

KINETIKA PELINDIAN TITANIUM DALAM ILMENIT MEMAKAI HCl THE KINETICS OF TITANIUM LEACHING OF ILMENITE USING HCl

MV. Purwani, Herry Poernomo

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – BATAN
Jl. Babarsari Kotak Pos 6101 Ykbb, Yogyakarta 55281
e-mail: purwanimv@gmail.com

Diterima 25 November 2013, diterima dalam bentuk perbaikan 28 November 2014, disetujui 5 Januari 2015

ABSTRAK

KINETIKA PELINDIAN TITANIUM DALAM ILMENIT MEMAKAI HCl. Telah dilakukan penelitian pelindian ilmenit dari tailing pengolahan pasir zirkon. Tailing pengolahan pasir zirkon mengandung Zr, Ti, Nb dan Fe. Pada penelitian ini akan dilakukan penentuan kinetika pelindian Ti dalam ilmenit memakai HCl. Pada penentuan laju reaksi meliputi pengaruh perbandingan HCl dengan berat ilmenit, M HCl dan suhu reaksi. Percobaan untuk menentukan tetapan laju reaksi dilakukan dengan memvariasi suhu reaksi dengan parameter waktu mulai 0 sampai 250 menit dan suhu proses mulai 70 °C sampai 108 °C. Dari hasil penelitian dapat diambil kesimpulan bahwa semakin besar perbandingan HCl dengan berat ilmenit, M HCl dan suhu reaksi, laju reaksi semakin cepat. Pada perbandingan HCl dengan berat ilmenit = 4 – 20, laju reaksi rata-rata selama 50 menit dan laju reaksi sesaat pada 50 menit pertama berkisar antara 0,0012 – 0,0026 gmol/(l.menit). Laju reaksi rata-rata selama 250 menit antara 0,0005 – 0,0007 gmol/(l.menit) dan laju reaksi sesaat pada 50 menit terakhir sebesar 0,0000 – 0,0001 gmol/(l.menit). Pada pengaruh M HCl = 8 – 12,23 M, laju reaksi rata-rata selama 50 menit dan laju reaksi sesaat pada 50 menit pertama berkisar antara 0,0021–0,0032 gmol/(l.menit). Laju reaksi rata-rata selama 250 menit berkisar antara 0,0004 – 0,0006 gmol/(l.menit) dan laju reaksi sesaat pada 50 menit terakhir sebesar 0,0000 – 0,0001 gmol/(l.menit). Pada pengaruh suhu reaksi, laju reaksi semakin cepat. Laju reaksi rata-rata selama 50 menit dan laju reaksi sesaat pada 50 menit pertama berkisar antara 0,0012 – 0,0032 gmol/(l.menit). Laju reaksi rata-rata selama 250 menit berkisar antara 0,0002 – 0,0006 gmol/(l.menit) dan laju reaksi sesaat pada 50 menit terakhir sebesar 0,0000 – 0,0001 gmol/(l.menit). Reaksi pelindian Ti dalam ilmenit merupakan reaksi orde kedua, hubungan antara suhu (T) dengan tetapan laju reaksi (k), $-\ln k = 3333,2/T - 1,3685$ atau $k = 1,3685 \cdot e^{-3333,2/T}$, faktor frekuensi A = 1446 dan energi aktivasi E = 27,712 kJ/mol.

Kata kunci: kinetika, pelindian, Ti, HCl

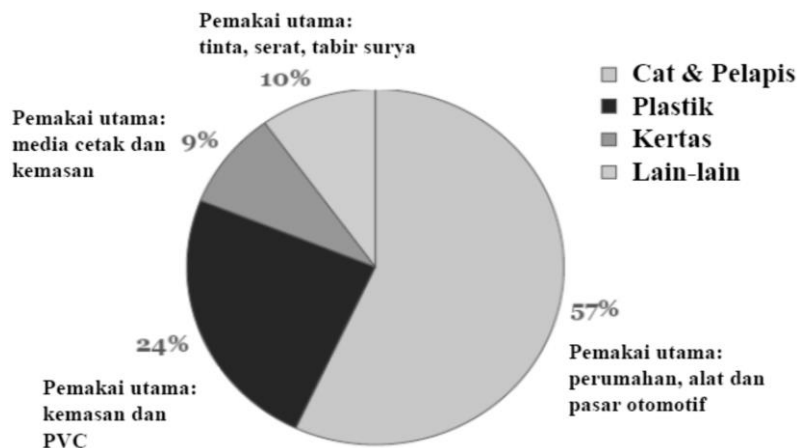
ABSTRACT

THE KINETICS OF TITANIUM LEACHING OF ILMENITE USING HCl. The research of ilmenite leaching of tailings processing zircon sand has been done. Tailings of processing zircon sand contain Zr, Ti, Nb and Fe. Determination of leaching kinetics of Ti on ilmenite using HCl was done on this research. Determination of reaction rate consist the influence of weight ratio of HCl to ilmenite, HCl molarity and temperature reaction. The experiment of kinetics was done by varying the temperature reaction from 70 °C to 108 °C and time parameter range 0 to 200 minutes. From data of research can be concluded that the greater of weight ratio of HCl with ilmenite, M HCl and reaction temperature, the faster rate of reaction. On weight ratio of HCl with ilmenite varied 4 – 20, average reaction rate along 50 minutes and instantaneous reaction rate in the first 50 minutes ranged from 0.0021 to 0.0032 gmol/(l.minute). Average reaction rate along 250 minutes ranged from 0.0005 to 0.0007 gmol/(l.minute) and instantaneous reaction rate at 50 minutes latest ranged from 0.0000 to 0.0001 gmol/(l.minute). For M HCl = 8 to 12.23 M, average reaction rate and instantaneous reaction rate in the first 50 minutes ranged from 0.0012 to 0.0026 gmol/(l.minute). Average reaction rate along 250 minutes ranged from 0.0004 to 0.0006 gmol/(l.minute) and instantaneous reaction rate at 50 minutes latest ranged from 0.0000 to 0.0001 gmol/(l.minute). On reaction temperature = 70 – 108 °C, average reaction rate along 50 minutes and instantaneous reaction rate in the first 50 minutes ranged from 0.0012 to 0.0032 gmol/(l.minute). Average reaction rate along 250 minutes ranged from 0.0002 to 0.0006 gmol/(l.minute) and instantaneous reaction rate at 50 minutes latest ranged from 0.0000 to 0.0001 gmol/(l.minute). The leaching reaction of Ti in ilmenite was second order reaction. The relationship between temperature (T) with the reaction rate constant (k) are $-\ln k = 3333,2/T - 1.3685$ or $k = 1.3685 \cdot e^{-3333,2/T}$, frequency factor A = 1446 and activation energy E = 27.712 kJ/mol.

