Electron Backscatter Diffraction in Scanning Electron Microscopy*. *Geophys. J. Int.* 170, Hal 545-555.

Gambagi,J. 2010. *Titanium and Titanium Dioxide, Mineral Commodity Summaries*. US Geological Surv. Hal 176-178

Juliarti, Linda. 2010. *Antena Panel 2.4 GHz dengan Menggunakan Mikrostrip Biquad 4 Larik*. Thesis. Insititut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya

Krasa, David. 2003. *Self-Reserval of Remanent Magnetisation of Basalt – Origin, Mechanism and Consequences*. Jerman

Kenneth R, 1998. *Electromagnetic Wave Propagation*. Diakses 4 maret 2015. <http://micro.magnet.fsu.edu/primer/-java/polarizedlight/emwave/>.

LIU, Chen-hui, dkk. 2013. *Effect of Temperature on Dielectric Property and Microwave Heating Behavior of Low Grade Panzhihua Ilmenite Ore*. *Transcaction of Nonferrous Metal Society of China* 23. Hal 3462-3469. Elsevier. Science Press



- Mahmoud, A.A.I. Afifi dkk, 2004. *Reductive leaching of ilmenite ore in hydrochloric acid for preparation of synthetic rutile*. *Hydrometallurgy* Vol 73, Hal 99–109.
- Manoj Gupta and Wong Wai Leong. 2007. *Microwave and Metal*. Materials Group Department of Mechanical Engineering National University of Singapore. John Wiley & Sons (Asia) Pte Ltd, 2: Singapore
- Mashuri. N, Masruroh. A, Malik. E, Yahya. Triwikantoro. dan Darminto. 2007. *Transformasi fasa pada nanokomposit  $Fe_3O_4-Fe_2O_3$* . *Jurnal Sains Material Indonesia Edisi Khusus Desember 2009*. Vol 9. Hal 135-140.
- Meinhold, G., 2010. *Rutile and its Applications in Earth Science*. *Earth-Science Reviews*, 102 :128.
- Mehdilo, A., and Irannajad, M., 2011, *Iron Removing from Titanium Slag for Synthetic Rutile, Physicochemical Problems of Mineral Processing*, vol. 48, no. 2, pp. 441 – 455.
- Metaxas, A. C. 1991. *Industrial Microwave Heating. The Institution of Electrical Engineers, London*
- Murphy, P dan Frick L. 2006. *Titanium. In : Industrial Mineral and Rocks – Commodities, Market and Uses*. 7<sup>th</sup> edition, Society for Mining Metallurgy, and Exploration, Inc, Colorado – USA, pp 987-1003
- N.A El-Hussiny, dkk. 2008. *Kinetic Reduction Of Rosetta Ilmenite With Coke Breeze And Beneficiation Of The Product*. *The Journal Of Ore Dressing*.
- Nagata, K. dan Sato, M. 2010. *Microwave Iron-Making Furnace*. United States Patent No US 7,744,810 B2.
- Nagata, K dan Hara, Kyosuke. 2011. *Continuous Pig Iron Making by Microwave Heating with 12.5 kW at 2.45 GHz*. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 45(3), pp. 137 – 147.
- Ondrejka, Martin. 2014. *The late magmatic to subsolidus T fO2 evolution of the Lower Triassic A type rhyolites*

(*Silicic Superunit, Western Carpathians, Slovakia*):  
*Fe-Ti oxythermometry and petrological implications.*  
Acta Geologica Slovaca ISSN 1338-0044

Pickles, C.A. 2009. *Microwaves in Extractive Metallurgy: Part 1 – Review of Fundamentals.* Minerals Engineering vol 2. Hal 1102–1111

Putnis, A. (1992). *An introduction to mineral sciences.* Cambridge University Press.

Rosenblum, Sam. 1999. *Magnetic Susceptibilities of Mineral.* Open File Report 99-529. U.S Geological Survey. U.S Department of the Interior

Shannon. 2007. *Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) Photocatalysis in Concrete.* Pavemaintenance.wikispaces.com. diakses tanggal 1 Maret 2015.

Sitorus, Goklas. 2005. *Pemisahan Kandungan Senyawa Titanium dari Pasir Besi Gorontalo.* Tugas Akhir Department Teknik Fisika ITB. Bandung

Smith, E.K. 1995. *Propagation at Microwave Frequencies.* *Handbook of Microwave Technology.* San Diego, Academic Press.

Stuerga, D. and Gaillard, P. 1996. *Microwave Heating as a New Way to Induce Localized Enhancements of Reaction Rate. Non-isothermal and heterogeneous kinetics.* *Tetrahedron*, 52, 5505-5510.

Sumnu, G., Sahin, S and Da-wen, S. 2005. *Recent Developments in Microwave Heating. Emerging Technologies for Food Processing.* London, Academic Press.

T, Smith, dkk. *The Dielectric Constant of Mineral Powder.* *Journal Mineralogical Society of America.* Halaman 115-120

Tampubolon, Armin. 2013. *The Indonesian Titanium Deposit Types and Their Resources : The Aspect for Titanium Commodity Development.* Buletin Sumber Daya

Geologi Volume 8 Nomor 3. Pusat Sumber Daya Geologi, Bandung

Tsodikov.M.V dkk. 1995. *Low Temperature formation mechanism on double oxide  $Fe_xTi_{1-0.75x}O_2$  prepared from alkoxides and acetylacetonates*. Journal of Materials Science 30, 1087-1094.

Vasquez, R dan Molina, A. 2008. *Leaching of Ilmenite and Pre-Oxidized Ilmenite in Hydrochloric Acid to Obtain High Grade Titanium Dioxide*. Halaman 13-15

Vorster, werner. 2001. *The Effect of Microwave Radiation on Mineral Processing*. Thesis. School of Chemical Engineering The University of Birmingham.

W.A.P.J. Premaratne dan N.A. Rowson. 2003. *The Processing Of Beach Sand From Sri Lanka For The Recovery Of Titanium Using Magnetic Separation*. *Physical Separation In Science And Engineering*, Vol. 12, No. 1, Pp. 13–22. Taylor & Francis Ltd

Wensheng Zhang, Dkk . 2011. *A Literature Review of Titanium Metallurgical Processes*. *Hydrometallurgy* 108. Hal 177-188 : Elsevier. Science Press

Yixin, Hua dan Chunpeng, LIU. 1996. *Microwave-Assisted Carbothermic Reduction of Ilmenite*. ACTA METALLURGICA SINICA (English Letter) Vol 9 No. 3 Halaman 164 - 170

Yulianto, A., (2006). “Kajian Sifat Magnetik Pasir Besi dan Optimalisasi Pengolahan Menjadi Magnet Ferit”, Thesis. Disertasi Program Doktor Institut Teknologi Bandung

Zhang, G., and 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.

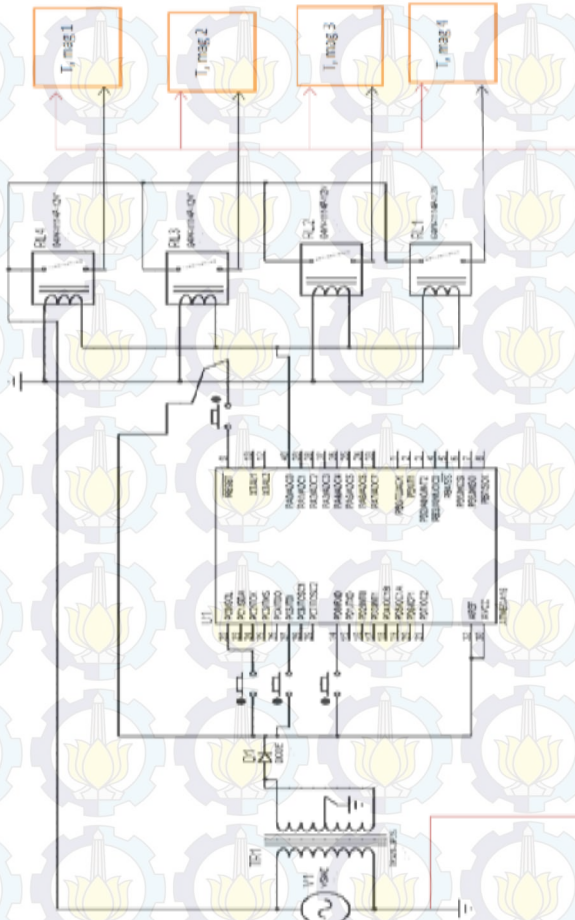




# LAMPIRAN 1

## MICROWAVE BATCH FURNACE

### Rangkaian Elektronika *Microwave Batch Furnace*



**Gambar 1** Rangkaian Elektronika *Microwave Batch Furnace*

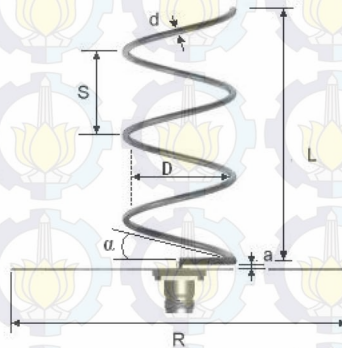
## Karakterisasi Perangkat *Microwave Batch Furnace*

Tabel 1. Properties *Microwave Batch Furnace*

Jenis Perangkat	Karakteristik
Magnetron	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 2 buah magnetron Tipe Samsung OM75P (31)</li> <li>Daya input 1235 watt/magnetron</li> <li>Daya output 715 watt/magnetron</li> <li>- 2 buah magnetron tipe Samsung OM75 S(31)</li> <li>Daya Input : 1540 watt / magnetron</li> <li>Daya Output : 640 watt/magnetron</li> </ul>
Antena	<p>Antena Helix Mode Aksial, dengan dimensi :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Spasi antarlilitan (S) = 3.061 cm</li> <li>- Diameter lilitan (D) = 4.77 cm</li> <li>- Jumlah lilitan (N) = 5</li> <li>- Total panjang antenna = 15.305 cm</li> <li>- Pitch Angle (11.54 °)</li> </ul>
Trafo	<p>Tipe : Samsung SHV-EPT08A</p> <p>Class 250</p> <p>220 V – 50 Hz</p>
Waveguide	<p>Waveguide dengan bentuk silinder</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Diameter 12.5</li> <li>- Panjang 27 cm untuk magnetron sebelah atas, dan</li> <li>- Panjangn 15 cm untuk magnetron sebelah bawah</li> </ul>
Dioda	MD-32H1.5
Kapasitor	HCH-21.14 A



**Gambar 2.** Microwave Batch Furnace Tampak Bagian Dalam



**Gambar 3.** Visualisasi Antena Helix

## Perhitungan Dimensi Antena Helix

1. Perhitungan panjang gelombang yang digunakan

$$\lambda_c = \frac{C}{fc}$$

Dimana :

$\lambda_c$  = panjang gelombang

C= kecepatan cahaya =  $3 \times 10^8$

fc = frekuensi

$$\lambda_c = \frac{C}{fc} = \frac{3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,45 \times 10^9 \text{ Hz}} = 0,1224 \text{ m} = 12,24 \text{ cm}$$

Syarat antena helix mode axial adalah :

$$\frac{3}{4} \lambda \leq c \leq \frac{4}{3} \lambda$$

Pitch angle :  $11^\circ \leq \alpha \leq 14^\circ$

Jumlah lilitan =  $N \geq 3$

2. Menghitung Spasi antar lilitan (S)

Syarat Antena Helix mode axial adalah :

$$S = \frac{\lambda}{4} = \frac{12,24}{4} = 3,061 \text{ cm}$$

3. Menghitung

$$D_\lambda = \frac{\sqrt{2 S_\lambda + 1}}{\pi} = \frac{\sqrt{2 \left(\frac{3,061}{12,24}\right) + 1}}{\pi}$$

$$D_\lambda = \frac{1,224}{\pi} = 0,3898 \text{ cm}$$

4. Menghitung Keliling dari Antena Helix

$$C_\lambda = \sqrt{2 S_\lambda + 1} = \sqrt{2 \left(\frac{3,061}{12,24}\right) + 1}$$

