

**TINGKAT PEROLEHAN TiO_2 DARI PASIR MINERAL MELALUI
PROSES *LEACHING* HCl DENGAN REDUKTOR Fe**

**Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat
untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains**

Oleh :

LINDU TAUFANNY

0303020481



DEPARTEMEN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS INDONESIA

DEPOK

2008

LEMBAR PENGESAHAN

Lembar Pengesahan

Tingkat Perolehan TiO_2 dari Pasir Mineral Melalui Proses *Leaching* HCl

Dengan Reduktor Fe

Skripsi ini telah diperiksa dan disetujui oleh:

Pembimbing

Dr. Azwar Manaf M.Met

Penguji I

Penguji II

Dr. Djoko Triyono

Dr. Budhy Kurniawan

Mengetahui

Ketua Departemen Fisika FMIPA UI

Dr. Azwar Manaf M.Met

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmannirrohim. Segala puji bagi Allah SWT karena hanya dengan karunia-Nya yang berlimpah saya dapat menyelesaikan tulisan ini. Semoga Allah SWT senantiasa melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya kepada Rasulullah SAW, keluarga, para sahabat dan hamba yang setia di jalan-Nya hingga akhir masa.

Penulis ingin menyampaikan terima kasih yang tulus kepada berbagai pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini:

1. Kepada pembimbing yang saya hormati Dr. Azwar Manaf, M.Met, saya menghaturkan rasa terima kasih yang mendalam atas bimbingan, perhatian, saran, serta bantuannya sampai tulisan ini dapat dirampungkan.
2. Kepada bapak Ervan atas semua bantuannya saat di Salemba dan Depok.
3. Kepada Prof. Dr. Djarwani S. Soejoko selaku ketua sidang, Dr. Djoko Triyono dan Dr. Budhy Kurniawan selaku penguji atas waktu yang diluangkannya .untuk mengkaji tulisan ini.
4. Kepada Dr. Prawito selaku pembimbing akademis dan seluruh Dosen, serta seluruh staf sekretariat Departemen Fisika di Depok, terima kasih atas bantuan yang tulus.

5. Kepada seluruh sekretariat Program Studi Ilmu Material PPS-FMIPA UI di Salemba, khususnya mas Eko yang setia mengisi Nitrogen cair untuk XRF.
6. Kepada Bapak dan Ibu yang saya cintai, adik-adikku yang tersayang untuk dukungan moral yang diberikan.
7. Teman-teman angkatan 03, khususnya Lukman dan Eka
8. Pak Nur, Pak Untung, dan seluruh staf UPP IPD UI
9. Seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan namanya, namun telah membantu menyelesaikan tulisan ini secara tidak langsung, untuk anda semua, TERIMA KASIH !.

Depok, Mei 2008

Penulis

ABSTRAK

Telah berhasil dilakukan ekstraksi rutil-sintetik pada pasir mineral yang mengandung ilmenite dengan proses *leaching* menggunakan reduktor Fe. Proses ini diawali dengan separasi magnet menggunakan magnet dengan kekuatan 0,42 T dan 1,1 T untuk memisahkan pasir yang kaya dengan unsur titanium. Melalui separasi magnetik pada pasir mineral, didapatkan kandungan massanya sebagai berikut: PMK (pasir magnet kuat) 62,1%, PML (pasir magnet lemah) 37,0%, dan NM (non-magnetik) 0,9%. Pasir mineral terdiri atas 4 senyawa utama yaitu magnetite, hematite, titanomagnetite, dan ilmenite. Dengan komposisi massanya berturut-turut sebagai berikut: 33,3%, 9,5%, 28,0%, dan 29,2%.. PMK terdiri atas 3 senyawa besar; magnetite 57,4%, titanomagnetite 38,8%, dan hematite 3,8%. PML terdiri atas 2 senyawa besar; ilmenite 75,2%, dan hematite 24,8%. Dengan melakukan variasi pada proses *leaching*, *leaching* HCl terbaik didapatkan dengan konsentrasi HCl 25% dengan jumlah HCl 18,75 mL/ g PML serta massa Fe-red 0,1g/ g PML. Melalui *leaching* terbaik didapatkan ekstraksi TiO₂-rutil dengan persentase massa 35% dengan pengotor utama SiO₂, 19% dan Ti₂Fe₂O₇, 46%. Kalsinasi yang dilakukan pada 900 °C selama 6 jam mengakibatkan senyawa Fe-Ti teroksidasi menjadi Ti₂Fe₂O₇. Persentase TiO₂ berkurang karena Ti ikut terlarut dalam HCl dalam bentuk TiO²⁺.

Kata kunci: *Leaching* HCl, rutil-sintetik, ilmenite, reduktor Fe

ABSTRACT

With Fe as reductor, synthetic rutile has been successfully recovered from mineral sand which contained ilmenite. To separate titanium rich sand with other impurities, a magnetic separation was done, the separation process were carried out with a piece of permanent magnet employing 0,42 T and 1,1 T. Trough magnetic separation there were three classes of substance, PMK (strongly magnetic sand) 62,1%, PML (weakly magnetic sand) 37,0%, and NM (non-magnetic) 0,9%. Magnetite, hematite, titanomagnetite, and ilmenite were the main four compounds in mineral sand. The mass composition of the four are 33,3%, 9,5%, 28,0%, and 29,2%. PMK set-up from three main compound magnetite 57,4%, titanomagnetite 38,8%, and hematite 3,8%. And the other, PML only set-up from two main compound ilmenite 75,2%, and hematite 24,8%. As the leaching- reductor factor vary, the best combination on leaching-reductor were obtained in HCl 25% with amount of HCl 18,75 mL/ g PML and Fe-red mass were 0,1g/ g PML. Trough the best leaching route manage to recover 35% TiO_2 -rutile with it main impurities are SiO_2 , 19% and $\text{Ti}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$, 46%. Six hour calcination at 900°C oxidized Fe-Ti compound to $\text{Ti}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$. Because Ti dispersed in HCl in TiO^{2+} form, TiO_2 percentage decrease.

Keyword: HCl leaching, synthetic rutile, ilmenite, Fe as reductor

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	i
Abstrak	iii
Daftar Isi	v
Daftar Gambar	viii
Daftar Tabel	x
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 <i>Latar Belakang</i>	1
1.2 <i>Tujuan Penelitian</i>	3
1.3 <i>Batasan Masalah</i>	3
1.4 <i>Metodologi Penelitian</i>	4
BAB II	5
STUDI PUSTAKA	5
2.1 <i>Titanium</i>	5
2.1.1 <i>Penemuan dan Ekstraksi Titanium</i>	6
2.1.2 <i>Penggunaan Logam dan Paduan Titanium</i>	7
2.1.3 <i>Titanium di Dalam Industri</i>	8
2.2 <i>Titanium Dioksida</i>	8
2.2.1 <i>Rutile</i>	9
2.2.2 <i>Penggunaan TiO₂</i>	10
2.3 <i>Imenite</i>	12
2.4 <i>Pemisahan Mineral</i>	13

2.5	<i>Proses Ekstraksi</i>	14
2.5.1	Proses Sulfat.....	15
2.5.2	Proses Klorida.....	15
2.5.3	Proses Kroll.....	17
2.5.4	Variasi Proses Sulfat.....	17
2.6	<i>Peningkatan Kereaktifan Reaksi</i>	19
BAB III	21
	METODE PENELITIAN	21
3.1	<i>Diagram Alir</i>	21
3.1.1	Preparasi Awal.....	21
3.1.2	Separasi Magnetik.....	22
3.1.3	Penghalusan Diskmill.....	23
3.2	<i>Proses Pengujian</i>	24
3.2.1	Pengujian XRF.....	24
3.2.2	Pengujian XRD.....	25
3.2.3	Observasi SEM.....	26
3.3	<i>Proses Ekstraksi</i>	27
3.3.1	Proses <i>Leaching</i>	27
3.3.2	Pencucian	28
3.3.3	Kalsinasi.....	29
BAB IV	30
	HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1	<i>Hasil Karakterisasi</i>	30
4.1.1	Pasir Mineral	30

4.1.2 Pasir Magnet Kuat.....	32
4.1.3 Pasir Magnet Lemah	35
4.1.4 Non-magnetik.....	36
4.2 <i>Perbandingan Hasil XRF dan Fitting XRD</i>	38
4.2.1 Koreksi Hasil XRF dengan Memasukan Unsur Oksigen	39
4.3 <i>Efisiensi Proses Leaching</i>	39
4.3.1 Efisiensi Pelarutan Fe	40
4.3.2 Efisiensi Pelarutan Ti.....	41
4.3.3 Efisiensi Pelarutan Si	43
4.4 <i>Proses Leaching - Reduksi</i>	43
4.4.1 Pengaruh <i>Leaching</i> Terhadap Kelarutan Fe	46
4.4.2 Pengaruh <i>Leaching</i> Terhadap Kelarutan Ti.....	47
4.5 <i>Perolehan TiO₂</i>	47
4.6 <i>Observasi SEM</i>	52
BAB V	53
KESIMPULAN DAN SARAN	53
5.1 <i>Kesimpulan</i>	53
5.2 <i>Saran</i>	54

DAFTAR GAMBAR

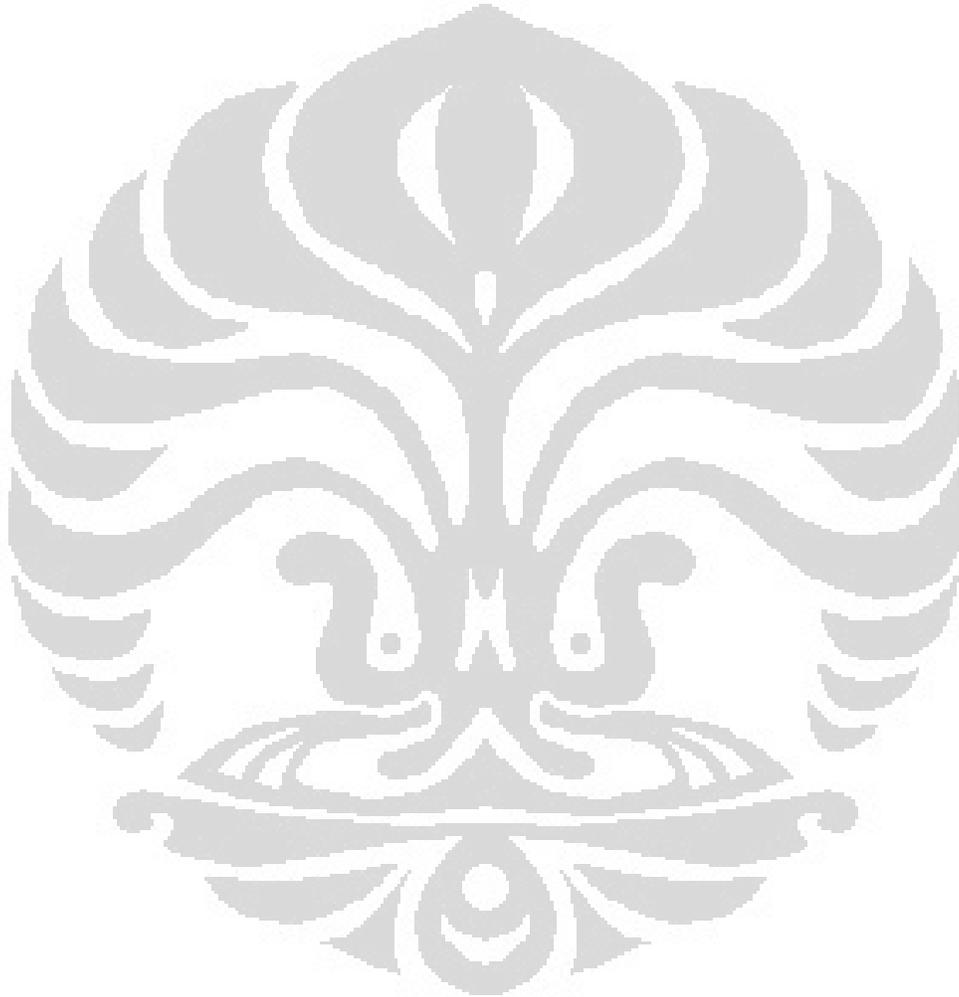
Gambar 2.1 Diagram Aplikasi dari Pigmen TiO_2 ^[1]	11
Gambar 3.1 Bagan alur penelitian yang digunakan sebagai acuan dalam kegiatan penelitian	21
Gambar 3.2 XRF merek Jeol Element Analyzer JSX-3211	24
Gambar 3.3 XRD merek Philips PW 3710	25
Gambar 3.4 (a) SEM, dan (b) alat pelapis emas untuk sampel SEM.....	26
Gambar 4.1 Komposisi massa (a) separasi magnetik, (b) unsur hasil XRF, dan (c) senyawa analisa XRD pada pasir mineral	31
Gambar 4.2 Pola difraksi XRD pada pasir mineral.....	31
Gambar 4.3 Profil fisik (a) pasir mineral, (b) PMK, (c) PML, dan (d) NM	32
Gambar 4.4 Komposisi massa (a) unsur hasil XRF dan (b) senyawa analisa XRD pada PMK.....	33
Gambar 4.5 Pola difraksi XRD pada PMK	34
Gambar 4.6 Komposisi massa (a) unsur hasil XRF dan (b) senyawa analisa XRD pada PML.....	35
Gambar 4.7 Pola difraksi XRD pada PML.....	36
Gambar 4.8 Kompisisi unsur pada NM berdasarkan XRF	37
Gambar 4.9 Perbandingan hasil XRF dan fitting XRD menggunakan GSAS37	
Gambar 4.10 Koreksi unsur hasil XRF dengan memasukan oksigen, pada (a) Pasir mineral, (b) PMK, dan (c) PML	38
Gambar 4.11 Persentase Fe terlarut pada HCl.....	39
Gambar 4.12 Persentase Ti terlarut pada HCl.....	40
Gambar 4.13 Persentase Si terlarut pada NM	42

Gambar 4.14 Emulsi yang timbul saat <i>leaching</i>	46
Gambar 4.15 Pola difraksi pada sampel uji	48
Gambar 4.16 Pola difraksi pada sampel yang telah dikalsinasi (BRZ2K)	49
Gambar 4.17 (a) Komposisi massa pada sampel BRZ2K, (b) BRZ2, dan (c) BRZ2 setelah dikalsinasi (BRZ2K).....	50
Gambar 4.18 (a) TiO ₂ yang tersebar, berwarna putih di atas butir hematite, (b) TiO ₂ yang belum membentuk butir besar, dan (c) butir TiO ₂ rutil yang telah didapatkan pada penelitian sebelumnya ^[1]	51



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Perbandingan sifat rutil dan anatase ^[1]	9
Tabel 4.1 Data fitting XRD dengan GSAS	36



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Permintaan akan titanium makin meningkat seiring berjalannya waktu. Titanium digemari karena memiliki beberapa sifat unggul. Sifat-sifat titanium diantaranya ringan, kuat, tahan panas, tahan terhadap korosi, serta memiliki biokompatibilitas yang tinggi terhadap tubuh. Sifat-sifat ini digunakan lebih lanjut dalam memproduksi titanium menjadi produk siap pakai.

Harga logam titanium mahal karena pengolahannya yang cukup sulit, namun hal itu sebanding dengan keunggulannya. Semua proses yang dilalui untuk mengolah titanium menjadi barang jadi memerlukan tingkat ketelitian yang tinggi. Salah satu sifat unggul titanium yang menyulitkan saat pengolahan adalah ketahanannya terhadap temperatur tinggi. Selain itu, kekuatan logam titanium juga cepat merusak mesin potong yang digunakan untuk mengolahnya.

Paduan titanium banyak sekali digunakan dalam industri penerbangan karena sifatnya yang ringan, kuat, dan tahan terhadap korosi. Kekuatan titanium menahan korosi bahkan lebih baik dari baja stainless. Selain tahan terhadap mineral asam dan gas klor, titanium juga tahan terhadap garam inorganik. Selain itu, produk titanium juga dipergunakan dalam bidang medis sebagai bahan pembuatan implant maupun peralatan kedokteran, karena memiliki biokompatibilitas yang tinggi.

Di lain pihak, oksida titanium juga memegang peran penting dalam industri. Dalam skala besar oksida titanium umumnya digunakan sebagai bahan pewarna baik untuk cat, kertas maupun keramik. Sementara itu sifat listrik yang dimiliki oleh oksida titanium membuatnya digunakan sebagai fotokatalis. Dalam keseharian kita mungkin menemukan oksida titanium ini dalam produk penapis sinar ultra violet (UV) karena sifatnya yang dapat menyerap sinar UV.

Titanium di alam umumnya berikatan dengan unsur lain dan memiliki kelimpahan sebesar 0,63% dari massa kerak bumi. Ia terdistribusi dan umumnya hadir dalam bentuk mineral anatase, brookite, ilmenite, perovskite, dan rutile. Diantara mineral yang mengandung titanium, hanya ilmenite (FeTiO_3) dan rutile (TiO_2) yang bernilai ekonomis. Ilmenite bernilai ekonomis karena merupakan bahan baku utama pembuatan titanium murni setelah diolah terlebih dahulu menjadi rutile. Sementara itu, rutile dapat langsung digunakan dalam dunia industri atau dapat diolah menjadi titanium murni.

Kurangnya cadangan rutile alam mendorong usaha untuk mengubah ilmenite menjadi rutile sintetis. Indonesia berpotensi mengembangkan industri rutile sintetis karena Indonesia kaya akan mineral alam. Pasir mineral hampir tersebar di sepanjang pesisir pulau Jawa, Sumatera, Kalimantan, dan Bangka. Kandungan utama pasir mineral tersebut diantaranya magnetite (Fe_3O_4), hematite (Fe_2O_3), titanomagnetite (Fe_2TiO_4), dan ilmenite sebagai bahan baku ekstraksi besi maupun titanium^[1], sedangkan mineral monasite dan xenotime digunakan pada ekstraksi logam tanah jarang (rare earth).

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah:

1. Karakterisasi senyawa mineral yang terdapat pada pasir mineral dan diutamakan pada mineral yang berbasis titanium.
2. Mengetahui konsentrasi asam klorida dan massa agen pereduksi (Fe) yang paling efektif untuk melakukan ekstraksi pasir mineral yang mengandung titanium.
3. Mempelajari proses yang terkait selama pelarutan pasir mineral dan melakukan karakterisasi pada hasil ekstrak titanium yang terbentuk.

1.3 Batasan Masalah

Penelitian ini difokuskan pada karakterisasi senyawa yang terkandung dalam pasir mineral dan hasil ekstraksinya, serta kelimpahan hasil ekstraksi TiO_2 yang didapatkan. Dalam penelitian ini diterapkan pemisahan pasir mineral magnetik dari unsur-unsur pengotornya, seperti Ca, Mg, Al, dan mineral lainnya dengan memanfaatkan sifat magnetik dari masing-masing mineral yang terkandung. Proses selanjutnya adalah pelarutan pasir mineral yang paling banyak mengandung titanium dengan konsentrasi asam klorida dan massa agen pereduksi (Fe) tertentu.

Penelitian ini dilakukan dalam skala laboratorium dengan pengujian XRF dan XRD serta menggunakan piranti lunak pendukungnya.

1.4 Metodologi Penelitian

Metode penelitian yang akan dilakukan terdiri atas tahap-tahap berikut:

1. Studi Kepustakaan

Studi kepustakaan dilakukan dengan membaca skripsi, tesis, maupun jurnal yang mendukung penulisan skripsi ini. Selain itu, studi kepustakaan juga dilakukan dengan mendiskusikan masalah yang dihadapi dengan dosen pembimbing dan rekan-rekan mahasiswa.