Keywords: kinetics, leaching, Ti, HCl

PENDAHULUAN

Pasir besi merupakan mineral yang banyak mengandung senyawa besi oksida, misalnya magnetit (Fe_3O_4), ilmenit (FeTiO_3), dan hematit (Fe_2O_3). Hasil analisis dengan XRF terhadap konsentrat ilmenit (FeTiO_3) dari benefisi pasir besi di Indonesia diperoleh kadar unsur Ti 21,02% dan Fe 76,93% ⁽¹⁾. Bijih zirkon yang merupakan *tailing* eks penambangan emas tanpa izin (PETI) dari daerah Landak Kalimantan Barat setelah dibenefisi dengan *spiral chute* dan dianalisis dengan XRF mengandung ZrO_2 38,46% dan TiO_2 20,0% ⁽²⁾. Berdasarkan kandungan titanium tersebut, maka upaya pengambilan TiO_2 dari ilmenit yang terkandung dalam mineral alam pasir besi dan pasir zirkon mempunyai prospek yang cukup baik. Hal ini didukung dengan distribusi pemakaian TiO_2 sebagai pigmen putih dengan pemakai utama seperti ditunjukkan pada Gambar 1 ⁽³⁾.



Gambar 1. Distribusi pemakaian pigmen TiO_2 untuk industri.

Aplikasi titanium dalam berbagai bidang seperti dalam bidang: militer, industri, kedokteran, dan permesinan. Oleh karena kekuatannya, unsur ini digunakan untuk membuat peralatan perang (*tank*) dan untuk membuat pesawat ruang angkasa. Beberapa mesin perpindahan panas (*heat exchanger*) dan bejana bertekanan tinggi serta pipa tahan korosi memakai bahan titanium. Bahan implan gigi, penyambung tulang, pengganti tulang tengkorak, struktur penahan katup jantung juga menggunakan titanium. Titanium juga digunakan sebagai material pengganti untuk batang piston ⁽⁴⁾.

Tabel 1. Komposisi hasil benefisi pasir zirkon Tumbang Titi secara mekanik.

	ZrO_2	TiO_2	SiO_2	FeO_2	SnO_2	CrO_2	Al_2O_3	NbO_2	MnO_2
Head sample	54,1	5,4	21,1	2,4	0,6	0,5	0,4	0,1	0,1
Konsentrat	60,9	5,6	5,6	2,7	1,0	0,6	0,5	0,2	0,3
Medeling	40,3	13,1	6,6	3,5	1,2	0,7	1,2	0,3	0,2
Tailing	36,1	10,6	16,3	8,6	0,3	1,4	0,8	0,5	0,4

Pasir zirkon dikenakan proses *upgrading* secara mekanik untuk membuat konsentrat zirkon. *Tailing* yang merupakan sisa *upgrading* pasir zirkon yang mengandung Ti dan Fe dilakukan pengolahan secara kimia di PTAPB. *Tailing* ini mempunyai komposisi yang sangat mirip dengan ilmenit. Tabel 1 menunjukkan komposisi senyawa hasil analisis *tailing* hasil pemisahan pasir zirkon secara mekanik.

Gambar 2 menggambarkan blok diagram pembuatan TiO_2 dari ilmenit. Proses awal pengolahan ilmenit adalah *leaching* atau pelindian memakai HCl ^(5,6). Pada penelitian ini akan dipelajari kinetika reaksi atau laju reaksi, orde reaksi dan tetapan laju reaksi pelindian Ti dari ilmenit, *tailing* pengolahan pasir zirkon. Orde reaksi dan nilai konstanta laju reaksi sangat penting untuk perancangan reaktor baik reaktor alir tangki berpengaduk (RATB) maupun reaktor alir pipa (RAP) yang bekerja secara kontinyu. Dengan mengetahui orde reaksi dan nilai konstanta

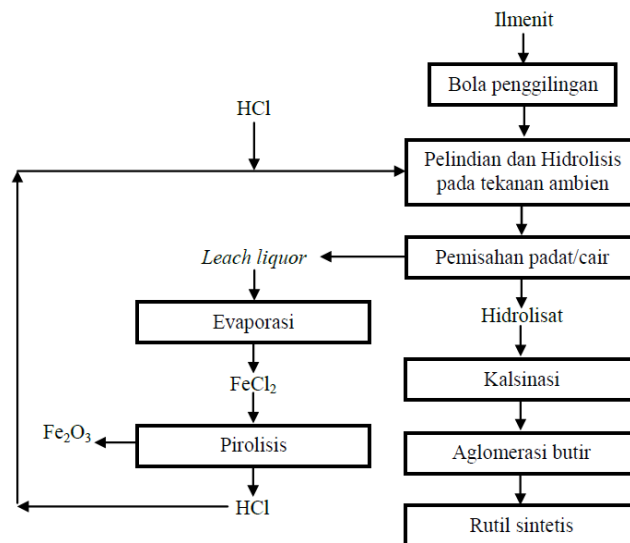
laju reaksi akan dapat *space time* (waktu tinggal) sehingga dapat menghitung volume reaktor (volume reaktor = *flow rate* x *space time*)⁽⁷⁾.

Pelindian atau *leaching* adalah ekstraksi padat-cair yang merupakan proses ekstraksi suatu konstituen yang dapat larut (*solute*) pada suatu campuran padat dengan mempergunakan pelarut. Reaksi pelindian yang terjadi bisa antara oksida basa dengan asam atau basa dengan asam. Oksida basa akan bereaksi dengan larutan asam membentuk garam dan air atau reaksi antara basa dengan asam⁽⁸⁾. Laju reaksi dinyatakan sebagai molaritas zat terlarut dalam reaksi yang dihasilkan tiap waktu reaksi⁽⁹⁾.

$$\text{A} + \text{B} \rightarrow \text{C}$$

$$\text{Laju reaksi} = -\frac{\Delta [\text{A}]}{\Delta t} = -\frac{\Delta [\text{B}]}{\Delta t} = \frac{\Delta [\text{C}]}{\Delta t} \quad (1)$$

Faktor-faktor yang mempengaruhi laju reaksi: suhu, katalis, molaritas dan konsentrasi reaktan dan faktor yang mempengaruhi tetapan laju reaksi adalah suhu.



Gambar 2. Proses pemisahan TiO₂ dari ilmenit, pelindian memakai HCl⁽⁵⁾.