$$C_\lambda = 1,224 \text{ cm}$$



Maka  $C = 1.224 \text{ cm} \times 12.24 \text{ cm} = 14.988 \text{ cm}$

5. Menghitung Diameter Antena Helix

$$C = \pi \cdot D$$

$$14.988 = \pi D$$

$$\text{Maka } D = 4.77$$

6. Menghitung sudut dari antena helix

$$\tan \alpha = \frac{S}{C}$$

$$\alpha = \tan^{-1} \frac{S}{C}$$

$$\alpha = \tan^{-1} \frac{3.061}{14.988} = 11.54^\circ$$

7. Menghitung panjang kawat suatu lilitan

$$L = \sqrt{\pi^2 D^2 + S^2}$$

$$L = \sqrt{\pi^2 (4.77)^2 + (3.061)^2}$$

$$L = 15.29 \text{ cm}$$

$$\text{Maka } L_\lambda = 1.248 \text{ cm}$$

8. Menghitung Total panjang dari antena helix

$$A = N \cdot S$$

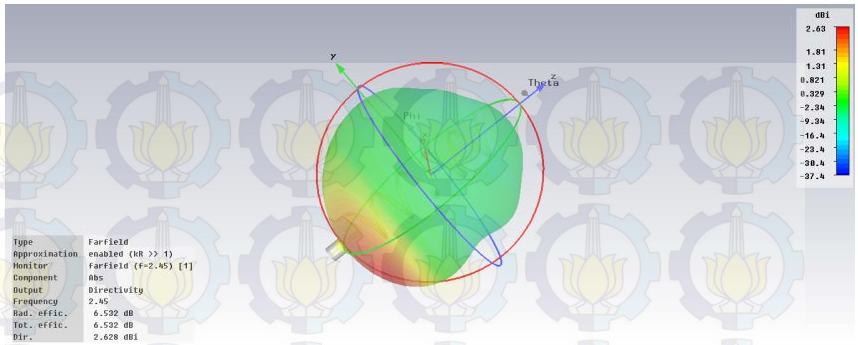
$$A = 5 (3.061)$$

$$A = 15.305$$

9. Menghitung panjang total kawat yang diperlukan

$$\text{Total} = N \cdot L$$

$$\text{Total} = 5 \cdot 15.29 \text{ cm} = 76.5 \text{ cm}$$

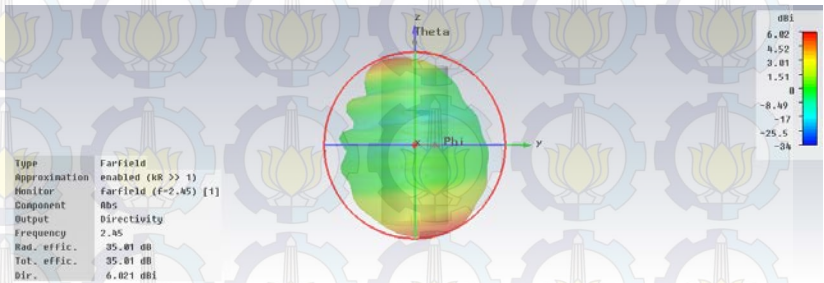


**Gambar 4. Simulasi Hasil Radiasi Antenna Helix**

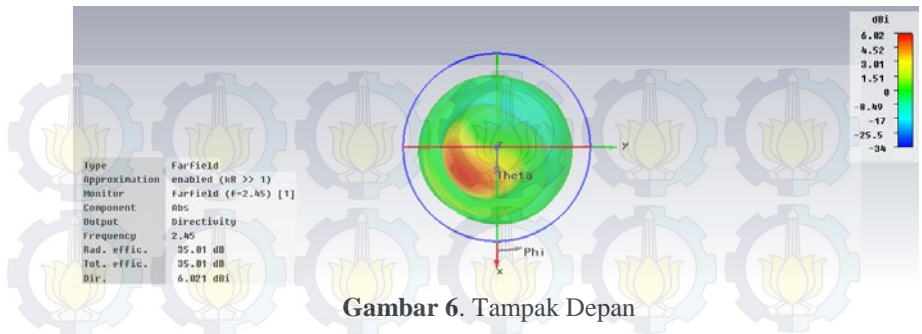
- **Simulasi Gelombang dengan menggunakan Wave Guide**

Waveguide berfungsi untuk menyearahkan gelombang mikro yang dihasilkan oleh magnetron dan diteruskan oleh antenna helix. Material wave guide yaitu aluminium dengan dimensi panjang 27 cm (untuk magnetron sebelah atas), dan 15 cm (untuk magnetron sebelah bawah) seperti pada gambar 3 lampiran 1. Simulasi ini pada rentang frekuensi 2450 – 2500 MHz sesuai frekuensi kerja magnetron. Simulasi permodelan ini menggunakan software Ansys

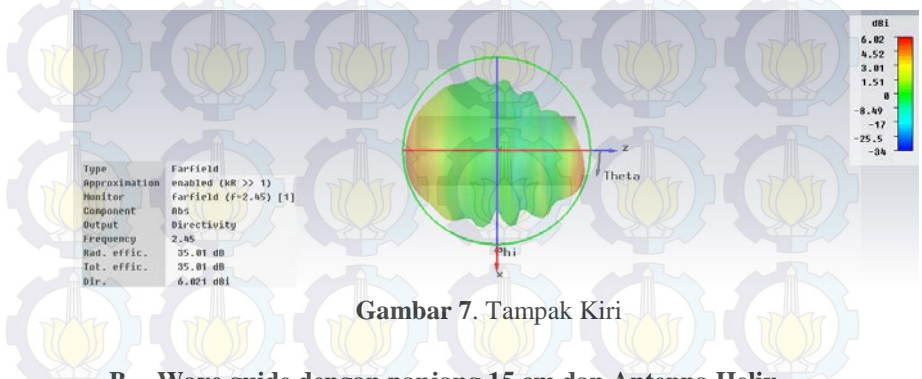
**A. Wave guide dengan panjang 27 cm dan Antenna Helix**



**Gambar 5. Tampak Bawah**

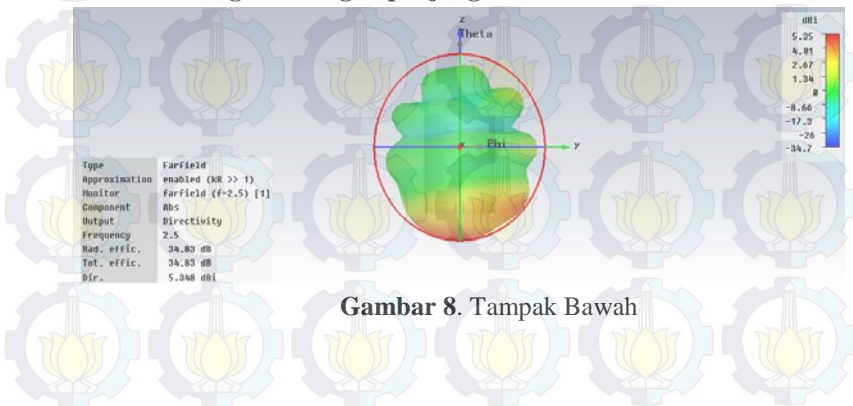


Gambar 6. Tampak Depan

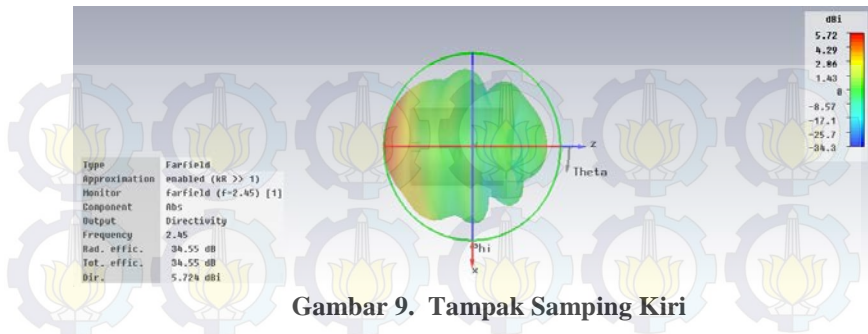


Gambar 7. Tampak Kiri

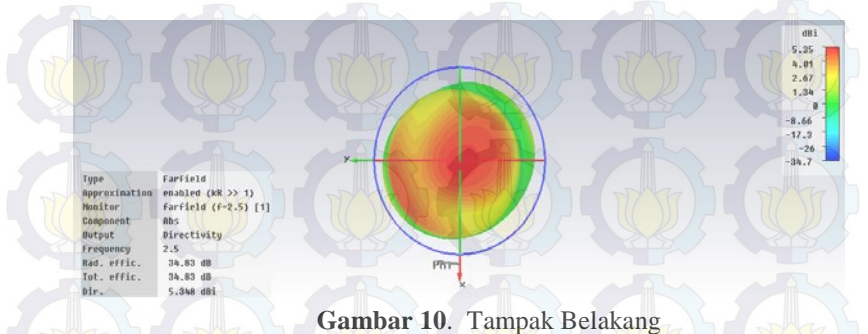
**B. Wave guide dengan panjang 15 cm dan Antena Helix**



Gambar 8. Tampak Bawah



Gambar 9. Tampak Samping Kiri



Gambar 10. Tampak Belakang

### Komposisi Semen Tahan Api HCR 18

Tabel 2. Castable Refractories HCR 18 Properties

Properties Item	HCR 18
Max. Limited Temp C	1800
Material Required for Estimating (Kg/m <sup>3</sup> )	2850
Chemical Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80
Analysis SiO <sub>2</sub>	-



Permanent 110 Cx 24 hrs	-0,03
Cold Crushing Strength (Kg/m <sup>3</sup> ) 110 C x 24 hrs 1000 C x 3 hrs 1350 C x 3 hrs	350-400 300-400] 350-400
Thermal Condustivity (Kcal/m,h,C) 260 C 540 C 800 C	0,93 0,99 1,04
Water required for casting (%)	8,0

## LAMPIRAN 2

### SPESIFIKASI MAGNET

#### (Spesifikasi Magnet Neodymium N35)

Physical Properties	
Density	7.50 – 7.80 g/cc
Mechanical Properties	
Hardness, Vickers	570 – 580
Tensile Strength, Ultimate	80.0 MPa
Modulus of Elasticity	150 – 160 GPa
Flexural Strength	180 – 270 MPa
Compressive Strength	850 – 1050 MPa
Electrical Properties	
Electrical Resistivity	0.000120 – 0.000160 ohm-cm
Magnetic Coercive Force, Hc	10900 Oe
	12000 Oe
Magnetic Remanence , Br	11900 Gauss
Curie Temperature	310 oC
Thermal Properties	
CTE, linear	5.00 $\mu\text{m/m}\cdot\text{oC}$ (@ temperatur 20 oC)
CTE, linear, Transverse to Flow	1.00 $\mu\text{m/m}\cdot\text{oC}$ (@ temperatur 23 oC)
Spesific Heat Capacity	- 0.440 J/g- oC
Thermal Conductivity	9.00 W/m-K
Maximum Service Temperature Air	80.0 oC
Descriptive Properties	
Reversible Temp Coef., Bd	-0.12 % / oC
Reversible Temp Coef ., Hd	-0.60 % / oC
Temperature Coefficient, Br	-0.11 % / oC
Temperature Coefficient, Hcl	-0.72 % / oC

# Spesifikasi Magnet Lemah

**Ferrite 1, Sintered Iron-Barium Oxide Hard Magnetic Material**

**Categories:** [Ceramic; Oxide](#)

**Material Notes:** BaO·δFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**Key Words:** BaO·δFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**Vendors:** No vendors are listed for this material. Please [click here](#) if you are a supplier and would like information on how to add your listing to this material page.

[Download as PDF](#) [Download to Excel/Requires Excel and Windows](#)

[Print this data sheet](#) [Export data to your CAD/FEA program](#)

Physical Properties	Metric	English
Density	4.80 g/cc	0.173 lb/in <sup>3</sup>
Mechanical Properties	Metric	English
Tensile Strength, Ultimate	50.0 MPa	7250 psi
Electrical Properties	Metric	English
Electrical Resistivity	1.00e+6 ohm-cm	1.00e+8 ohm-in
Magnetic Coercive Force, H <sub>c</sub>	1822 Oe	1822 Oe
Magnetic Remanence, B <sub>r</sub>	2200 Gauss	2200 Gauss
Magnetic Maximum Energy Product, BH	1.01 MGOe	1.01 MGOe
Cure Temperature	450 °C	842 °F
Thermal Properties	Metric	English
CTE, linear	10.1 μm/m-°C	5.61 μm/in-°F
Maximum Service Temperature, Air	400 °C	752 °F
Component Elements Properties	Metric	English
Iron, Fe	6.0 %	6.0 %
Descriptive Properties		
Demagnetization Induction, B <sub>d</sub> (Tesla)		0.11
Intrinsic Magnetic Coercive Force, H <sub>c1</sub> (Oe)		3488

**References** for this datasheet.

### LAMPIRAN 3

#### Perhitungan Teoritis Neraca Massa Proses Reduksi

Hasil oksidasi di *furnace* kemudian direduksi pada microwave batch furnace. Proses reduksi pasir besi ini terdapat beberapa reaksi kimia yang terlibat seperti reduksi dan reaksi Boudard. Reaksi yang terjadi dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- Reaksi 1 : Diasumsikan semua fasa hematite tereduksi



- Reaksi 2 : Diasumsikan reaksi Pseudobrookite tereduksi  
Reaksi pseudorutile dirubah menjadi pseudobrookite terlebih dahulu, lalu pseudobrookite direduksi.



- Reaksi 3 : Reaksi Boudard



Data yang dibutuhkan dalam perhitungan komposisi material adalah :

1. Pasir besi

Dari data pengujian XRF menggunakan pasir besi hasil oksidasi, diperoleh presentase berat elemen-elemen yang terkandung di dalam pasir besi yang diperoleh dari Lumajang, Jawa Timur.



Element	Oksidasi 4 jam
Al	3 ± 0.3
Si	2.5 ± 0.03
K	0.2 ± 0.0097
P	0.22 ± 0.004
Ca	1.10 ± 0.01
Ti	4.41 ± 0.05
V	0.751 ± 0.042
Cr	0.13 ± 0.005
Mn	0.37 ± 0.01
Fe	85.40 ± 0.32
Cu	0.072 ± 0.004
Zn	0.05 ± 0.003
Eu	0.6 ± 0.07
Re	0.2 ± 0.04
Ni	0.15 ± 0.003

Dari data pengujian XRD, mineral – mineral yang terkandung dalam pasir besi, antara lain:

- Hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )
- Pseudorutile ( $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$ )
- Sodium Calcium Iron Magnesium Titanium Aluminium Silicate ( $\text{Al}_{0.442} \text{Ca}_{0.422} \text{Fe}_{0.152} \text{Mg}_{0.494} \text{O}_6 \text{Si}_{1.99} \text{Ti}_{0.012}$ ) atau augite

## 2. Grafit

Dari data pengujian *proximate analysis (fixed carbon)* diperoleh konsentrasi 90 %.