2. Penelitian Laboratorium

Penelitian laboratorium dilakukan dengan melakukan eksperimen pengubahan berbagai parameter dan mengolah data yang dihasilkan. Juga dengan pengambilan rute proses yang telah digunakan untuk *leaching* dengan asam kuat HCl dan agen pereduksi besi murni (Fe-red)

BAB II

STUDI PUSTAKA

2.1 Titanium

Titanium adalah logam yang sudah lama diimpikan oleh manusia. Ia diminati karena memiliki banyak sifat unggul, keunggulannya antara lain; massa jenis yang rendah, tahan temperatur tinggi, tahan karat^[1-3] dan memiliki sifat biokompatibilitas yang tinggi dengan tubuh^[4,5] sehingga bisa juga digunakan sebagai produk implan di tubuh^[6]. Titanium merupakan unsur kesembilan terbanyak di kerak bumi dan merupakan logam keempat terbanyak yang ada di permukaan bumi setelah aluminium, besi dan magnesium^[4].

Pada suhu ruang titanium memiliki struktur kristal heksagonal dan memiliki kekerasan 6 dalam skala mohs. Titanium memiliki massa jenis 4,51 g/cm³ serta memiliki *ultimate tensile strengths* sekitar 63,000 psi, Artinya, kekuatan ini sebanding dengan baja, namun 45% lebih ringan^[3,7]. Massa titanium 1,6 kali lebih besar dari aluminium, tetapi dua kali lebih kuat. Kurangnya pertumbuhan industri titanium tidak lain disebabkan biaya pengolahannya yang sangat tinggi^[4,6].

Nama titanium berasal dari Titan, dewa dalam mitologi Yunani. Titan merupakan anak dari Uranos dan Gaia. Titan sangat dibenci oleh sang ayah karena memiliki kekuatan yang luar biasa dan tanpa tanding. Oleh karena itu

sang ayah lalu menahan dan mengurungnya di dalam permukaan bumi, kesamaan sifat fisik dan asal menjadikan titanium nama yang tepat untuk logam ini.

2.1.1 Penemuan dan Ekstraksi Titanium

Titanium ditemukan pertama kali pada tahun 1791 oleh William Gregor, tetapi proses pemurniannya baru dimulai tahun 1900^[3,4]. Gregor mengamati pasir magnetik yang didapatnya dari sungai lokal di Inggris dan mampu memisahkan pasir hitam yang terkandung di dalamnya. Pasir ini sekarang kita kenal sebagai ilmenite (FeTiO_3). Gregor memisahkan besi (oksida besi) yang terkandung di dalamnya menggunakan magnet dan mereaksikannya dengan HCl, saat itulah berhasil diproduksi senyawa oksida (TiO_2) dari ilmenite.

Empat tahun kemudian, seorang ahli kimia Berlin, Martin Heinrich Klaproth berhasil mengisolasi titanium oksida dari mineral yang berasal dari Hungaria. Oksida ini umum dikenal dengan nama rutil^[4]. Dibutuhkan waktu 100 tahun, bagi Matthew Albert Hunter untuk dapat menghasilkan titanium murni dari bahan mentahnya. Untuk mendapatkannya, ia memanaskan titanium tetraklorida dengan natrium dalam sebuah bejana besi. Kereaktifan yang besar membuat natrium dan klorida saling bereaksi hingga meninggalkan titanium yang murni.

Saat ini proses kroll^[3] digunakan untuk memproses titanium dalam skala besar. Proses ini ditemukan oleh Justin Wilhem Kroll dari Luxemburg, yang sekarang dikenal sebagai bapaknya industri titanium. Perlu perjalanan 120 tahun untuk mengambil titanium murni dari pasir mineral. Walaupun diperlukan usaha yang cukup keras dalam mengisolasi titanium, namun keberhasilan ini membawa keuntungan yang luar biasa.

2.1.2 Penggunaan Logam dan Paduan Titanium

Titanium tahan terhadap korosi bahkan lebih baik dari pada stainless^[3,7]. Selain itu, titanium juga tahan terhadap asam, gas klor dan garam inorganik. Titanium tahan terhadap korosi karena ia membentuk lapisan oksida yang melindunginya agar tidak teroksidasi lebih lanjut, namun tidak kehilangan kilapnya dalam temperatur kamar^[7].

Dengan berbagai kelebihan yang dimilikinya baik secara fisik maupun kimia, logam titanium banyak digunakan sebagai bahan baku industri . Penggunaan sebagai bahan baku raket, perlengkapan golf, dan sepeda gunung dalam industri alat-alat olah-raga. Pipa dalam industri kimia dan petrokimia, serta berbagai aplikasi pada industri otomotif^[3], titanium bahkan digunakan dalam industri perkapalan dan penerbangan luar angkasa^[1,5-7].

2.1.3 Titanium di Dalam Industri

Memproses titanium menjadi barang siap pakai juga merupakan hal yang sangat sulit. Keunggulan titanium juga merupakan kelemahannya. Sifat titanium yang tahan panas dan konduktivitasnya yang rendah menyulitkan untuk perlakuan termal dalam memproses titanium. Kekuatannya menyulitkan untuk perlakuan mekanik. Hal inilah yang menyebabkan untuk memproses titanium membutuhkan biaya yang lebih besar dari logam pada umumnya^[4].

2.2 Titanium Dioksida

Oksida titanium terdapat di alam dalam bentuk batuan, endapan batuan, dan pasir. Titanium dioksida merupakan polimorph yang terdiri dari anatase, brookite dan rutile^[8-11]. Anatase dan rutile memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan brookite memiliki struktur kristal orthorombik^[11]. Massa jenis anatase, brookite dan anatase berturut-turut adalah 3,90, 4,13, dan 4,27 g/cm³^[8].

Rutile secara termodinamika lebih stabil dari pada anatase^[10]. Walaupun demikian anatase dan brookite tetap stabil pada suhu rendah. Mereka bisa stabil pada suhu tinggi asalkan ditambahkan dopan tertentu saat sintesis^[11]. Brookite sulit dan jarang sekali dijumpai karena merupakan fase yang hanya hadir jika disintesis dengan tekanan tinggi^[8].

Perubahan anatase menjadi rutile umum terjadi pada suhu tinggi, namun tidak ada temperatur spesifik dimana perubahan fase ini berlangsung.

Tabel 2.1 Perbandingan sifat rutile dan anatase^[1]

Sifat	Rutile	Anatase
Bentuk Kristal	Tetragonal	Tetragonal
Konstanta Kisi a (Å)	4,58	3,78
Konstanta Kisi c (Å)	2,5	9,49
Massa Jenis (g/cm ³)	4,27	3,90
Indeks Bias	2,71	2,52
Kekerasan (VHN)	6,0-7,0	5,5-6,0
Titik Leleh (°C)	1858	Berubah menjadi Rutile pada suhu tinggi

Sebuah publikasi menunjukkan perubahan terjadi pada suhu 700-1000°C^[10], namun publikasi lain memperlihatkan perubahan itu terjadi pada suhu 600-1100°C^[9]. Umumnya untuk mendapatkan rutile dari anatase, kalsinasi dilakukan pada suhu 900°C seperti yang telah dilakukan pada penelitian sebelumnya^[1,2].

TiO₂ diproduksi dari ilmenite maupun rutile alam dengan proses sulfat, klorinasi dan proses kroll dengan bahan baku slag yang kaya dengan unsur titanium. TiO₂ digunakan kira-kira 5 juta ton pertahun^[5].

2.2.1 Rutile

Rutile berasal dari bahasa latin 'rutilus' yang artinya merah. Sesuai dengan namanya, rutile alam berwarna merah, merah kehitaman hingga hitam. Di alam ini, rutile umumnya ditemukan dalam granite dan metamorphic limestone. Di alam kandungan rutile sekitar 95% dari seluruh TiO₂.

Keberadaan Rutile alam kualitas tinggi semakin berkurang dan diperkirakan hanya tinggal 50 juta ton di seluruh dunia^[5]. Pembuatan rutile sintetis cukup menarik karena harganya 5-6 kali harga bahan dasarnya, ilmenite^[5].

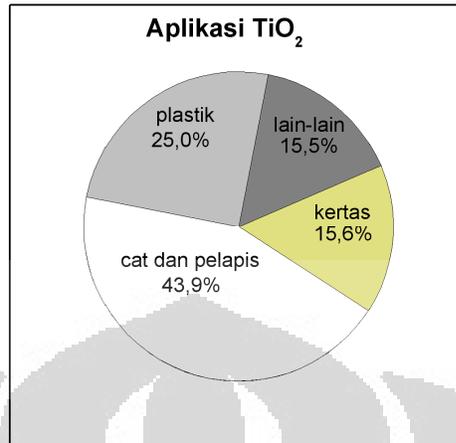
Secara teori rutile mengandung Ti dan O masing-masing 59,93 wt% dan 40,07 wt%, sama seperti senyawa TiO₂ lainnya. Sebagaimana telah dikemukakan sebelumnya, rutile memiliki struktur kristal tetragonal dengan space group P42/mnm. Rutile lebih diminati karena ia merupakan oksida titanium yang paling stabil diantara fase oksida titanium yang ada.

2.2.2 Penggunaan TiO₂

TiO₂ paling banyak dipergunakan untuk pigmen, penggunaan pigmen TiO₂ didominasi untuk aplikasi cat dan pelapis^[5,12,13]. Sedangkan penggunaan pigmen TiO₂ lainnya sebagai pewarna pada keramik, tekstil, dan tinta^[12,13].

TiO₂ sebenarnya adalah bahan intermediet dalam pewarna cat, pelapis pipa, keramik dan kertas^[12,13]. Dalam industri pelapis, penggunaan pigmen TiO₂ cukup menguntungkan, karena hanya dengan pelapisan yang tipis (dalam skala mikrometer) sudah mampu melapisi keseluruhan substrat^[3]. Dalam industri cat, pigmen TiO₂-rutile umumnya dipergunakan untuk outdoor

Selain sensitif terhadap oksigen, TiO₂ juga memiliki sifat listrik yang cukup menarik, dielektrik yang cukup besar, bersifat fotoelektrik dan memiliki sifat katalitik^[11]. Sifat-sifat ini dapat dimanfaatkan untuk sumber energi jika



Gambar 2.1 Diagram Aplikasi dari Pigmen TiO₂^[1]

diaplikasikan untuk fotovoltaik atau untuk perangkat elektronik sebagai ultrathin kapasitor (TiO₂-rutile)^[8]. Anatase memiliki fotoaktivitas yang lebih tinggi dibandingkan rutile, tapi anatase sedikit lebih tidak stabil dari rutile sehingga jarang dipergunakan dalam aplikasi ini^[9].

TiO₂ juga umum digunakan dalam produk tabir surya karena kemampuannya mengabsorpsi sinar Ultra Violet (UV)^[1]. Selain itu, kemampuannya untuk menyerap sinar UV juga dimanfaatkan untuk aplikasi fotokatalis^[1]. Aplikasi untuk fotokatalis dapat dipergunakan untuk menyingkirkan polutan dari udara dan air^[8].

Dalam industri plastik, pigmen TiO₂-rutile digunakan untuk berbagai aplikasi plastik, seperti pewarnaan lapisan plastik pembungkus dengan ketebalan. Karena sifatnya yang tidak tembus cahaya (*opaque*), pigmen ini mampu melindungi barang-barang yang dibungkus karena menyerap radiasi

UV dengan panjang gelombang 413 nm^[3]. Kandungan TiO₂ untuk plastik biasanya sekitar 3–25 wt% dari hasil produksi.

Untuk keperluan industri kertas, pigmen TiO₂-anatase lebih disukai karena lebih lembut dibanding rutile. Rutile yang relatif lebih keras dari anatase dapat merusak mesin pembuat kertas. Selain itu, pigmen ini juga dapat meningkatkan kecerahan warna pada kertas tersebut.

2.3 Ilmenite

Ilmenite ditemukan tahun 1827 dan diberi nama sesuai lokasi pertama kali mineral ini ditemukan, yaitu di danau Ilmen, pegunungan Miask, selatan Ural Rusia^[1]. Ilmenite dapat langsung digunakan untuk membuat pigment atau logam titanium. Ilmenite memiliki struktur kristal hexagonal dengan space group R3.

Ilmenite merupakan unsur terpenting dalam ekstraksi unsur titanium, secara komposisi ilmenite terdiri atas 36,80% Fe, 31,57%Ti, dan 31,63%,O atau 52,66% TiO₂ dan 47,33% FeO. Batuan maupun pasir ilmenite terbentuk karena kejadian alam, sehingga sering terjadi kerusakan pada susunan kristalnya dan mengakibatkan persentase massa yang ada tidak sama dengan teori. Oleh karena itu, umumnya kandungan TiO₂ dalam ilmenite alam antara 33-65%^[1].

Walaupun cadangan ilmenite di Indonesia tidak sebanyak cadangan ilmenite di India yang menempati urutan ke-2 di dunia^[13], Indonesia

berpotensi mengembangkan industri rutil sintetik maupun logam titanium. Ilmenite dapat langsung diproses untuk membuat pigment TiO_2 atau logam titanium, namun ilmenite biasanya diproduksi menjadi bahan intermediet dengan kandungan besi yang rendah^[14].

2.4 Pemisahan Mineral

Di alam ini jarang terdapat mineral murni dalam senyawa, sehingga diperlukan pemisahan mineral tersebut dari unsur lain. Pemisahan itu dapat bersifat fisik maupun kimia. Separasi magnetik merupakan salah satu cara pemisahan secara fisik, khususnya untuk senyawa-senyawa dengan sifat magnet yang berbeda. Ilmenite dan magnetite berbeda pada sifat magnetnya, ilmenite masuk dalam golongan paramagnetik, sedangkan magnetite merupakan ferromagnetik^[1-3]. Sifat ini bukan suatu patokan pasti khususnya pada senyawa yang berasal dari alam. Unsur alam mungkin saja mengalami cacat bawaan sehingga ukuran sifat magnetnya berubah sedikit. Namun, secara kasar ilmenite dapat dikonsentrasikan dengan magnet yang memiliki kekuatan 1,10 T, sedangkan magnetite hanya membutuhkan magnet dengan kekuatan 0,42 T^[1,2].

2.5 Proses Ekstraksi

Ekstraksi adalah pemisahan satu atau beberapa material dari suatu padatan atau cairan dengan bantuan pelarut. Proses ekstraksi biasanya dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu:

- Pencampuran bahan ekstraksi dengan pelarut.
- Memisahkan larutan ekstrak dari residu, biasanya dengan proses pengendapan maupun penyaringan.
- Memisahkan ekstrak dari larutan ekstrak.

Dua proses utama untuk ekstraksi dan meningkatkan kadar TiO_2 dalam pasir mineral dengan metode *hydrometallurgy*, yaitu *leaching* (pelarutan) dengan asam sulfat maupun asam klorida. Proses sulfat tergolong panjang, mahal dan limbah besi sulfat kurang bernilai ekonomi, asam sulfat dalam proses ini dapat digantikan dengan asam klorida yang memiliki limbah berupa besi klorida yang lebih bernilai ekonomis^[12]. Proses *leaching* bertujuan untuk memecahkan bijih atau konsentrat dari bahan yang akan diekstraksi untuk memisahkan/ menghasilkan mineral yang berharga. Selain itu proses ini juga mudah melarutkan zat dalam bijih atau konsentrat sehingga akan didapatkan bentuk konsentrat yang kaya logam berharga.

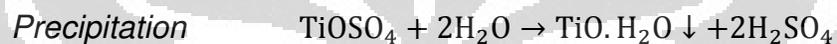
Ada dua proses yang biasa digunakan untuk menghasilkan TiO_2 , yaitu:

1. Proses sulfat, dan
2. Proses klorida

2.5.1 Proses Sulfat

Proses sulfat dikembangkan oleh Farup dan Jebesen di Norway, proses ini merupakan teknologi pertama yang digunakan dalam skala komersial pada tahun 1918^[1-3]. Proses ini menggunakan ilmenite maupun rutil sebagai bahan baku.

Pada proses ini TiO_2 diekstraksi dengan pelarut asam sulfat berdasarkan prediksi reaksi-reaksi berikut :



Pada proses digestion, ion besi dari ilmenite akan lebih mudah larut jika dalam bentuk ion Fe^{2+} ^[1-3,12]. Proses sulfat ini biasa dilakukan pada temperatur 110-120 °C guna meningkatkan laju reaksi karena pada umumnya laju reaksi pada proses sulfat sangat lambat^[1-3]. Ketika reaksi telah berlangsung akan terjadi endapan hidrat TiO_2 melalui proses pengendapan. Selanjutnya dilakukan kalsinasi untuk melepas hidrat tersebut dan mendapatkan TiO_2 , khususnya TiO_2 -rutile.

2.5.2 Proses Klorida

Proses klorida secara komersial dikembangkan untuk menghasilkan TiO_2 pada tahun 1954 oleh DuPont. Saat ini proses Klorida merupakan

proses utama yang dilakukan dalam memenuhi pasar dunia, sekitar 65% dari 4 juta ton pigmen diproduksi dengan proses ini^[3]. Kebanyakan proses klorida dalam industri pigmen tidak dapat digunakan untuk bahan baku material dengan kandungan TiO₂ dibawah 85%. Proses ini menghasilkan TiO₂-rutile. Reaksi yang terjadi pada proses klorida adalah:



Proses klorida membutuhkan bahan baku dengan kandungan titanium yang tinggi. Terutama mineral rutile (95% TiO₂) atau ilmenite dengan kandungan (55-70% TiO₂) juga dapat digunakan, akan tetapi sebelumnya kandungan TiO₂ harus ditingkatkan menjadi rutile sintetik. Banyak metode yang digunakan untuk keperluan ini, diantaranya proses milling.

Bijih dicampur dengan coke kualitas tinggi kemudian diklorinasi pada temperatur 900°C. Produk utama adalah titanium tetrachloride, TiCl₄ dikondensasikan dan distilasi dengan demikian hampir semua pengotornya dipisahkan sebagai padatan. TiCl₄ dicampur dengan oksigen pada temperatur di atas 1000°C. Produk titanium dioksida dinetralkan dengan pencucian dalam larutan asam atau alkali. Hasil akhir dari proses ini adalah pigmen TiO₂-rutile yang tinggi (99,99%) dan tidak ada produk buangan utama yang dihasilkan.

2.5.3 Proses Kroll

Sekarang ini titanium diproduksi secara komersial oleh Proses Kroll. Rutile (TiO_2) adalah bahan baku utama dari proses ini, namun kadang ilmenite yang telah diproses juga digunakan. Langkah-langkah dari proses ini termasuk ekstraksi, purifikasi, produksi sponge, dan pembuatan paduan (alloy).

Meskipun peralatan dan prosedur proses Kroll ini telah berjalan lebih dari 50 tahun, tetaplah sulit untuk menutupi panas pembuangan dari setiap prosesnya dan efisiensi total dari proses ini tetaplah buruk. Permintaan untuk logam Titanium sangatlah besar, ini berarti peningkatan produksinya diperlukan. Bagaimanapun, efisiensi dan total biaya masih menjadi masalah pada proses reduksi dengan Magnesium. Oleh karena itu, berbagai proses alternatif sedang dikembangkan untuk memproduksi Titanium dengan biaya rendah.