Parameter yang diteliti pada laju reaksi proses pelindian adalah variasi perbandingan volume HCl dengan ilmenit, konsentrasi HCl dan suhu pelindian. Reaksi yang terjadi antara TiO₂ yang terkandung dalam ilmenit dengan HCl sebagai berikut:



$$-r_A = k_1 \cdot C_A^n \cdot C_B = (k_1 C_B) C_A^n = k C_A^n \quad (12,13) \quad (4)$$

di mana: n = orde reaksi, k = tetapan laju reaksi *overall*, C_A = konsentrasi (mol) Ti atau TiO₂, dan C_B = konsentrasi (mol) HCl.

Tetapan laju reaksi (k) tergantung pada suhu (T) reaksi dan besarnya energi aktivasi (E_a). Hubungan k , T , dan E_a dapat dinyatakan dalam persamaan Arrhenius sebagai berikut^(12,13):

$$k = A e^{-E_a / RT} \quad (5)$$

$$\text{atau } \ln k = \ln A - E_a / (R \cdot T) \quad (6)$$

di mana: k = tetapan laju reaksi, E_a = energi aktivasi (kJ/mol), T = suhu mutlak (K), R = tetapan gas ideal (8,314 J/mol.K), e = bilangan pokok logaritma natural (ln), dan A = faktor frekuensi.

Laju reaksi akan lebih cepat jika puncak energi aktivasinya lebih rendah. Hal ini berarti reaksi akan lebih mudah terjadi. Total energi reaktan dan produk tidak dipengaruhi oleh katalis. Hal ini berarti entalpi (ΔH) reaksi tidak dipengaruhi oleh katalis. Dari persamaan Arrhenius terlihat bahwa laju reaksi (dalam hal ini diwakili tetapan laju reaksi) semakin besar saat reaksi terjadi pada suhu tinggi yang disertai dengan energi aktivasi rendah.

Pada keadaan awal atau t_0 jumlah pereaksi A atau N_{A0} dan pada saat t sejumlah N_A , maka konversi A (X_A) pada sistem volume konstan adalah ⁽⁷⁾:

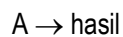
$$X_A = \frac{N_{A0} - N_A}{N_{A0}} = 1 - \frac{N_A/V}{N_{A0}/V} = 1 - \frac{C_A}{C_{A0}} \quad (7)$$

$$dX_A = \frac{dC_A}{C_{A0}} \quad (8)$$

Analisis data dilakukan dengan cara integral diawali dengan memilih persamaan kecepatan tertentu untuk diuji dengan cara integral dan membandingkan kurva hubungan C perkiraan dengan data C terhadap t dari percobaan. Jika tidak cocok, dilakukan perkiraan yang lain kemudian diuji.

Reaksi Orde Satu

Reaksi orde satu adalah reaksi dimana laju reaksi bergantung pada konsentrasi reaktan yang dipangkatkan dengan bilangan satu. Secara umum, reaksi dengan orde satu dapat diwakili oleh persamaan reaksi berikut:



Jika reaksi orde satu, maka persamaan kecepatannya adalah ⁽¹²⁾:

$$-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = kC_A \quad (9)$$

Integrasi persamaan (9) menghasilkan:

$$-\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{C_A} = k \int_0^t dt \quad (10)$$

$$-\ln \frac{C_A}{C_{A0}} = kt \quad (11)$$

C_{A0} = konsentrasi Ti atau senyawa TiO_2

Jika dinyatakan dalam bentuk konversi, persamaan kecepatan dalam persamaan (11) menjadi:

$$\frac{dX_A}{dt} = k(1 - X_A) \quad (12)$$

Jika diatur kemudian diintegralkan memberikan:

$$\int_0^{X_A} \frac{dX_A}{1 - X_A} = k \int_0^t dt \quad (13)$$

$$-\ln(1 - X_A) = kt \quad (14)$$

Jika grafik hubungan $\ln(1 - X_A)$ atau $\ln(C_A/C_{A0})$ terhadap t adalah garis lurus maka reaksi yang kita amati benar, mengikuti reaksi order kesatu.

Reaksi Orde Dua

Reaksi orde dua adalah reaksi dimana laju reaksi bergantung pada konsentrasi satu reaktan yang dipangkatkan dengan bilangan dua atau konsentrasi dua reaktan berbeda yang masing-masing dipangkatkan dengan bilangan satu. Persamaan reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut.

Dalam hal ini, untuk reaksi orde dua dengan tetapan laju reaksi tetap mengacu pada tetapan laju reaksi *overall*, dapat digunakan persamaan berikut ini:

$$-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = -\frac{dC_B}{dt} = kC_A C_B \quad (15)$$

$$M = \text{perbandingan mol B/mol A} = C_{B0}/C_{A0} \quad (16)$$

$$X_B \cdot C_{B0} = X_A \cdot C_{A0} \quad (17)$$

$$-r_A = -C_{A0} \frac{dX_A}{dt} = -\frac{dC_B}{dt} = k(C_{A0} - C_{A0}X_A)(C_{B0} - C_{A0}X_A) \quad (18)$$

$$-r_A = C_{A0} \frac{dX_A}{dt} = -\frac{dC_B}{dt} = kC_{A0}^2(1 - X_A)(M - X_A) \quad (19)$$

$$\int_0^{X_A} \frac{dX_A}{(1-X_A)(M-X_A)} = C_{A0} k \int_0^t dt \quad (20)$$

$$\text{Jika } M \neq 1, \ln \frac{1-X_B}{1-X_A} = \ln \frac{M-X_A}{M(1-X_A)} = \ln \frac{C_B C_{A0}}{C_{B0} C_A} = \ln \frac{C_B}{M C_A} \quad (21)$$

$$\frac{M-X_A}{M(1-X_A)} = C_{A0} (M-1) k t \quad (22)$$

M = perbandingan HCl / TiO_2 (asumsi stokiometri) = 4

$$\ln \frac{4-X_A}{4(1-X_A)} = C_{A0} (4-1) k t \quad (23)$$

$$\ln \frac{4-X_A}{4(1-X_A)} = 3 C_{A0} k t \quad (24)$$

Jika variabel-variabel dalam persamaan (24) di plot dalam grafik yang sesuai untuk menguji persamaan kecepatan dengan data percobaan maka dibuat hubungan $\ln \frac{4-X_A}{4(1-X_A)}$ vs t . Jika diperoleh garis lurus maka dugaan orde dua benar dan $\text{slope} = 3 C_{A0} k$.

