

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ekstraksi TiO_2 dengan media *leaching* klorida dari *slag* meliputi beberapa tahapan proses pengerjaan diantaranya adalah proses *leaching*, *digesting*, reduksi, presipitasi dan kalsinasi. Bab ini menjelaskan mengenai setiap hasil yang diperoleh disertai dengan analisis data yang disajikan dalam bentuk grafik dan tabel.

4.1 Preparasi Sampel

Preparasi sampel sangat perlu dilakukan selain hal yang mendasar juga sangat penting dalam proses laboratorium. Pada tahap preparasi dilakukan pengecilan ukuran sampai -325 mesh . Ukuran partikel yang kecil akan memungkinkan mineral berharga untuk terlepas (terliberasi) dari pengotornya. Berdasarkan penelitian – penelitian sebelumnya, ukuran partikel juga berpengaruh terhadap peningkatan laju pelarutan spesi (zat terlarut meningkat seiring dengan besarnya luas permukaan sampel) [8]. **Gambar IV.1** menunjukkan *slag* sebelum dan sesudah dilakukan proses pengecilan ukuran.



Gambar I.1 (a) *Slag* sebelum dipreparasi (b) *Slag* yang telah melalui proses preparasi

Dalam proses ekstraksi TiO_2 , ukuran partikel sering dihubungkan dengan efisiensi *leaching*. Semakin kecil ukuran partikel efisiensi *leaching* semakin tinggi, begitu juga sebaliknya, ketika ukuran partikel diperbesar efisiensi

leaching menjadi menurun. Hal ini disebabkan karena ukuran partikel kecil membuat luas permukaan semakin besar, sehingga untuk mencapai tumbukan antar molekul menjadi efektif dan menyebabkan reaksi berlangsung lebih cepat. Selain itu reaksi yang bersifat heterogen ini sangat dipengaruhi oleh ukuran partikel.

Pada tahap preparasi awal, digunakan *sieve shaker*. Sebenarnya teknik mengayak menggunakan *sieve shaker* merupakan cara yang sudah lama, teknik pengayakan ini merupakan teknik ayak kering. Dengan prinsip getaran, *sieve shaker* mampu memisahkan ukuran sampel berdasarkan fraksi – fraksi tertentu. Metode ini banyak digunakan dalam skala besar atau industri.

Untuk alat penggiling digunakan *vibrating cup mill* alat ini dipilih karena dapat menghasilkan ukuran partikel yang sangat halus dengan waktu *milling* yang sangat singkat. Pada proses ini dilakukan hanya dalam waktu 2 menit. Dalam proses *milling*, waktu sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel, jika terlalu lama dalam proses penggilingan ukuran partikel akan terlalu kecil atau tidak sesuai dengan ukuran yang diinginkan, hal ini tentu saja mempengaruhi pada saat proses *leaching*.

Kemudian untuk menghomogenkan *slag* yang telah halus, digunakan metode *coning quartering*. Ketika percobaan yang dilakukan harus menggunakan banyak variabel. Pembagian sampel tentunya tidak dibenarkan jika tidak melewati proses *coning quartering*, karena teknik *coning* mampu meminimalisir ketimpangan jumlah kandungan senyawa antara satu sampel dengan sampel lainnya. Selain untuk menghomogenkan kandungan mineral, juga untuk pemerataan unsur mineral yang ada dalam sampel.

Setelah preparasi, dilakukan analisis terhadap *slag* dengan menggunakan XRF, yang bertujuan untuk mengetahui komposisi mineral yang terdapat di dalam *slag*, data tersebut digunakan untuk perhitungan stoikiometri.

4.2 Perlakuan sampel

Slag titanium menjadi pilihan untuk dianalisis karena keberadaannya yang dianggap limbah. pengolahannya dapat dilakukan dengan proses sulfat atau proses klorida. Pada penelitian ini, proses ekstraksi menggunakan proses klorida, yang akan dipaparkan sebagai berikut:

4.2.1 Leaching

Tujuan dilakukannya proses *leaching* adalah untuk melarutkan pengotor atau unsur mineral lain selain TiO_2 seperti Fe, Al, dan Ca. Selain itu, *leaching* juga berguna untuk meningkatkan kadar TiO_2 . Proses *leaching* dilakukan menggunakan pelarut HCl karena sifatnya lebih selektif dalam menyeleksi mineral terlarut dibandingkan dengan H_2SO_4 . Selain itu penggunaan HCl dapat meningkatkan rasio pelarutan logam pengotor dalam *slag* [9]. Secara ringkas dapat dilihat pada **Tabel IV.1** dari data tersebut menunjukkan kadar TiO_2 dan Fe pada saat sebelum dan sesudah proses *leaching*.