Dari kadar unsur dalam pasir besi, maka jumlah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$  dan pengotornya dapat diketahui dengan cara sebagai berikut:

- Berat  $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$  dalam pasir besi

$$= \frac{Mr \text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9}{Ar \text{Ti}} \times \% \text{Wt Ti dalam pasir besi}$$

$$= \frac{399.282}{47.867} \times 4.41 \%$$

$$= 36.785 \%$$

%Wt Fe dalam  $Fe_2Ti_3O_9$

$$= \frac{Ar_{Fe}}{Mr_{Fe_2Ti_3O_9}} \times \%Wt_{Fe_2Ti_3O_9 \text{ dalam pasir besi}}$$

$$= \frac{55.845}{399.282} \times 36.785 \%$$

$$= 5.145015 \%$$

- Berat Fe Sisa : Fe Total – Fe dalam  $Fe_2Ti_3O_9$   
 : 85.4 – 5.145  
 : 80.254%

- Berat Fe dalam  $Fe_2O_3$

$$\%Wt_{Fe \text{ dalam } Fe_2O_3} = \frac{Mr_{Fe_2O_3}}{Mr_{Fe_2O_3} + Mr_{Pengotor}} \times \%Wt_{Fe_{sisa}}$$

$$= \frac{159.689}{159.689 + 201.792} \times 80.254\%$$

$$= 35.453 \%$$

%Wt  $Fe_2O_3$

$$= \frac{Mr_{Fe_2O_3}}{2 \times Ar_{Fe}} \times \%Wt_{Fe \text{ dalam } Fe_2O_3}$$

$$= \frac{159.689}{2 \times 55.845} \times 35.453 \%$$

$$= 50.689 \%$$

- Berat Sodium Calcium Iron Magnesium Titanium Aluminium Silicate pada pasir besi : 12.525 %

Dari perhitungan diperoleh presentase  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_2Ti_3O_9$ , Sodium Calcium Iron Magnesium Titanium Aluminium Silicate dalam pasir besi. Jika diasumsikan dalam 100 gram ore pasir besi maka terdapat

$$Fe_2O_3 = 36.785 \text{ gram}$$

$$Fe_2Ti_3O_9 = 50.689 \text{ gram}$$

$$\text{Al}_{0.442} \text{Ca}_{0.422} \text{Fe}_{0.152} \text{Mg}_{0.494} \text{O}_6 \text{Si}_{1.99} \text{Ti}_{0.012}$$

$$= 12.545 \text{ gram}$$

Dari skema reaksi di atas dapat diketahui berapa mol gas CO yang dibutuhkan untuk reaksi sehingga dapat diketahui jumlah grafit yang diperlukan.

a. Reaksi 1



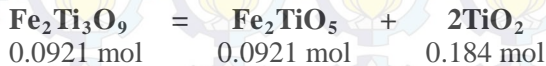
b. Reaksi 2



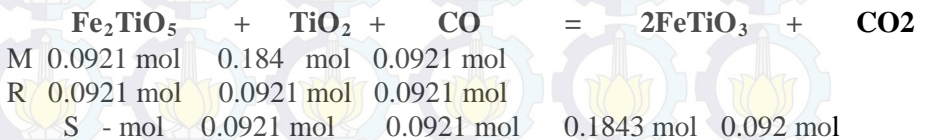
c. Reaksi 3



d. Reaksi 4



e. Reaksi 5



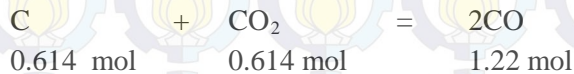
f. Reaksi 6



### Perhitungan Kebutuhan Grafit

$$\begin{aligned} \text{Total mol CO yang dibutuhkan} \\ &= 0.105 + 0.211 + 0.634 + 0.0921 + 0.184 \\ &= 1.228 \text{ mol} \end{aligned}$$

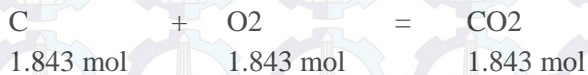
Untuk menghasilkan CO sebesar 1.228 mol diperlukan reaksi gasifikasi karbon yaitu :



Total mol CO<sub>2</sub> yang dihasilkan dari keseluruhan reaksi dengan reaksi gasifikasi sebesar :

$$\begin{aligned} &= 0.105 + 0.211 + 0.634 + 0.0921 + 0.184 \\ &= 1.228 \text{ mol} \end{aligned}$$

Reaksi gasifikasi karbon



$$\begin{aligned} \text{Sehingga grafit yang diperlukan sebesar} &= 0.614 + 1.843 \text{ mol} \\ &= 2.4573 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\text{Kebutuhan grafit} = 2.4573 \text{ mol} \times 14 \text{ g/mol} = 29.488 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Grafit mengandung } 90 \% \text{ C sehingga total kebutuhan grafit} \\ &= 1/90\% * 29.488 \text{ gram} = 32.76 \text{ gram} \end{aligned}$$

**Sehingga rasio perbandingan pasir besi : grafit sebesar**

$$= \mathbf{100 \text{ gram} : 32.76 \text{ gram}}$$

$$= \mathbf{3.05 : 1}$$

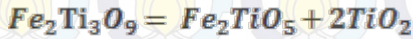


## LAMPIRAN 4

### Perhitungan Stokiometri Neraca Energi

Senyawa	Cp (j/mol)	$\Delta H_{298}$ j/mol
O <sub>2</sub>	$29.26 + 4.184 \times 10^{-3} T - 1.67 \times 10^5 T^{-2}$	0
FeTiO <sub>3</sub>	$1.73094 - 5.2713 \times 10^{-4} T + 2.2325 \times 10^{-17} T^2 - 16.725 T^{-0.5} + 2522 T^{-2}$	151710.2
Fe <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	$191.7 + 23.1 \times 10^{-3} T - 30.5 \times 10^5 T^{-2} - 0.12 \times 10^6 T^2$	1753510
TiO <sub>2</sub>	$75.19 + 1.17 \times 10^{-3} T - 18.20 \times 10^5 T^{-2}$	-944000
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	$91.55 + 201.67 T$	-1121.300 j/mol
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$98.18 + 77.82 \times 10^{-3} T - 14.85 \times 10^5 T^{-2}$	-824.300 j/mol
FeO	$51.58 + 6.78 \times 10^{-3} T - 1.59 \times 10^5 T^{-2}$	-265700
CO	$28.41 + 4.11 \times 10^{-3} T - 0.46 \times 10^5 T^{-2}$	-110500
CO <sub>2</sub>	$44.14 + 9.04 \times 10^{-3} T - 8.54 \times 10^5 T^{-2}$	-393500
C	$0.11 + 38,94 \times 10^{-3} - 1.48 \times 10^5 T^{-2}$	0
Fe	$37.12 + 6.17 \times 10^{-3} T$	0
Fe <sub>2</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>9</sub>	$893,161 + 1,391 T - 3,593.10^{-8} T^2 + 3,67.10^{-9} T^3 + 3,756.10^7 T^{-2}$	2033918.125 j/mol

Reaksi 1 :  $Fe_2Ti_3O_9$  direduksi menjadi  $Fe_2TiO_5$  dan  $TiO_2$



$$\Delta H_{298} = (\Delta H_{298} Fe_2TiO_5 + + 2\Delta H_{298} TiO_2) - (\Delta H_{298} Fe_2Ti_3O_9)$$

$$\Delta H_{298} = -169080 \text{ J/mol} \quad (1)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p Fe_2Ti_3O_9 dT = \int_{298}^{1273} (191,7 + 23,1 \times 10^{-3} T - 30,5 \times 10^5 T^{-2} - 0,12 \times 10^{-5} T^2) dT$$

$$= 196678,4808 \text{ J/mol} \quad (2)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p TiO_2 dT = \int_{298}^{1273} (75,19 + 1,17 \times 10^{-3} T - 18,20 \times T^2) dT$$

$$= 69528,6201 \text{ J/mol} \quad (3)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p Fe_2Ti_2O_7 dT = \int_{298}^{1273} (893,161 + 1,391 T - 3,593 \cdot 10^{-5} T^2 + 3,67 \cdot 10^{-9} T^4 + 3,756 \cdot 10^7 T^{-2}) dT$$

$$= 2033918,125 \text{ J/mol} \quad (4)$$

Sehingga,

$$\Delta H_{r,2} = (1) + [(2) + (2 \times (3))] - (4)$$

$$= -1867262 \text{ J/mol}$$

Kebutuhan untuk 0.0921 mol  $Fe_2Ti_3O_9$

$$= 0.0921 \text{ mol} \times 1867262 \text{ J/mol}$$

$$= 171974,83 \text{ Joule} \quad (\text{A})$$



$$\Delta H_{298} = ((2 \times \Delta H_{298} \text{ FeTiO}_3) + \Delta H_{298} \text{ CO}_2) - (\Delta H_{298} \text{ Fe}_2\text{TiO}_5 + \Delta H_{298} \text{ TiO}_2 + \Delta H_{298} \text{ CO})$$

$$\Delta H_{298} = -789090 \text{ J/mol} \quad (5)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ FeTiO}_3 dT = \int_{298}^{1273} (-1,730 - 5,2713 \times 10^{-4} T + 2,2325 \times 10^{-7} T^2 - 16,725 T^{-2.5}) dT$$

$$= 661,44537 \text{ J/mol} \quad (6)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ CO}_2 dT = \int_{298}^{1273} (44,14 + 9,04 \times 10^{-3} T - 8,58 \times 10^{-5} T^2) dT$$

$$= 46175,941 \text{ J/mol} \quad (7)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ Fe}_2\text{TiO}_5 dT = \int_{298}^{1273} (191,7 + 23,1 \times 10^{-3} T - 30,5 \times 10^{-5} T^2 - 0,12 \times 10^{-8} T^3) dT$$

$$= 196678,4808 \text{ J/mol} \quad (8)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ TiO}_2 dT = \int_{298}^{1273} (75,19 + 1,17 \times 10^{-3} T - 18,20 \times 10^{-5} T^2) dT$$

$$= 69528,620 \text{ J/mol} \quad (9)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ CO} dT = \int_{298}^{1273} (28,45 + 4,184 \times 10^{-3} T - 0,46 \times 10^{-5} T^2) dT$$

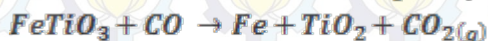
$$= 30729,217 \text{ J/mol} \quad (10)$$

Sehingga,

$$\Delta H_{r,2} = (5) + [((2 \times 6) + (7)) - (10 + 9 + 8)] \\ = -539652 \text{ J/mol}$$

Kebutuhan untuk 0.0921 mol  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5 = 0.0921 \text{ mol} \times -539652 \text{ J/mol}$   
 $= -49701,949 \text{ Joule} \quad (\text{B})$

Reaksi 3 (saat diasumsikan hasil produk masih ada yang sisa *ilmenite*)  
 → reaksi Reduksi  $\text{FeTiO}_3$  oleh gas CO



$$\Delta H_{298} = (\Delta H_{298} \text{ Fe} + \Delta H_{298} \text{ TiO}_2 + \Delta H_{298} \text{ CO}_2) \\ - (\Delta H_{298} \text{ FeTiO}_3 + \Delta H_{298} \text{ CO}) \\ \Delta H_{298} = -1378710,2 \text{ J/mol} \quad (11)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ FeTiO}_3 dT = \int_{298}^{1273} \left( -1,730 - 5,2713 \times 10^{-4} T + 2,2325 \times 10^{-7} T^2 - 16,725 T^{-0,5} \right) dT \\ + 2552 T^{-2} \\ = 661,44537 \text{ J/mol} \quad (12)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ CO} dT = \int_{298}^{1273} (28,45 + 4,184 \times 10^{-3} T - 0,46 \times 10^5 T^{-2}) dT \\ = 30729,21 \text{ J/mol} \quad (13)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{ Fe} dT = \int_{298}^{1273} (37,12 + 6,17 \times 10^{-3} T) dT \\ = 4761563,625 \text{ J/mol} \quad (14)$$



$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{TiO}_2 dT = \int_{298}^{1273} (75,19 + 1,17 \times 10^{-3} T - 18,20 \times 10^{-5} T^2) dT$$

$$= 69528,620 \text{ J/mol} \quad (15)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{CO}_2 dT = \int_{298}^{1273} (44,14 + 9,04 \times 10^{-3} T - 8,58 \times 10^{-5} T^2) dT$$

$$= 46175,941 \text{ J/mol} \quad (16)$$

Sehingga,

$$\Delta H_{r,2} = (11) + [(14 + (15) + (16)) - (12 + 13)]$$

$$= 3467167,324 \text{ J/mol}$$

Kebutuhan untuk 0.184 mol  $\text{FeTiO}_3 = 0.184 \text{ mol} \times 3467167.324 \text{ J/mol}$   
 $= 637958,788 \text{ Joule} \quad (\text{C})$

#### Reaksi 4 Reduksi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ Oleh gas CO



$$\Delta H_{298} = (3 \Delta H_{298} \text{FeO} + \Delta H_{298} \text{CO}_2) - (\Delta H_{298} \text{Fe}_3\text{O}_4 + \Delta H_{298} \text{CO})$$

$$= 41200 \text{ J/mol} \quad (17)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{Fe}_3\text{O}_4 dT = \int_{298}^{1273} (91,55 + 201,67 T) dT$$

$$= 24371,7404 \text{ J/mol} \quad (18)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{CO} dT = \int_{298}^{1273} (28,45 + 4,184 \times 10^{-3} T - 0,46 \times 10^5 T^{-2}) dT$$

$$= 30729,217 \text{ J/mol} \quad (19)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{FeO} dT = \int_{298}^{1273} (51,58 + 6,78 \times 10^{-3} T - 1,59 \times 10^5 T^{-2}) dT$$

$$= 507688,892 \text{ J/mol} \quad (20)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{CO}_2 dT = \int_{298}^{1273} (44,14 + 9,04 \times 10^{-3} T - 8,58 \times 10^5 T^{-2}) dT$$

$$= 46175,94143 \text{ J/mol} \quad (21)$$

Sehingga,

$$\Delta H_{r,2} = (17) + [(21) + 3 \times (20)] - (18 + 19)$$

$$= 1336000,661 \text{ J/mol}$$

Kebutuhan untuk 0.211 mol  $\text{Fe}_3\text{O}_4 = 0.211 \text{ mol} \times 1336000,6 \text{ J/mol}$   
 $= 281896,127 \text{ Joule} \quad (\text{D})$