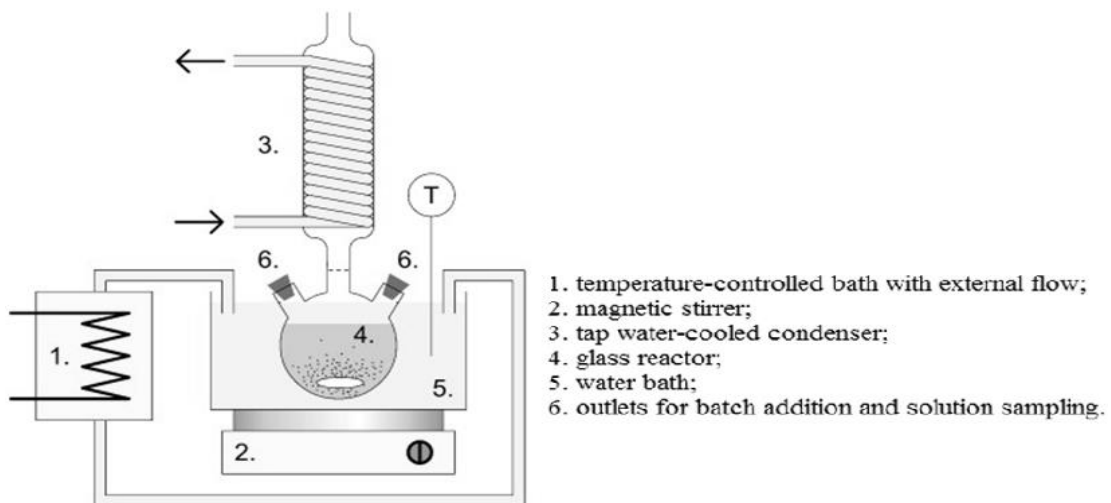
METODOLOGI

Bahan

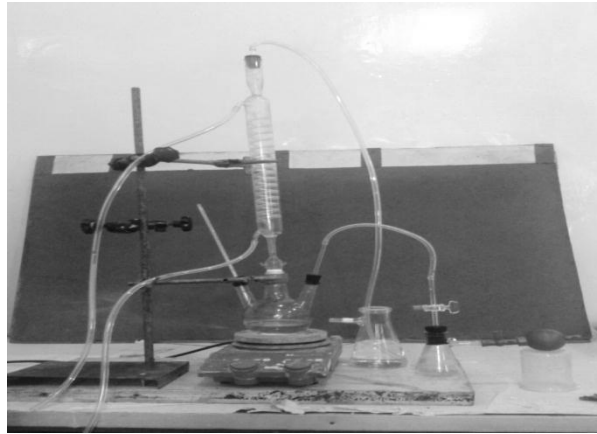
Bahan yang digunakan adalah ilmenit hasil *tailing* pasir zirkon, HCl teknis, air, TiO_2 E-Merck, Fe_2O_3 E-Merck, NbO_2 E-Merck, ZrO_2 E-Merck.

Alat

Rangkaian peralatan pelindian, timbangan, oven, alat-alat gelas, spektrometer serapan atom (AAS) dan XRF.



Gambar 3. Sketsa rangkaian peralatan pelindian.



Gambar 4. Rangkaian peralatan pelindian yang dipakai.

Cara Kerja

Parameter variasi perbandingan volume HCl (ml) dengan berat ilmenit (gram)

Asam klorida 9 M sebanyak 100 ml dimasukkan dalam labu 4 (Gambar 3), dipanaskan sampai suhu 100 °C. Ilmenit sebanyak 5 gram dimasukkan ke dalam labu 4, pemanasan dilanjutkan selama 250 menit. Uap dan gas yang terbentuk didinginkan dengan pendingin dan masuk kembali ke dalam labu 4 (refluk), gas yang tidak mencair ditampung dalam wadah supaya tidak mencemari lingkungan. Setiap 50 menit, larutan hasil pelindian diambil sebanyak 5 ml (dari salah satu lobang labu dengan disedot/dipipet). Larutan cuplikan ini dianalisis memakai AAS. Setelah 250 menit, larutan dan padatan sisa (residu) pelindian disedot ke luar, setelah dingin disaring. Residu dicuci, dikeringkan dan ditimbang, kemudian dianalisis memakai XRF. Pekerjaan diulangi untuk berat ilmenit 7,5; 10; 12,5; 15; 20 dan 25 gram

Parameter variasi konsentrasi atau molaritas HCl

Asam klorida 8 M sebanyak 100 ml dimasukkan dalam labu 4, dipanaskan sampai suhu didih (100 °C). Ilmenit sebanyak hasil optimasi variasi perbandingan volum HCl (ml) dengan berat ilmenit (gram) dimasukkan ke dalam labu, pemanasan dilanjutkan selama 250 menit. Setiap 50 menit, larutan hasil pelindian diambil sebanyak 5 ml (dari salah satu lobang labu dengan disedot/dipipet). Larutan cuplikan ini dianalisis memakai AAS. Setelah 250 menit, larutan dan residu disedot ke luar, setelah dingin disaring. Residu dicuci, dikeringkan dan ditimbang, kemudian dianalisis memakai XRF. Pekerjaan diulangi untuk konsentrasi atau molaritas HCl 10; 11 dan 12 M.

Parameter suhu pelindian

Asam klorida dengan molaritas hasil optimasi molaritas HCl sebanyak 100 ml dimasukkan dalam labu leher tiga, dipanaskan sampai suhu didih (100 °C). Ilmenit sebanyak hasil optimasi variasi perbandingan volum HCl (ml) dengan berat ilmenit (gram) dimasukkan ke dalam labu, pemanasan dilanjutkan selama 250 menit. Setiap 50 menit, larutan hasil pelindian diambil sebanyak 5 ml (dari salah satu lobang labu dengan disedot/dipipet). Cuplikan ini dianalisis memakai AAS. Setelah 250 menit, larutan dan residu disedot ke luar, setelah dingin disaring. Residu dicuci, dikeringkan dan ditimbang, kemudian dianalisis memakai XRF. Pekerjaan diulangi untuk suhu 70; 80; 90 dan 108 °C.

Besaran yang diukur:

- Kadar Ti dalam ilmenit (%) memakai XRF
- Berat unsur Ti dalam umpan (ilmenit) = kadar (%) × berat ilmenit (gram)
- Mol unsur = berat unsur : BA unsur
- Berat TiO_2 dalam umpan = $(\text{BM TiO}_2 : \text{BA unsurTi}) \times \text{Berat unsur Ti dalam umpan}$
- Kadar TiO_2 dalam umpan (%) = $(\text{Berat TiO}_2 \text{ dalam umpan} : \text{berat umpan}) \times 100\%$
- Mol TiO_2 = berat TiO_2 : BM TiO_2

Kadar, berat dan mol Ti dan TiO_2 dalam larutan hasil pelindian

- Analisis kadar Ti dalam larutan hasil pelindian (ppm) memakai AAS
- Berat Ti dalam larutan hasil pelindian = kadar (ppm) $\times$ volume larutan hasil pelindian (100 ml)

Konversi = X_A = mol Ti atau TiO_2 dalam larutan hasil pelindian : mol Ti atau TiO_2 dalam umpan.