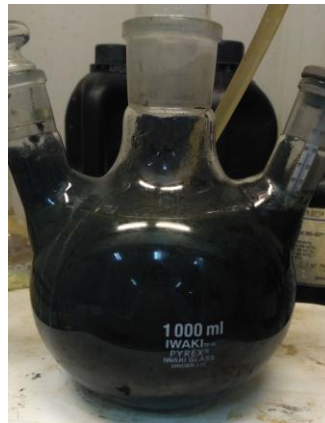
Tabel IV.1 Data hasil XRF persentase setiap kandungan *slag* pada saat sebelum dan sesudah mengalami proses *leaching*

Senyawa	Persentase Sebelum <i>Leaching</i> (%)	Persentase Sesudah <i>Leaching</i> (%)				
		L1	L2	L3	L4	L5
HFO ₂	0,002	-	-	-	-	-
SO ₃	0,003	0,081	0,065	0,031	0,068	0,021
Y ₂ O ₃	0,010	-	-	-	-	-
CeO ₂	0,010	-	-	-	-	-
ZrO ₂	0,044	-	-	-	-	-
P ₂ O ₅	0,045	0,11	-	0,12	0,16	0,18
NiO	0,083	0,002	0,020	0,12	0,064	0,078
Cr ₂ O ₃	0,14	-	0,15	0,12	0,097	0,085
ZnO	0,18	0,016	0,012	0,012	0,011	0,010
K ₂ O	0,40	0,35	0,32	0,34	0,43	0,46
CaO	0,59	1,06	0,68	0,72	0,87	0,95
MnO	0,65	0,41	0,39	0,35	0,24	0,20
MgO	3,21	1,63	1,45	1,34	0,92	0,69
Al ₂ O ₃	7,21	11,76	12,95	12,20	11,21	10,93
TiO₂	10,37	16,83	18,20	20,23	26,54	29,39
SiO ₂	11,31	18,56	21,75	24,88	32,66	37,10
Fe₂O₃	59,09	48,98	43,86	39,39	26,99	19,87

Hasil analisis XRF pada **Tabel IV.1** menunjukkan bahwa adanya pengaruh waktu, suhu dan konsentrasi terhadap peningkatan kadar TiO_2 . Terbukti dengan kadar TiO_2 dari L1 – L5 meningkat hingga 20%. Sedangkan untuk Fe menurun seiring kenaikan suhu, waktu dan konsentrasi. Dari L1 – L5 hasil terbaik adalah L5, dengan variabel yang digunakan, suhu 90 °C, waktu *leaching* 5 jam dan konsentrasi HCl 7 N.

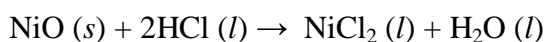
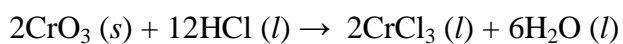
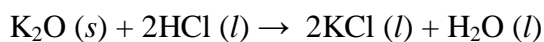
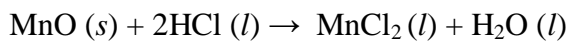
Penggunaan konsentrasi 3, 4, 5, 6, 7 N ini karena sebelumnya telah dilakukan penelitian dengan konsentrasi lebih rendah dan lebih tinggi dari rentang konsentrasi yang dilakukan saat ini. Hasilnya menunjukkan untuk konsentrasi yang lebih rendah, jumlah Fe terlarut pada saat proses *leaching* sangat sedikit, sehingga residu masih banyak terkandung Fe, sedangkan untuk konsentrasi yang lebih tinggi, TiO₂ ikut larut.

Pada saat proses *leaching* berlangsung larutan dalam labu leher tiga menjadi berwarna hijau, semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan larutan di dalam labu berwarna semakin hijau pekat (hijau lumut) sampai berwarna kehitaman. Hal ini mengindikasikan banyaknya Fe yang terlarut ke dalam filtrat. **Gambar I.2** merupakan proses *leaching* ketika sedang berlangsung.



Gambar I.2 Proses *leaching slag*

Reaksi yang terjadi ketika proses *leaching* adalah sebagai berikut:



Ketika proses *leaching* berjalan, dilakukan sampling, sampling ini bertujuan untuk melihat kinetika reaksi. **Gambar I.3** menunjukkan hasil sampling pada saat proses *leaching*. Kinetika reaksi akan dibahas pada sub bab kinetika reaksi dalam bentuk grafik.



Gambar I.3 (a) Proses penyaringan hasil sampling (b) Hasil akhir sampling

Selain variasi konsentrasi, juga dilakukan variasi suhu dan waktu yaitu rentang suhu yang digunakan adalah 70, 75, 80, 85, 90 °C, suhu tersebut digunakan karena jika ekstraksi TiO_2 dilakukan pada suhu kurang dari 70 °C reaksi yang terjadi kurang sempurna, atau belum banyak Fe yang terlarut, hal ini diindikasikan dengan warna larutan, ketika suhu di bawah 70 °C larutan masih tidak berwarna. Namun jika digunakan suhu di atas 90 °C, TiO_2 akan terlarut. Karena semakin tinggi suhu, semakin banyak jumlah Ti yang larut ke dalam filtrat. Menurut Fathi Habashi, TiO_2 akan larut pada suhu 180 – 200 °C, hal ini dilakukan pada proses *digesting*, maka suhu terlalu tinggi tidak dilakukan pada proses *leaching*.

Kemudian waktu proses *leaching* yang dibuat berbeda berpengaruh terhadap jumlah Fe terlarut, karena semakin lama waktu *leaching* maka waktu kontak antar pelarut dan *slag* akan semakin lama, sehingga didapatkan filtrat dengan kandungan Fe yang tinggi. Hubungan waktu *leaching* dengan proses *leaching* akan ditunjukkan pada sub bab kinetika reaksi *leaching*.

1.2.2 *Digesting*

Proses *digesting* dilakukan dengan menggunakan residu hasil *leaching* terbaik yaitu L5. Untuk menghilangkan Fe yang masih tersisa, dan untuk mengoptimasi kandungan TiO₂, residu kemudian *dileaching* kembali dengan menggunakan HCl 7 N selama 5 jam. Persentase TiO₂ dan Fe₂O₃ sebelum dan sesudah *leaching* optimasi, ditunjukkan pada **Tabel IV.2**.

