

# Ekstraksi Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) Anatase Menggunakan Metode Leaching dari Pasir Mineral Tulungagung

Istiqomah<sup>1</sup>; Putri, A<sup>2</sup>; Patmawati, T<sup>3</sup>; Rohmawati, L<sup>4</sup>; Setyarsih, W<sup>5</sup>.

Departemen Fisika, Universitas Negeri Surabaya, UNESA. Kampus UNESA Ketintang, Surabaya

## Abstract

*The purpose of this research is to extract anatase titanium dioxide by leaching method using sulfuric acid from mineral sand of Tulungagung. Anatase extraction was carried out with magnetic separation and characterized by XRF, which found that the main compounds in the mineral sand are  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$  with a percentage are 83.35% and 12.20%. Furthermore, the magnetic powder is dissolved with  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , and continued with vacuum pump, the result is a filtrate which neutralized with distilled water to form a precipitate. The precipitate was calcined at  $600^\circ\text{C}$  for 2 hours. After that XRD characterization was performed to determine the desired anatase  $\text{TiO}_2$  phase by analyzing using Match! software and rietveld. The analysis results showed that a single phase anatase  $\text{TiO}_2$  with a nanocrystalline size of 2.41 nm was formed.*

Keywords: Tulungagung Mineral Sand, Leaching, Titanium Dioxide Anatase.

## Abstrak

*Tujuan dari penelitian ini adalah mengekstraksi titanium dioksida anatase menggunakan metode leaching asam sulfat dari pasir mineral Tulungagung. Ekstraksi anatase dilakukan dengan proses separasi magnetik dan dikarakterisasi XRF, dimana hasilnya menunjukkan senyawa utama dalam pasir mineral adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$  yang memiliki persentase sebesar 83,35% dan 12,20%. Selanjutnya serbuk magnetik dilarutkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dan di vacuum pump, hasilnya berupa filtrat yang dinetralkan dengan aquades hingga terbentuk endapan. Endapan tersebut dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Setelah itu dilakukan karakterisasi XRD untuk mengetahui fasa  $\text{TiO}_2$  anatase yang diinginkan dengan menganalisis menggunakan software match! dan rietveld. Hasil analisis yang didapatkan menunjukkan bahwa telah terbentuk fasa tunggal  $\text{TiO}_2$  anatase dengan ukuran nanokristalin sebesar 2,4 nm.*

Kata Kunci: Pasir Mineral Tulungagung, Leaching, Titanium Dioksida Anatase.

## 1. Pendahuluan

Pasir mineral di Indonesia tersebar di sepanjang pantai di pulau Jawa khususnya di pantai utara dan selatan [1]. Pada umumnya pasir mineral berwarna hitam dan memiliki tekstur yang halus. Kandungan utama pada pasir mineral adalah unsur Fe dan Ti yang berikatan dengan unsur lainnya. Unsur Fe dan Ti akan saling berikatan membentuk senyawa *ilmenite* ( $\text{FeTiO}_3$ ), *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) [2]. Dari ketiga senyawa tersebut yang dapat diekstrak menjadi Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) adalah senyawa *ilmenite* [3]. Senyawa *anatase* ( $\text{TiO}_2$ ) yang diperoleh dari ekstraksi *ilmenite* ( $\text{FeTiO}_3$ ) yang merupakan kandungan dari pasir pesisir pantai dapat digunakan dalam bidang industri kemasan sebagai antibakteri pada kemasan [4]. Di Industri kimia yaitu sebagai katalis dan kosmetik [5]. Di bidang lingkungan sebagai degradasi toksik organik [6]. Di bidang energi dan medis sebagai bahan dasar *solar cell* energi dan elektroda baterai [7] maupun superkapasitor [8] serta sebagai bahan pembuatan *implant* maupun peralatan kedokteran karena memiliki biokompatibilitas yang tinggi [9]. Di industri otomotif sebagai pelapis kaca yang dapat menampis sinar *Ultra Violet* [10]. Serta pada industri kaca digunakan sebagai pelapis kaca anti debu (*self cleaning*) pada bangunan

bertingkat [11]. Selain itu, titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) juga banyak digunakan dalam industri penerbangan karena sifatnya yang ringan, kuat, dan lebih baik dari baja *stainless* dalam menahan korosi [12]. Titanium dioksida memiliki banyak kelebihan antara lain harganya murah, stabil secara kimia, tidak beracun dan tidak memiliki daya serap terhadap cahaya tampak. Sebaliknya, titanium dioksida sangat responsif terhadap sinar UV, pasangan elektron dan *hole* dihasilkan oleh radiasi UV dan mendorong adanya reaksi kimia di permukaan material. Oleh karena itu karakteristik  $\text{TiO}_2$  yang paling menarik untuk dikaji terletak pada sifat fotokimia seperti aktivitas fotokatalis yang tinggi. Karena alasan tersebut  $\text{TiO}_2$  telah diteliti dari tahun 1950 untuk memanfaatkannya sebagai fotokatalis [13][14], elektroda panel surya [15], sensor gas [16] dan lain sebagainya.