Laju reaksi sesaat pada saat t_n = (mol Ti dalam larutan hasil pelindian pada waktu t_n - mol Ti waktu t_{n-1}): (volume. t) = mol/(volum.menit).

Laju reaksi rata-rata = (mol Ti dalam larutan hasil pelindian pada waktu t - mol Ti awal): (volume. t) = mol/(volum.menit).

HASIL DAN PEMBAHASAN

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

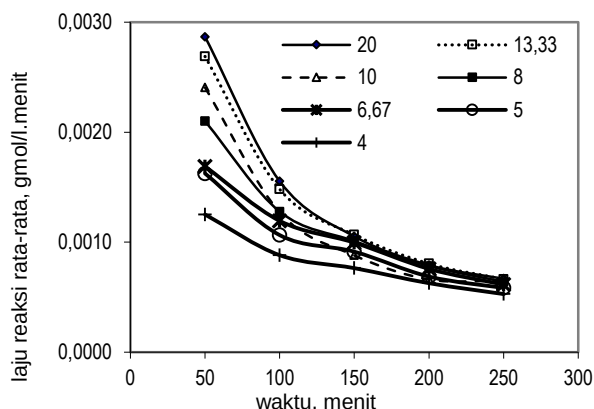
Tabel 2. Analisis ilmenit hasil *tailing* pasir zirkon.

Kadar (%)			
TiO_2	Fe_2O_3	ZrO_2	NbO_2
53,80	16,71	0,30	0,29

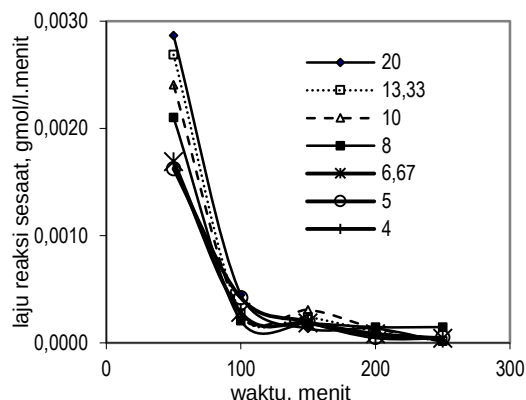
Pengaruh Perbandingan HCl dan Ilmenit

Persamaan laju reaksi didefinisikan dalam bentuk konsentrasi reaktan maka dengan naiknya konsentrasi maka naik pula laju reaksinya. Semakin tinggi konsentrasi reaktan semakin banyak molekul reaktan yang tersedia dengan demikian kemungkinan bertumbukan akan semakin banyak juga sehingga laju reaksi meningkat.

Gambar 5a dan Gambar 5b menampilkan hubungan antara waktu dan laju reaksi rata-rata dan laju reaksi sesaat pada berbagai perbandingan HCl dan ilmenit. Semakin besar perbandingan HCl dan ilmenit laju reaksi semakin besar. Laju reaksi pada 50 menit pertama berkisar antara 0,0022 – 0,0032 gmol/(l.menit) dan laju reaksi pada 250 menit sekitar 0,0006 gmol/(l.menit) untuk perbandingan HCl dan ilmenit = 4 – 20. Semakin lama waktu reaksi, laju reaksi semakin lambat dan akan konstan (stagnan) tidak akan mengalami perlambatan lagi jika reaksi diteruskan.



Gambar 5a. Hubungan antara waktu dan laju reaksi rata-rata pada berbagai perbandingan HCl dengan ilmenit.

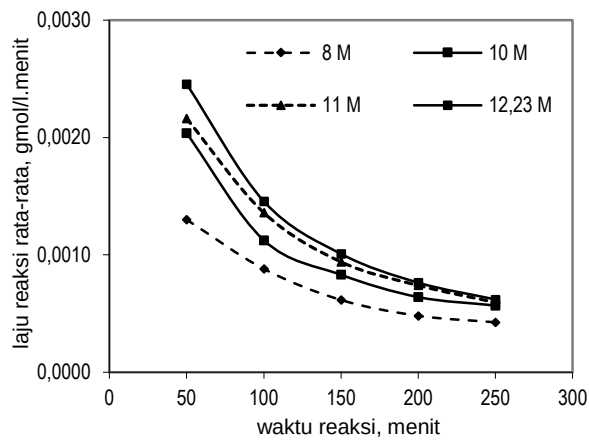


Gambar 5b. Hubungan antara waktu dan laju reaksi sesaat pada berbagai perbandingan HCl dengan ilmenit.

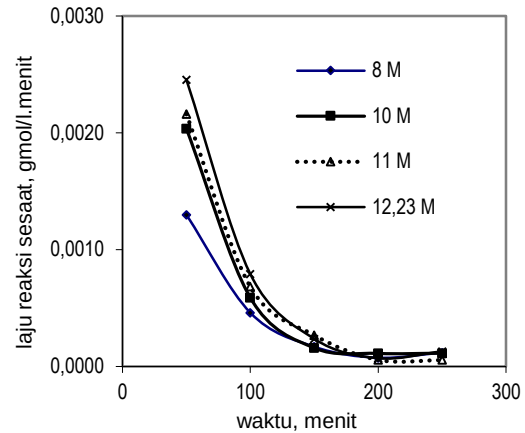
Pengaruh molaritas HCl

Molaritas adalah banyaknya mol zat terlarut tiap satuan volum zat pelarut. Hubungannya molaritas dengan laju reaksi adalah bahwa semakin besar molaritas suatu zat, maka semakin cepat suatu reaksi berlangsung.

Dengan demikian pada molaritas yang rendah suatu reaksi akan berjalan lebih lambat daripada molaritas yang tinggi. Gambar 6a menampilkan hubungan antara waktu dan laju reaksi rata-rata pada berbagai $M\text{HCl}$ dan Gambar 6b menampilkan hubungan antara waktu dan laju reaksi sesaat pada berbagai $M\text{HCl}$.



Gambar 6a. Hubungan antara waktu dan laju reaksi rata-rata pada berbagai $M\text{HCl}$.