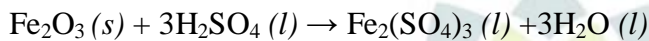
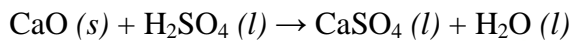
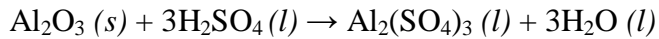
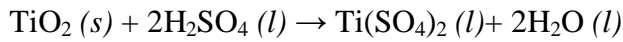
Tabel IV.2 Persentase TiO₂ dan Fe₂O₃ sebelum dan sesudah *leaching* optimasi

Senyawa	Komposisi <i>leaching</i> optimasi (%)	
	Sebelum <i>leaching</i> optimasi	Sesudah <i>leaching</i> optimasi
TiO ₂	29,39	32,60
Fe ₂ O ₃	19,87	10,10

Proses *digesting* merupakan metode *baking* dimana suhu yang digunakan pada metode *baking* ini adalah 200 °C [6]. Proses *digesting* yang dilakukan pada penelitian ini yaitu 180 °C, karena menurut Fathi Habashi reaksi dengan H₂SO₄ pada *leaching ilmenite* atau *slag* titanium akan dimulai pada suhu 180 °C, reaksi akan berlangsung sangat cepat dengan kenaikan suhu yang sangat cepat karena terjadi hidrasi asam, reaksi yang terjadi bersifat eksotermik. Waktu *digesting* yang digunakan adalah 1 jam. sebenarnya pada proses ini, setelah mencapai suhu maksimum campuran harus dibiarkan hingga *mature* yaitu dengan periode waktu 1 – 12 jam tergantung pada bahan baku, tetapi karena beberapa pertimbangan, proses ini hanya dilakukan 1 jam. Proses *digesting* dapat dilakukan lebih cepat jika dihembuskan udara pada saat proses menaikkan suhu atau pada fase *maturing*.

Pada saat *digesting* campuran di dalam labu dasar bulat akan mengeras (*cake*), hal ini terjadi karena penggunaan temperatur tinggi dan banyaknya H₂SO₄ dan H₂O yang menguap. Proses pengadukan pada *digesting* sangat sulit dilakukan karena putaran pengaduk magnetik tidak konstan disebabkan karena semakin lama waktu *digesting*, sistem semakin mengering.

Digesting dilakukan pada variasi konsentrasi H₂SO₄ 77, 82, 87, 92, 97%. Proses *digesting* ini bertujuan untuk melarutkan TiO₂, sehingga konsentrasi pelarut yang digunakan harus tinggi. Pemilihan larutan H₂SO₄ karena untuk membentuk garam - garam sulfat. Pada proses *digesting* ini reaksi dominan yang terjadi antara lain:



Setelah proses *digesting* dilakukan *leaching* H₂O, *leaching* ini bertujuan untuk melarutkan pengotor – pengotor yang dapat larut dalam air, untuk melarutkan *cake* yang mengerak pada labu juga untuk mengurangi kandungan SO₄²⁻ yang berlebih. *Leaching* air ini dilakukan variasi suhu dan waktu seperti pada *leaching* asam klorida. Berikut merupakan beberapa data hasil pengujian XRF untuk setiap tahapan pada proses *digesting*.

Tabel IV.3 Hasil XRF untuk semua residu

Senyawa	Persentase Sebelum Digesting (%)					Persentase Sesudah Digesting (%)				
	L1	L2	L3	L4	L5	D1	D2	D3	D4	D5
P ₂ O ₅	0,11	-	0,12	0,16	0,18	0,062	0,067	0,13	0,13	0,14
K ₂ O	0, 35	0,32	0,34	0,43	0,46	0,51	0,57	0,43	0,46	0,43
MnO	0,41	0,39	0,35	0,24	0,20	0,064	0,072	0,011	0,016	0,01
CaO	1,06	0,68	0,72	0,87	0,95	1,17	1,24	1,04	1,05	1,10
MgO	1,63	1,45	1,34	0,92	0,69	0,37	0,37	0,33	0,33	0,33
Al ₂ O ₃	11,76	12,95	12,20	11,21	10,93	5,52	5,61	4,35	4,45	4,57
TiO ₂	16,83	18,20	20,23	41,20	32,60	7,93	9,23	36,46	34,90	36,72
SiO ₂	18,56	21,75	24,88	32,66	37,10	54,71	57,99	35,82	40,61	39,09
Fe ₂ O ₃	48,98	43,86	39,39	8,60	10,10	4,08	4,06	2,29	2,47	2,77

Tabel IV.3 merupakan data dari hasil pengujian XRF semua residu. Untuk data D1 – D5 merupakan hasil *digesting* untuk residu L5. Residu L5 dibagi menjadi lima bagian hal ini karena L5 merupakan hasil terbaik dan dari hasil terbaik tersebut dilakukan berbagai variasi seperti yang telah disebutkan sebelumnya. Secara lebih jelas data untuk hasil *digesting* ditunjukkan oleh **Tabel IV.4**.