Penelitian oleh Setiawati dkk (2017) melakukan ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir mineral Sukabumi dengan metode hidrometalurgi yang memiliki banyak kerugian diantaranya proses ekstraksi berlangsung sangat lama karena membutuhkan proses kalsinasi pada suhu yang cukup tinggi dan menghasilkan  $\text{TiO}_2$  yang sangat sedikit sebab pasir mineral Sukabumi hanya mengandung 8%  $\text{TiO}_2$ . Kabupaten Tulungagung, Jawa Timur memiliki wilayah pesisir yang cukup luas

dengan keberadaan pasir mineral yang berlimpah. Sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan ekstraksi titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ). Pasir mineral Tulungagung memiliki kadar titanium yang cukup tinggi yaitu sebesar 18,5% [17]. Penelitian oleh Mukti dkk (2013) berhasil mengekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir mineral Tulungagung yang tidak diketahui secara pasti letak pantainya dengan melakukan separasi menggunakan magnet sebanyak 2 kali dan dilanjutkan dengan proses pelarutan menggunakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (*leaching*). Penggunaan metode *leaching* sangat menguntungkan karena mempercepat proses ekstraksi  $\text{TiO}_2$  serta mampu menghasilkan  $\text{TiO}_2$  yang lebih banyak daripada menggunakan metode hidrometalurgi. Dilihat dari penelitian sebelumnya, peneliti akan melakukan ekstraksi  $\text{TiO}_2$  dari pasir mineral Tulungagung khususnya di Pantai Popoh menggunakan metode *leaching* dengan bahan pelarut  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Kemudian endapan hasil *leaching* dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam.  $\text{TiO}_2$  yang telah didapatkan diuji XRD.

## 2. Metode Penelitian

Pasir mineral Tulungagung dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan dengan bantuan sinar matahari. Pasir yang telah kering diseparasi magnet hingga didapatkan

pasir magnetik dan pasir non magnetik. Proses separasi magnetik dilakukan untuk mendapatkan  $\text{TiO}_2$  yang hanya terdapat pada senyawa ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ) dalam pasir magnetik. Pasir magnetik dihaluskan menggunakan mortal dan alu hingga lolos ayakan 200 mesh. Serbuk magnetik diseparasi kembali untuk memisahkan serbuk magnetik dan serbuk non magnetik. Hasil separasi magnet dikarakterisasi XRF untuk mengetahui kandungan senyawa di dalamnya. Selanjutnya serbuk magnetik dilarutkan ke dalam larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan distirer pada suhu  $120^\circ\text{C}$  hingga terbentuk *slurry*. *Slurry* yang didapatkan dipompa vakum untuk memisahkan endapan dan filtrat. Kemudian filtrat dinetralkan dengan menambahkan aquades dan dipanaskan pada suhu  $200^\circ\text{C}$  hingga terbentuk endapan. Endapan tersebut dicuci dengan aquades hingga pH netral dan dikeringkan. Endapan yang telah kering dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam.  $\text{TiO}_2$  yang didapatkan dikarakterisasi XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk dan ukuran nanokristalannya.

## 3. Hasil dan pembahasan

Hasil karakterisasi *X-Ray Fluorescence* serbuk magnetik hasil separasi magnet kedua menunjukkan kandungan senyawa di dalamnya yang disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Persentase Senyawa Pasir

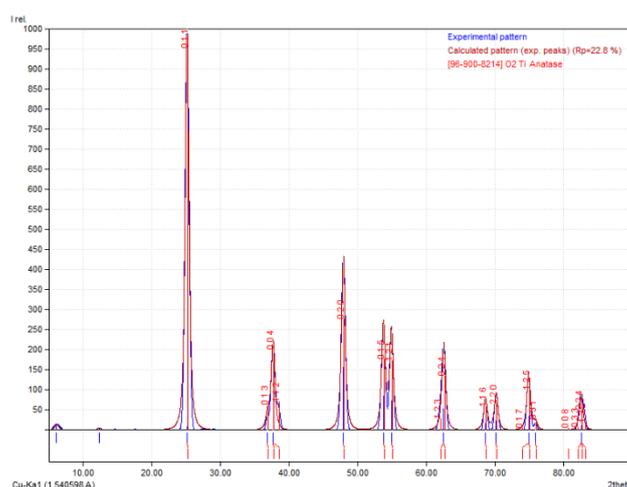
## Mineral Hasil Karakterisasi XRF

Hasil Karakterisasi XRF	
Fe <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	83,35%
TiO <sub>2</sub>	12,2%
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,66%
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,46%
MnO	0,37%
CaO	0,34%