**Reaksi 5 Reduksi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  oleh gas CO**



$$\Delta H_{298} = (2 \Delta H_{298} \text{Fe}_3\text{O}_4 + \Delta H_{298} \text{CO}_2)$$

$$- (3 \Delta H_{298} \text{Fe}_2\text{O}_3 + \Delta H_{298} \text{CO})$$

$$\Delta H_{298} = -52700 \text{ J/mol} \quad (22)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{Fe}_2\text{O}_3 dT = \int_{298}^{1273} (98,18 + 77,82 \times 10^{-3} T - 14,85 \times 10^5 T^{-2}) dT$$

$$= 502952,571 \text{ J/mol} \quad (23)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{CO} dT = \int_{298}^{1273} (28,45 + 4,184 \times 10^{-3} T - 0,46 \times 10^5 T^{-2}) dT$$

$$= 30729,21757 \text{ J/mol} \quad (24)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{Fe}_3\text{O}_4 dT = \int_{298}^{1273} (91,55 + 201,67 T) dT$$

$$= 243712,7404 \text{ J/mol} \quad (25)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{CO}_2 dT = \int_{298}^{1273} (44,14 + 9,04 \times 10^{-3} T - 8,58 \times 10^5 T^{-2}) dT$$

$$= 46175,9414 \text{ J/mol} \quad (26)$$

Sehingga,

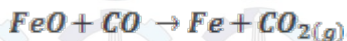
$$\Delta H_{r,2} = (22) + [(26) + 2x(25)] - (24 + 3x(23))$$

$$= -1058685,508 \text{ J/mol}$$

Kebutuhan untuk 0.3174 mol = 0.3174 mol x 1058685.508 J/mol

$$= -336026,78 \text{ Joule} \quad (\text{E})$$

### Reaksi 6 Reduksi $\text{FeO}$ oleh gas $\text{CO}$



$$\Delta H_{298} = (\Delta H_{298} \text{Fe} + \Delta H_{298} \text{CO}_2) - (\Delta H_{298} \text{FeO} + \Delta H_{298} \text{CO})$$

$$\Delta H_{298} = -535571 \text{ J/mol} \quad (27)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{FeO} dT = \int_{298}^{1273} (51,58 + 6,78 \times 10^{-3} T - 1,59 \times 10^5 T^{-2}) dT$$

$$= 507688 \text{ J/mol} \quad (28)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{CO}_2 dT = \int_{298}^{1273} (44,14 + 9,04 \times 10^{-3} - 8,58 \times 10^{-5} T^{-2}) dT$$

$$= 46175,9414 \text{ J/mol} \quad (29)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{Fe} dT = \int_{298}^{1273} (37,12 + 6,17 \times 10^{-3} T) dT$$

$$= 4761563,625 \text{ J/mol} \quad (30)$$

$$\int_{T_1}^{T_2} C_p \text{CO} dT = \int_{298}^{1273} (28,45 + 4,184 \times 10^{-3} T - 0,46 \times 10^{-5} T^{-2}) dT$$

$$= 30729,21757 \text{ J/mol} \quad (31)$$

Sehingga,

$$\Delta H_{r,2} = (27) + [(28) + (29)] - (30 + 31)$$

$$= 4252021 \text{ J/mol}$$

$$\text{Kebutuhan untuk } 0.634 \text{ mol} = 0.634 \text{ mol} \times 425201 \text{ J/mol}$$

$$= 269577,434 \text{ Joule} \quad (\text{F})$$

Jadi total kebutuhan untuk mereduksi pasir besi titanomagnetite setelah roasting adalah sebagai berikut:

$$\Delta H_{tot} = A + B + C + D + E + F$$

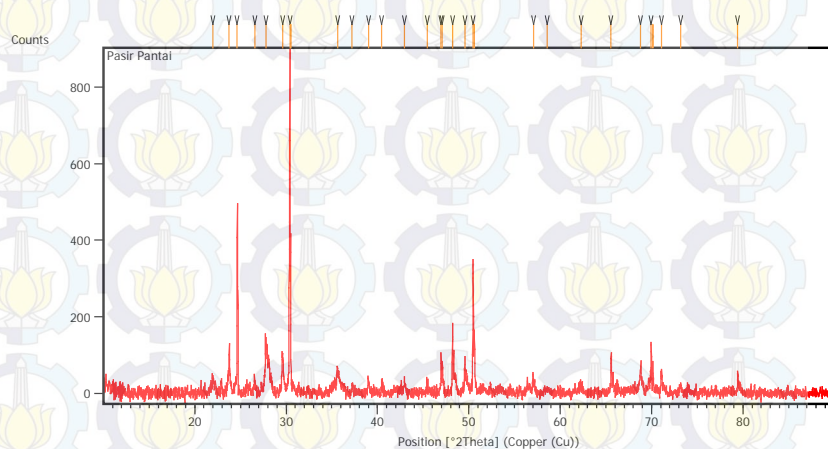
$$= 975678,449 \text{ joule} = 975,678 \text{ kJ}$$



## LAMPIRAN 5

### HASIL PENGUJIAN XRD dan XRF

#### 1. Pasir Besi Lumajang



#### Peak List

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
21.9820	36.87	0.4015	4.04364	4.14
23.7686	113.13	0.0502	3.74357	12.71
24.6531	469.09	0.0669	3.61123	52.71
26.5774	26.33	0.2007	3.35398	2.96
27.7779	108.66	0.1338	3.21169	12.21
29.6014	100.73	0.1004	3.01787	11.32
30.4048	890.00	0.0612	2.93750	100.00

30.4945	356.36	0.0408	2.93634	40.04
35.6635	54.95	0.3264	2.51549	6.17
37.2242	15.46	0.2448	2.41353	1.74
38.9997	33.71	0.2040	2.30764	3.79
40.4483	29.44	0.1632	2.22827	3.31
42.9620	31.58	0.2040	2.10353	3.55
45.4376	19.74	0.3264	1.99451	2.22
46.9663	103.67	0.0612	1.93310	11.65
47.0895	83.00	0.0816	1.92832	9.33
48.2245	179.35	0.0816	1.88556	20.15
49.5659	92.06	0.0612	1.83763	10.34
50.4680	345.23	0.0816	1.80687	38.79
50.6040	142.75	0.0816	1.80681	16.04
57.0775	36.88	0.2448	1.61234	4.14
58.5819	10.37	0.6528	1.57446	1.17
62.2930	20.14	0.3264	1.48928	2.26
65.5710	94.60	0.0816	1.42254	10.63
68.8027	59.74	0.1632	1.36339	6.71
69.9529	130.51	0.0816	1.34376	14.66
70.1449	58.71	0.0816	1.34389	6.60
71.0839	47.87	0.1224	1.32513	5.38
73.2083	14.24	0.4896	1.29184	1.60
79.4370	56.46	0.0816	1.20544	6.34

# Hasil Pengujian XRF

02-Apr-2015 13:46:19

## Sample results - Averagés

Page

Sample ident	
Pasir besi lumajang	

Application Sequence	<Standardless> Average of 3
Measurement period - start	02-Apr-2015 13:18:31
Measurement period - end	02-Apr-2015 13:39:42
Position	4

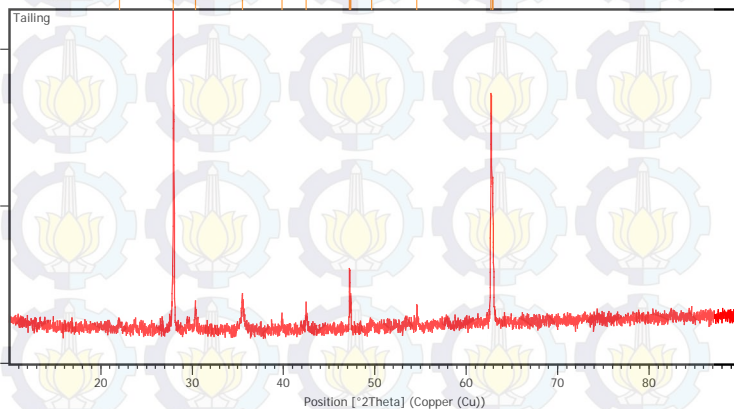
Compound Conc Unit	Al	Si	K	P	Ca	Ti
	8.4 +/- 0.9 %	26.3 +/- 2.4 %	2.23 +/- 0.14 %	0.72 +/- 0.04 %	17.9 +/- 0.3 %	1.87 +/- 0.06 %

Compound Conc Unit	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn
	0.12 +/- 0.008 %	0.086 +/- 0.015 %	0.77 +/- 0.05 %	39.4 +/- 2.5 %	0.17 +/- 0.01 %	0.04 +/- 0.01 %

Compound Conc Unit	Sr	Ba	Eu	Re
	1.09 +/- 0.12 %	0.3 +/- 0.098 %	0.5 +/- 0.02 %	0.4 +/- 0.03 %

### 2. Tailing 1

Counts



**Peak List :**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.0657	20.98	0.4015	4.02848	2.03
27.9467	1035.33	0.0669	3.19268	100.00
30.3416	93.67	0.0502	2.94591	9.05
35.5310	91.27	0.2007	2.52665	8.82
39.8228	26.40	0.2007	2.26369	2.55
42.4700	58.78	0.1673	2.12852	5.68
47.2465	204.37	0.0612	1.92228	19.74
47.3751	115.26	0.0612	1.92213	11.13
49.6640	18.09	0.8160	1.83422	1.75
54.6130	67.44	0.0816	1.67912	6.51
62.7152	694.66	0.1020	1.48027	67.09
62.9013	432.81	0.1020	1.48000	41.80

**Hasil Pengujian XRF**

02-Apr-2015 13:48:04

**Sample results - Averages**

Pe

Tailing	Sample ident

Application Sequence	<Standardless>
Measurement period - start	Average of 3
Measurement period - end	02-Apr-2015 13:20:38
Position	02-Apr-2015 13:41:49
	5

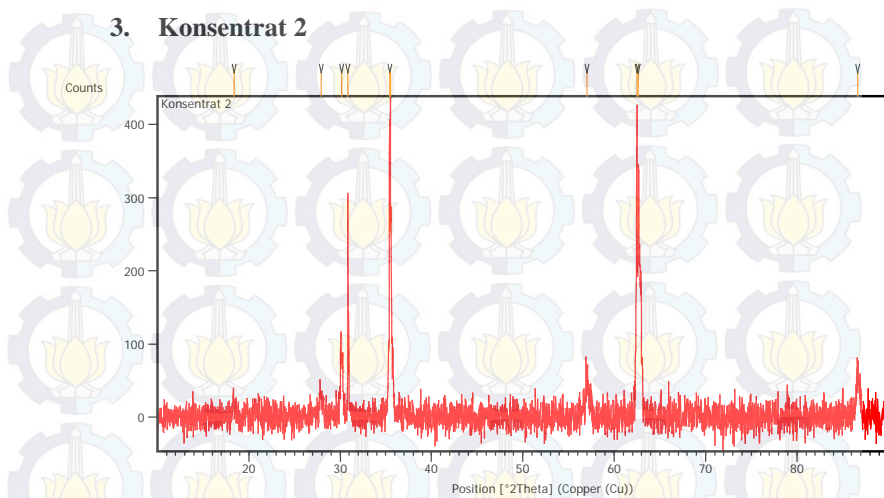
Compound	Al	Si	P	K	Ca	Ti	V
Conc	2.7 +/- 0.7	9 +/- 2	0.48 +/- 0.03	0.33 +/- 0.02	6.68 +/- 0.17	3.48 +/- 0.03	0.41 +/- 0.01
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Eu	Re
Conc	0.12 +/- 0.007	0.62 +/- 0.02	74.91 +/- 2.65	0.14 +/- 0.009	0.04 +/- 0.007	0.80 +/- 0.11	0.4 +/- 0.0
Unit	%	%	%	%	%	%	%



### 3. Konsentrat 2



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.4061	13.14	0.5353	4.82034	3.01
27.9179	26.46	0.4015	3.19590	6.06
30.1601	86.72	0.2676	2.96323	19.86
30.8467	299.68	0.0408	2.89642	68.62
35.4164	404.84	0.0612	2.53246	92.70
35.5080	436.72	0.0408	2.53242	100.00
57.0021	48.90	0.2448	1.61429	11.20
62.4784	432.70	0.0612	1.48531	99.08
62.6542	344.54	0.0612	1.48156	78.89
86.6488	63.38	0.4080	1.12268	14.51

# Hasil Uji XRF

10-Apr-2015 14:00:07

## Sample results - Averages

Page

Sample ident	
Pasir besi ilmenite	

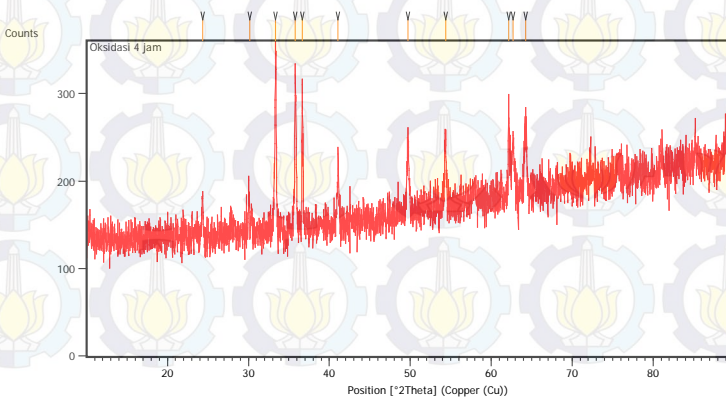
Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	30-Apr-2015 13:28:10
Measurement period - end	30-Apr-2015 13:53:13
Position	1

Compound	Si	Ca	P	Ti	V	Cr
Conc	1.7 +/- 0.06	1.002 +/- 0.008	0.1 +/- 0.02	5.29 +/- 0.03	0.71 +/- 0.04	0.13 +/- 0.004
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Br
Conc	0.49 +/- 0.003	89.00 +/- 0.05	0.06 +/- 0.01	0.067 +/- 0.003	0.05 +/- 0.005	0.35 +/- 0.009
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Yb	Re	Bi
Conc	0.04 +/- 0.02	0.2 +/- 0.01	0.83 +/- 0.04
Unit	%	%	%