Tabel IV.4 Hasil XRF sebelum dan sesudah *digesting*

Senyawa	Sebelum <i>digesting</i> (%)		Setelah <i>digesting</i> (%)			
	L5	D1	D2	D3	D4	D5
P ₂ O ₅	0,18	0,062	0,067	0,13	0,13	0,14
K ₂ O	0,46	0,51	0,57	0,43	0,46	0,43
MnO	0,20	0,064	0,072	0,011	0,016	0,01
CaO	0,95	1,17	1,24	1,04	1,05	1,10
MgO	0,69	0,37	0,37	0,33	0,33	0,33
Al ₂ O ₃	10,93	5,52	5,61	4,35	4,45	4,57
TiO ₂	32,60	7,93	9,23	36,46	34,90	36,72
SiO ₂	37,10	54,71	57,99	35,82	40,61	39,09
Fe ₂ O ₃	10,10	4,08	4,06	2,29	2,47	2,77

Seperti yang telah dijelaskan **Tabel IV.4** merupakan data hasil pengujian XRF proses *digesting*, residu yang digunakan untuk pengujian XRF diambil dari residu yang telah melewati proses *leaching* air serta proses sampling. Dari data di atas dapat disimpulkan bahwa hasil terbaik ditunjukkan oleh D1 dan D2 karena dapat kedua residu tersebut hanya sedikit mengandung TiO₂, sedangkan untuk residu lainnya kadar TiO₂ masih cukup tinggi. Hal ini dapat dipengaruhi oleh suhu yang digunakan pada saat proses *leaching* air [6]. Pada saat *leaching* air juga dilakukan *sampling*, agar dapat diketahui pengendali laju reaksi yang terjadi, yang akan dijelaskan pada sub bab kinetika reaksi *digesting*.

Pada proses ini juga dilakukan studi kinetika, jika pada proses *leaching* fokus terhadap pelarutan pengotor utama yaitu Fe, maka pada proses *digesting* akan dijelaskan mengenai studi kinetika pada Ti yang larut dan masih menggunakan metode SCM. Pada proses *digesting*, kinetika reaksi diamati pada saat proses *leaching* H₂O.

4.2.3 Reduksi

Penambahan Fe° bertujuan untuk mereduksi ferro sulfat menjadi ferri sulfat ($\text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{2+}$). Proses penambahan Fe diberikan secara berlebih hal ini menyebabkan kandungan Fe dalam filtrat menjadi bertambah karena banyak Fe° yang larut dan terbentuk senyawa Fe_2O_3 dalam jumlah yang sangat tinggi, hal ini menyebabkan hasil ekstraksi menjadi tidak murni dengan presentase Fe mencapai 70%, hal ini tentu sangat merugikan, karena seperti yang telah diketahui kadar Fe sudah sangat sedikit sekali pada saat setelah proses *digesting*. Proses ini juga dapat mengindikasikan banyak atau tidaknya kadar TiO_2 yang larut dengan cara melihat warna larutan yg ditambahkan reduktor, untuk filtrat dengan kandungan Ti yang tinggi larutan menjadi berwarna ungu, hal tersebut dapat dilihat pada **Lampiran G**. Seperti yang telah diketahui, bahwa untuk variasi D3, D4, D5 sangat sedikit Ti yang larut sehingga ketika direduksi pun warna larutan hanya berwarna ungu transparan berbeda dengan D1 dan D2 filtrat berwarna violet, hal tersebut dapat menandakan bahwa Ti banyak yang terekstrak.

4.2.4 Kristalisasi

Larutan yang telah direduksi yang mengandung FeSO_4 . Larutan kemudian didinginkan dengan tujuan untuk pembentukan kristal $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Namun pada penelitian ini tidak terbentuk Kristal, hal ini dapat disebabkan karena proses reduksi tidak berjalan dengan baik dikarenakan penambahan Fe° yang sangat berlebihan.

4.2.5 Presipitasi

Presipitasi dapat dilakukan secara fisika dan kimia pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan proses kimia, untuk proses kimia sendiri dapat dilakukan dengan memasukkan agen pengendap yaitu NH_4OH . Pemilihan agen pengendap NH_4OH karena untuk membentuk logam – logam hidroksida. Ketika ditambahkan NH_4OH terbentuk endapan merah, dan kuning. Warna merah menunjukkan bahwa kadar Fe_2O_3 yang bereaksi dengan NH_4OH membentuk $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dengan kadar yang sangat tinggi, sehingga endapan berwarna merah kecoklatan. Sedangkan untuk endapan yang berwarna kuning yaitu P1 dan P2, menunjukkan bahwa kadar TiO_2 . Sebenarnya untuk endapan TiO_2 berwarna putih

tetapi karena banyaknya kontaminan menjadikan endapan berwarna kuning yang dapat dilihat pada **Lampiran G**.

4.2.6 Kalsinasi

Produk TiO_2 dari hasil presipitasi masih mengikat air dalam bentuk senyawa $\text{TiO}(\text{OH})_2$ dengan struktur yang tidak beraturan (amorf). Sehingga pengeringan dan kalsinasi diperlukan untuk menghilangkan air hidrat juga untuk menghasilkan TiO_2 dengan struktur kristal yang tersusun rapih. Pemilihan suhu kalsinasi yaitu $900\text{ }^\circ\text{C}$ karena rutil mulai terbentuk pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ dan mulai stabil pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ karena hal tersebut maka suhu tersebut dianggap optimum. Hal ini juga didasarkan pada penelitian yang telah dilakukan pada jurnal *Effect of calcination temperatures on structures of TiO_2 powders prepared by hydrothermal method using Thai leucoxene mineral* [17]. Temperatur juga mempengaruhi terhadap struktur Kristal TiO_2 yang dihasilkan karena fasa TiO_2 seperti rutil, anatase dan brookit memiliki spesifikasi struktur kristal yang berbeda. Selain itu, proses kalsinasi juga untuk menghilangkan sisa – sisa garam ammonium sulfat dari sisa pengendapan, ammonium sulfat akan lepas pada suhu $520\text{ }^\circ\text{C}$.