Dari tabel di atas menunjukkan bahwa pasir mineral memiliki kandungan senyawa utama Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub>. Kandungan TiO<sub>2</sub> pada pasir mineral Tulungagung yang digunakan lebih rendah daripada pasir mineral Tulungagung milik Mukti dkk. Selisih antara keduanya sebesar 6,3%. Hal ini disebabkan oleh perbedaan lokasi pantai tempat pengambilan pasir. Serbuk magnetik digunakan pada proses *leaching* menggunakan asam sulfat untuk mendapatkan titanium dioksida *anatase*. Titanium dioksida anatase yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* dan dianalisis dengan *software Match!* untuk mengetahui fasa yang terbentuk dan *rietveld* untuk mengetahui ukuran nanokristalin TiO<sub>2</sub> anatase. Hasil analisis dengan *software Match!* ditunjukkan oleh Gambar 1.

Pada gambar hasil analisa *Match!* dapat diketahui puncak paling tinggi terletak pada sudut difraksi 2θ sebesar 25,17° dengan

orientasi kristal (011). Dari difraktogram tersebut menunjukkan bahwa fase *anatase* telah terbentuk secara menyeluruh pada sampel yang diuji (serbuk TiO<sub>2</sub>) dan dapat dilihat dari tingginya intensitas relatif dan kesesuaian sudut hamburan sinar-X yang dihasilkan.



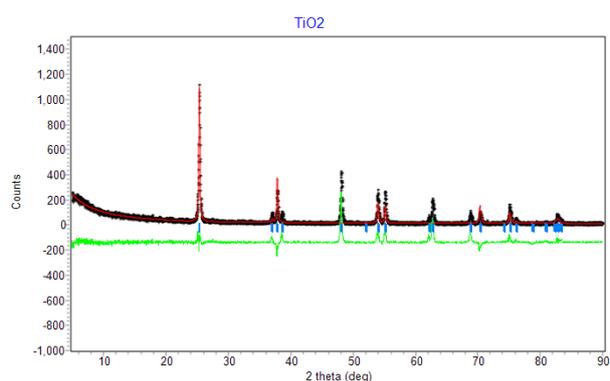
Gambar 1. Pola difraksi sampel TiO<sub>2</sub> anatase dari analisis *software Match!*

Berdasarkan gambar 1 di atas terlihat bahwa puncak dari sampel uji ini memiliki kecocokan dengan *standard spectrum* dari JCPDS Card No.10737. Data puncak difraktogram sampel hasil uji XRD disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Data perbandingan puncak difraktogram hasil XRD

Peak (2θ) dari hasil XRD												
Sampe	25.	36.	37.	47.	53.	54.	62.	68.	70.	74.	75.	82.
1	17	89	67	92	77	94	55	63	18	92	92	59
Data	25.	36.	37.	47.	53.	54.	62.	68.	70.	74.	75.	82.
JCPD	23	78	56	91	58	91	42	36	09	70	81	35
S	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Hasil analisis menggunakan *software rietica* ditunjukkan oleh Gambar 2.



Gambar 2. Pola difraksi sampel TiO<sub>2</sub> anatase dari analisis *software Rietica*

Dari analisa dengan *software rietica* dapat diketahui ukuran kristalin sampel adalah sebesar 2,40 nm. Ukuran kristalin ini menunjukkan bahwa serbuk *anatase* yang dihasilkan mempunyai ukuran kristalin dengan besaran nano sehingga dapat dikatakan sebagai nanokristalin. Ukuran kristalin juga dapat diketahui melalui perhitungan menggunakan persamaan *Scherrer* yaitu

$$D = K\lambda / \beta \cos\theta$$

Dimana D adalah ukuran kristalin TiO<sub>2</sub>,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar difraksi sinar-X, B adalah FWHM yang menunjukkan setengah lebar puncak difraksi maksimum, K adalah koefisien (0,9) dan  $\theta$  adalah sudut defraksi pada intensitas difraksi maksimum. Berdasarkan hasil perhitungan didapatkan nilai ukuran kristalin TiO<sub>2</sub> sebesar 2,41 nm. Selain itu dari hasil analisis juga dapat

diketahui parameter kisi dari sampel yaitu dengan nilai  $a = b = 3,7845 \text{ \AA}$  dan  $c = 9,5143 \text{ \AA}$  yang menunjukkan bahwa *anatase* memiliki struktur kristal tetragonal.