2.5.4 Variasi Proses Sulfat

Variasi ini dilakukan dengan mengganti asam sulfat menjadi asam klorida dan diharapkan mampu mendapatkan ekstrak TiO_2 -rutile dengan kemurnian yang cukup baik^[12]. Penelitian sebelumnya menunjukkan hasil yang memuaskan dengan menggunakan proses sulfat dan mendapatkan ekstrak titanium dengan kemurnian 97%^[11]. Penggantian ini menurunkan kekuatan asam pelarut, namun membawa keuntungan lain. Besi sulfat hasil sampingan reaksi ini cukup bernilai ekonomis, selain itu untuk mendapatkan kembali

asam klorida dapat dilakukan proses pyrolisis terhadap padatan besi klorida yang dihasilkan pada proses *leaching*. Selain mendapatkan kembali asam klorida, proses ini juga akan menghasilkan Fe_2O_3 .

Variasi proses sulfat ini selain menguntungkan karena menghasilkan besi(II) klorida sebagai produk sampingan, proses ini juga tidak memerlukan perlakuan termal sebelum *leaching*. Penelitian sebelumnya menggunakan karbon sebagai pereduksi dan membutuhkan perlakuan termal dengan suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ untuk melakukan reduksi^[2].

Prediksi reaksi yang terjadi pada *leaching* HCl ini tidak jauh berbeda dengan reaksi pada proses sulfat. Reaksi-reaksi yang mungkin terjadi sebagai berikut^[12].

Ilmenite yang ada akan mengalami reaksi berikut:

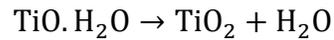


Melalui reaksi pengendapan berikut akan didapatkan TiO_2 :



Reaksi di atas tidak akan berjalan sempurna jika kekurangan air, i unsur utama untuk menciptakan TiO_2 . Kurangnya air akan mendorong reaksi terhenti dan tidak menciptakan TiO_2 yang diharapkan. Titanium yang ada tidak akan terendapkan, namun mungkin masih larut.

Pada proses pengendapan mungkin saja hidrat tercipta pada TiO_2 . Kalsinasi pada proses ini juga dilakukan untuk menghilangkan air pada hidrat dalam TiO_2 , selain menghasilkan TiO_2 -rutile.



2.6 Peningkatan Kereaktifan Reaksi

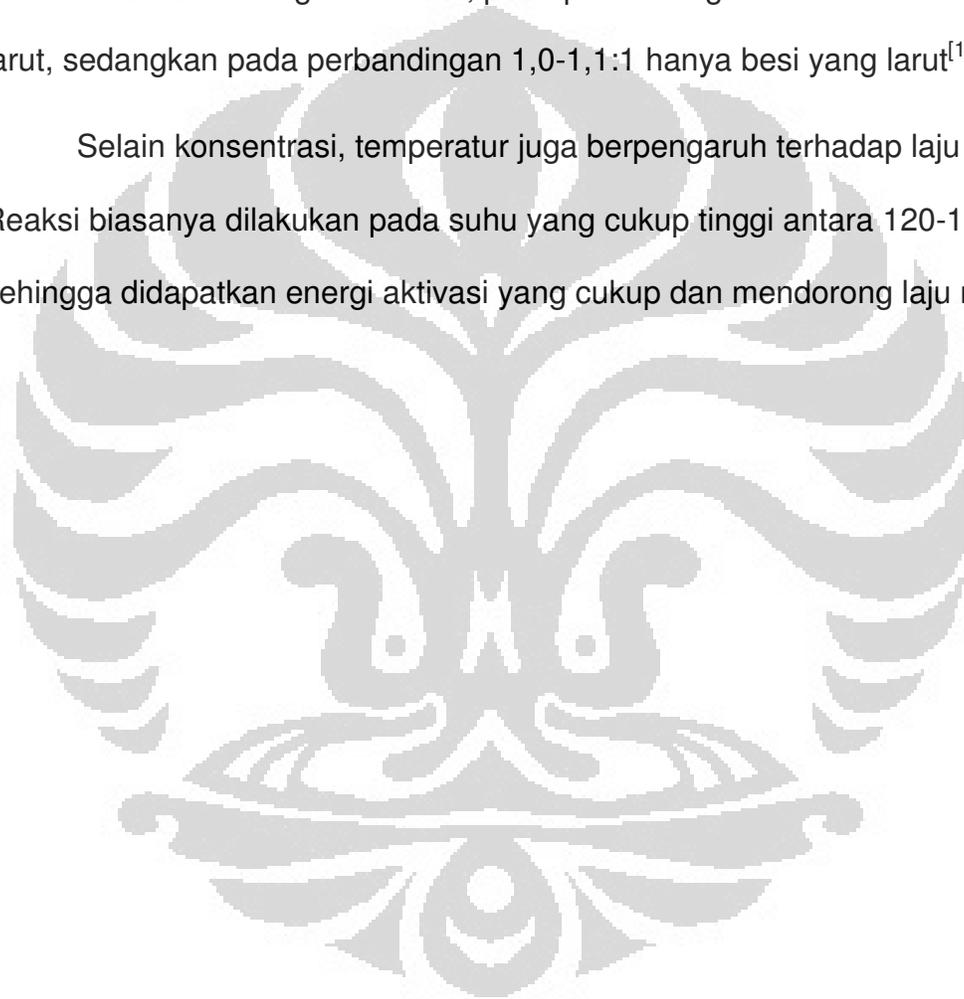
Laju reaksi pada proses sulfat berjalan sangat lambat^[13]. Untuk meningkatkannya, dilakukan aktivasi secara mekanik pada ilmenite. Aktivasi secara mekanik ini diwujudkan melalui proses milling. Proses milling dapat meningkatkan aktivasi karena dengan milling akan tercipta permukaan reaksi yang lebih luas, sehingga laju reaksi akan berlangsung lebih cepat.

Pada penelitian sebelumnya bubuk ilmenite dengan ukuran 150-300 μm ukuran tidak berpengaruh pada laju reaksi, sedangkan bubuk dengan ukuran 20-74 μm sangat berpengaruh pada laju reaksi, semakin kecil ukuran semakin besar laju reaksinya^[15].

Penambahan serbuk Fe dapat meningkatkan laju reaksi. Penambahan ini akan mereduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} yang lebih larut dalam HCl ^[1,2,12]. Secara teori ilmenite memiliki ion besi dalam bentuk Fe^{2+} , namun terkadang ilmenite hadir dengan ion Fe^{3+} yang sukar larut, sehingga mengurangi laju reaksi. Selain itu, hematite yang selalu hadir bersama ilmenite dan hanya memiliki ion Fe^{3+} akan sangat mengurangi laju reaksi.

Konsentrasi pelarut juga sangat berperan pada laju reaksi. Konsentrasi pelarut yang besar akan menambah laju reaksi, namun ketika konsentrasi pelarut terlalu tinggi, tidak hanya Fe, namun Ti juga ikut larut, sehingga mengurangi jumlah Ti yang berhasil diekstraksi. Dengan perbandingan mol konsentrasi asam dengan ilmenite, pada perbandingan 300-710:1 Ti ikut larut, sedangkan pada perbandingan 1,0-1,1:1 hanya besi yang larut^[15].

Selain konsentrasi, temperatur juga berpengaruh terhadap laju reaksi. Reaksi biasanya dilakukan pada suhu yang cukup tinggi antara 120-150 °C^[13], sehingga didapatkan energi aktivasi yang cukup dan mendorong laju reaksi.

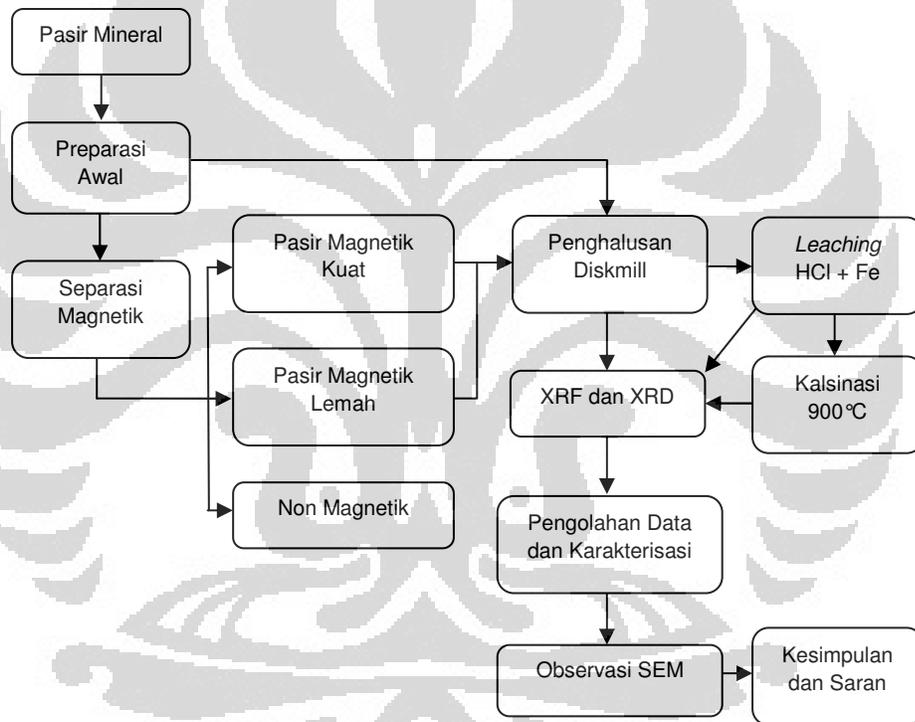


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

Gambar 3.1 merupakan langkah-langkah yang dilakukan selama penelitian ini.



Gambar 3.1 Bagan alur penelitian yang digunakan sebagai acuan dalam kegiatan penelitian

3.1.1 Preparasi Awal

Pasir mineral yang diuji adalah pasir yang berasal dari daerah Sukabumi, Jawa Barat. Preparasi awal bertujuan untuk menghilangkan

sejumlah pengotor yang terdapat pada pasir mineral yang akan dijadikan bahan untuk penelitian kali ini. Preparasi awal meliputi pencucian disertai pengeringan dan penyaringan.

Pencucian terhadap pasir mineral berguna untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada pasir mineral, seperti tanah, debu, dan pengotor lainnya. Pencucian dilakukan dengan menuangkan sejumlah aquades pada pasir mineral lalu mengaduk campuran tersebut selama ± 5 menit. Sesudah itu, aquades yang terdapat dalam campuran itu dibuang. Pencucian dengan aquades ini kemudian diulangi sekali lagi. Setelah pencucian selesai, pasir mineral ini kemudian diletakkan pada kertas koran pada terik matahari agar kering.

Sesudah pasir mineral kering, kemudian dilakukan penyaringan. alat saring dengan diameter ± 1 mm diharapkan dapat menghilangkan pengotor yang tidak larut dalam aquades. Pengotor ini antara lain serpihan kayu dan batuan dengan ukuran yang cukup besar yang tidak mengapung ketika pasir mineral ditambahkan aquades.

3.1.2 Separasi Magnetik

Separasi magnetik dilakukan menggunakan 2 buah magnet dengan kekuatan yang berbeda (0,42 dan 1,10 T). Untuk melakukan separasi ini, pasir diletakkan pada selembar kertas putih kemudian diratakan sehingga ketebalan pasir 2-3 mm. Selanjutnya magnet yang telah dilapisi oleh

selembar kertas dilewatkan diatas pasir pada jarak ± 1 cm. Pasir yang menempel kemudian dikumpulkan.

Pasir mineral terlebih dahulu diseparasi oleh magnet dengan kekuatan 0,42 T. Pasir yang tertarik ke magnet diharapkan sebagian besar dalam fase magnetite, titanomagnetite, maupun pseudobrookite, pasir ini dinamakan pasir magnetik kuat (PMK). Sisa pasir yang telah diseparasi oleh magnet dengan kekuatan 0,42 T kemudian diseparasi kembali menggunakan magnet dengan kekuatan 1,10 T. pasir yang tertarik ke magnet diharapkan ada dalam fase hematite dan ilmenite, pasir ini dinamakan pasir magnetik lemah (PML). Sisanya yang tidak tertarik pada magnet diharapkan merupakan oksida dari senyawa non magnetik, oleh karena itu pasir ini dinamakan non-magnetik (NM). Untuk pengujian kandungan PMK, PML, dan NM dalam pasir mineral dilakukan sampling dengan mengambil pasir mineral dengan massa ± 20 g kemudian dilakukan separasi magnetik.

3.1.3 Penghalusan Diskmill

Penghalusan bertujuan selain memperoleh sampel dengan bentuk bubuk yang memudahkan analisa XRD maupun XRF, sampel dengan bentuk bubuk juga menguntungkan karena reaksi akan berjalan dengan lebih baik dengan hadirnya permukaan yang luas. Penghalusan dilakukan dengan menggunakan High Energy Vibration Diskmill selama ± 5 menit.



Gambar 3.2 XRF merek Jeol Element Analyzer JSX-3211

3.2 Proses Pengujian

Proses pengujian dilakukan di laboratorium Program Studi Ilmu Material PPS-FMIPA UI. Pengujian yang dilakukan antara lain identifikasi unsur dengan XRF, identifikasi senyawa dengan XRD, serta observasi SEM.

3.2.1 Pengujian XRF

Untuk melakukan pengujian ini, sampel dibuat dalam bentuk pelet. Pembuatan pelet dilakukan dengan meletakan sejumlah sampel pada pipa plastik kemudian ditekan hingga mencapai tekanan 10 ton menggunakan alat Hydraulic Press Jeol SX 29020. Jika sampel terlalu sedikit, sampel dapat diletakan dalam wadah sampel khusus untuk analisa XRF. XRF yang digunakan merupakan buatan Jepang dengan jenis Jeol Element Analyzer JSX-3211. Melalui pengujian dengan XRF, kita dapat melihat kandungan unsur yang dimiliki oleh sampel yang kita uji.



Gambar 3.3 XRD merek Philips PW 3710

3.2.2 Pengujian XRD

Setelah mengetahui jenis unsur yang dimiliki oleh sampel yang diuji, selanjutnya dilakukan identifikasi senyawa di dalamnya dengan bantuan XRD. Untuk pengujian XRD sampel kembali dibuat dalam bentuk pelet dengan alat yang sama saat pembuatan pelet untuk analisa XRF. Jika jumlah sampel terlalu sedikit, sampel ditempelkan pada kaca preparat menggunakan *double-tape* dan dijaga agar sampel memiliki ketebalan yang cukup untuk analisa ini.

XRD yang digunakan menggunakan target Co dengan merek Philips PW 3710. Pengujian dilakukan dengan sudut 2θ dari 20° sampai 100° dengan waktu jejak 1 %menit. Untuk proses fitting, digunakan perangkat lunak GSAS dengan beberapa perangkat lunak lain pendukungnya seperti; ICDD PCPDFWIN dan Bella.



Gambar 3.4 (a) SEM, dan (b) alat pelapis emas untuk sampel SEM

3.2.3 Observasi SEM

Sebelum melakukan observasi SEM, terlebih dahulu sampel didispersikan dengan cara melarutkannya dalam aseton kemudian disonik selama ± 1 menit. Selanjutnya, larutan ini dituangkan pada kaca preparat dan ditunggu hingga mengering. Setelah mengering sampel yang ada ditempelkan dengan *selotape* karbon dan ditempelkan dalam wadah sampel khusus dan selanjutnya dilapisi dengan emas. Setelah dilapisi emas sampel siap untuk diobservasi.

SEM dengan merek Jeol Scanning Microscope (JSM) 5310 LV digunakan agar kita dapat secara visual melihat bentuk dan ukuran serbuk yang didapatkan melalui hasil ekstraksi.

3.3 Proses Ekstraksi

Proses ekstraksi dilakukan pada pasir dengan persentase kandungan titanium yang tinggi. HCl yang digunakan adalah HCl teknis dengan konsentrasi 33%, sedangkan Fe pereduksinya (Fe-red) adalah Fe tunggal yang didapatkan dari proses elektrolisis. Fe-red berbentuk bongkahan padat kecil ± 1 cm, untuk mendapatkannya dalam bentuk serbuk Fe-red di-milling selama ± 30 menit.

3.3.1 Proses *Leaching*

Proses *Leaching* dilakukan pada skala laboratorium, dimana hanya sebanyak 8 g pasir yang diproses. Pada penelitian ini, variasi dilakukan pada jumlah persentase HCl dan massa Fe yang digunakan. Konsentrasi HCl yang dipergunakan adalah 30%, 25%, dan 20% untuk 18,75 mL HCl/ g pasir yang digunakan. Sedangkan untuk massa Fe-red sebagai pereduksinya, dipergunakan perbandingan sebagai berikut; 0,050, 0,075, 0,100, dan 0,125 g Fe/ g pasir yang digunakan.

HCl dipanaskan di atas *Hot-Plate* pada suhu 90–110 °C sambil diaduk ± 5 menit sekali. Saat HCl mendidih, ditandai oleh munculnya gelembung pada dasar, pasir dimasukan. 20 menit kemudian, Fe-red dimasukan dan ditunggu hingga 40 menit.

Setelah 40 menit, campuran tersebut diangkat dari atas *Hot-Plate*, lalu didiamkan 30 menit agar terjadi endapan. Larutan yang tidak mengendap lalu

dibuang, kemudian dilakukan penambahan HCl 5% sebanyak 50 mL lalu sampel di-*centrifuge* pada kecepatan ± 2500 rpm selama 10 menit. Setelah itu larutan yang tidak mengendap dibuang dan ekstrak dilarutkan kembali dengan 50 mL aquades. *Centrifuge* kembali dilakukan pada ± 2500 rpm selama 10 menit. Larutan kembali dibuang, lalu ekstrak tersebut dikumpulkan pada beaker glass dan dikeringkan di atas *hot-plate*.

3.3.2 Pencucian

Pencucian yang dimaksud adalah proses pemurnian ekstrak menggunakan asam HNO₃ pekat (1,5 M). Pencucian dilakukan dengan menuangkan ± 5 mL HNO₃ untuk tiap gram sampel yang telah didapatkan. Ekstrak yang telah dilarutkan dalam HNO₃ kemudian dipanaskan pada suhu ± 70 °C selama 30 menit sambil diaduk sesekali.

Setelah itu sampel diangkat dari Hot-Plate dan ditambah aquades hingga 50 mL, sampel kemudian di *centrifuge* pada kecepatan ± 2500 rpm selama 10 menit. Setelah itu larutan yang tidak mengendap dibuang dan sampel dilarutkan kembali dengan 50 mL aquades. *Centrifuge* kembali dilakukan pada ± 2500 rpm selama 10 menit. Larutan kembali dibuang, lalu sampel tersebut dikumpulkan pada beaker glass dan dikeringkan di atas *hot-plate*.

3.3.3 Kalsinasi

Setelah didapatkan kombinasi jumlah konsentrasi HCl dan massa Fe-red yang cocok untuk proses *leaching*, selanjutnya dilakukan kalsinasi pada hasil ekstraksi sampel tersebut. Kalsinasi dilakukan guna mendapatkan TiO₂-rutile. Melalui kalsinasi, diharapkan semua TiO₂ yang didapatkan akan berubah fase menjadi rutile.