4.3 Karakterisasi XRF

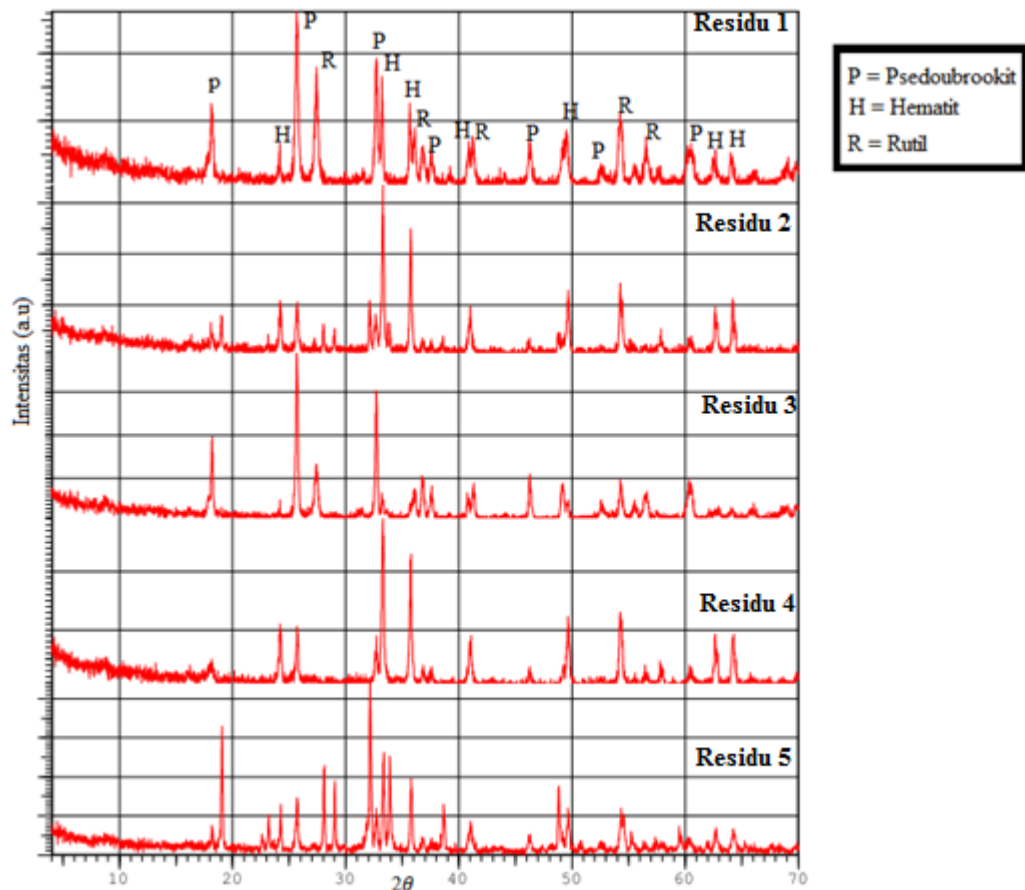
Pada Tabel merupakan hasil XRF dari residu hasil akhir proses ekstraksi, dimana terlihat bahwa masih terdapat Fe_2O_3 dalam jumlah yang cukup dominan pada residu. Hasil terbaik ditunjukkan oleh residu ke – 1 kadar TiO_2 sebesar 42,57%. **Tabel IV.5** menunjukkan TiO_2 dengan kadar tertinggi terdapat pada residu 1, dimana warna yang ditunjukkan pada residu 1 yaitu warna kuning, hasil ini sangatlah jauh bila dikatakan hasilnya baik, karena walaupun kadar TiO_2 meningkat dari kadar awal, kandungan besi masih jadi masalah utama dimana besi yang terkandung sangat tinggi, untuk kandungan besi tertinggi ditunjukkan oleh residu 5, untuk hasil residu 5 berwarna merah kecoklatan menandakan banyaknya hematit atau kadar besi yang terkandung di dalam residu tersebut.

Tabel IV.5 Hasil Akhir Pengujian XRF

Senyawa	Residu 1	Residu 2	Residu 3	Residu 4	Residu 5
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
ZnO	0,016	0,009	0,010	0,024	0,052
CuO	0,015	0,011	0,008	0,040	0,023
Al ₂ O ₃	6,78	12,33	14,80	6,39	9,23
SiO ₂	0,49	2,28	1,94	0,45	3,23
MgO	0,19	1,12	0,83	0,12	0,95
CaO	0,16	0,42	0,36	0,13	0,49
P ₂ O ₅	0,16	0,018	0,025	0,14	0,021
Cr ₂ O ₃	0,086	0,15	0,16	0,088	0,13
SO ₃	0,035	2,24	0,059	0,049	14,20
PbO	0,025	0,021	0,075	0,007	0,20
Fe ₂ O ₃	49,28	49,86	70,49	71,71	61,83
SiO ₂	0,49	2,28	1,94	0,45	3,23
TiO ₂	42,57	42,48	10,58	9,64	9,30

4.4 Karakterisasi XRD

Gambar IV.6 merupakan difraktogram hasil uji XRD pada residu 1 – 5. Untuk **P** menunjukkan Pseudeobrookit (FeTiO_5), **H** adalah Hematit (Fe_2O_3) dan **R** merupakan rutil (TiO_2). Hematit didapatkan dari reaksi pada saat penambahan Fe° ketika proses reduksi, Fe° yang berlebih menyebabkan Fe° larut sehingga terbentuk Fe_2O_3 dalam jumlah yang sangat tinggi. Hasil XRF menunjukkan bahwa Fe_2O_3 49,28%, fasa Fe_2O_3 terbentuk karena besi teroksidasi menjadi Fe^{3+} . Sebelum dilakukan kalsinasi Fe masih berbentuk $\text{Fe}(\text{OH})_3$, kemudian terdekomposisi menjadi Fe_2O_3 , hematit dapat terbentuk pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C} - 900\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian untuk rutil dan pseudobrookit terbentuk pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$.