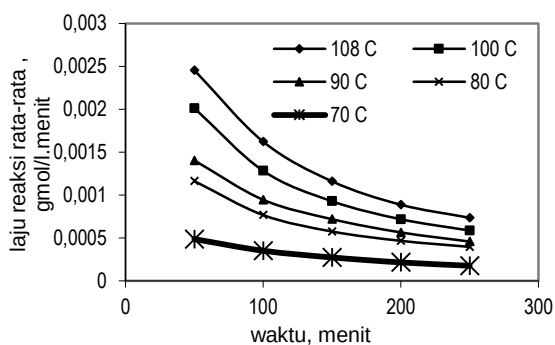


Gambar 6b. Hubungan antara waktu dan laju reaksi sesaat pada berbagai $M\text{HCl}$.

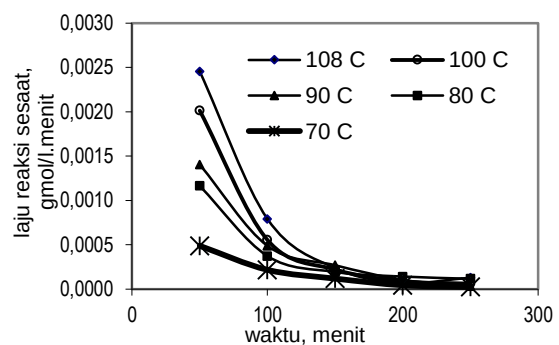
Semakin besar $M\text{HCl}$ laju reaksi semakin besar. Laju reaksi rata-rata pada waktu 50 menit berkisar antara 0,0012 – 0,0026 gmol/(l.menit) dan laju reaksi rata-rata pada 250 menit berkisar antara 0,0004 – 0,0006 gmol/(l.menit) untuk $M\text{HCl} = 8 - 12,23\text{ M}$. Semakin besar $M\text{HCl}$ laju reaksi sesaat semakin besar. Laju reaksi pada sesaat 50 menit pertama berkisar antara 0,0012 – 0,0026 gmol/(l.menit) dan laju reaksi pada 250 menit berkisar antara 0,0001 gmol/l.menit untuk $M\text{HCl} = 8 - 12,23\text{ M}$. Semakin lama waktu reaksi, laju reaksi rata-rata semakin lambat dan akan konstan (stagnan) tidak akan mengalami perlambatan lagi jika reaksi diteruskan.

Pengaruh suhu

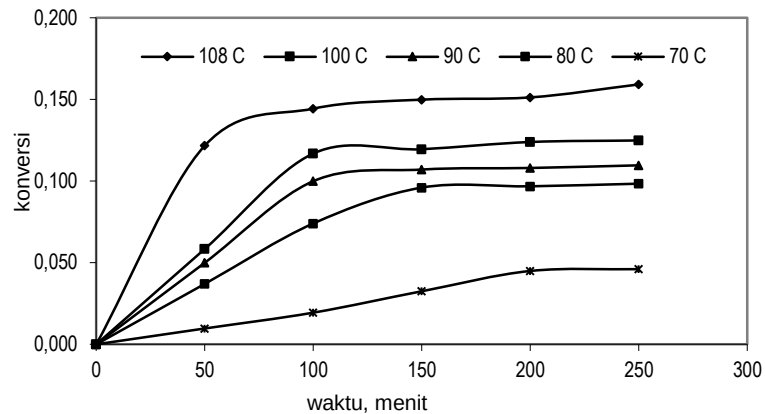
Suhu juga turut berperan dalam mempengaruhi laju reaksi. Apabila suhu pada suatu reaksi yang berlangsung dinaikkan, maka menyebabkan partikel semakin aktif bergerak, sehingga tumbukan yang terjadi semakin sering, menyebabkan laju reaksi semakin besar. Sebaliknya, apabila suhu diturunkan, maka partikel semakin tak aktif, sehingga laju reaksi semakin kecil, dengan demikian semakin tinggi suhu proses, semakin cepat laju reaksi. Pada suhu 108 °C, laju reaksi rata-rata selama proses 50 menit dan laju reaksi sesaat pada 50 menit pertama 0,0025 gmol/(l.menit), sedang pada suhu 70 °C, laju reaksi rata-rata 0,00020 gmol/(l.menit).



Gambar 7a. Hubungan antara waktu dan laju reaksi rata-rata pada berbagai suhu.



Gambar 7b. Hubungan antara waktu dan laju reaksi sesaat pada berbagai suhu.



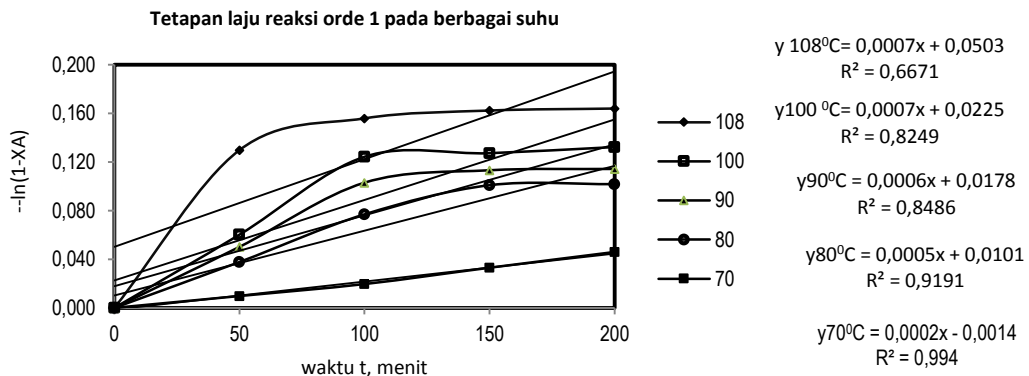
Gambar 8. Hubungan antara waktu dengan konversi pada berbagai suhu.

Pada Gambar 8 dapat dilihat, bahwa semakin lama waktu reaksi, konversi Ti semakin besar. Semakin lama waktu reaksi, reaksi yang terjadi semakin sempurna, sehingga senyawa TiO_2 semakin banyak yang mengalami proses pelindian. Dengan demikian konversi semakin besar dengan bertambahnya waktu reaksi. Pada variasi suhu mulai suhu 70 °C sampai 108 °C, kenaikan suhu reaksi menyebabkan waktu yang diperlukan untuk mencapai konversi terbesar (yang sama) menjadi lebih cepat. Suhu reaksi sangat berpengaruh pada kesempurnaan reaksi.