Kalsinasi dilakukan menggunakan furnace 6000 Thermolyne. Kenaikan suhu dijaga pada laju 10°C/ menit dengan waktu penahanan selama 6 jam pada suhu 900°C. Penurunan suhu diatur dengan laju sebesar 10°C/ menit, sampel dikeluarkan dari furnace pada suhu 200°C.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Karakterisasi

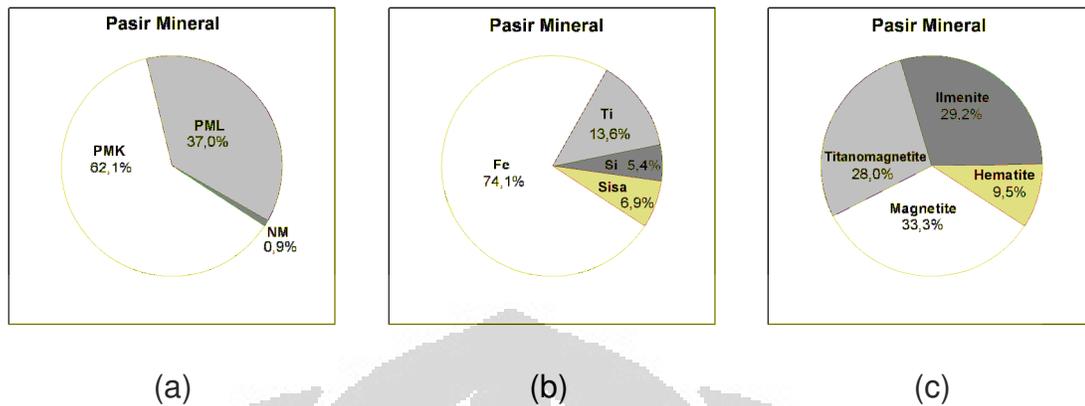
Karakterisasi sampel didapatkan dari hasil separasi magnet, hasil XRF, dan analisa XRD menggunakan perangkat GSAS untuk menentukan senyawa beserta persentase senyawa tersebut dalam sampel.

Analisa kualitatif XRF bersifat terbatas karena hanya mampu membedakan unsur sampai dengan nomor atom tertentu. Sebagian besar unsur yang ada di dalam pasir mineral diduga merupakan senyawa oksida. Dengan demikian, persentase yang ditunjukkan oleh XRF bukanlah nilai mutlak persentase senyawa yang ada karena XRF tidak mampu mendeteksi kehadiran oksigen dalam sampel.

Analisa XRD hanya dapat mendeteksi senyawa dengan kandungan cukup besar. Untuk senyawa-senyawa dengan kandungan yang sedikit, puncak-puncak difraksi yang dihasilkannya akan tertutupi oleh *noise* yang ada sehingga tidak muncul sebagai puncak dengan intensitas yang tinggi.

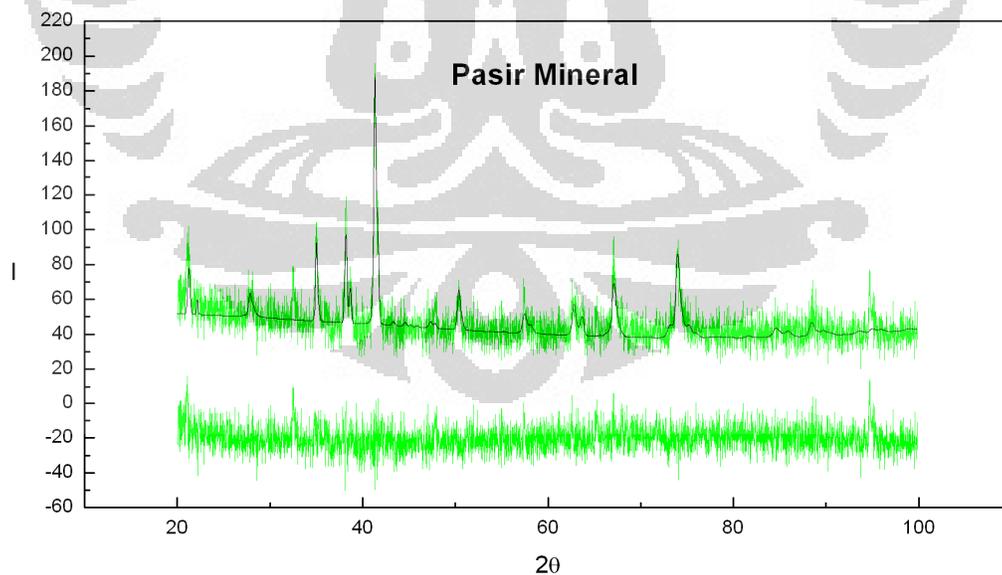
4.1.1 Pasir Mineral

Hasil separasi magnet memperlihatkan pasir mineral tersusun sebagian besar dari PMK kemudian diikuti oleh PML dan yang terendah adalah NM.



Gambar 4.1 Komposisi massa (a) separasi magnetik, (b) unsur hasil XRF, dan (c) senyawa analisa XRD pada pasir mineral

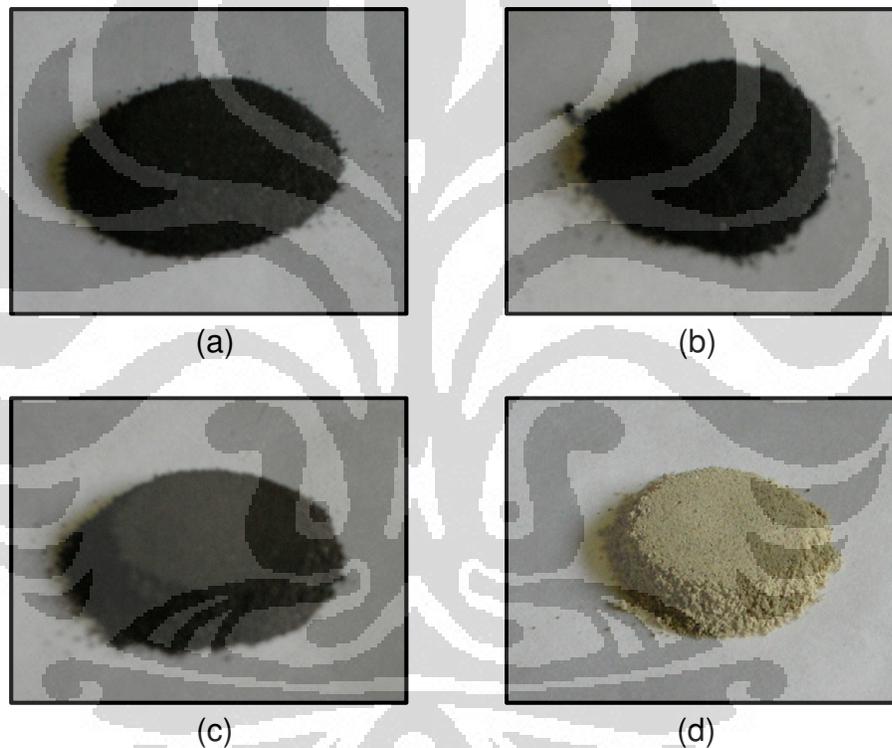
Seperti terlihat pada gambar 4.1 (b), besi merupakan unsur penyusun pasir yang utama, diikuti oleh titanium dan silikon. Secara keseluruhan persentase titanium hanya 13,6% dari total pasir mineral. Ekstraksi titanium



Gambar 4.2 Pola difraksi XRD pada pasir mineral

dari pasir mineral tidak cocok dilakukan secara langsung karena kandungan titanium yang rendah, serta memiliki pengotor yang masih banyak.

Besi dan titanium pada pasir mineral membentuk empat senyawa utama, analisa pola difraksi XRD menggunakan GSAS memastikan hal tersebut dan menunjukkan senyawa tersebut adalah magnetite, titanomagnetite, ilmenite, dan hematite.



Gambar 4.3 Profil fisik (a) pasir mineral, (b) PMK, (c) PML, dan (d) NM

4.1.2 Pasir Magnet Kuat

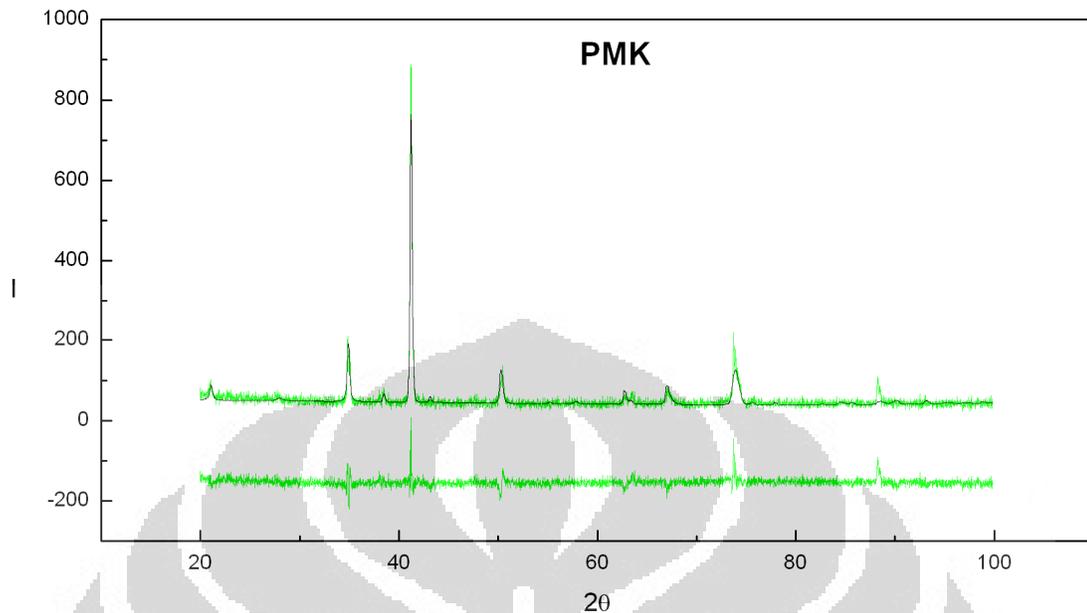
Secara fisik PMK berwarna sangat hitam dan memiliki kilap. PMK diduga tersusun sebagian besar dari senyawa yang bersifat ferromagnetik karena mampu ditarik oleh magnet dengan kekuatan hanya 0,42 T.



Gambar 4.4 Komposisi massa (a) unsur hasil XRF dan (b) senyawa analisa XRD pada PMK

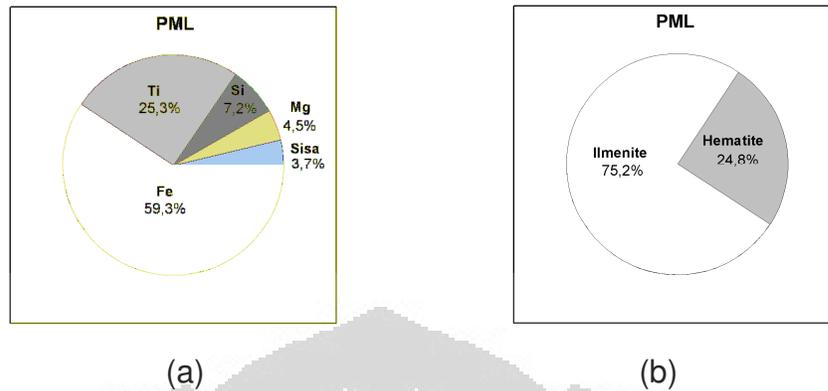
Hasil XRF menunjukkan PMK tersusun sebagian besar oleh unsur besi, besi dalam senyawa ini diduga ada dalam bentuk magnetite. Tempat kedua diisi oleh unsur titanium karena titanium di alam biasanya tidak berdiri sendiri, kemungkinan titanium membentuk senyawa dengan besi dalam bentuk titanomagnetite. Secara teori, jika semua titanium yang ada membentuk titanomagnetite maka 10,7% titanium membutuhkan besi sebanyak 25,0%. Sehingga besi yang dikandung oleh fase magnetite hanya sebesar 58,0%. Ekstraksi titanium pada PMK juga kurang baik karena kandungan titaniumnya sangat rendah, bahkan lebih rendah dari pasir mineral.

PMK memiliki kandungan senyawa yang bersifat ferromagnetik, hal ini dibuktikan melalui analisa GSAS dengan hadirnya magnetite sebagai senyawa terbanyak dalam PMK. GSAS juga mengkonfirmasi bahwa semua titanium yang ada pada PMK membentuk senyawa dengan besi dan



Gambar 4.5 Pola difraksi XRD pada PMK

menghasilkan titanomagnetite. Titanomagnetite pada PMK hadir sebagai senyawa terbesar kedua. Kehadiran titanomagnetite sejalan dengan kenyataan bahwa titanium umumnya tidak berdiri sebagai unsur tunggal di alam. Magnetite merupakan fase yang kurang stabil, ia cenderung teroksidasi menjadi hematite. Jika butir-butir magnetite yang ada cukup besar, kemungkinan oksidasi hanya terjadi di permukaan butir magnetite, hal ini menjelaskan mengapa magnetite sangat berlimpah pada PMK. Setelah milling dilakukan, hematite tersebut mungkin lepas dari butir besar magnetite dan terbaca pada hasil XRD, seperti yang terlihat melalui analisa GSAS bahwa PMK memiliki kandungan hematite

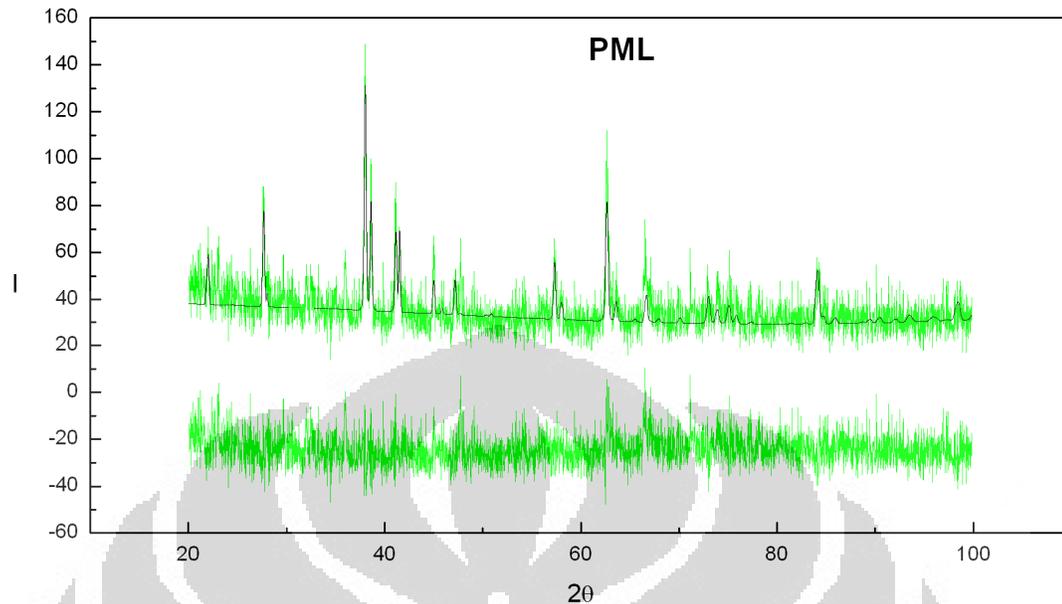


Gambar 4.6 Komposisi massa (a) unsur hasil XRF dan (b) senyawa analisa XRD pada PML

4.1.3 Pasir Magnet Lemah

Sebaliknya, PML terlihat hitam kecoklatan dan juga memiliki kilap, sedangkan PML diduga kuat bersifat paramagnetik karena membutuhkan magnet dengan kekuatan 1,1 T. Sebagaimana terlihat pada gambar 4.6 (a), titanium memiliki persentase 25,3 % dari total massa yang ada. Dengan dugaan senyawa yang terkandung didalam PML adalah hematite dan Ilmenite. Maka, jika benar semua titanium yang ada membentuk ilmenite, maka kandungan besi yang dibutuhkan sebanyak 29,5% sehingga besi yang ada dalam fase magnetite hanya sebesar 29,8%.

Dengan hasil analisa GSAS yang diberikan pada gambar 4.6 (b), terlihat PML memiliki kandungan ilmenite sangat besar, dengan kandungan hematite hanya sebesar 24,8% PML, ekstraksi titanium cocok dilakukan dengan bahan mentah PML. Kesulitan untuk mengekstraksi titanium dari PML adalah adanya unsur silikon yang cukup banyak. Unsur silikon biasanya



Gambar 4.7 Pola difraksi XRD pada PML

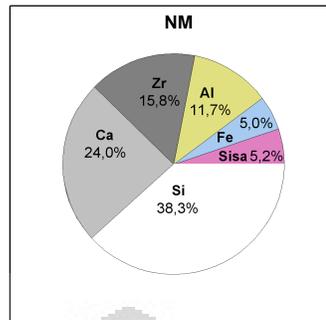
membentuk SiO_2 di alam. SiO_2 tidak dapat larut dalam *leaching* sehingga akan mengurangi kadar kemurnian sesudah *leaching*.

Tabel 4.1 Data fitting XRD dengan GSAS

Senyawa	Struktur Kristal	Space Group	Parameter Kisi (Å)		
			a	b	c
Magnetite	Kubik	F d 3 m	8,38	8,38	8,38
Titanomagnetite	Kubik	F d 3 m	8,41	8,41	8,41
Hematite	Heksagonal	R 3 c	5,10	5,10	14.03
Ilmenite	Heksagonal	R 3	5.,04	5.,04	13,76

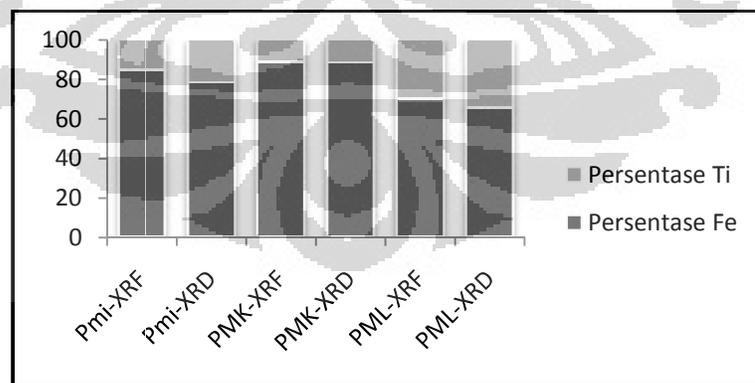
4.1.4 Non-magnetik

NM terlihat berwarna putih keabu-abuan. Sementara itu, NM diduga kuat tersusun atas oksida non-magnetik karena tidak mampu ditarik oleh



Gambar 4.8 Komposisi unsur pada NM berdasarkan XRF

magnet . XRF menunjukkan NM terdiri atas empat unsur besar yaitu; silikon, kalsium, zirkonium, dan aluminium. Pasir NM berwarna putih keabu-abuan dan diduga kuat gabungan senyawa-senyawa yang dibentuk oleh empat besar unsur tersebut. Diduga kalsium membentuk kalsium karbonat dan aluminium membentuk aluminium oksida yang memberikan warna putih. Sedangkan silikon dan zirkonium membentuk oksida yang bening.