Gambar I.4 Difraktogram Hasil Uji XRD pada Residu L5

4.5 Studi Kinetika Reaksi

Studi kinetika reaksi dimaksudkan untuk mengetahui faktor pengendali yang mempengaruhi untuk setiap proses.

4.5.1 Studi Kinetika Reaksi *Leaching*

Pada proses *leaching slag* titanium, dapat ditentukan oleh pengendali laju yang digunakan untuk menentukan faktor-faktor yang mempengaruhi proses *leaching*. Pengendali laju dapat ditentukan menggunakan model kinetika melalui reaksi kimia antarmuka dan difusi melalui film fluida. Studi kinetika *leaching* dilakukan pada ukuran partikel -325# dengan variasi temperatur (70, 75, 80, 85, 90 °C) dan variasi konsentrasi (3, 4, 5, 6, 7 N). Diasumsikan bahwa *slag* berbentuk bola dan model kinetiknya menggunakan persamaan (2.1), (2.2) dan (2.3) yang telah dipaparkan pada Bab II.

Dari lima grafik %Ekstraksi pada **Lampiran C** menunjukkan bahwa pelarutan Fe sangat cepat pada awal proses *leaching* dan cenderung menurun pada akhir proses *leaching*. Sedangkan, untuk TiO₂ sangat stabil dan cenderung konstan. Untuk %ekstraksi tertinggi terdapat pada grafik (e) yaitu sebesar 54,71%.

4.5.2 Penentuan Pengendali Proses *Leaching*

Penentuan pengendali laju reaksi *leaching* dilakukan berdasarkan model persamaan matematis (persamaan 2.1, 2.2, 2.3). Berdasarkan persamaan tersebut maka X_t didefinisikan sebagai fraksi mol total Fe yang larut selama proses *leaching*, yang dapat dihitung menggunakan persamaan (2.1), atau cara lain menghitung X_t yaitu dengan (%ekstraksi/100). Nilai X_t akan ditunjukkan pada tabel pada **Lampiran D** pada **Tabel D.1**.

Dari nilai X_t dapat di plotkan menjadi nilai pengendali laju difusi melalui lapisan yang tidak bereaksi dan pengendali reaksi kimia antarmuka yang akan dipaparkan pada **Lampiran D** pada **Tabel D.2 dan D.3**.

Untuk mengetahui kinetika pengendali pada saat *leaching*, maka dibuat grafik terhadap dua pengendali utama, yaitu untuk pengendali laju difusi melalui lapisan yang tidak bereaksi dan pengendali reaksi kimia antarmuka yang dapat dilihat pada **Lampiran D**. Tujuan pembuatan grafik yaitu untuk mengetahui nilai koefisien korelasi (R^2) yang didapat dari hasil persamaan garis yang menunjukkan hubungan antara waktu dan model kinetika.

4.5.3 Pengendali Laju Difusi Melalui Lapisan yang Tidak Bereaksi

Pengendali laju difusi melalui lapisan yang tidak bereaksi dihitung menggunakan persamaan persamaan (2.2) yang ditunjukkan pada **Lampiran D**. Lima kurva tersebut merupakan plot antara waktu *leaching* dengan persamaan $1-3(1-X_t)^{2/3} + 2(1-X_t)$ dan menghasilkan suatu persamaan garis yang linear, seperti yang ditunjukkan pada grafik persamaan (2.1) pada **Lampiran D**.

Dari lima grafik tersebut didapat nilai R^2 dari persamaan garis yang ditunjukkan pada **Tabel IV.2** sebagai penentu pengendali laju reaksi yang terjadi.

Tabel IV.6 Nilai R^2 Difusi

Kode sampel	Persamaan garis	R^2
<i>Leaching</i> 1 (3N/1 jam)	$y = -0.0002x + 1.9861$	0.676
<i>Leaching</i> 2 (4N/2 jam)	$y = 0.0002x + 1.9293$	0.6442
<i>Leaching</i> 3 (5N/3 jam)	$y = 6E-06x + 1.9913$	0.1016
<i>Leaching</i> 4 (6N/4 jam)	$y = 3E-05x + 1.9822$	0.8521
<i>Leaching</i> 5 (7N/5 jam)	$y = 0.0009x + 1.694$	0.8177