Perhitungan Orde Reaksi

Reaksi orde satu

Pada perhitungan tetapan laju reaksi dengan orde reaksi satu, diperlukan grafik hubungan waktu dengan $-\ln(1 - X)$ dimana X adalah konversi (mol). Berdasarkan persamaan (14), dicoba reaksi orde satu untuk mencari nilai tetapan laju reaksi. Tetapan laju reaksi merupakan tetapan laju reaksi *overall* dengan asumsi bahwa konsentrasi HCl konstan karena jumlahnya berlebihan. Apabila nilai regresi linier (r) dari hasil orde satu cenderung mendekati 1, maka dapat dikatakan bahwa reaksi yang terjadi berorde satu. Nilai regresi linier diperoleh dari akar kuadrat R^2 . Hasil dari perhitungan dapat dilihat pada Gambar 9 dan Tabel 3.



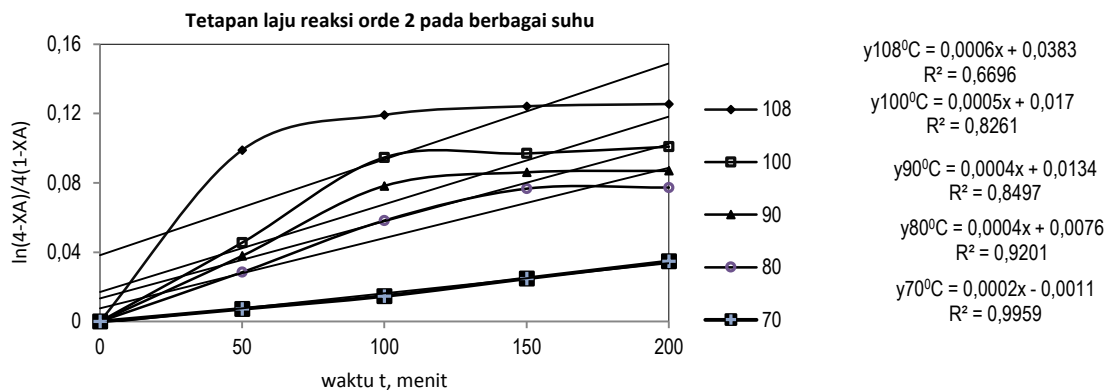
Gambar 9. Grafik waktu dengan $-\ln(1 - X)$ pada berbagai suhu.

Dari Gambar 9 dapat dibuat tabel persamaan hubungan antara absis (t , waktu) dengan ordinat ($-\ln(1 - X)$) pada berbagai suhu dan linearitas yang ditunjukkan dengan harga R^2 . Nilai linearitas reaksi orde satu pada Tabel 3 rentang nilai 0,6671 sampai 0,994.

Perhitungan tetapan laju reaksi orde dua diperlukan grafik hubungan waktu versus $\ln \frac{4-X_A}{4(1-X_A)}$. Hasil perhitungan reaksi orde dua dapat diamati pada Gambar 10.

Tabel 3. Nilai linieritas (R^2) pada orde satu.

Suhu, °C	Persamaan	Linieritas
108	$y_{108\text{ °C}} = 0,0007x + 0,0503$	$R^2 = 0,6671$
100	$y_{100\text{ °C}} = 0,0007x + 0,0225$	$R^2 = 0,8249$
90	$y_{90\text{ °C}} = 0,0006x + 0,0178$	$R^2 = 0,8486$
80	$y_{80\text{ °C}} = 0,0005x + 0,0101$	$R^2 = 0,9191$
70	$y_{70\text{ °C}} = 0,0002x - 0,0014$	$R^2 = 0,994$



Gambar 10. Grafik hubungan waktu dengan $\ln \frac{4-X_A}{4(1-X_A)}$.

Dari Gambar 10 dapat dibuat tabel persamaan hubungan antara x (t, waktu) dengan y ($\ln \frac{4-X_A}{4(1-X_A)}$) pada berbagai suhu dan linieritas yang ditunjukkan dengan harga R^2 .

Tabel 4. Nilai linieritas (R^2) pada orde dua.

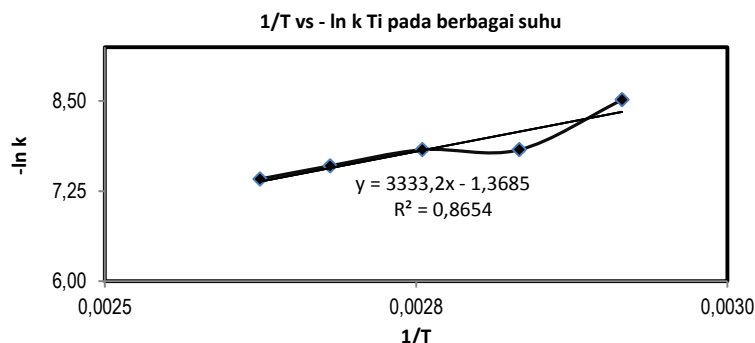
Suhu, °C	Persamaan	Linieritas
108	$y_{108\text{ °C}} = 0,0006x + 0,0383$	$R^2 = 0,6696$
100	$y_{100\text{ °C}} = 0,0005x + 0,017$	$R^2 = 0,8261$
90	$y_{90\text{ °C}} = 0,0004x + 0,0134$	$R^2 = 0,8497$
80	$y_{80\text{ °C}} = 0,0004x + 0,0076$	$R^2 = 0,9201$
70	$y_{70\text{ °C}} = 0,0002x - 0,0011$	$R^2 = 0,9959$

Dari Tabel 4, nilai linearitas reaksi orde dua dengan rentang 0,6696 sampai 0,9959. Secara keseluruhan linieritas orde dua lebih baik daripada grafik orde satu. Dari linieritas dapat disimpulkan bahwa reaksi pelindian Ti dalam ilmenit mengikuti reaksi orde dua. Daftar harga k pada berbagai suhu dapat disusun pada Tabel 5.

Tabel 5. Nilai k pada berbagai suhu.

Suhu	T	k , $1/(\text{waktu} \times \text{mol/l})$
70	343	0,0002
80	353	0,0004
90	363	0,0004
100	373	0,0005
108	381	0,0006

Pada Tabel 5 dapat dilihat bahwa dengan bertambahnya suhu, tetapan laju reaksi (k) semakin besar atau reaksi melaju lebih cepat.



Gambar 11. Grafik hubungan $1/T(K)$ dengan $-\ln k$.