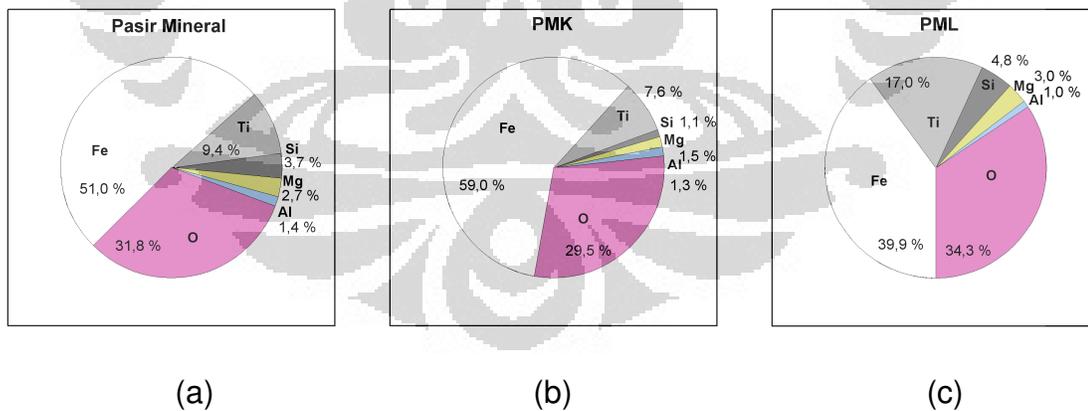


Gambar 4.9 Perbandingan hasil XRF dan fitting XRD menggunakan GSAS

4.2 Perbandingan Hasil XRF dan Fitting XRD

Dengan membandingkan persentase Fe dan Ti yang diberikan dari XRF dan GSAS terlihat hasilnya tidak terlalu jauh dalam menakar jumlah unsur yang ada. Secara umum persentase Fe dan Ti yang diberikan GSAS berbeda sedikit dari hasil XRF hal ini dimungkinkan mengingat pada proses fitting tidak dicapai fitting secara sempurna, kurang sempurnanya proses fitting ini dapat terlihat dari besar-kecilnya *noise* yang ada pada pola difraksi.

Kecocokan nilai fitting XRD dan XRF dapat dijadikan acuan praktis dalam menentukan persentase massa dalam senyawa. Jika melalui analisis pola difraksi telah diketahui dengan jelas senyawa apa saja yang terkandung dalam sampel. Maka melalui data XRF dapat dihasilkan persentase diantara senyawa-senyawa yang bersangkutan.



Gambar 4.10 Koreksi unsur hasil XRF dengan memasukkan oksigen, pada

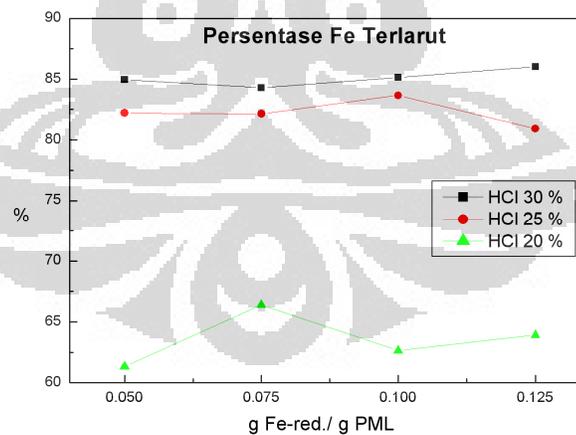
(a) Pasir mineral, (b) PMK, dan (c) PML

4.2.1 Koreksi Hasil XRF dengan Memasukan Unsur Oksigen

Dengan menggunakan persentase massa yang telah didapatkan dari hasil fitting GSAS pada masing-masing sampel, dapat ditentukan besarnya persentase oksigen dalam senyawa tersebut. Persentase oksigen ini selanjutnya akan digunakan sebagai koreksi hasil XRF yang ada. Persentase oksigen yang cukup besar dengan drastis mengurangi persentase lima unsur besar lainnya hingga hampir setengahnya.

4.3 Efisiensi Proses *Leaching*

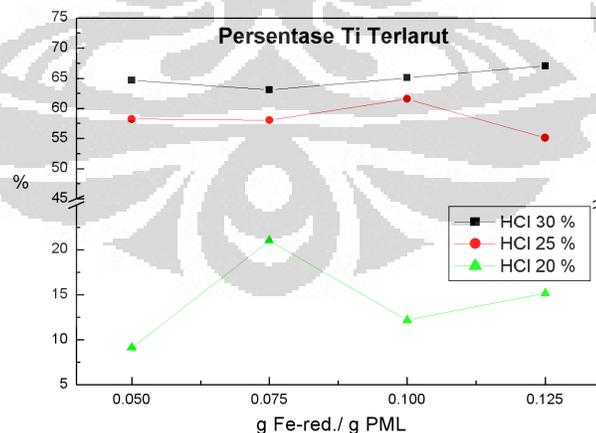
Dengan menggunakan data hasil XRF pada proses *leaching* yang divariasikan, akan dicari nilai efisiensi *leaching* tertinggi terhadap unsur Fe dengan mempertimbangkan unsur Ti yang juga ikut terlarut.



Gambar 4.11 Persentase Fe terlarut pada HCl

4.3.1 Efisiensi Pelarutan Fe

Berdasarkan hasil yang ada, nyata terlihat dengan bertambahnya konsentrasi HCl yang digunakan bertambah pula jumlah Fe yang larut. Dengan konsentrasi sebesar 25%, terlihat terjadi penurunan jumlah Fe terlarut pada penggunaan Fe-red sebanyak 0,125 g/ g PML, hal ini menandakan jumlah Fe-red terlalu banyak untuk terjadinya *leaching* secara baik. Diduga HCl tidak mampu bereaksi secara sempurna dengan jumlah Fe-red yang terlalu banyak. Namun, saat konsentrasi HCl dikurangi menjadi 20% terjadi penurunan yang sangat drastis pada besar Fe yang terlarut. Penurunan ini diduga terjadi karena telah terjadi kesetimbangan pada larutan yang ada sehingga reaksi tidak berjalan kembali walaupun masih ada sisa HCl pada larutan. Banyaknya Fe yang terlarut sangat menggembirakan karena perolehan TiO_2 akan meningkat seiring berkurangnya Fe.



Gambar 4.12 Persentase Ti terlarut pada HCl

4.3.2 Efisiensi Pelarutan Ti

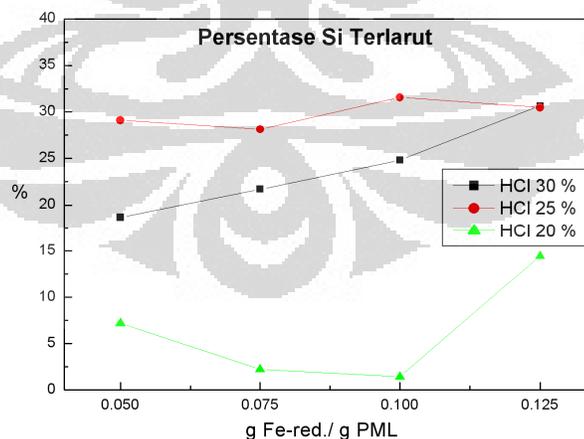
Literatur menyebutkan untuk perbandingan mol HCl dengan Ilmenite 300-700:1 Ti ikut larut dan untuk perbandingan 1-1,1 hanya Fe yang larut, namun tidak disebutkan berapa persen jumlah Fe yang larut. Pada penelitian ini perbandingan mol HCl dengan PMI yang digunakan adalah 30, 36, dan 42:1. Dan Ti yang terdapat didalam ilmenite ikut larut bersama dengan Fe secara parsial.

Kecenderungan Ti yang melarut sebanding dengan jumlah Fe yang larut pula, hal ini menunjukkan Fe yang larut mungkin sebagian besar berasal dari ilmenite. Jika semua perbandingan massa Ti dan Fe yang ada dalam ilmenite adalah 1:1,2. Ti yang larut dalam HCl 30% dan massa Fe-red:massa PML adalah 0,05 adalah 65%, maka seharusnya Fe yang larut sebanyak 78%. Pada kenyataannya Fe yang larut lebih besar nilainya yaitu 85%, hal ini menyiratkan tidak semua Ti dari ilmenite melarut saat proses *leaching* berlangsung. Selain itu, ada kemungkinan Fe yang larut juga berasal dari senyawa hematite yang ada dalam PML.

Untuk meningkatkan perolehan Ti, jumlah Fe yang terlarut harus besar. Namun, jumlah Ti yang terlarut juga sangat besar untuk nilai kelarutan Fe yang besar. Dengan jumlah Ti yang terlarut sebanyak $\pm 60\%$ dapat dipastikan perolehan TiO_2 akan sangat kecil. Walaupun melakukan pemilihan reaksi saat Ti yang terlarut kecil, nilai Fe yang terlarut juga sangat kecil. Lagi-lagi hal ini akan mengurangi perolehan TiO_2 . Walaupun kemurnian TiO_2 dapat ditingkatkan, namun tetap saja proses *leaching* ini kurang efisien

karena banyak Ti yang terbang. Pada tahap ini reaksi yang dipilih berdasarkan jumlah dugaan ada pembentukan TiO_2 , sehingga walaupun dengan perolehan yang kecil, kemurnian TiO_2 yang diperoleh dapat ditingkatkan melalui pencucian. Pada bagian selanjutnya akan dijelaskan tahap reaksi yang terjadi pada proses *leaching* ini dan ditunjukkan bahwa terdapat unsur yang kurang pada reaksi ini sehingga menyebabkan jumlah Ti yang terlarut sangat besar dan dapat mengurangi perolehan TiO_2 .

Proses *leaching* terbaik yang dipilih adalah penggunaan HCl 25% dengan massa Fe-red/ massa PML 0,1 (dengan kode sampel BR). Pemilihan ini dilakukan karena pada titik ini persentase Fe terlarut memiliki nilai yang cukup besar dengan persentase terlarut Ti yang lebih rendah dibandingkan dengan *leaching* menggunakan HCl 30%. Reaksi yang dipilih diharapkan hanya akan memiliki kandungan Fe yang kecil, sehingga pemurnian dapat dilakukan dengan efisien.



Gambar 4.13 Persentase Si terlarut pada NM

4.3.3 Efisiensi Pelarutan Si

Si sebetulnya tidak larut melalui *leaching*, namun pada kenyataannya terlihat persentase terlarutnya Si ikut naik bersamaan dengan naiknya konsentrasi HCl. persentase terlarutnya Si sangat jauh lebih rendah dibandingkan Fe dan Ti, diduga terlarutnya Si hanya karena adanya pengaruh pencucian. Saat dilakukan pencucian setelah *leaching*, sampel diaduk merata lalu di-*centrifuge*. Kemungkinan karena memiliki massa molar yang kecil hanya 60 g/mol (dibandingkan dengan ilmenite 152 g/mol dan hematite 160 g/mol) Si berada pada lapisan teratas sampel yang ada. Sehingga saat larutan yang tidak mengendap dibuang Si ikut terbawa. Hal ini ditambah lagi dengan fakta bahwa pencucian dilakukan dua kali, menggunakan HCl 5% dan yang kedua dengan aquades.

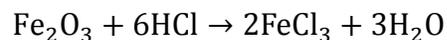
4.4 Proses *Leaching* - Reduksi

Pada saat *leaching* dilakukan terjadi reaksi kimia sebagai berikut:

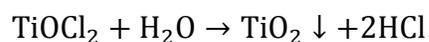
Ilmenite yang ada akan mengalami reaksi berikut:



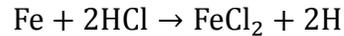
Sedangkan pada hematite akan terjadi reaksi:



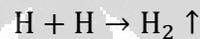
Melalui reaksi pengendapan diharapkan didapatkan TiO_2 .



Serbuk besi yang ditambahkan akan bereaksi dengan asam klorida dan membentuk besi(II) klorida serta hidrogen.



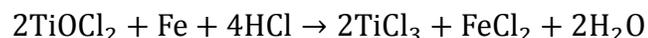
Hidrogen yang ada akan membentuk gas hidrogen yang selanjutnya dilepaskan.



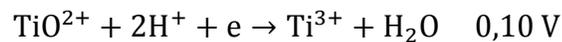
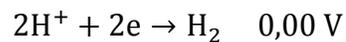
Proses pelepasan gas hidrogen ini terlihat dengan jelas dengan adanya gelembung-gelembung gas pada larutan. Ion Fe^{3+} dari hematite maupun ilmenite akan tereduksi menjadi ion Fe^{2+} yang lebih mudah larut, saat ion tersebut bereaksi dengan hidrogen maupun saat ion tersebut bereaksi dengan serbuk besi. Peristiwa berubahnya ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^{2+} ditandai dengan berubahnya warna larutan menjadi kuning muda.



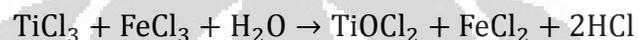
Reaksi reduksi yang sama terjadi pada ion Ti, ion Ti^{4+} akan tereduksi menjadi ion Ti^{3+} .



Dengan membandingkan nilai EMF yang dimiliki masing-masing reaksi yang bersangkutan, jelas bahwa kecenderungan reaksi akan menghasilkan reduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dan bukan reduksi TiO^{2+} menjadi Ti^{3+} .



Selanjutnya reaksi tersebut akan menambah Ti^{3+} yang ada, sehingga makin banyak tercipta TiOCl_2 melalui reaksi berikut



Pengaturan jumlah reaktan disini sangat penting, khususnya jumlah air. Dengan jumlah air yang mencukupi semua TiOCl_2 yang ada akan menjadi TiO_2 . Meningkatnya TiOCl_2 akan menambah perolehan TiO_2 melalui reaksi pengendapan. Sayangnya peningkatan TiOCl_2 pada reaksi juga merupakan kerugian jika reaksi pengendapan yang ada tidak berjalan sempurna. Andaikan pada bagian kiri proses reaksi H_2O kurang, maka tidak akan terjadi reaksi pengendapan sehingga tidak akan tercipta TiO_2 . Jika hal itu terjadi, TiOCl_2 akan terbuang bersama Fe saat larutan sisa leaching dibuang. TiOCl_2 larut dalam bentuk ion TiO^{2+} dan Cl^- .

Dengan sedikitnya perolehan Ti jelas bahwa jumlah air sangat minim pada reaksi tersebut. Kurangnya air pada reaksi tersebut dimungkinkan karena saat reaksi berlangsung HCl dikondisikan pada keadaan dengan suhu 90-100 °C. Pada suhu ini air yang terdapat pada larutan sebagian besar akan menguap dan meninggalkan HCl yang berlimpah. Karena suhu mendidih HCL adalah 100-110 °C, dipastikah HCl sedikit sekali menguap.

Berkurangnya air selama reaksi juga ditandai dengan berkurangnya volume larutan dari 150 mL hingga hanya sebesar ± 100 mL.

4.4.1 Pengaruh *Leaching* Terhadap Kelarutan Fe

Dengan analisa XRD terlihat bahwa kandungan hematite pada PML cukup besar yaitu 24%. Kandungan hematite yang cukup besar ini sangat sukar larut karena hematite secara teori merupakan penyumbang ion Fe^{3+} terbanyak pada saat *leaching* dilakukan. Sedangkan ilmenite sebagian besar hanya menyumbangkan ion Fe^{2+} , tentu saja sesuai dengan teori bahwa ion Fe^{2+} sangat mudah untuk larut dalam HCl. Kurangnya kelarutan pml dalam HCl dibuktikan dengan terjadinya penurunan Fe terlarut pada gambar 4.11. Penurunan terlarutnya Fe menandakan tidak adanya ion Fe^{2+} yang berlimpah pada saat *leaching* dilakukan.



Gambar 4.14 Emulsi yang timbul saat *leaching*

4.4.2 Pengaruh *Leaching* Terhadap Kelarutan Ti

Pada saat proses *leaching* diharapkan Ti yang ada akan mengendap dalam bentuk TiO_2 . Yang terjadi justru sebaliknya, Ti yang terlarut tidak mengendap, namun ikut larut bersamaan dengan Fe pada HCl. Ti yang larut dalam HCl memiliki presentase yang cukup besar, seperti dapat dilihat pada gambar 4.12. Seperti yang telah dikemukakan sebelumnya, TiO_2 tercipta dari proses berikut:

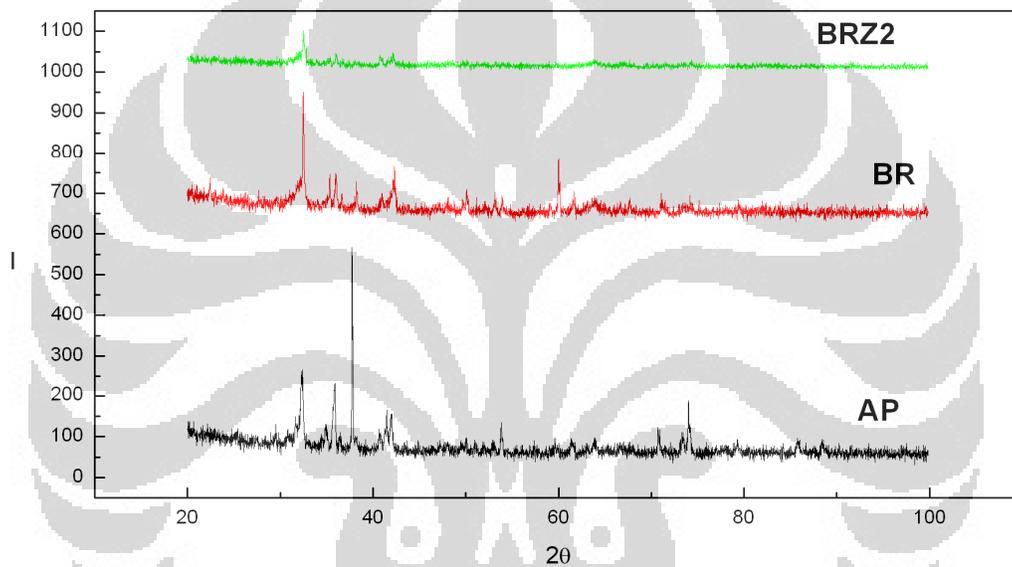


TiO_2 merupakan padatan yang tidak larut dalam HCl sehingga TiO_2 tidak akan larut dalam HCl. Dengan menelusuri reaksi kimia yang terjadi terlihat bahwa TiO_2 berasal dari TiOCl_2 . TiOCl_2 merupakan senyawa terlarut pada HCl dalam bentuk ion TiO^{2+} dan Cl^- . TiO^{2+} tentu saja akan mudah larut dalam HCl. Terjadinya larutan TiO^{2+} , tidak dapat terlihat saat *leaching* terjadi karena saat *leaching* terjadi larutan memiliki warna kuning kecoklatan, sehingga ion TiO^{2+} yang berwarna putih tidak terlalu terlihat. Saat pencucian barulah ion ini terlihat karena tidak mengendap saat *centrifuge* seperti terlihat pada gambar 4.14.