### 4. Pasir Besi Hasil Oksidasi (T= 1100 °C, dan t= 4 jam)



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.3229	48.26	0.2007	3.65951	23.90
30.1665	25.23	0.4015	2.96261	12.50
33.3685	201.89	0.1171	2.68528	100.00
35.8134	175.57	0.1673	2.50738	86.96
36.6610	175.35	0.0669	2.45133	86.85
41.0805	71.96	0.2676	2.19725	35.64
49.7405	84.56	0.1506	1.83310	41.88
54.3647	77.76	0.2676	1.68760	38.52
62.1477	100.02	0.1004	1.49365	49.54
62.6982	62.60	0.2007	1.48186	31.01
64.2374	74.24	0.3346	1.45001	36.77

Hasil uji XRF



LABORATORIUM SENTRAL MINERAL DAN MATERIAL MAJU  
 FMIPA UNIVERSITAS NEGERI MALANG (UM)  
 Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (psw 200) / 574895 / 085106001088  
 Email: laboratoriumsentralum@yahoo.co.id ; Website : central-laboratory.um.ac.id

HASIL ANALISIS

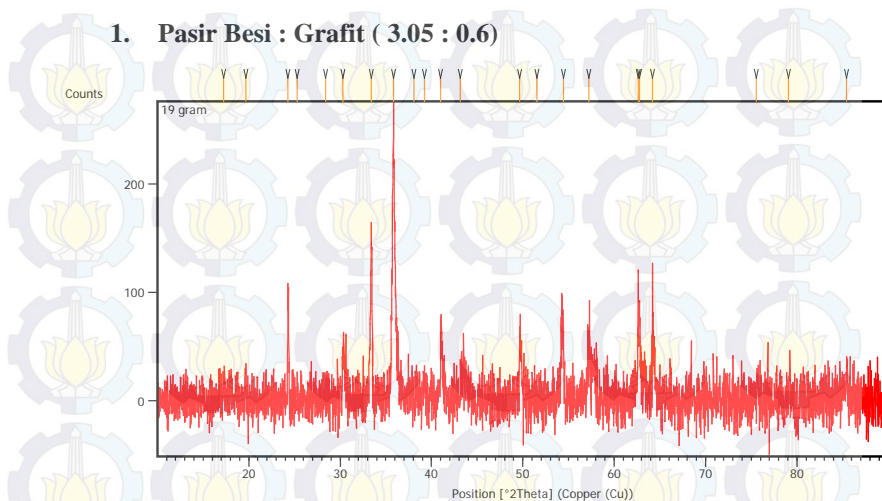
Sampel diterima tanggal  
 Sampel diuji tanggal  
 Nama Sampel

: 27 Mei 2015  
 : 27 Mei 2015  
 : Pasir Besi Furnace

Compound	Conc (%)	Methods
Al	3 +/- 0.3	XRF
Si	2.5 +/- 0.03	
P	0.2 +/- 0.0097	
K	0.22 +/- 0.004	
Ca	1.10 +/- 0.01	
Ti	4.41 +/- 0.05	
V	0.751 +/- 0.042	
Cr	0.13 +/- 0.005	
Mn	0.37 +/- 0.01	
Fe	85.40 +/- 0.32	
Ni	0.15 +/- 0.003	
Zn	0.05 +/- 0.003	
Cu	0.072 +/- 0.004	
Br	0.31 +/- 0.02	
Rb	0.43 +/- 0.03	
Eu	0.60 +/- 0.07	
Re	0.2 +/- 0.04	

## HASIL XRD DAN XRF PROSES REDUKSI

### 1. Pasir Besi : Grafit ( 3.05 : 0.6)



#### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.2248	13.04	0.2007	5.14819	4.87
19.6530	14.01	0.1338	4.51724	5.23
24.2765	109.33	0.0669	3.66640	40.79
25.3117	26.30	0.1004	3.51875	9.81
28.3994	21.19	0.1004	3.14281	7.91
30.3177	42.48	0.1673	2.94818	15.85
33.4142	165.20	0.1004	2.68172	61.63
35.8456	268.04	0.0502	2.50520	100.00
38.0715	15.63	0.1004	2.36369	5.83
39.2435	15.69	0.2676	2.29576	5.85
41.0132	73.70	0.1004	2.20069	27.50
43.1714	31.18	0.2007	2.09555	11.63



49.6690	53.72	0.1004	1.83557	20.04
51.5236	27.39	0.0836	1.77378	10.22
54.4293	74.44	0.2676	1.68575	27.77
57.2175	28.05	0.3346	1.61006	10.47
62.6270	122.28	0.0612	1.48214	45.62
62.7747	72.14	0.1004	1.48023	26.91
64.1970	117.54	0.0612	1.44963	43.85
75.5638	11.80	0.8029	1.25835	4.40
79.0634	14.75	0.5353	1.21120	5.50
85.4622	23.08	0.1673	1.13614	8.61

## Hasil Uji XRF

22-Jun-2015 14:37:38

## Sample results - Averages

Page 1

Sample ident
19 Jam

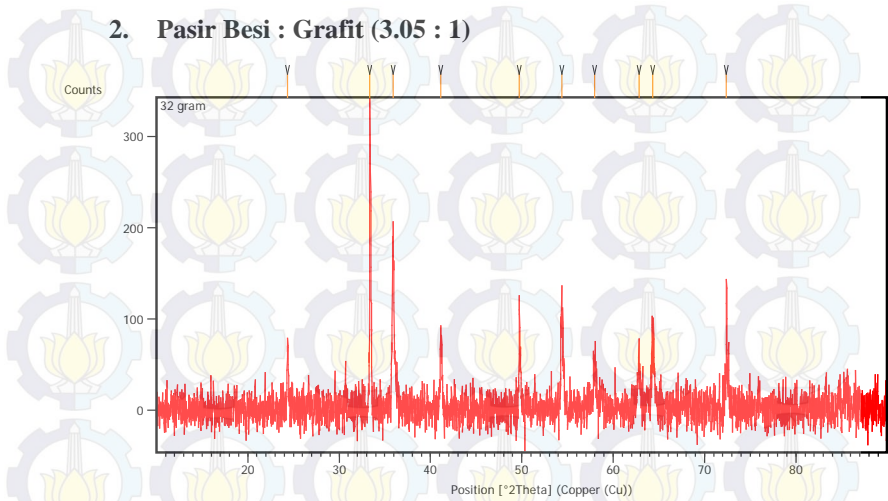
Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	22-Jun-2015 14:24:40
Measurement period - end	22-Jun-2015 14:32:51
Position	1

Compound	Al	Si	P	K	Ca	Ti
Conc	3.3 +/- 1.2	1.6 +/- 0.1	0.2 +/- 0.0097	0.14 +/- 0.007	3.12 +/- 0.07	2.34 +/- 0.06
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu
Conc	0.32 +/- 0.004	0.10 +/- 0.006	0.66 +/- 0.008	86.68 +/- 1.22	0.12 +/- 0.009	0.16 +/- 0.004
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Zn	Eu	Br	Yb	Re
Conc	0.06 +/- 0.009	0.63 +/- 0.07	0.38 +/- 0.003	0.00 +/- 0.0001	0.3 +/- 0.06
Unit	%	%	%	%	%

## 2. Pasir Besi : Grafit (3.05 : 1)



### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.3731	71.61	0.1338	3.65208	23.76
33.3782	301.42	0.0502	2.68452	100.00
35.9093	172.14	0.1171	2.50090	57.11
41.1556	70.13	0.1338	2.19341	23.27
49.7256	124.08	0.0669	1.83361	41.17
54.3491	110.63	0.1673	1.68805	36.70
57.9664	36.45	0.2007	1.59103	12.09
62.8126	40.58	0.2007	1.47943	13.46
64.3456	58.55	0.2676	1.44784	19.43
72.4029	129.07	0.0612	1.30421	42.82

# Hasil Uji XRF

22-Jun-2015 14:40:09

## Sample results - Averages

Page 1

Sample ident
4 Magnetron 2 jam 32 g

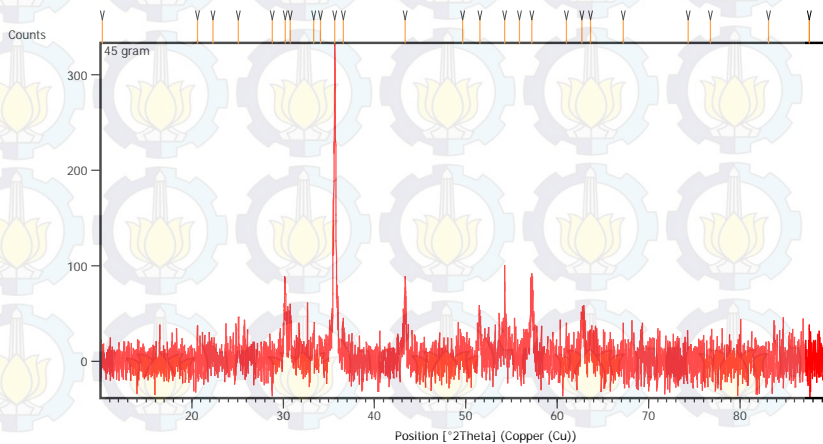
Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	22-Jun-2015 14:26:49
Measurement period - end	22-Jun-2015 14:34:55
Position	2

Compound	Al	Si	P	Ca	Ti	V
Conc	4 +/- 1	1.0 +/- 0.04	0.37 +/- 0.02	0.99 +/- 0.007	4.60 +/- 0.04	0.66 +/- 0.01
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Br
Conc	0.13 +/- 0.01	0.38 +/- 0.06	87.10 +/- 1.27	0.27 +/- 0.03	0.096 +/- 0.011	0.33 +/- 0.05
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Eu	Yb
Conc	0.64 +/- 0.0007	0.06 +/- 0.002
Unit	%	%

### 3. Pasir Besi : Grafit ( 3.05 : 1.4)



## Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.1829	2.14	0.3346	8.68701	0.68
20.6068	25.24	0.1004	4.31026	8.02
22.3474	7.83	0.8029	3.97834	2.49
25.1251	41.53	0.1004	3.54445	13.20
28.8403	24.29	0.0335	3.09575	7.72
30.2029	87.51	0.0836	2.95913	27.81
30.7998	46.51	0.2007	2.90312	14.78
33.3238	29.13	0.3346	2.68878	9.26
34.1212	17.58	0.4015	2.62775	5.59
35.6641	314.68	0.0669	2.51753	100.00
36.6253	28.63	0.2007	2.45363	9.10
43.3409	70.53	0.1338	2.08775	22.41
49.6204	16.38	0.8029	1.83726	5.21
51.5136	48.37	0.1338	1.77410	15.37
54.2609	73.11	0.0612	1.68919	23.23
55.8475	10.07	0.0836	1.64626	3.20
57.2234	70.77	0.3346	1.60991	22.49
60.9840	13.02	0.8029	1.51933	4.14
62.7196	50.38	0.4684	1.48140	16.01
63.6503	27.26	0.4015	1.46197	8.66
67.2064	25.38	0.1004	1.39300	8.06
74.3285	19.11	0.5353	1.27617	6.07
76.7868	29.43	0.1224	1.24030	9.35
83.1208	23.60	0.1020	1.16112	7.50
87.5610	19.08	0.0816	1.11331	6.06



# Hasil Uji XRF

22-Jun-2015 13:59:58

## Sample results - Averages

Page 1

Sample ident
45 gram

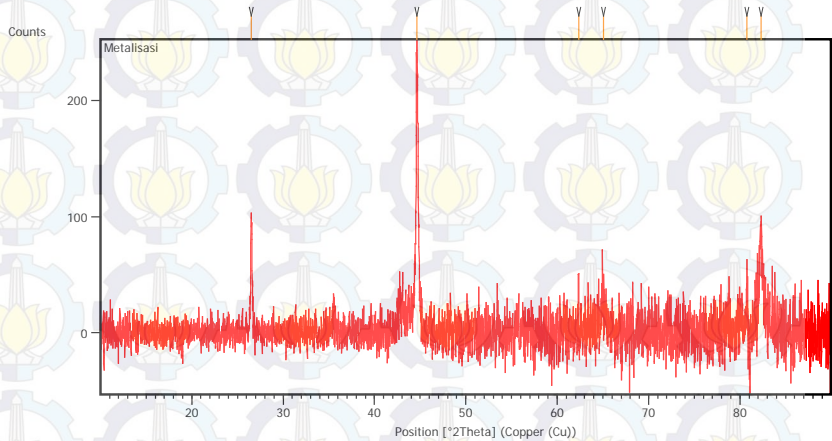
Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	22-Jun-2015 13:52:18
Measurement period - end	22-Jun-2015 13:57:17
Position	1

Compound	Al	Si	P	K	Ca	Ti	V
Conc	11.6 +/- 1.7	11 +/- 1	0.32 +/- 0.03	0.48 +/- 0.05	7.65 +/- 1.00	4.35 +/- 0.098	0.52 +/- 0.03
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Rb	Yb
Conc	0.15 +/- 0.01	0.38 +/- 0.05	62.20 +/- 3.91	0.21 +/- 0.03	0.13 +/- 0.02	0.39 +/- 0.15	0.07 +/- 0.02
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Eu
Conc	0.4 +/- 0.02
Unit	%