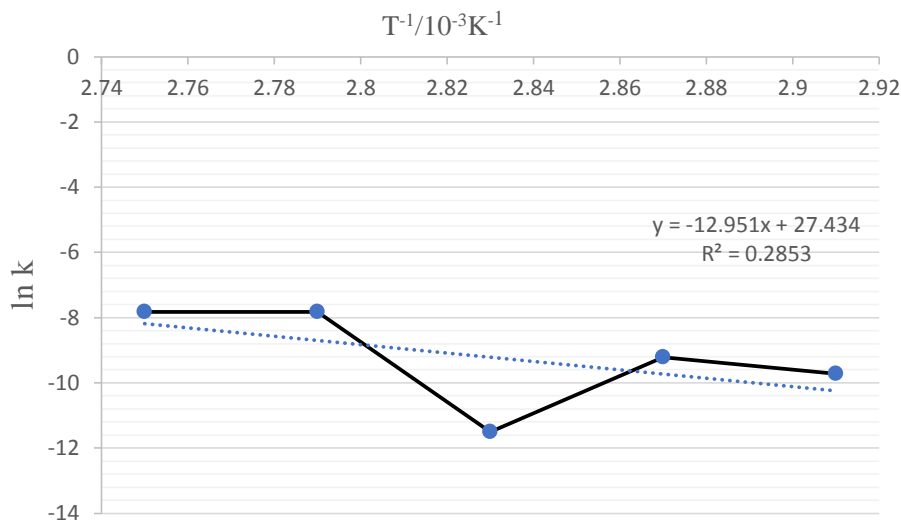
4.5.4 Pengendali Reaksi Kimia Antarmuka

Lima kurva pengendali reaksi kimia antarmuka dari persamaan (2.3) pada **Lampiran D** yang memplotkan hubungan antara waktu *leaching* terhadap $1-(1-Xt)^{1/3}$. Dari lima grafik tersebut didapat nilai R^2 dari persamaan garis yang ditunjukkan pada **Tabel IV.7** sebagai penentu pengendali laju reaksi yang terjadi

Table IV.7 Nilai R^2 Kimia

Kode sampel	Persamaan garis	R^2
<i>Leaching</i> 1 (3N/1 jam)	$y = -0.0002x + 1.986$	0.676
<i>Leaching</i> 2 (4N/2 jam)	$y = -0.0001x + 0.7552$	0.6512
<i>Leaching</i> 3 (5N/3 jam)	$y = -1E-05x + 0.6975$	0.0828
<i>Leaching</i> 4 (6N/4 jam)	$y = -5E-05x + 0.7111$	0.8458
<i>Leaching</i> 5 (7N/5 jam)	$y = -0.0004x + 0.8562$	0.8618

Tabel IV.6 dan **Tabel IV.7** dapat ditarik kesimpulan bahwa proses *leaching* dikendalikan oleh reaksi kimia antarmuka. Hal ini dibuktikan dengan nilai R^2 yang paling tinggi berada pada reaksi kimia antarmuka. Maka dari data tersebut dapat dibuat plot antara $\ln k$ dan $(1/T)$, dimana nilai k didapat dari *slope* yang tertera pada persamaan garis. Data untuk nilai $\ln k$ dan $(1/T)$ ditunjukkan pada **Tabel D.4** pada **Lampiran D**. Dari tabel tersebut maka dibuat grafik yang ditunjukkan pada **Gambar I.4** sebagai berikut:



Gambar I.5 Plot nilai $\ln k$ terhadap $(1/T)$

Gambar I.4 menunjukkan hubungan $\ln k$ terhadap $(1/T)$ yang bertujuan untuk menentukan besarnya energi aktivasi (E_a) pada proses *leaching*, karena seperti telah diketahui dari data R^2 proses *leaching* ini dikendalikan oleh pengendali reaksi kimia antarmuka, tetapi hal tersebut perlu dikuatkan dengan perhitungan nilai E_a , karena nilai energi aktivasi menunjukkan simpulan yang akurat, dengan aturan sebagai berikut: Pada laju yang dikendalikan secara difusi membutuhkan energi aktivasi 1 - 3 kkal/mol, laju yang dikendalikan oleh *intermediate* membutuhkan energi aktivasi 5 - 8 kkal/mol, dan reaksi kimia membutuhkan lebih dari 10 kkal/mol [6].

Dari grafik pada **Gambar I.4**, didapat nilai E_a untuk proses ini sebesar 25,73 kkal/mol. Data tersebut sangat relevan dengan simpulan sebelumnya melalui data R^2 . Maka, proses *leaching* ini dikendalikan oleh pengendali reaksi kimia antarmuka. Dari grafik di atas juga dapat dihubungkan dengan Hukum Arrhenius yakni plot grafik $\ln K$ terhadap $1/T$ merupakan persamaan regresi yang ditarik garis, apabila memiliki nilai *slope* yang besar maka nilai energi aktivasi akan sama besar. Nilai energi aktivasi yang didapatkan dapat dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan, temperatur ataupun konsentrasi yang digunakan.

4.5.5 Studi kinetika reaksi *digesting*

Seperti yang telah dijelaskan pada studi kinetika reaksi *leaching*, pengamatan kinetika reaksi ini dilakukan pada model kinetika melalui reaksi kimia antarmuka dan difusi melalui film fluida yang dihitung secara matematika menggunakan persamaan (2.1), (2.2), dan (2.3). Pertama akan ditunjukkan grafik hubungan antara %ekstraksi dan waktu.

Dari grafik %ekstraksi pada **Lampiran D** diketahui bahwa %ekstraksi paling tinggi ada pada D2 sebesar 69,84%. Pelarutan Ti cukup cepat dan signifikan pada awal proses, namun cenderung menurun pada akhir proses. Sedangkan untuk Fe cenderung konstan.