4.5 Perolehan TiO_2

Seperti yang telah diduga sebelumnya sampel dengan *leaching* dengan konsentrasi HCl 30% dan massa Fe-red: massa PML 0,05 (dengan kode sampel AP) sedikit sekali mengandung rutil, hal ini ditunjukkan dengan

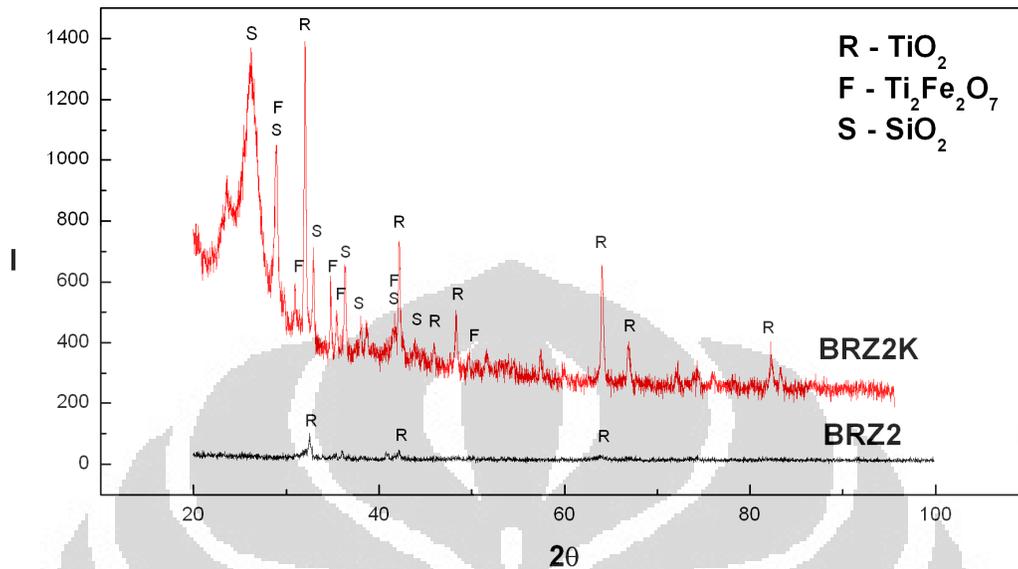
rendahnya puncak difraksi pada 32° . Sedangkan sampel BR cukup memiliki puncak yang tinggi di 32° . Sampel BR yang lain juga memiliki kecenderungan yang sama, sampel BRZ2 (telah mengalami pencucian satu kali) memiliki puncak difraksi di 32° , namun hasil difraksinya kurang baik, kemungkinan karena cara uji sampel yang berbeda. Pengujian sampel AP dan BR



Gambar 4.15 Pola difraksi pada sampel uji

dilakukan dengan pembuatan pelet, sedangkan sampel BRZ2 dilakukan dengan menempelkan pada kaca preparat dengan *double-tape*.

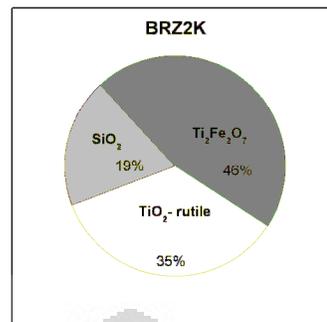
Puncak tertinggi pada sampel AP terjadi pada nilai 38° , puncak ini dimiliki oleh fase ilmenite. Berdasarkan hasil XRF sampel AP hanya memiliki kandungan Ti sebesar 29% dan kandungan Fe 44%, kandungan Ti yang kecil ini ditunjukkan oleh kecilnya nilai puncak pada 32° .



Gambar 4.16 Pola difraksi pada sampel yang telah dikalsinasi (BRZ2K)

Pada BRZ2 nilai kandungan Ti mencapai 56% dengan kandungan Fe hanya 27%. Pada sampel ini kandungan Si mencapai 14%, dan sangat mengganggu proses pemurnian. Pola difraksi BRZ2 sangat rendah, hal ini mungkin terjadi karena sampel masih ada yang amorph. Pada sampel BRZ2 yang telah dikalsinasi (BRZ2K), terlihat pola difraksi yang ada menjadi tegas. Pada pengambilan pola difraksi sampel ini, preparasi dilakukan sama dengan preparasi BRZ2. Ini memungkinkan tidak adanya pola difraksi yang jelas karena sebagian besar sampel BRZ2 dalam bentuk amorph.

Sampel yang telah dikalsinasi ini menunjukkan pola difraksi lain untuk senyawa Fe-Ti, senyawa yang berasal dari ilmenite ini sekarang berubah akibat pengaruh kalsinasi. Kalsinasi ini menyebabkan ilmenite teroksidasi



(a)



(b)

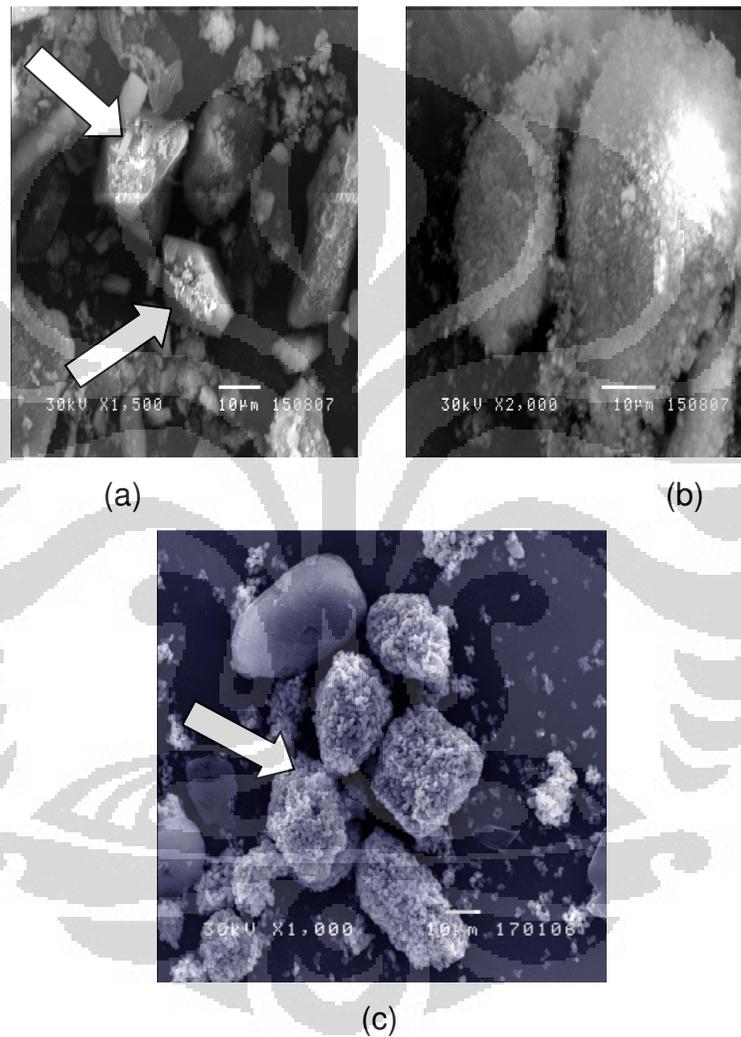
(c)

Gambar 4.17 (a) Komposisi massa pada sampel BRZ2K, (b) BRZ2, dan (c) BRZ2 setelah dikalsinasi (BRZ2K)

menjadi $\text{Ti}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$, sehingga mengurangi perolehan TiO_2 .

Fe hanya membentuk senyawa dengan Ti dan tidak ada pola difraksi untuk senyawa oksida Fe tunggal, sehingga persentasenya hanya bergantung pada nilai persentase unsur Fe, Ti, dan Si. Nilai persentase senyawa yang ada pada BRZ2K terlihat pada gambar 4.17 (a). Kemurnian TiO_2 mencapai 35% pada BRZ2K, namun tingkat perolehannya 20% dan menunjukkan proses ini kurang efisien. Kurang efisiennya ekstraksi pada TiO_2

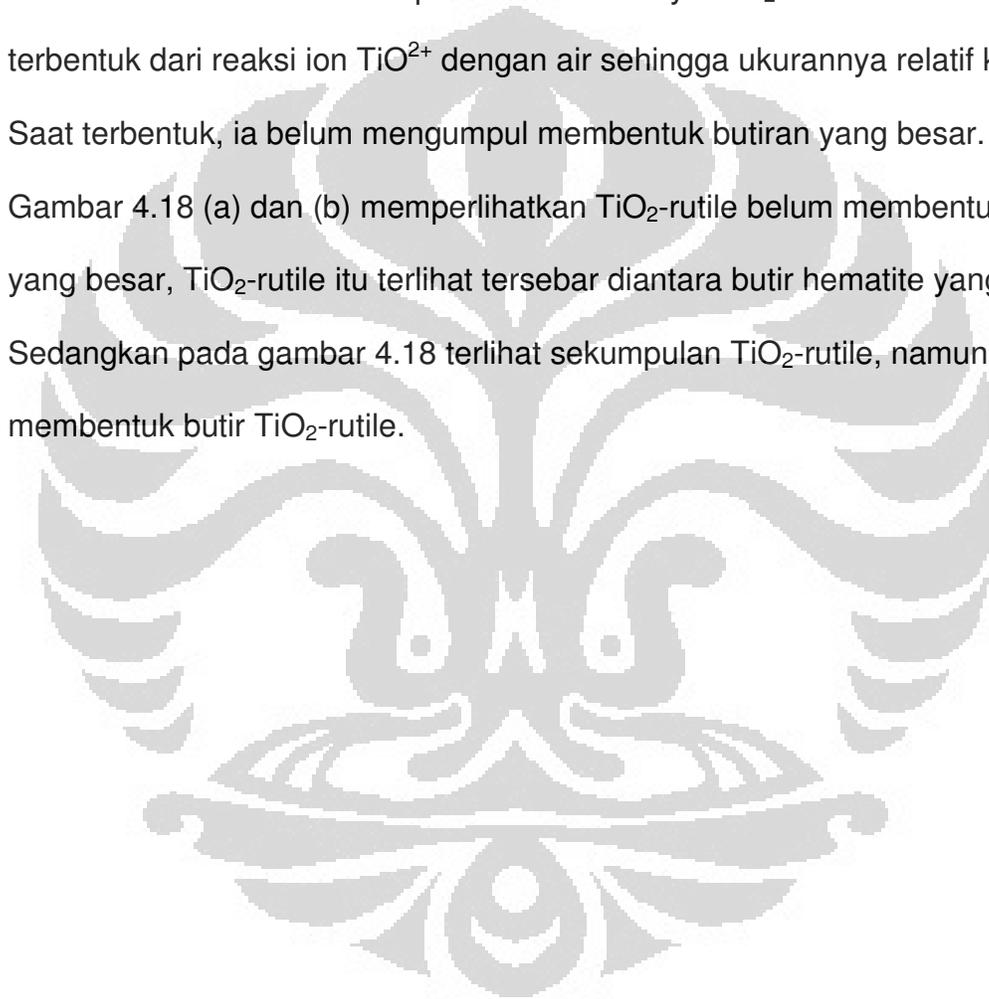
selain karena ia larut dalam HCl saat leaching, juga karena Ti yang ada hampir separuhnya membentuk $Ti_2Fe_2O_7$.



Gambar 4.18 (a) TiO_2 yang tersebar, berwarna putih di atas butir hematite, (b) TiO_2 yang belum membentuk butir besar, dan (c) butir TiO_2 rutile yang telah didapatkan pada penelitian sebelumnya^[1]

4.6 Observasi SEM

Berdasarkan observasi SEM, pada sampel BRZ2 tidak terlihat jelas bentuk butir-butir TiO_2 -rutile, sebagian besar ukuran TiO_2 -rutile mungkin terlalu kecil sehingga tidak dapat dideteksi oleh SEM. Ukuran TiO_2 yang terlalu kecil diakibatkan oleh proses terbentuknya TiO_2 itu sendiri. TiO_2 terbentuk dari reaksi ion TiO^{2+} dengan air sehingga ukurannya relatif kecil. Saat terbentuk, ia belum mengumpul membentuk butiran yang besar. Gambar 4.18 (a) dan (b) memperlihatkan TiO_2 -rutile belum membentuk butir yang besar, TiO_2 -rutile itu terlihat tersebar diantara butir hematite yang ada. Sedangkan pada gambar 4.18 terlihat sekumpulan TiO_2 -rutile, namun belum membentuk butir TiO_2 -rutile.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

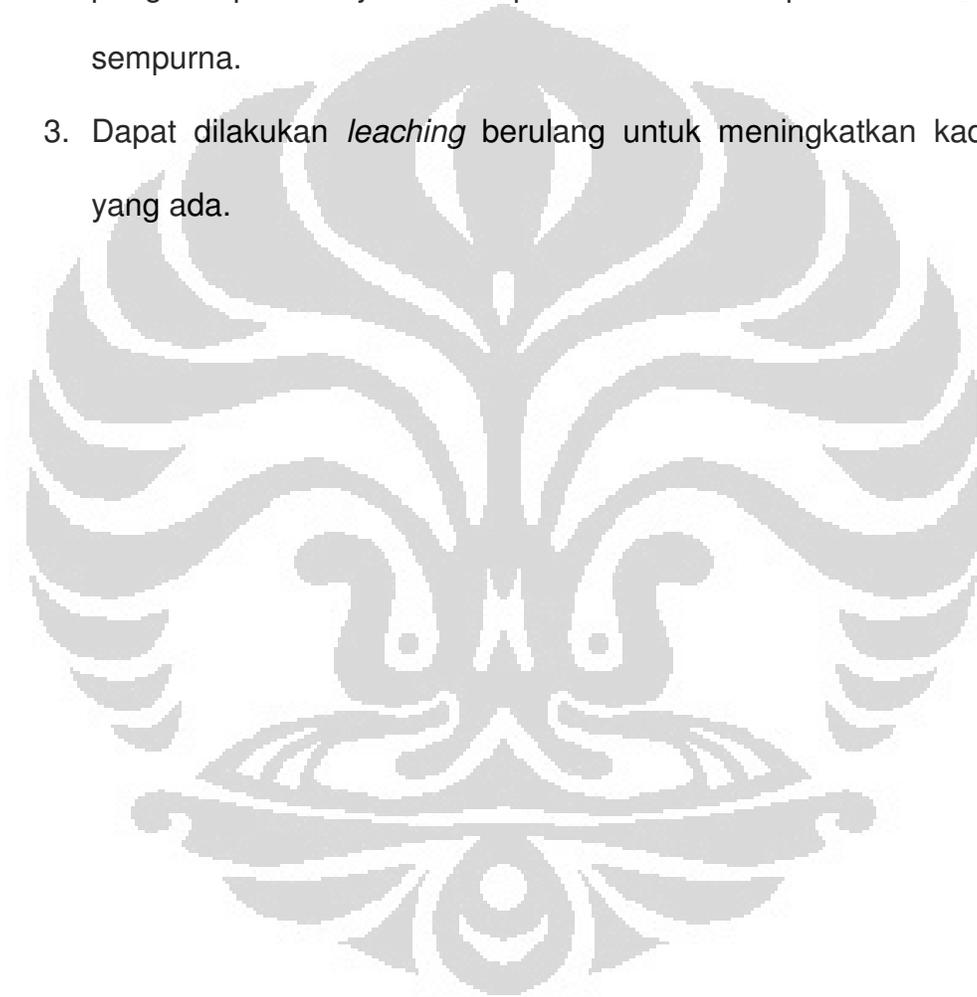
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Pasir mineral terdiri atas 4 senyawa utama yaitu magnetite, hematite, titanomagnetite, dan ilmenite. Dengan komposisi massanya berturut-turut sebagai berikut: 33,3%, 9,5%, 28,0%, dan 29,2%.
2. Melalui separasi magnetik pada pasir mineral, didapatkan kandungan massanya sebagai berikut: PMK 62,1%, PML 37,0% dan NM0,9%
3. PMK terdiri atas 3 senyawa besar; magnetite 57,4%, titanomagnetite 38,8%, dan hematite 3,8%.
4. PML terdiri atas 2 senyawa besar; ilmenite 75,2%, dan hematite 24,8%.
5. Proses *leaching* HCl terbaik didapatkan dengan konsentrasi HCl 25% dengan jumlah HCl 18,75 mL/ g PML serta massa Fe-red 0,1g/ g PML.
6. Didapatkan ekstraksi TiO₂-rutile dengan kemurnian 35% dan tingkat perolehan 20%.
7. Kalsinasi pada 900 °C mengoksidasi senyawa Fe-Ti yang ada menjadi Ti₂Fe₂O₇. Kalsinasi tersebut juga menghasilkan TiO₂-rutile.
8. Ti ikut terlarut pada HCl dalam bentuk TiO²⁺ dan mengurangi perolehan TiO₂ yang ada.

5.2 Saran

1. Ukuran bubuk ilmenite perlu dikurangi untuk menambah kereaktifan reaksi, seperti penelitian terdahulu dengan besar butiran $\pm 63 \mu\text{m}$.
2. Untuk penelitian selanjutnya kontrol pH perlu diterapkan agar reaksi pengendapan berjalan sempurna dan menciptakan TiO_2 secara sempurna.
3. Dapat dilakukan *leaching* berulang untuk meningkatkan kadar TiO_2 yang ada.



DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Ninndemona,Vinky, “*Ekstraksi TiO_2 dari Pasir Mineral dan Penerapannya Sebagai Fotokatalis*”, Tesis Magister Ilmu Kimia, Program Studi Madister Ilmu Kimia FMIPA UI, 2006.
- [2]. Simon, Alex Medison, “*Perolehan TiO_2 dari Pasir Mineral yang Mengandung Senyawa Besi-Titanium Melalui Proses Reduksi dan Leaching*”, Skripsi S1 Fisika, FMIPA UI, 2007.
- [3]. Ikhwan, Mohamad, “*Studi Pendahuluan Proses Reduksi Titanium Dioksida melalui Elektrolisis pada Lelehan Kalsium Klorida ($CaCl_2$)*”, Skripsi S1 Fisika, FMIPA UI, 2007.
- [4]. Bean, R and W B du Preez, “*Titanium-The Evulsive Metal*”, Material Science and Manufacturing, CSIR, Pretoria.
- [5]. Itoh, Satoshi et.al, “*Feasibility Study of the New Rutile Extraction Process from Natural Ilmenite Ore Based on the Oxidation Reaction*”, ProQuest Science Journals, Metallurgical and Materials Transactions 37B, 979, Dec 2006.
- [6]. Colafemina, J P, “*Surface Integrity of Ultra-precision Diamond Turned Ti (commercially pure) and Ti Alloy ($Ti-6Al-4V$)*”, University of Sao Paulo, Sao Carlos, Brazil 2 February 2007.
- [7]. Canter, Neil, “*Machining Titanium More Efficiently*”, ProQuest Science Journals, Tibology & Lubrication Techbology 63-2, 14, Feb 2007.
- [8]. Li, Ji-Guangdan Takamasa Ishigaki, “*Brookite→Rutile Phase Transformation of TiO_2 Studied With Monodispersed Particles*”, Acta Materialia 52, 514-5150, 2004.

- [9]. Ovenstone, James dan Kazumichi Yanagisawa, "*Effect of Hydrothermal Treatment of Amorphous Titania on The Phase Change from Anatase to Rutile During Calcination*", Chem. Mater 11, 2770-2774, 1999.
- [10]. Kavan, L et.al, "*Electrochemical and Photoelectrochemical Investigation of Single-Crystal Anatase*", J. Am. Chem. Soc. 118, 6716-6723, 1996.
- [11]. Suzana, Maria et.al, "*Inhibition of the Anatase-Rutile Phase Transformation with Addition of CeO₂ to CuO-TiO₂ System: Raman Spectroscopy, X-ray Diffraction, and Textural Studies*", Chem. Mater, 14, 2514-2518, 2002.
- [12]. Mahmoud, M.H.H. et.al, "*Reductive Leaching of Ilmenite Ore in Hydrochloric Acid for Preparation of Synthetic Rutile*", Hydrometallurgy 73, 99-109, 2004.
- [13]. Sasikumar, C et.al, "*Effect of Mechanical Activation on the Kinetics of Sulfuric Acid Leaching of Beach Sand Ilmenite from Orissa, India*", Hydrometallurgy 75, 189-204, 2004.
- [14]. Amer, A.M., "*Alkaline Pressure Leaching of Mechanically Activated Roseta Ilmenite Concentrate*", Hydrometallurgy 67, 125-133, 2002.
- [15].van Dyk, Jacobus P, et.al, "*Kinnetics of Ilmenite Dissolution in Hydrochloric Acid*", Hydrometallurgy 65, 31-36, 2002.