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa pasir mineral Tulungagung memiliki senyawa utama berupa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub> dengan persentase 83,35% dan 12,20%. Nano kristalin TiO<sub>2</sub> anatase telah terbentuk pada suhu kalsinasi 600°C dengan *holding time* 2 jam. Fasa yang terbentuk merupakan fase tunggal TiO<sub>2</sub> anatase. Ukuran kristalin TiO<sub>2</sub> anatase sebesar 2,41 nm.

#### Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kementerian Riset dan Teknologi Pendidikan Tinggi serta dosen pembimbing yang telah membimbing riset kami hingga mendapatkan hasil yang sesuai.

#### Daftar Pustaka

1. Iftitah, Ajeng., Istiqomah dan Mufida, Rahayu.2018. *Sintesis Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Dari Pasir Besi Pesisir Tulungagung Dengan Proses Leaching/Hidrometalurgi*. Universitas Negeri Surabaya
2. Setiawati, L. D., Rahman, T. P., Nugroho, D. W., Nofrizal, Ikono, R., Suryandaru, Rochman, N. T.2013.

- Ekstraksi Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*.
- Hamdi, M.2013. XRD dan EDXRF Analysis of Anatase Nano- $\text{TiO}_2$  Synthesized from Mineral Precursors. *Advanced Materials Research*, 620, 179-185.
  - Augustu, L., & Yuliana.2017. Fabrikasi Komposit Graphene/ $\text{TiO}_2$ /PANi sebagai Bahan Elektroda Baterai Lithium-Ion. *Jurnal Aplikasi Fisika Kendari*, 13.
  - Ko, H.-H., Chen, H.-T., Yen, F.-L., Lu, W.-C., Kuo, C.-W., Wang, M.-C.2012. Preparation of  $\text{TiO}_2$  Nanocrystallite Powders Coated with 9mol% ZnO for Cosmeic Applications in Sunscreens. *International Journal of Molecular Aciences*, 13, 1658-1669.
  - Zhang, X., Du, A. J., Lee, P., Sun, D. D., & Leckie, J. O.2008, January.  $\text{TiO}_2$  Nanowire membrane for concurrent filtration and photocatalytic oxidation of humic acid in water. *Journal of Membrane Science*, 313, 44-51.
  - Augustu & Yuliana. 2017. Fabrikasi Komposit Graphene/ $\text{TiO}_2$ /PANi sebagai Bahan Elektroda Baterai Lithium-Ion. *Jurnal Aplikasi Fisika Kendari*, 13.
  - Kim, H., Cho, M.-Y., Kim, M.-H., Park, K.-Y., Gwon, H., Lee, Y.,Kang, K.2013. A Novel High-Energy Hybrid Supercapcitor with an Anatase  $\text{TiO}_2$ -Reduced Graphene Oxide Anode and an Activated Carbon Cathode. *Advanced Energy Materials*.
  - Manikandan, K., Ahamed, A. J., Thirugnanasundar, A., & Brahmanandhan, G. M.2015. A Novel Approach to Synthesis and Characterization of Titanium dioxide Nanoparticles for Photocatalytic Applications. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 10, 1427-1437.
  - Astuti, & Ningsi, S.2017. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) Menggunakan Metode Sonokimia. *Jurnal Ilmu Fisika (JIF)*, 9, 26-32.
  - Filippou, D., & Hudon, G. 2009.Iron removal and recovery in the titanium dioxide feedstock and pigment industries. *JOM*, 61, 36-42.
  - Lu, C., and Chen, Z.2009. High temperature resistive hydrogen sensor based on thin nanoporous rutile  $\text{TiO}_2$  film on anodic aluminium oxide. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 140, 109-115.

13. Fujishima and Hondam. 1972. Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode, *Nature* 238, 37–38.
14. Linsebigler, Lu, Yates.1995.*Chem. Rev.* 95, 735–758.
15. B. O'Regan&Atzel.1991.*Nature* 353, 737–739.
16. Hasegawa, Sasaki, Matsuhara.1993.*Sens. Actuator B* 13–14, 509–510.
17. Mukti, L. A.2013. Ekstraksi TiO<sub>2</sub> Berbasis Pasir Kabupaten Tulungagung melalui Proses Magnetic Separation dan Leaching H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta Karakterisasi Konstanta Dielektrik. *Skripsi*.