Pada komposisi ini terjadi metalisasi pada bagian bawah krusibel,

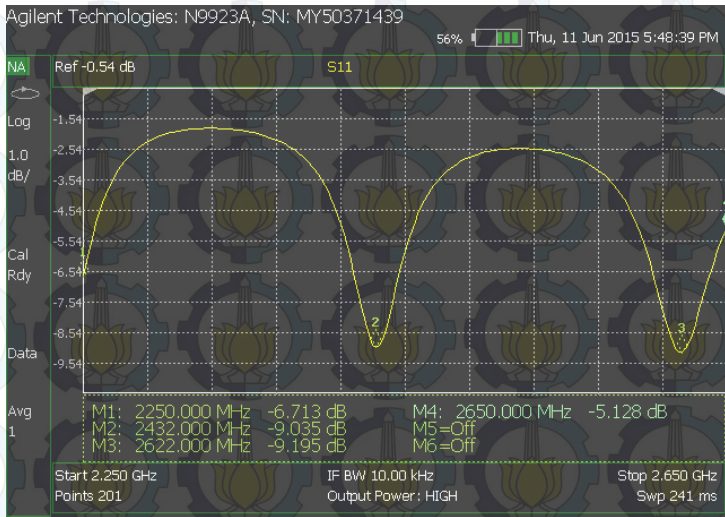




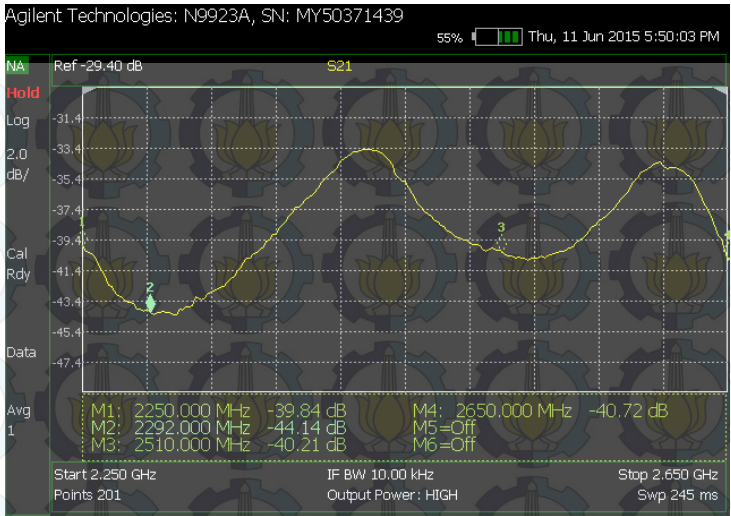
## LAMPIRAN 6

### HASIL PENGUJIAN VNA

#### 1. Pasir Besi Hasil Oksidasi

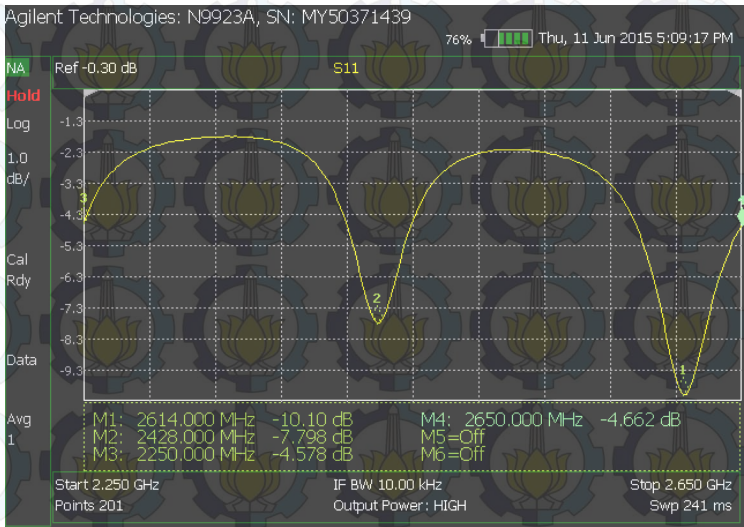


Gambar Kurva S11 Pasir Besi



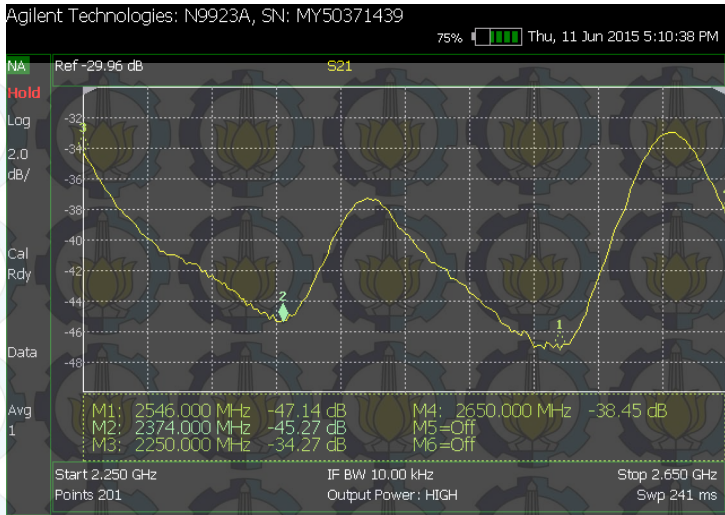
Gambar Kurva S21 Pasir Besi

## 2. Pasir Besi 100 gram : Grafit 19.66 gram



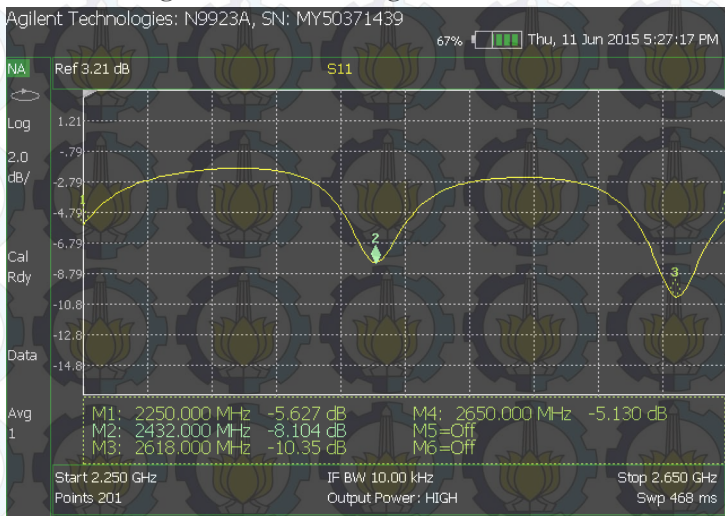
Gambar Kurva S11 Komposisi Grafit 19.66 gram



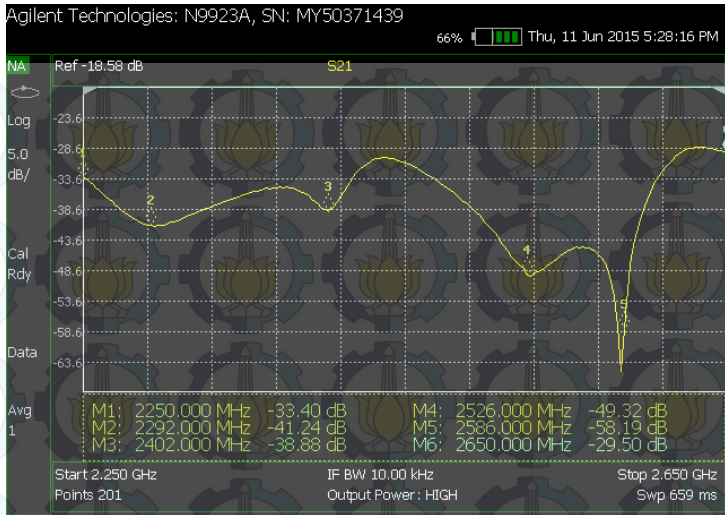


Gambar Kurva S21 Komposisi Grafit 19.66 gram

### 3. Pasir Besi 100 gram : Grafit 32.66 gram

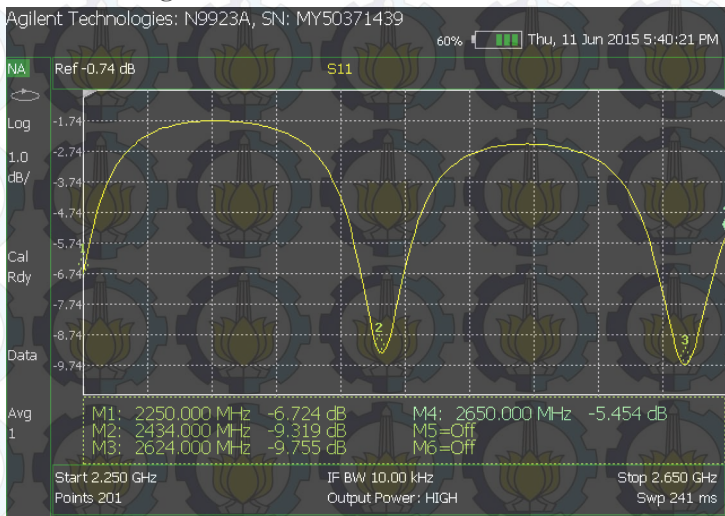


Gambar Kurva S11 Komposisi Grafit 32.66 gram

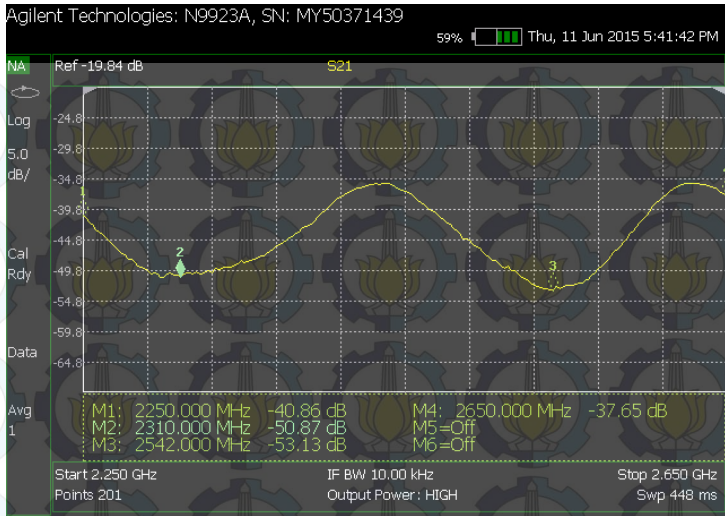


Gambar Kurva S21 Komposisi Grafit 32.76 gram

#### 4. Pasir Besi 100 gram : 45.87



Gambar Kurva S11 Komposisi Grafit 45.87 gram



Gambar Kurva S21 Komposisi Grafit 45.87 gram

## PERHITUNGAN SIFAT DIELEKTRIK

### A. Pasir Besi 100 gram : grafit 0 gram

Frekuensi	S11	S22	rata-rata	S21	X	Koef reflect-ion	Koef Trans-mission	Reflec-tion Loss	Koef Absorb-er
2250	-6.66	-3.18	-4.92	-39.92	159.37	0.00314	-50.38	-16.47	97.75
2290	-2.25	-2.38	-2.32	-44.06	417.28	0.00120	-48.82	-7.06	80.32
2292	-2.12	-2.39	-2.25	-44.14	431.14	0.00116	-48.76	-6.53	77.75
2300	-2.07	-2.34	-2.21	-43.81	433.89	0.00115	-48.33	-6.32	76.66
2330	-1.83	-2.83	-2.33	-41.69	372.19	0.00134	-46.47	-5.23	70.00
2350	-1.93	-3.41	-2.67	-40.62	307.12	0.00163	-46.15	-5.72	73.24
2370	-2.33	-4.48	-3.40	-38.25	213.02	0.00235	-45.37	-7.33	81.52
2400	-3.70	-5.73	-4.72	-35.37	130.10	0.00384	-45.45	-11.37	92.71
2410	-5.11	-5.54	-5.33	-33.76	104.23	0.00480	-45.26	-14.17	96.17
2432	-9.04	-4.54	-6.79	-34.54	84.42	0.00592	-49.46	-19.12	98.77
2450	-5.96	-3.96	-4.96	-35.39	123.58	0.00405	-46.02	-15.51	97.19
2490	-2.83	-3.11	-2.97	-39.51	261.28	0.00191	-45.67	-9.02	87.48
2500	-2.62	-3.06	-2.84	-39.56	273.69	0.00183	-45.45	-8.37	85.44
2510	-2.60	-3.12	-2.86	-40.21	281.31	0.00178	-46.13	-8.30	85.21
2530	-2.54	-3.26	-2.90	-39.97	274.06	0.00182	-45.98	-8.10	84.50
2550	-2.70	-3.60	-3.15	-39.18	241.97	0.00207	-45.74	-8.63	86.30
2570	-3.25	-4.31	-3.78	-37.76	186.42	0.00268	-45.71	-10.25	90.56
2600	-5.84	-6.29	-6.07	-39.61	126.19	0.00396	-52.68	-15.33	97.07
2610	-7.68	-7.08	-7.38	-35.00	79.21	0.00631	-51.34	-17.71	98.31
2618	-8.84	-7.32	-8.08	-35.23	72.69	0.00688	-53.27	-18.93	98.72
2622	-9.20	-6.44	-7.82	-37.60	86.45	0.00578	-54.88	-19.27	98.82
2650	-5.16	-5.22	-5.19	-40.76	157.24	0.00318	-51.82	-14.26	96.25