LAMPIRAN 1

PERHITUNGAN

LAMPIRAN I [gambar 4.8 (a)]

Perhitungan nilai kandungan PMK, PML, dan NM dalam pasir mineral hasil separasi magnet. Massa dalam gram.

	Massa Awal	PMK		PML		NM	
		massa	%	massa	%	massa	%
A	20.02	12.39	61.91	7.47	37.33	0.15	0.76
B	20.05	12.24	61.05	7.66	38.19	0.15	0.76
C	20.16	12.26	60.84	7.76	38.49	0.14	0.67
D	20.16	12.68	62.88	7.34	36.43	0.14	0.69
E	20.03	12.78	63.78	6.94	34.62	0.32	1.60
		Σ	310.46	Σ	185.05	Σ	4.49
		rata-rata	62.1	rata-rata	37.0	rata-rata	0.9



LAMPIRAN II^[hlm 31]

Perhitungan persentase Fe pada titanomagnetite dan magnetite, jika semua Ti yang ada dalam bentuk titanomagnetite

Ar, Fe = 55.85 g/mol dan Ti = 47.90 g/mol

Titanomagnetite, Fe_2TiO_4

$$\begin{aligned}\% \text{ Fe} &= 2 \times \frac{\% \text{ Ti}}{\text{Ar Ti}} \times \text{Ar Fe} \\ &= 2 \times \frac{10.7 \%}{47.90} \times 55.85 \\ &= 25.0 \%\end{aligned}$$

Magnetite

$$\begin{aligned}\% \text{ Fe} &= 83.0 \% - 25.0 \% \\ &= 58 \%\end{aligned}$$

LAMPIRAN III^[hlm 33]

Perhitungan persentase Fe pada ilmenite dan hematite, jika semua Ti membentuk ilmenite.

Ar, Fe = 55.85 g/mol dan Ti = 47.90 g/mol

ilmenite, FeTiO_3

$$\begin{aligned}\% \text{ Fe} &= \frac{\% \text{ Ti}}{\text{Ar Ti}} \times \text{Ar Fe} \\ &= \frac{25.3 \%}{47.90} \times 55.85 \\ &= 29.5 \%\end{aligned}$$

Hematite

$$\begin{aligned}\% \text{ Fe} &= 59.3 \% - 29.5\% \\ &= 29.8 \%\end{aligned}$$

LAMPIRAN IV [gambar 4.9, PMi-XRD]

Perbandingan persentase Fe dan Ti dalam pasir mineral, XRF vs GSAS

Magnetite = 33.30%

Titanomagnetite = 28.05%

Ilmenite = 29.21%

Hematite = 9.44%

Magnetite (Fe_3O_4)

$$\begin{aligned}\% Fe &= \frac{3 \times 55.85}{(3 \times 55.85) + (4 \times 16.00)} \times 33.30 \% \\ &= \frac{167.55}{167.55 + 64.00} \times 33.30 \% \\ &= \frac{167.55}{231.55} \times 33.30 \% \\ &= 24.10 \%\end{aligned}$$

Titanomagnetite (Fe_2TiO_4)

$$\begin{aligned}\% Fe &= \frac{2 \times 55.85}{(2 \times 55.85) + 47.90 + (4 \times 16.00)} \times 28.05 \% \\ &= \frac{111.70}{111.70 + 47.90 + 64.00} \times 28.05 \% \\ &= \frac{111.70}{223.60} \times 28.05 \% \\ &= 14.01 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% Ti &= \frac{47.90}{(2 \times 55.85) + 47.90 + (4 \times 16.00)} \times 28.05 \% \\ &= \frac{47.90}{111.70 + 47.90 + 64.00} \times 28.05 \% \\ &= \frac{47.90}{223.60} \times 28.05 \% \\ &= 6.01 \%\end{aligned}$$

Ilmenite (FeTiO_3)

$$\begin{aligned} \% Fe &= \frac{55.85}{55.85 + 47.90 + (3 \times 16.00)} \times 29.21 \% \\ &= \frac{55.85}{55.85 + 47.90 + 48.00} \times 29.21 \% \\ &= \frac{55.85}{151.75} \times 29.21 \% \\ &= 10.75 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% Ti &= \frac{47.90}{55.85 + 47.90 + (3 \times 16.00)} \times 29.21 \% \\ &= \frac{47.90}{55.85 + 47.90 + 48.00} \times 29.21 \% \\ &= \frac{47.90}{151.75} \times 29.21 \% \\ &= 9.22 \% \end{aligned}$$

Hematite (Fe_2O_3)

$$\begin{aligned} \% Fe &= \frac{2 \times 55.85}{(2 \times 55.85) + (3 \times 16.00)} \times 9.44 \% \\ &= \frac{111.70}{111.70 + 48.00} \times 9.44 \% \\ &= \frac{111.70}{159.70} \times 9.44 \% \\ &= 6.60 \% \end{aligned}$$

PMi

no	Mineral	% Mineral	% Fe	% Ti
1	Magnetite	33.30	24.10	
2	Titanomagnetite	28.05	14.01	6.01
3	Ilmenite	29.21	10.75	9.22
4	Hematite	9.44	6.60	
	total	100	55.46	15.23

no	jenis	% xrf	xrd	Norm % xrf	Norm % xrd
1	Fe	74.065	55.46	84.48	78.46
2	Ti	13.608	15.23	15.52	21.54
	total	87.673	70.69	100.00	100.00

LAMPIRAN V [gambar 4.9, PMK-XRD]

Perbandingan persentase Fe dan Ti dalam PMK, XRF vs GSAS

PMK

Magnetite = 57.38%

Titanomagnetite = 38.80%

Hematite = 3.82%

Magnetite (Fe_3O_4)

$$\begin{aligned}\% Fe &= \frac{3 \times 55.85}{(3 \times 55.85) + (4 \times 16.00)} \times 57.38 \% \\ &= \frac{167.55}{167.55 + 64.00} \times 57.38 \% \\ &= \frac{167.55}{231.55} \times 57.38 \% \\ &= 41.51 \%\end{aligned}$$

Titanomagnetite (Fe_2TiO_4)

$$\begin{aligned}\% Fe &= \frac{2 \times 55.85}{(2 \times 55.85) + 47.90 + (4 \times 16.00)} \times 38.80 \% \\ &= \frac{111.70}{111.70 + 47.90 + 64.00} \times 38.80 \% \\ &= \frac{111.70}{223.60} \times 38.80 \% \\ &= 19.38 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% Ti &= \frac{47.90}{(2 \times 55.85) + 47.90 + (4 \times 16.00)} \times 38.80 \% \\ &= \frac{47.90}{111.70 + 47.90 + 64.00} \times 38.80 \% \\ &= \frac{47.90}{223.60} \times 38.80 \% \\ &= 8.31 \%\end{aligned}$$

Hematite (Fe_2O_3)

$$\begin{aligned}
 \% Fe &= \frac{2 \times 55.85}{(2 \times 55.85) + (3 \times 16.00)} \times 3.82 \% \\
 &= \frac{111.70}{111.70 + 48.00} \times 3.82 \% \\
 &= \frac{111.70}{159.70} \times 3.82 \% \\
 &= 2.67 \%
 \end{aligned}$$

no	Mineral	% Mineral	% Fe	% Ti	% O
1	Magnetite	57.38	41.51		15.87
2	Titanomagnetite	38.80	19.38	8.31	11.11
3	Hematite	3.82	2.67		1.15
	total	100	63.56	8.31	28.13

no	jenis	% xrf	% xrd	Norm % xrf	Norm % xrd
1	Fe	83.045	63.56	88.56	88.44
2	Ti	10.724	8.31	11.44	11.56
	total	93.769	71.87	100.00	100.00

LAMPIRAN VI [gambar 4.9, PML-XRD]

Perbandingan persentase Fe dan Ti dalam PML, XRF vs GSAS

Ilmenite = 29.21%

Hematite = 9.44%

Ilmenite (FeTiO_3)

$$\begin{aligned} \% Fe &= \frac{55.85}{55.85 + 47.90 + (3 \times 16.00)} \times 75.24 \% \\ &= \frac{55.85}{55.85 + 47.90 + 48.00} \times 75.24 \% \\ &= \frac{55.85}{151.75} \times 75.24 \% \\ &= 27.69 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% Ti &= \frac{47.90}{55.85 + 47.90 + (3 \times 16.00)} \times 75.24 \% \\ &= \frac{47.90}{55.85 + 47.90 + 48.00} \times 75.24 \% \\ &= \frac{47.90}{151.75} \times 75.24 \% \\ &= 23.75 \% \end{aligned}$$

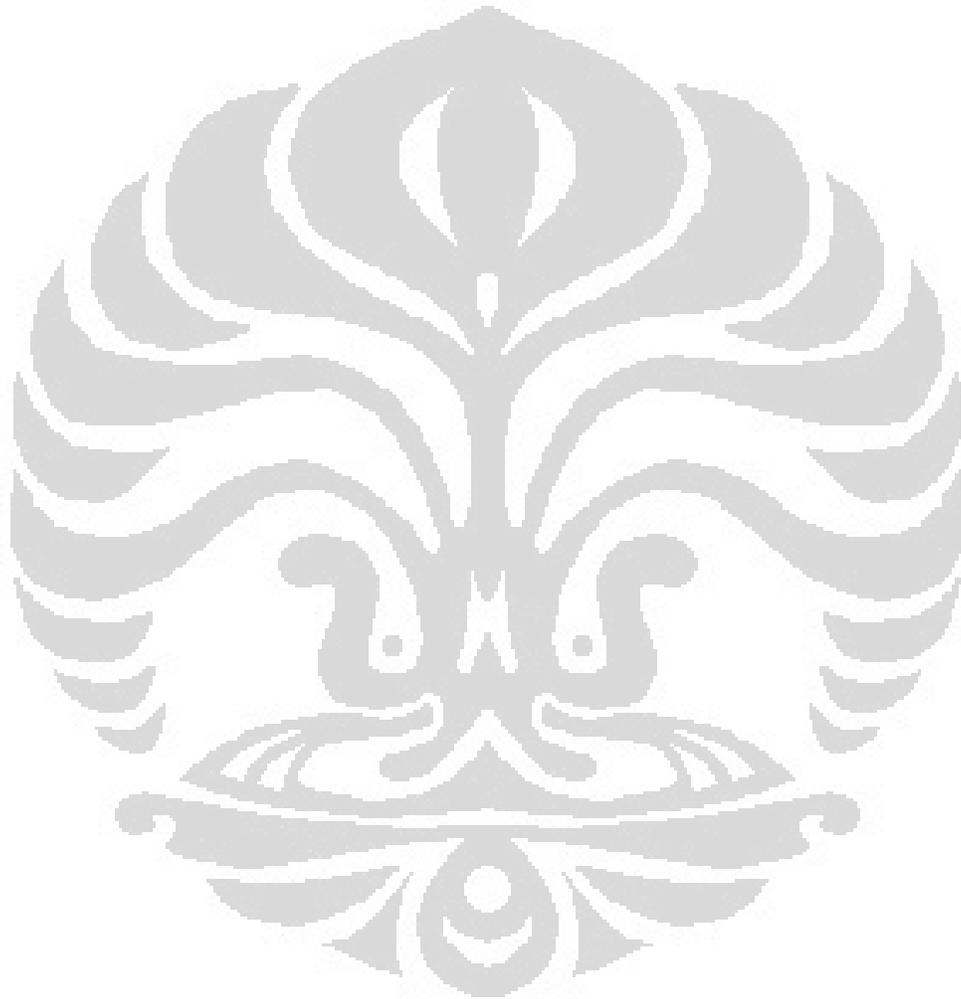
Hematite (Fe_2O_3)

$$\begin{aligned} \% Fe &= \frac{2 \times 55.85}{(2 \times 55.85) + (3 \times 16.00)} \times 24.76 \% \\ &= \frac{111.70}{111.70 + 48.00} \times 24.76 \% \\ &= \frac{111.70}{159.70} \times 24.76 \% \\ &= 17.32 \% \end{aligned}$$

PML

no	Mineral	% Mineral	% Fe	% Ti	% O
1	Ilmenite	75.24	27.69	23.75	23.80
2	Hematite	24.76	17.32		7.44
	total	100	45.01	23.75	31.24

no	jenis	% xrf	% xrd	Norm % xrf	Norm % xrd
1	Fe	59.330	45.01	70.12	65.46
2	Ti	25.278	23.75	29.88	34.54
	total	84.608	68.76	100.00	100.00



LAMPIRAN VII [gambar 4.10-12]

Nilai efisiensi didapatkan dengan membandingkan massa unsur yang terlarut dengan massa awalnya.

Persentase awal sebelum leaching

Fe = 59.3%, Ti = 25.3%, dan Si = 7.3%

$$\text{Efisiensi untuk besi } \eta = \frac{PML \times \% \text{awal} + \text{massa reduktor} - PML \times \% \text{hasil}}{PML \times \% \text{awal} + \text{massa reduktor}} \times 100\%$$

$$\text{Untuk yang lain, efisiensi } \eta = \frac{PML \times \% \text{awal} - PML \times \% \text{hasil}}{PML \times \% \text{awal}} \times 100\%$$

nama	real		Hasil (g)	XRF (hasil)					efisiensi		
	PML (g)	Fe (g)		% Fe	% Ti	% Si	% Mg	% Ca	% Fe	% Ti	% Si
AP	7.91	0.42	1.97	35.86	26.26	23.67	9.86	3.03	84.95	64.67	18.69
AQ	8.00	0.59	2.09	35.74	30.31	21.73	15.27	2.93	84.26	63.07	21.70
AR	8.00	0.79	2.17	32.54	36.56	20.09	8.13	2.69	85.12	65.09	24.84
AS	8.00	1.00	2.01	33.11	35.88	20.01	8.37	2.62	85.98	67.09	30.66
BP	7.98	0.39	2.31	36.49	35.83	17.76	7.60	2.32	82.20	58.22	29.09
BQ	7.94	0.61	2.38	35.40	37.19	17.38	7.57	2.46	82.12	58.03	28.14
BR	7.95	0.80	2.30	33.57	39.25	17.15	7.58	2.35	83.63	61.58	31.56
BS	8.01	1.03	2.48	36.65	37.76	16.28	7.06	2.25	80.87	55.11	30.48
CP	8.07	0.43	3.81	48.65	27.99	14.25	7.50	1.61	61.29	9.14	7.20
CQ	8.05	0.64	3.58	44.91	29.05	15.94	8.44	1.67	66.34	21.00	2.22
CR	8.00	0.80	3.80	46.73	28.18	15.48	7.87	1.75	62.59	12.20	1.42
CS	8.10	1.00	3.67	47.34	29.83	13.69	7.66	1.50	63.85	15.15	14.44

LAMPIRAN VIII^[ilm 38]

Molaritas HCl 33%, $\rho = 1.15\text{g/mL}$

$$\text{Massa HCl 33\%, } m_{HCl} = 100 \times \frac{33}{100} \times 1.15 = 38 \text{ g}$$

$$\text{Molaritas, } M_{HCl} = \frac{38}{36.5} \times \frac{1000}{67} = 16 \text{ M}$$

Molaritas HCl 30% (135 mL HCl 33%), $M = 16 \times \frac{135}{150} = 14 \text{ M}$, atau 2.1 mol/150 mL

Molaritas HCl 25% (113 mL HCl 33%), $M = 16 \times \frac{113}{150} = 12 \text{ M}$, atau 1.8 mol/150 mL

Molaritas HCl 20% (90 mL HCl 33%), $M = 16 \times \frac{60}{150} = 10 \text{ M}$, atau 1.5 mol/150 mL

Setiap 8 g PML mengandung ilmenite sebanyak 6 g atau 0.04 mol, dan hemantite sebanyak 2 g atau 0.01 mol. Jumlahnya adalah 0.05 mol

Perbandingan antara mol HCl: mol PML adalah

42 : 1 untuk HCl 30%

36 : 1 untuk HCl 25%

30 : 1 untuk HCl 20%

LAMPIRAN IX^[gambar 4.16 (a)]

Ar Fe = 55.85 g/mol Ti = 47.90 g/mol, O = 16.00 g/mol, dan Si = 28.10 g/mol

Pada SiO₂

Si = 13.4 %

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{2 \times 16.00}{28.10} \times 13.4 \% \\ &= \frac{32.00}{28.10} \times 13.4 \% \\ &= 15.3 \%\end{aligned}$$

Total = 13.4 % + 15.3 % = 28.7 %

Pada Ti₂Fe₂O₇

Fe = 24.8 %

$$\begin{aligned}\% Ti &= \frac{2 \times 47.90}{2 \times 55.85} \times 24.8 \% \\ &= \frac{95.8}{111.70} \times 24.8 \% \\ &= 21.3 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{7 \times 16.00}{2 \times 55.85} \times 24.8 \% \\ &= \frac{112}{111.70} \times 24.8 \% \\ &= 24.9 \%\end{aligned}$$

Total = 24.8 % + 21.3 % + 24.9 % = 71.0 %

Pada TiO₂

Ti = 54.1 %, untuk TiO₂ saja, Ti = 54.1 % - 21.3 % = 32.8 %

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{2 \times 16.00}{47.90} \times 32.8 \% \\ &= \frac{32.00}{47.90} \times 32.8 \% \\ &= 21.9 \%\end{aligned}$$

Total = 32.8 % + 21.9 % = 54.7 %

no	Senyawa	%	Norm %
1	TiO ₂	54.7	35
2	SiO ₂	28.7	19
3	Ti ₂ Fe ₂ O ₇	71.0.	46
		154.4	



LAMPIRAN X^[gambar 4.9 (a)]

Koreksi XRF untuk pasir mineral, hanya 5 unsur besar

Fraksi Ti, pada Fe₂TiO₄

$$\begin{aligned} \text{frak Ti}_{\text{Fe}_2\text{TiO}_4} &= \frac{\text{Ar Ti}}{2 \times \text{Ar Fe} + \text{Ar Ti} + 4 \times \text{Ar O}} \\ &= \frac{47.90}{2 \times 55.85 + 47.90 + 4 \times 16.00} \\ &= 0.21 \end{aligned}$$

Fraksi Ti, pada FeTiO₃

$$\begin{aligned} \text{frak Ti}_{\text{FeTiO}_3} &= \frac{\text{Ar Ti}}{\text{Ar Fe} + \text{Ar Ti} + 3 \times \text{Ar O}} \\ &= \frac{47.90}{55.85 + 47.90 + 3 \times 16.00} \\ &= 0.31 \end{aligned}$$

Fraksi Fe, pada Fe₃O₄

$$\begin{aligned} \text{frak Fe}_{\text{Fe}_3\text{O}_4} &= \frac{3 \times \text{Ar Fe}}{3 \times \text{Ar Fe} + 4 \times \text{Ar O}} \\ &= \frac{3 \times 55.85}{3 \times 55.85 + 4 \times 16.00} \\ &= 0.72 \end{aligned}$$

Fraksi Fe, pada Fe₂O₃

$$\begin{aligned} \text{frak Fe}_{\text{Fe}_2\text{O}_3} &= \frac{2 \times \text{Ar Fe}}{2 \times \text{Ar Fe} + 3 \times \text{Ar O}} \\ &= \frac{2 \times 55.85}{2 \times 55.85 + 3 \times 16.00} \\ &= 0.70 \end{aligned}$$