4.5.6 Proses penentuan pengendali proses *digesting*

Pada penentu pengendali proses hal yang perlu diketahui adalah X_t , lebih jelas telah dipaparkan pada kinetika *leaching*. Nilai X_t ditunjukkan pada **Tabel D.5** pada **Lampiran D**, yaitu nilai yang memenuhi persamaan (2.1). Dari data X_t dibuat grafik untuk pengendalian difusi dan kimia dengan menggunakan persamaan (2.2) dan (2.3). yang akan dipaparkan pada **Tabel D.6** dan **Tabel D.7**.

Untuk mengetahui kinetika pengendali pada saat *leaching* H_2O , maka dibuat grafik terhadap dua pengendali utama, yaitu untuk pengendali laju difusi melalui lapisan yang tidak bereaksi dan pengendali reaksi kimia antarmuka. Tujuan pembuatan grafik yaitu untuk mengetahui nilai koefisien korelasi (R^2) yang didapat dari hasil persamaan garis yang menunjukkan hubungan antara waktu dan model kinetika.

4.5.7 Pengendali Laju Difusi Melalui Lapisan yang Tidak Bereaksi

Pengendali laju difusi melalui lapisan yang tidak bereaksi dihitung menggunakan persamaan persamaan (2.2) yang ditunjukkan pada **Tabel D.6** pada **Lampiran D**. Lima kurva tersebut merupakan plot antara waktu *leaching* dengan persamaan $1-3(1-X_t)^{2/3} + 2(1-X_t)$ dan dari grafik tersebut menghasilkan suatu persamaan garis seperti berikut:

Tabel IV.8 Nilai R^2 Difusi

Kode sampel	Persamaan garis	R^2
<i>Digesting</i> 1 (D1)	$y = 0.0025x + 1.7257$	0.8744
<i>Digesting</i> 2 (D2)	$y = -0.0027x + 1.8187$	0.4353
<i>Digesting</i> 3 (D3)	$y = 0.0021x + 1.612$	0.8393
<i>Digesting</i> 4 (D4)	$y = 0.001x + 1.7748$	0.825
<i>Digesting</i> 5 (D5)	$y = 0.0003x + 1.9264$	0.8271

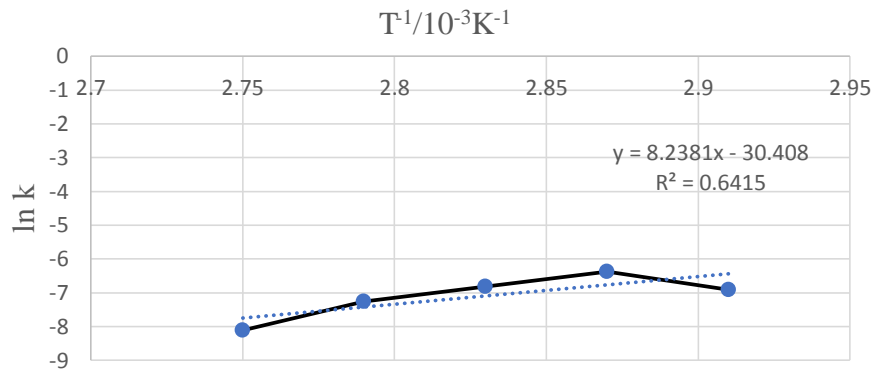
4.5.8 Pengendali Reaksi Kimia Antarmuka

Lima kurva pengendali reaksi kimia antarmuka dari persamaan (2.3) pada **Lampiran D**, menghasilkan persamaan garis dengan nilai R^2 sebagai berikut:

Tabel IV.9 Nilai R^2 Kimia

Kode sampel	Persamaan garis	R^2
<i>Digesting</i> 1 (D1)	$y = -0.001x + 0.8446$	0.895
<i>Digesting</i> 2 (D2)	$y = 0.0017x + 0.7248$	0.794
<i>Digesting</i> 3 (D3)	$y = -0.0011x + 0.8911$	0.8908
<i>Digesting</i> 4 (D4)	$y = -0.0007x + 0.8411$	0.9005
<i>Digesting</i> 5 (D5)	$y = -0.0003x + 0.767$	0.861

Dari **Tabel IV.8** dan **Tabel IV.9** dapat disimpulkan bahwa proses *digesting* dikendalikan oleh reaksi kimia antarmuka. Hal ini dibuktikan dengan nilai R^2 yang paling tinggi berada pada reaksi kimia antarmuka. Maka dari data tersebut dapat dibuat plot antara $\ln k$ dan $(1/T)$, dimana nilai k didapat dari *slope* yang tertera pada persamaan garis. Data untuk nilai $\ln k$ dan $(1/T)$ ditunjukkan pada **Tabel D.8**. Dari tabel tersebut maka dibuat grafik yang ditunjukkan pada **Gambar I.5** sebagai berikut:



Gambar I.5 Plot nilai $\ln k$ terhadap $(1/T)$

Dari grafik pada **Gambar I.5**, didapat nilai E_a untuk proses ini sebesar 16,36 kkal/mol. Data tersebut sangat relevan dengan simpulan sebelumnya melalui data R^2 . Maka, proses *digesting* ini dikendalikan oleh pengendali reaksi kimia antarmuka. Dari grafik di atas juga dapat dihubungkan dengan Hukum Arrhenius yakni plot grafik $\ln k$ terhadap $1/T$ merupakan persamaan regresi yang ditarik garis, apabila memiliki nilai *slope* yang besar maka nilai energi aktivasi akan sama besar. Nilai energi aktivasi yang didapatkan dapat dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan, temperatur ataupun konsentrasi yang digunakan.