### B. Pasir Besi 100 gram : Grafit 19.66 gram

Frekuensi	S11	S22	Rata-rata	S21	X	Koef reflection	Koef Transmission	Reflection Loss	Koef Absorber
2250	-4.54	-3.10	-3.82	-34.37	152.54	0.00328	-42.44	-13.14	95.15
2290	-2.14	-2.06	-2.10	-40.00	379.03	0.00132	-44.32	-6.62	78.23
2300	-1.97	-2.01	-1.99	-40.14	404.50	0.00124	-44.21	-5.87	74.10
2330	-1.84	-2.48	-2.16	-42.31	412.96	0.00121	-46.75	-5.31	70.56
2350	-1.74	-3.14	-2.44	-43.47	386.19	0.00129	-48.48	-4.81	66.93
2370	-2.01	-4.44	-3.23	-45.23	315.39	0.00159	-51.91	-6.08	75.35
2374	-2.55	-5.35	-3.95	-45.27	257.41	0.00194	-53.52	-8.12	84.59
2400	-3.26	-6.15	-4.71	-41.95	184.39	0.00271	-51.90	-10.28	90.61
2410	-4.59	-5.92	-5.25	-39.11	142.89	0.00350	-50.34	-13.23	95.25
2428	-7.80	-5.45	-6.62	-39.24	112.84	0.00443	-53.62	-17.84	98.36
2450	-4.42	-3.64	-4.03	-39.49	191.37	0.00261	-47.97	-12.91	94.89
2490	-2.35	-2.79	-2.57	-43.46	365.72	0.00137	-48.76	-7.42	81.89
2500	-2.35	-2.75	-2.55	-44.72	390.82	0.00128	-49.97	-7.42	81.89
2530	-3.36	-2.94	-3.15	-47.09	350.41	0.00143	-53.60	-10.53	91.14
2546	-3.30	-3.89	-3.60	-47.14	307.13	0.00163	-54.61	-10.37	90.82
2550	-3.23	-4.15	-3.69	-45.43	277.79	0.00180	-53.11	-10.18	90.40
2570	-9.51	-4.60	-7.06	-42.34	123.43	0.00405	-57.64	-19.57	98.90
2600	-9.82	-7.16	-8.49	-34.70	66.59	0.00751	-53.78	-19.84	98.96
2610	-10.00	-8.35	-9.18	-33.09	55.01	0.00909	-54.01	-20.00	99.00
2614	-10.10	-8.42	-9.26	-34.30	58.84	0.00850	-55.35	-20.09	99.02
2616	-10.05	-8.64	-9.34	-35.65	63.29	0.00790	-56.81	-20.04	99.01
2650	-4.65	-4.85	-4.75	-37.72	147.21	0.00340	-47.83	-13.35	95.38

### C. Pasir Besi 100 gram : Grafit 32.76 gram

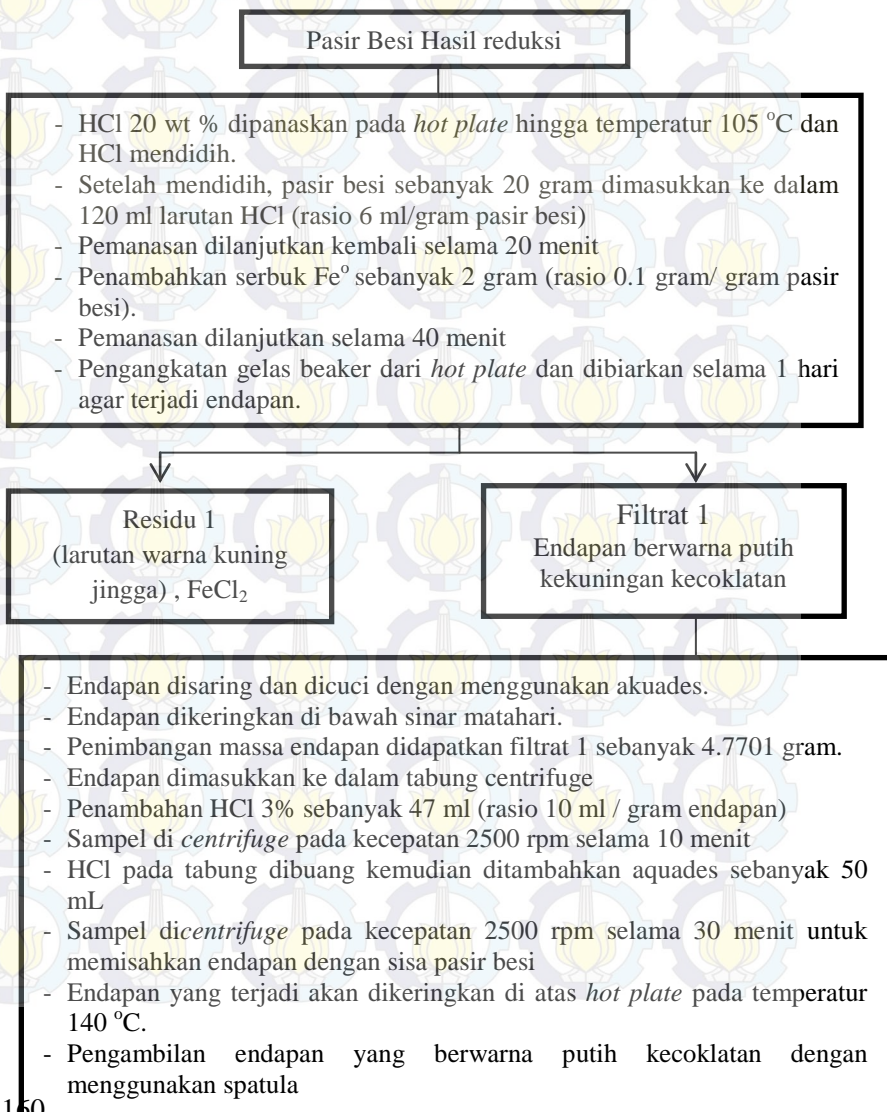
Fre-kuensi	S11	S22	Rata-rata	S21	X	koef reflect-ion	Koef Trans-mission	Reflect-ion Loss	Koef Absorb-er
2250	-5.58	-3.40	-4.49	-32.88	118.03	0.00424	-42.48	-14.93	96.78
2290	-2.79	-1.88	-2.33	-41.18	362.06	0.00138	-45.98	-8.91	87.15
2292	-2.72	-1.85	-2.29	-41.24	370.79	0.00135	-45.94	-8.69	86.48
2300	-2.52	-1.73	-2.13	-41.36	400.92	0.00125	-45.73	-8.04	84.29
2330	-1.93	-1.82	-1.88	-38.10	385.89	0.00130	-41.95	-5.72	73.21
2350	-1.88	-2.22	-2.05	-36.46	323.12	0.00155	-40.68	-5.47	71.62
2370	-2.16	-3.36	-2.76	-34.96	219.73	0.00228	-40.70	-6.69	78.59
2400	-3.38	-11.21	-7.29	-38.56	98.22	0.00509	-54.54	-10.57	91.23
2402	-3.80	-11.78	-7.79	-38.88	93.07	0.00537	-56.04	-11.60	93.07
2410	-4.79	-10.50	-7.65	-36.10	81.32	0.00615	-53.03	-13.61	95.64
2432	-8.10	-3.33	-5.72	-33.80	96.94	0.00516	-46.22	-18.17	98.48
2450	-5.46	-3.27	-4.36	-31.25	109.58	0.00456	-40.60	-14.74	96.64
2490	-2.79	-2.36	-2.58	-38.10	280.27	0.00178	-43.43	-8.92	87.16
2500	-2.63	-2.44	-2.54	-41.20	333.34	0.00150	-46.43	-8.39	85.51
2510	-2.59	-2.51	-2.55	-45.40	402.68	0.00124	-50.65	-8.27	85.09
2526	-2.35	-2.57	-2.46	-49.32	492.97	0.00101	-54.36	-7.42	81.89
2530	-5.08	-2.79	-3.93	-49.03	303.51	0.00165	-57.21	-14.11	96.12
2550	-2.69	-3.27	-2.98	-45.18	340.72	0.00147	-51.34	-8.60	86.21
2570	-3.30	-4.79	-4.05	-46.31	262.86	0.00190	-54.77	-10.38	90.84
2586	-3.54	-8.79	-6.17	-58.19	271.39	0.00184	-71.18	-10.99	92.03
2600	-6.61	-9.12	-7.87	-37.78	86.72	0.00577	-55.17	-16.41	97.71
2604	-6.71	-9.72	-8.22	-33.60	64.54	0.00775	-52.06	-16.53	97.78
2610	-8.79	-9.10	-8.95	-32.17	53.33	0.00938	-52.58	-18.88	98.71
2618	-10.35	-8.80	-9.58	-31.65	47.47	0.01053	-53.73	-20.30	99.07
2650	-5.29	-4.16	-5.29	-29.57	79.91	0.00626	-41.11	-14.47	96.43

#### D. Pasir Besi 100 gram : Grafit 45.87 gram

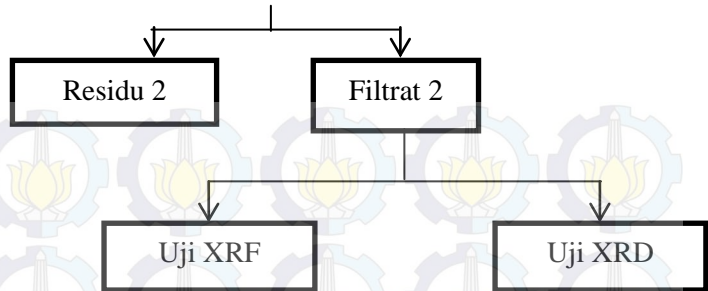
Fre-kuensi	S11	S22	Rata-rata	S21	X	koef reflect-ion	Koef Trans-mission	Reflect-ion Loss	Koef Absorb-er
2250	-6.69	-3.96	-5.33	-39.33	142.42	0.00351	-50.72	-16.51	97.77
2290	-2.18	-2.74	-2.46	-49.80	502.33	0.00100	-54.85	-6.78	79.02
2300	-1.93	-2.76	-2.34	-49.50	521.39	0.00096	-54.30	-5.70	73.10
2310	-1.85	-2.80	-2.33	-50.87	555.13	0.00090	-55.63	-5.34	70.78
2330	-1.74	-3.03	-2.38	-49.80	518.96	0.00096	-54.68	-4.81	66.97
2350	-1.75	-3.55	-2.65	-48.84	448.81	0.00111	-54.28	-4.86	67.35
2370	-2.03	-4.17	-3.10	-46.30	344.33	0.00145	-52.71	-6.13	75.64
2400	-3.35	-6.24	-4.80	-40.53	168.72	0.00296	-50.70	-10.50	91.09
2410	-4.31	-6.55	-5.43	-37.74	128.27	0.00390	-49.39	-12.69	94.62
2414	-6.57	-6.56	-6.57	-37.50	103.73	0.00482	-51.79	-16.35	97.68
2434	-9.32	-6.35	-7.83	-37.23	84.48	0.00592	-54.56	-19.39	98.85
2450	-6.66	-5.09	-5.87	-37.00	113.53	0.00440	-49.69	-16.46	97.74
2490	-2.80	-4.45	-3.63	-36.94	186.27	0.00268	-44.56	-8.93	87.22
2500	-2.65	-4.44	-3.55	-47.27	313.24	0.00160	-54.63	-8.47	85.77
2530	-2.47	-4.17	-3.32	-52.01	405.76	0.00123	-58.87	-7.85	83.60
2542	-2.40	-4.17	-3.29	-53.13	427.85	0.00117	-59.91	-7.60	82.64
2550	-2.61	-4.18	-3.40	-50.61	375.16	0.00133	-57.63	-8.35	85.37
2570	-3.03	-4.24	-3.63	-49.80	339.41	0.00147	-57.33	-9.61	89.07
2600	-5.30	-6.39	-5.85	-39.06	127.50	0.00392	-51.63	-14.48	96.43
2610	-7.45	-7.38	-7.42	-37.30	90.00	0.00556	-53.63	-17.45	98.20
2624	-9.76	-9.76	-9.76	-37.25	66.19	0.00755	-59.34	-19.78	98.95
2626	-9.55	-8.89	-9.22	-37.15	70.18	0.00712	-57.90	-19.60	98.90
2650	-5.48	-6.68	-6.08	-37.10	110.11	0.00454	-50.26	-14.77	96.67

## LAMPIRAN 7

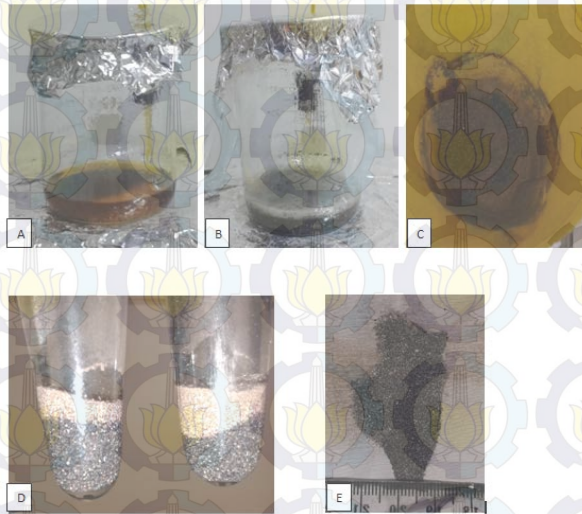
### (Diagram Alir *Leaching* Asam Klorida)





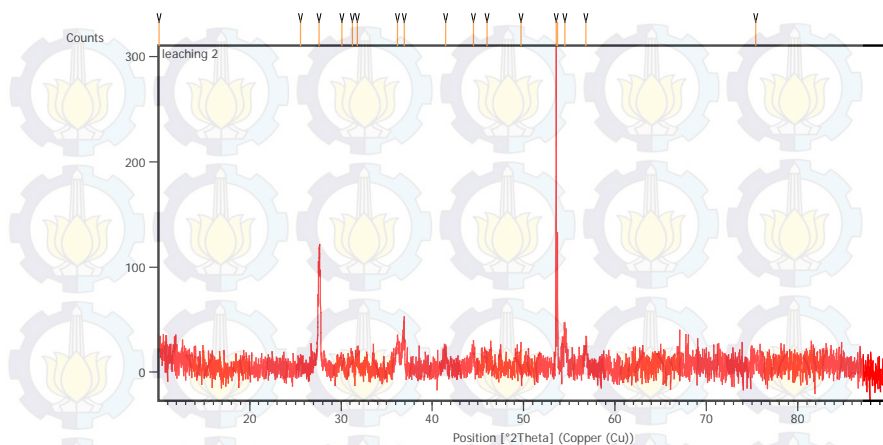


### Dokumentasi Kegiatan



**Gambar 11.** (a) Ketika pasir besi dimasukkan ke dalam HCl (b) Penambahan Fe Reduktor (c) Filtrat 1 (d) Endapan setelah proses *centrifuge* (e) Filtrat 2