Setelah didapat nilai tetapan laju reaksi pada tiap-tiap suhu, dapat dicari hubungan k sebagai fungsi suhu dengan mengacu pada persamaan Arrhenius, $\ln k = \ln A - E_a/(R.T)$. Hasil perhitungan dinyatakan dalam grafik garis lurus $\ln k$ sebagai ordinat dan $1/T$ sebagai absis yang dapat diamati pada Gambar 11. Dari Gambar 11 hubungan antara $1/T$ dengan $\ln k$, $-\ln k = 3333,2/T - 1,3685$ atau $k = 1,3685.e^{-3333,2/T}$, kelurusan garis dinyatakan dengan R^2 yang nilainya 0,8654, sehingga *slope* dan intersep yang diperoleh dapat mewakili faktor frekuensi dan energi aktivasi. Energi aktivasi didefinisikan sebagai energi yang harus dilampaui agar reaksi kimia dapat terjadi. Faktor frekuensi (A) tergantung berat dan struktur molekul, frekuensi dan posisi tumbukan antar molekul. Nilai faktor frekuensi (A) dapat ditentukan dari intersep dan energi aktivasi (E) merupakan harga *slope* dikalikan R (tetapan gas 8,314 J/mol.K). Hasil perhitungan nilai A dan E dapat diamati pada Tabel 6. Energi aktivasi Ti yaitu 27,712 kJ/mol dan faktor frekuensi (A) = 1446.

Tabel 6. Nilai faktor frekuensi (A) dan energi aktivasi (E).

Besaran	Nilai
E/R	3333,2
E , KJ/mol	27,712
$\ln A$	0,3685
A (faktor frekuensi)	1446

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian pelindian Ti dalam ilmenit memakai HCl, dapat diambil kesimpulan bahwa semakin besar perbandingan HCl dengan berat ilmenit, M HCl dan suhu reaksi, laju reaksi semakin cepat. Pada perbandingan HCl dengan berat ilmenit = 4 – 20, laju reaksi rata- rata selama 50 menit dan laju reaksi sesaat pada 50 menit pertama berkisar antara 0,0012 – 0,0026 gmol/(l.menit). Laju reaksi rata- rata selama 250 menit antara 0,0005 – 0,0007 gmol/(l.menit) dan laju reaksi sesaat pada 50 menit terakhir sebesar 0,0000 – 0,0001 gmol/(l.menit). Pada pengaruh M HCl = 8 – 12,23 M, laju reaksi rata-rata selama 50 menit dan laju reaksi sesaat pada 50 menit pertama berkisar antara 0,0021 – 0,0032 gmol/(l.menit). Laju reaksi rata-rata selama 250 menit berkisar antara 0,0004 – 0,0006 gmol/(l.menit) dan laju reaksi sesaat pada 50 menit terakhir sebesar 0,0000 – 0,0001 gmol/(l.menit). Pada pengaruh suhu reaksi 70 – 108 °C, laju reaksi rata-rata selama 50 menit dan laju reaksi sesaat pada 50 menit pertama berkisar antara 0,0012 – 0,0032 gmol/(l.menit). Laju reaksi rata-rata selama 250 menit berkisar antara 0,0002 – 0,0006 gmol/(l.menit) dan laju reaksi sesaat pada 50 menit terakhir sebesar 0,0000 – 0,0001 gmol/(l.menit). Reaksi pelindian Ti dalam ilmenit merupakan reaksi orde kedua, hubungan antara suhu (T) dengan tetapan laju reaksi (k), $-\ln k = 3333,2/T - 1,3685$ atau $k = 1,3685.e^{-3333,2/T}$, faktor frekuensi $A = 1446$ dan energi aktivasi $E = 27,712$ kJ/mol.

DAFTAR PUSTAKA

1. L.D. SETIAWATI, T.P. RAHMAN, D.W. NUGROHO, NOFRIZAL, R. IKONO, SURYANDARU, YUSWONO, SISWANTO, N.T. ROCHMAN, "Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO_2) dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi", *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung* (2013) 465 – 468
2. H. POERNOMO, SAJIMA, "Kajian Teknologi Pengelolaan Limbah TENORM pada Proses Pengolahan Pasir Zirkon", *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir 2013*, PTAPB - BATAN, Yogyakarta (2013) 118 – 123
3. RIO TINTO, *Consumption of Pigment by end-use industries*, http://www.riotinto.com/documents/MediaSpeeches/QMM_presentation_Gary_O'Brien.pdf, diakses tanggal 5 Januari 2013
4. A.A. BABA, F.A. ADEKOLA, O.A. ARODOLA, L. IBRAHIM, R.B. BALE, M.K. GHOSH, A.R. SHEIK, "Simultaneous Recovery of Total Iron and Titanium from Ilmenite Ore by Hydrometallurgical processing", *Department of Chemistry, PMB, University of Ilorin, Nigeria*, (2011)
5. C. LI, B. LIANG dan H.Y. WANG, *Preparation of Synthetic Rutile by Hydrochloric Acid Leaching of Mechanically Activated Panzhihua Ilmenite.*, *Science Direct, Hydrometallurgy* 91, (2008), 121 - 129
6. Q. ZHU, J. ZHANG, H.LI, *Influence of Phase and Microstructure on The Rate of Hydrochloric Acid Leaching in Pretreated Panzhihua Ilmenite*, *Particuology*, Volume 14, June (2014), 83 - 90
7. O. LEVENSPIEL, *Chemical Reaction Engineering*, Dept of Chem. Engineering, Oregon State University, Wiley Eastern Ltd, New Delhi, Bangalore, Bombay, Calcutta, (1972)
8. C.SASIKUMAR, D.S. RAO, S. SRIKANT, N.K. MUKHOPADHYAY, *Dissolution studies of Mechanically Activated Manavalakurichi Ilmenite with HCl and H_2SO_4 .*, *Department of metallurgy Institute of Technology, Banaras Hindu University, Varanasi, India*, (2007)
9. J.T. MOORE, *Chemist For Dummies*. Indonesia: Pakar Raya. (2003)
10. L.ZHANG, H. HU, Z. LIAO, Q. CHEN, J. TAN, *Hydrochloric Acid Leaching Behavior of Different Treated Panxi Ilmenite Concentrations*, *Hydrometallurgy* 107, (2011), 40 - 47
11. G.K. DAS, Y. PRANOLO, Z. ZHU, C.Y. CHENG, *Leaching of Ilmenit by Acidic Chloride Solutions*, *Hydrometallurgy* 133 (2013), 94 - 99
12. R. CHANG, *Chemistry Ninth Edition*. New York: Mc Graw Hill. (2007)
13. V.S. GIREESH, V.P. VINOD, S. KRISHNAN NAIR, GEORGE NINAN, *Catalytic Leaching of Ilmenite Using Hydrochloric Acid: A kinetic approach*, *International Journal of Mineral Processing*, Volume 134, 10 January (2015), 36 - 40
14. R.H.PETRUCCI, W.S. HARWOOD., and F.G.HERRING, *General Chemistry* 8th ed, Prentice-Hall, (2002) 666