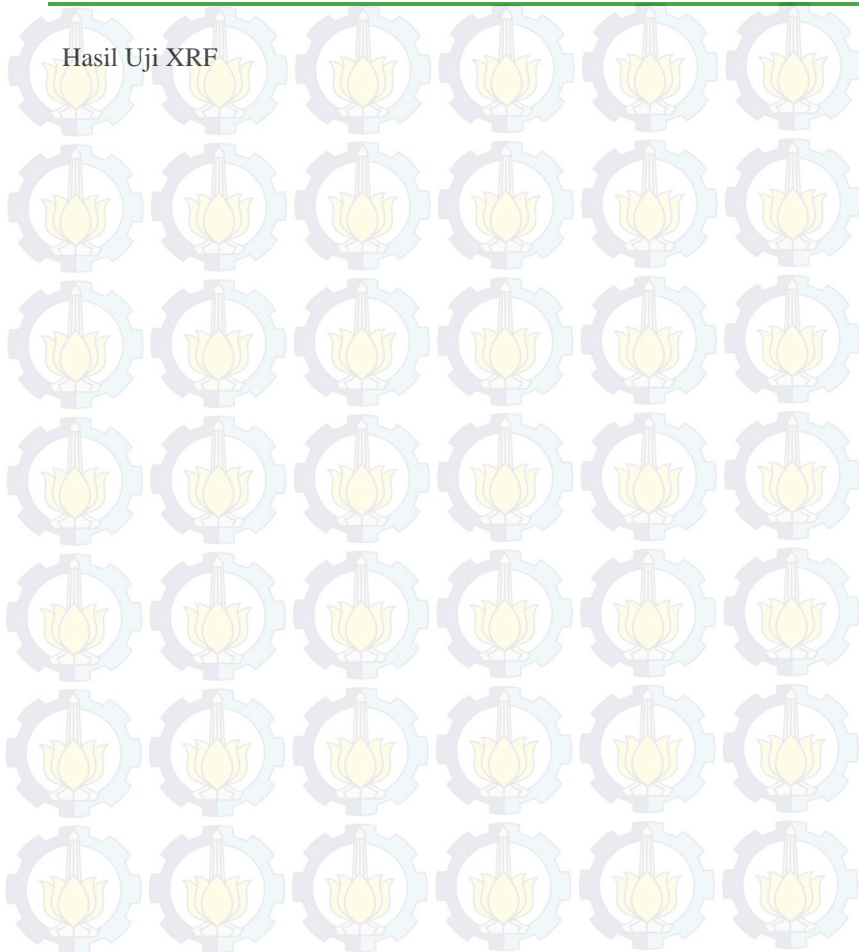
## Hasil Uji XRD



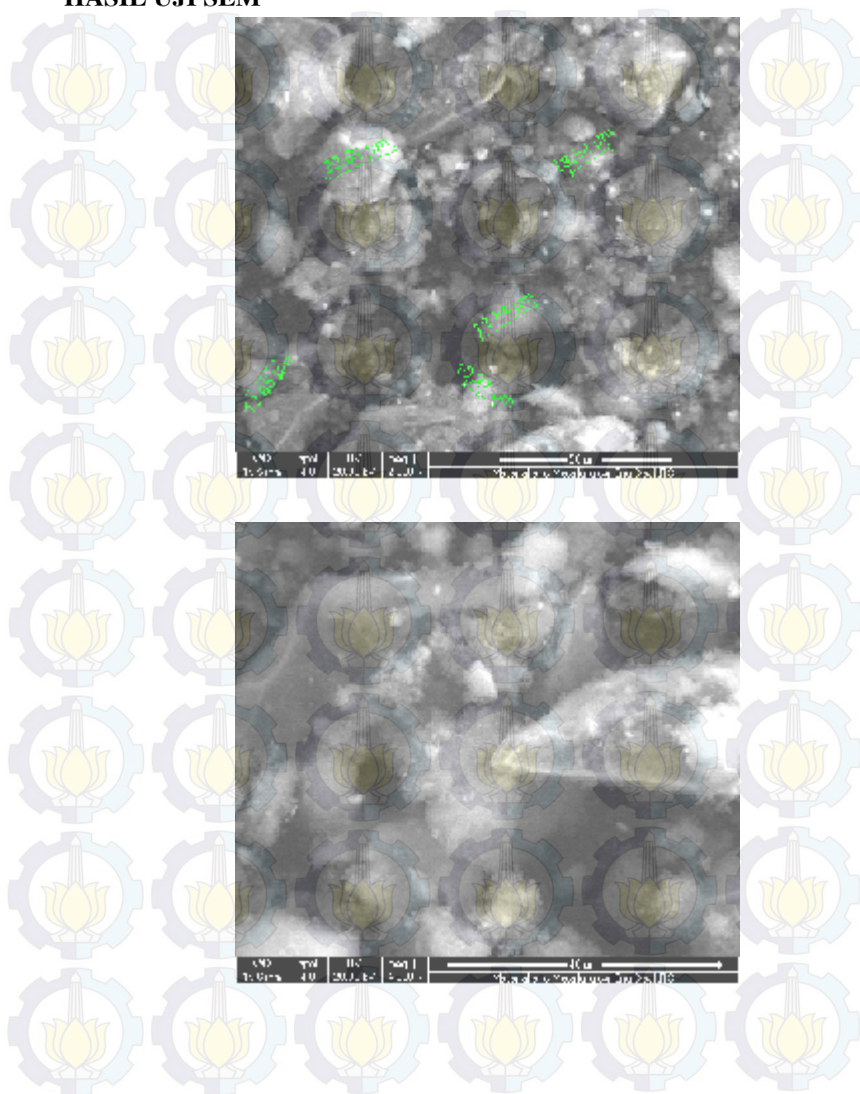
PeakList:

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.0708	13.03	0.1673	8.78347	4.23
25.5513	5.99	0.5353	3.48628	1.95
27.5965	106.11	0.2676	3.23239	34.49
30.1248	8.15	0.6691	2.96661	2.65
31.2445	7.85	0.3346	2.86281	2.55
31.7832	15.18	0.2676	2.81551	4.93
36.1603	29.99	0.2676	2.48411	9.75
36.9074	47.95	0.1338	2.43553	15.58
41.4871	18.90	0.2676	2.17665	6.14
44.4914	17.32	0.1338	2.03640	5.63
45.9837	10.21	0.5353	1.97373	3.32
49.7001	23.40	0.0612	1.83298	7.60

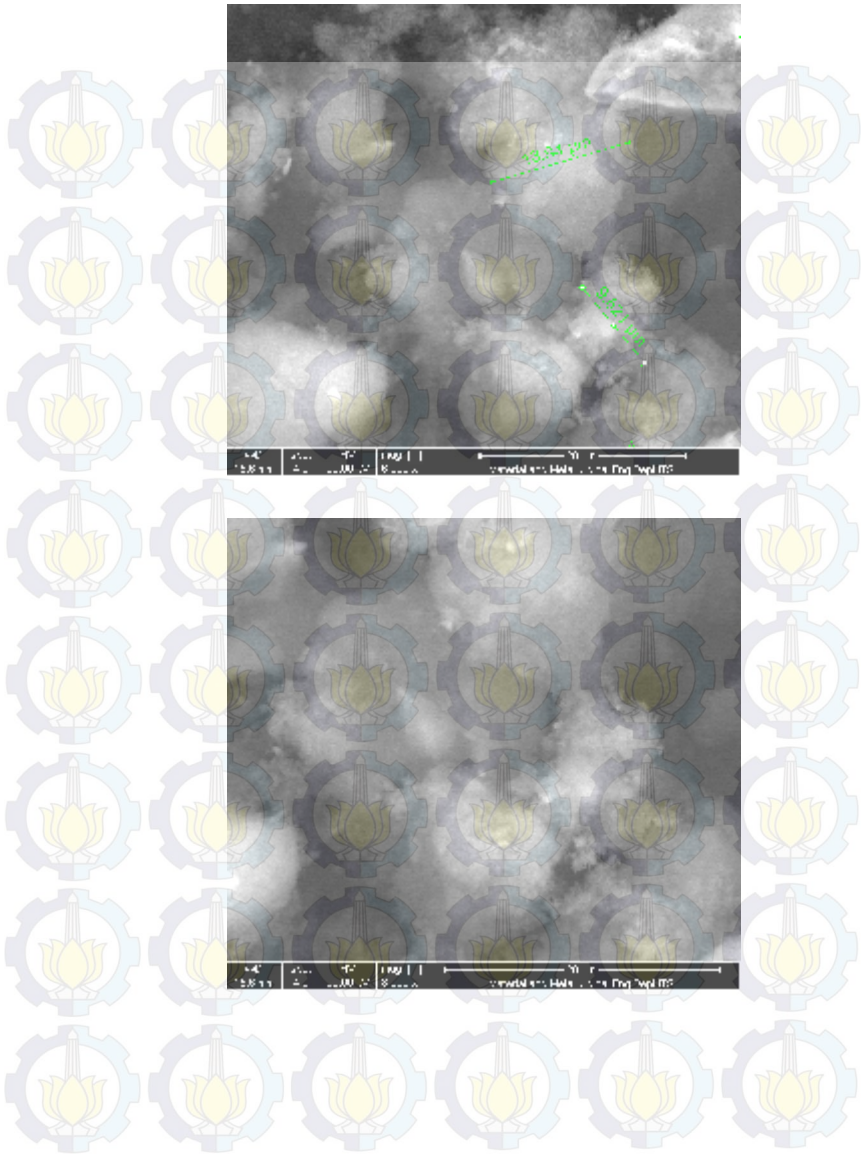
53.5640	307.71	0.0612	1.70951	100.00
53.7051	126.87	0.0612	1.70958	41.23
54.5397	28.48	0.4896	1.68121	9.26
56.8329	28.72	0.3264	1.61869	9.33
75.3910	8.88	0.9792	1.25976	2.88

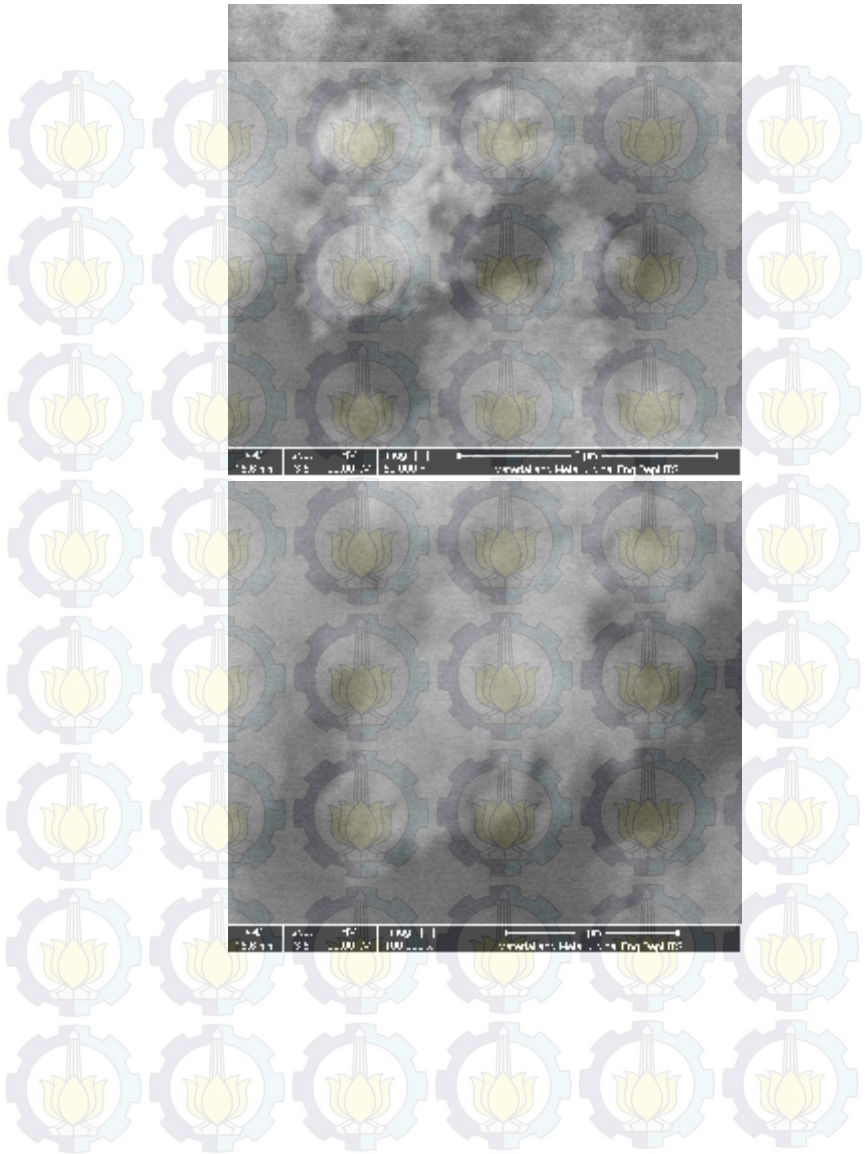


## LAMPIRAN 8 HASIL UJI SEM

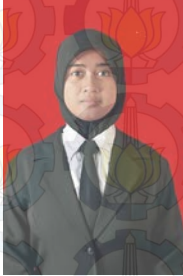








## **BIODATA PENULIS**



(ITS) Surabaya.

Penulis aktif dalam beberapa kegiatan organisasi kampus sebagai staff Departemen Hubungan Luar Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi (HMMT FTI-ITS) periode 2012/2013 dan Steering Comitte Kaderisasi HMMT FTI-ITS periode 2012/2013 dan 2013/2014. Dalam memulai keprofesiannya, penulis melaksanakan kerja praktek di PT. Badak NGL, Bontang dengan tema Failure Analysis.

Ketertarikan didunia pertambangan dan mimpi untuk nasionalisasi asset sumber daya mineral Indonesia mendukung penulis untuk mengambil tugas akhir di bidang Metalurgi Ekstraksi.

E-mail : [miftakhur.its@gmail.com](mailto:miftakhur.its@gmail.com)



(halaman sengaja dikosongkan)