Dari data GSAS

$$\text{Fe}_2\text{TiO}_4 : \text{FeTiO}_3 = 28.0 \% : 29.2 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Ti}_{\text{dalam Fe}_2\text{TiO}_4} : \text{Ti}_{\text{dalam FeTiO}_3} &= 28.0 \times 0.21 : 29.2 \times 0.31 \\ &= 5.9 \% : 9.0 \% \end{aligned}$$

Persen Ti dalam Fe_2TiO_4

$$\begin{aligned} \% \text{Ti} &= 13.6 \% \times \frac{5.9}{5.9 + 9.1} \\ &= 5.4 \% \end{aligned}$$

Persen Ti dalam FeTiO_3

$$\begin{aligned} \% \text{Ti} &= 13.6 \% - 5.4 \% \\ &= 8.2 \% \end{aligned}$$

Dalam Fe_2TiO_4

Persentase O

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{4}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar O \\ &= \frac{4}{1} \times \frac{5.4 \%}{47.90} \times 16.00 \\ &= 7.2 \%\end{aligned}$$

Persentase Fe

$$\begin{aligned}\% Fe &= \frac{2}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar Fe \\ &= \frac{2}{1} \times \frac{5.4 \%}{47.90} \times 55.85 \\ &= 12.6 \%\end{aligned}$$

Dalam $FeTiO_3$

Persentase O

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{3}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar O \\ &= \frac{3}{1} \times \frac{8.2 \%}{47.90} \times 16.00 \\ &= 8.2 \%\end{aligned}$$

Persentase Fe

$$\begin{aligned}\% Fe &= \frac{1}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar Fe \\ &= \frac{1}{1} \times \frac{8.2 \%}{47.90} \times 55.85 \\ &= 9.6 \%\end{aligned}$$

% Fe dalam magnetite dan hematite

$$\begin{aligned}\% Fe &= 74.0 \% - 12.6 \% - 9.6 \% \\ &= 51.8 \%\end{aligned}$$

Dari data GSAS

$$\begin{aligned}Fe_3O_4 : Fe_2O_3 &= 33.3 \% : 9.5 \% \\ Fe_{dalam}Fe_3O_4 : Fe_{dalam}Fe_2O_3 &= 33.3 \times 0.72 : 9.5 \times 0.70 \\ &= 24.0 \% : 6.6 \%\end{aligned}$$

Persen Fe dalam Fe_3O_4

$$\begin{aligned}\% Fe &= 51.8 \% \times \frac{24.0}{24.0 + 6.6} \\ &= 40.6 \%\end{aligned}$$

Persen Fe dalam Fe_2O_3

$$\begin{aligned}\% Fe &= 51.8 \% - 40.6 \% \\ &= 11.2 \%\end{aligned}$$

Dalam Fe_3O_4

Persentase O

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{4}{3} \times \frac{\% Fe}{Ar Fe} \times Ar O \\ &= \frac{4}{3} \times \frac{40.6 \%}{55.85} \times 16.00 \\ &= 15.5 \%\end{aligned}$$

Dalam Fe_2O_3

Persentase O

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{3}{2} \times \frac{\% Fe}{Ar Fe} \times Ar O \\ &= \frac{3}{2} \times \frac{8.2 \%}{55.85} \times 16.00 \\ &= 4.8 \%\end{aligned}$$

SiO_2

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{2}{1} \times \frac{\% Si}{Ar Si} \times Ar O \\ &= \frac{2}{1} \times \frac{5.4 \%}{28.08} \times 16.00 \\ &= 6.2 \%\end{aligned}$$

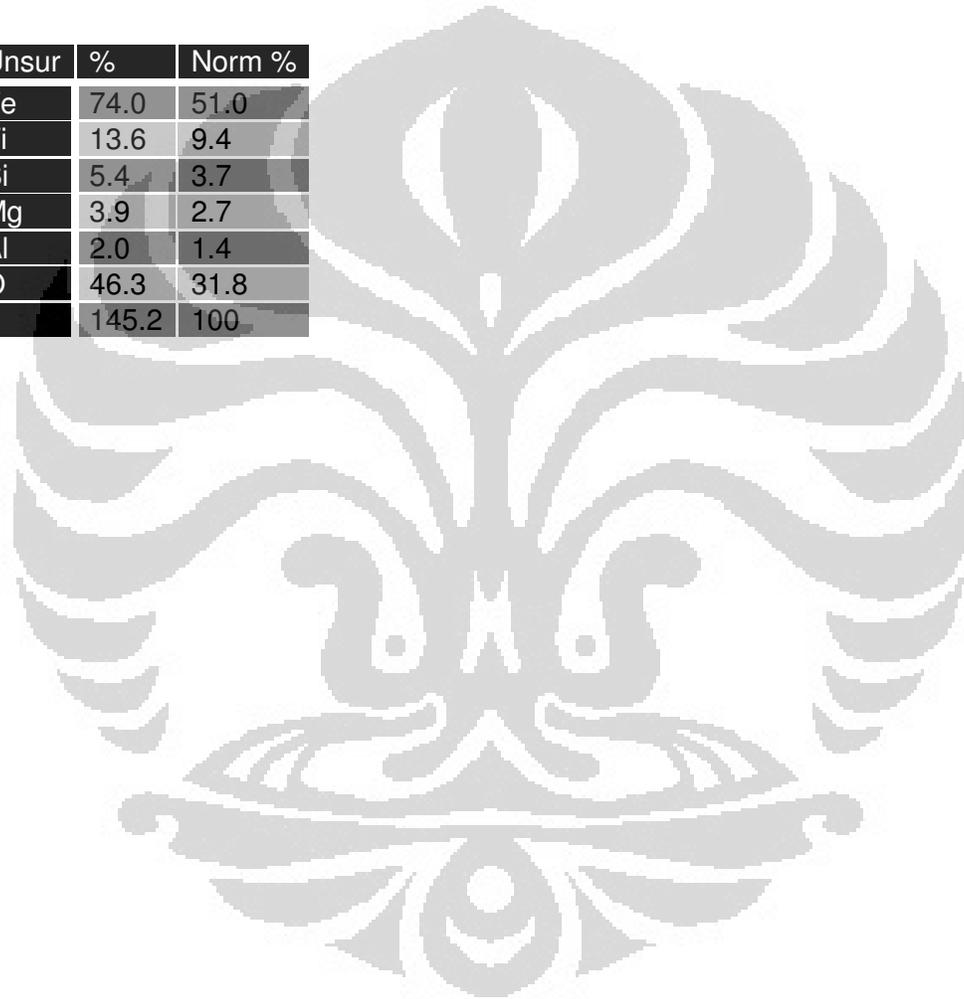
MgO

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{1}{1} \times \frac{\% Mg}{Ar Mg} \times Ar O \\ &= \frac{1}{1} \times \frac{3.9 \%}{24.31} \times 16.00 \\ &= 2.6 \%\end{aligned}$$

Al_2O_3

$$\begin{aligned} \% O &= \frac{3}{2} \times \frac{\% Al}{Ar Al} \times Ar O \\ &= \frac{3}{2} \times \frac{2.0 \%}{26.98} \times 16.00 \\ &= 1.8 \% \end{aligned}$$

Unsur	%	Norm %
Fe	74.0	51.0
Ti	13.6	9.4
Si	5.4	3.7
Mg	3.9	2.7
Al	2.0	1.4
O	46.3	31.8
	145.2	100



LAMPIRAN X¹[gambar 4.9 (b)]

Koreksi XRF untuk PMK, hanya 5 unsur besar

Fraksi Fe, pada Fe₃O₄

$$\begin{aligned} \text{frak Fe}_{\text{Fe}_3\text{O}_4} &= \frac{3 \times \text{Ar Fe}}{3 \times \text{Ar Fe} + 4 \times \text{Ar O}} \\ &= \frac{3 \times 55.85}{3 \times 55.85 + 4 \times 16.00} \\ &= 0.72 \end{aligned}$$

Fraksi Fe, pada Fe₂O₃

$$\begin{aligned} \text{frak Fe}_{\text{Fe}_2\text{O}_3} &= \frac{2 \times \text{Ar Fe}}{2 \times \text{Ar Fe} + 3 \times \text{Ar O}} \\ &= \frac{2 \times 55.85}{2 \times 55.85 + 3 \times 16.00} \\ &= 0.70 \end{aligned}$$

Dari data GSAS

$$\text{Fe}_3\text{O}_4 : \text{Fe}_2\text{O}_3 = 57.4 \% : 3.8 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Fe}_{\text{dalam Fe}_3\text{O}_4} : \text{Fe}_{\text{dalam Fe}_2\text{O}_3} &= 57.4 \% \times 0.72 : 3.8 \% \times 0.70 \\ &= 41.3 \% : 2.7 \% \end{aligned}$$

Dalam Fe₂TiO₄

$$\begin{aligned} \% Fe &= \frac{2}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar Fe \\ &= \frac{2}{1} \times \frac{10.7 \%}{47.90} \times 55.85 \\ &= 25.0 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% O &= \frac{4}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar O \\ &= \frac{4}{1} \times \frac{10.7 \%}{47.90} \times 16.00 \\ &= 14.3 \% \end{aligned}$$

Persen Fe dalam Fe_3O_4 dan Fe_2O_3

$$\begin{aligned} \% Fe &= 83.0 \% - 25.0 \% \\ &= 58.0 \% \end{aligned}$$

Persen Fe dalam Fe_3O_4

$$\begin{aligned} \% Fe &= 58.0 \% \times \frac{57.4}{57.4 + 3.8} \\ &= 54.4 \% \end{aligned}$$

Persen Fe dalam Fe_2O_3

$$\begin{aligned} \% Fe &= 58.0 \% - 54.4 \% \\ &= 3.6 \% \end{aligned}$$

Persen O dalam Fe_3O_4

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{4}{3} \times \frac{\% Fe}{Ar Fe} \times Ar O \\ &= \frac{4}{3} \times \frac{54.4 \%}{55.85} \times 16.00 \\ &= 20.8 \%\end{aligned}$$

Persen O dalam Fe_2O_3

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{3}{2} \times \frac{\% Fe}{Ar Fe} \times Ar O \\ &= \frac{3}{2} \times \frac{3.6\%}{55.85} \times 16.00 \\ &= 1.6 \%\end{aligned}$$

SiO_2

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{2}{1} \times \frac{\% Si}{Ar Si} \times Ar O \\ &= \frac{2}{1} \times \frac{1.6 \%}{28.08} \times 16.00 \\ &= 1.8\%\end{aligned}$$

MgO

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{1}{1} \times \frac{\% Mg}{Ar Mg} \times Ar O \\ &= \frac{1}{1} \times \frac{2.1 \%}{24.31} \times 16.00 \\ &= 1.4 \%\end{aligned}$$



$$\begin{aligned}\% O &= \frac{3}{2} \times \frac{\% Al}{Ar Al} \times Ar O \\ &= \frac{3}{2} \times \frac{1.8\%}{26.98} \times 16.00 \\ &= 1.6\%\end{aligned}$$

Unsur	%	Norm %
Fe	83.0	59.0
Ti	10.7	7.6
Si	1.6	1.1
Mg	2.1	1.5
Al	1.8	1.3
O	41.5	29.5
	140.7	100

LAMPIRAN XII [gambar 4.9 (c)]

Koreksi XRF untuk PML, hanya 5 unsur besar

Persen Fe dan O dalam FeTiO_3

$$\begin{aligned}\% Fe &= \frac{1}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar Fe \\ &= \frac{1}{1} \times \frac{25.3 \%}{47.90} \times 55.85 \\ &= 29.5 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{3}{1} \times \frac{\% Ti}{Ar Ti} \times Ar O \\ &= \frac{3}{1} \times \frac{25.3 \%}{55.85} \times 16.00 \\ &= 25.4 \%\end{aligned}$$

Persen Fe dan O dalam Fe_2O_3

$$\begin{aligned}\% Fe &= 59.3 \% - 29.5 \% \\ &= 29.8 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{3}{2} \times \frac{\% Fe}{Ar Fe} \times Ar O \\ &= \frac{3}{2} \times \frac{29.8 \%}{55.85} \times 16.00 \\ &= 12.8 \%\end{aligned}$$

SiO₂

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{2}{1} \times \frac{\% Si}{Ar Si} \times Ar O \\ &= \frac{2}{1} \times \frac{7.2 \%}{28.08} \times 16.00 \\ &= 8.2 \%\end{aligned}$$

MgO

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{1}{1} \times \frac{\% Mg}{Ar Mg} \times Ar O \\ &= \frac{1}{1} \times \frac{4.5 \%}{24.31} \times 16.00 \\ &= 3.0 \%\end{aligned}$$

Al₂O₃

$$\begin{aligned}\% O &= \frac{3}{2} \times \frac{\% Al}{Ar Al} \times Ar O \\ &= \frac{3}{2} \times \frac{1.6 \%}{26.98} \times 16.00 \\ &= 1.4 \%\end{aligned}$$

Unsur	%	Norm %
Fe	59.3	39.9
Ti	25.3	17.0
Si	7.2	4.8
Mg	4.5	3.0
Al	1.6	1.0
O	50.8	34.3
	148.7	100

LAMPIRAN XIII⁰

Tingkat perolehan

Fraksi ilmenite = 0.752 dari PML

Kandungan TiO₂ dalam Imenite

$$\frac{TiO_2}{FeTiO_3} = \frac{79.9}{151.75}$$
$$= 0.53$$

Kandungan TiO₂ dalam PML

$$\frac{TiO_2}{PML} = 0.53 \times 0.752$$
$$= 0.40$$

Massa TiO₂ dalam PML

$$massa TiO_2 = 0.4 \times 16 g$$
$$= 6.4 g$$

Massa akhir BRZ2 = 3.6 g

Massa TiO₂ yang didapatkan

$$massa = 0.35 \times 3.6 g$$
$$= 1.3 g$$

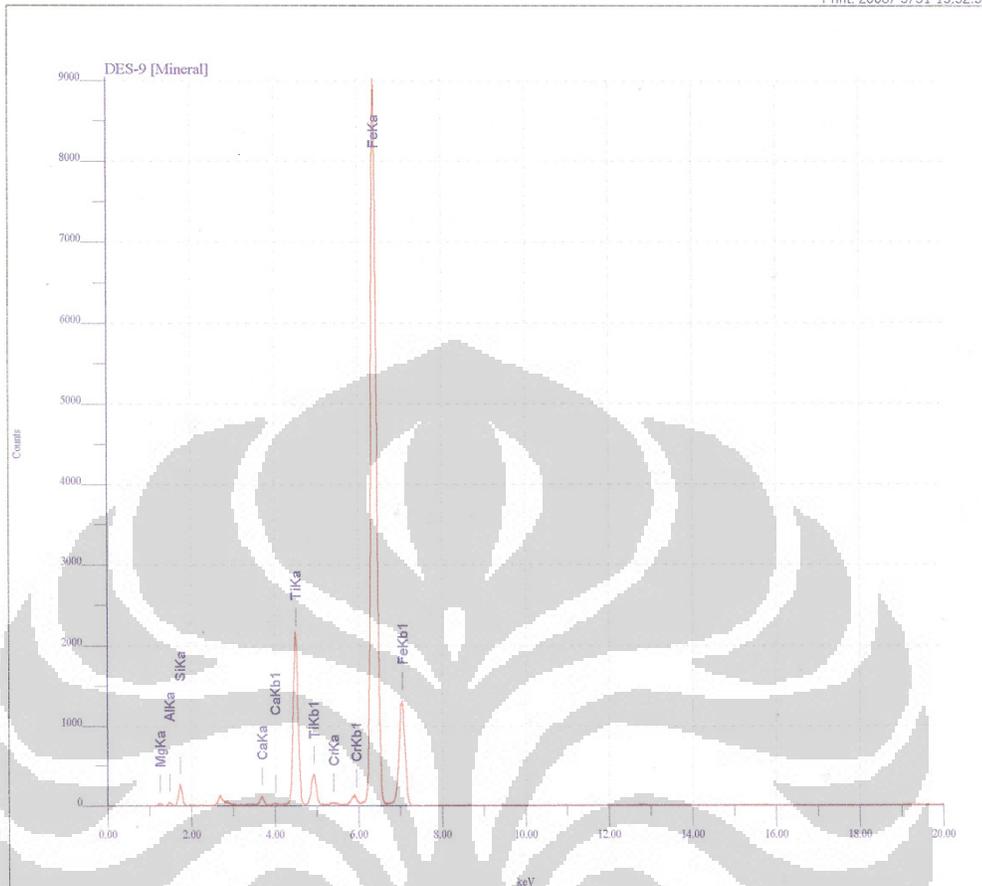
Tingkat perolehan

$$\eta = \frac{1.3}{6.4} \times 100\%$$
$$= 20\%$$



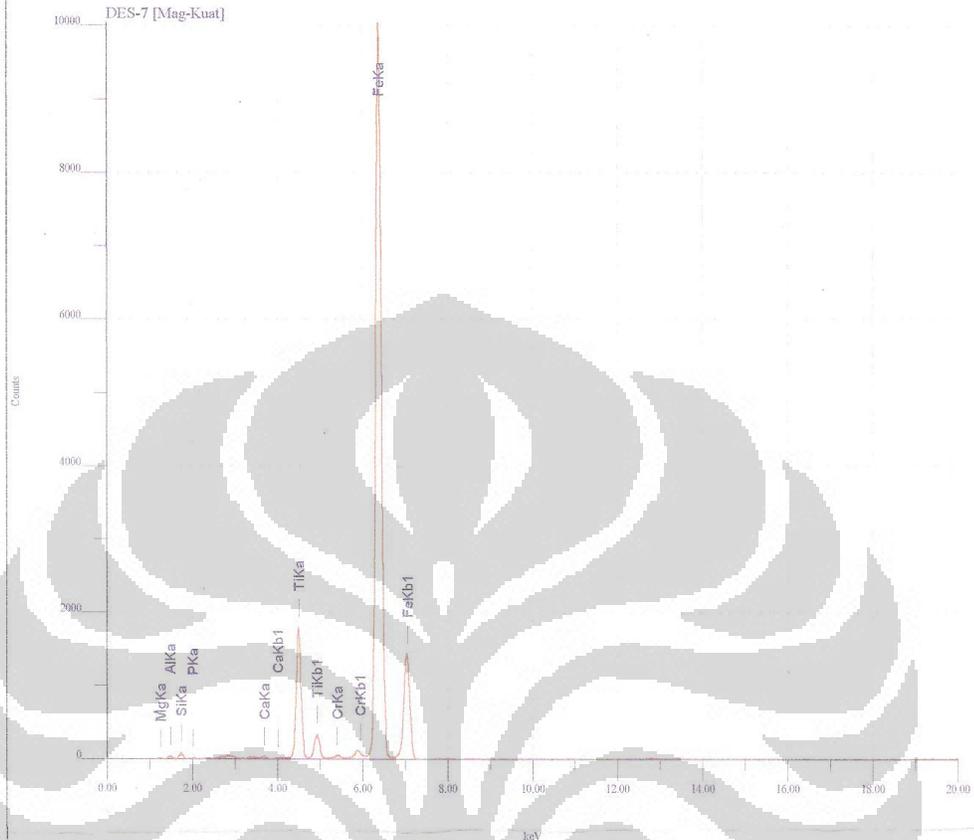
LAMPIRAN 2

DATA XRF



File Name : DAUSERMHSTADES-9.SPC Acq. Time: 2007/12/ 1 17:32:20
 Sample Name: Mineral
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.039mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Analysis Element: Mg,Al,Si,Ca,Ti,Cr,Fe

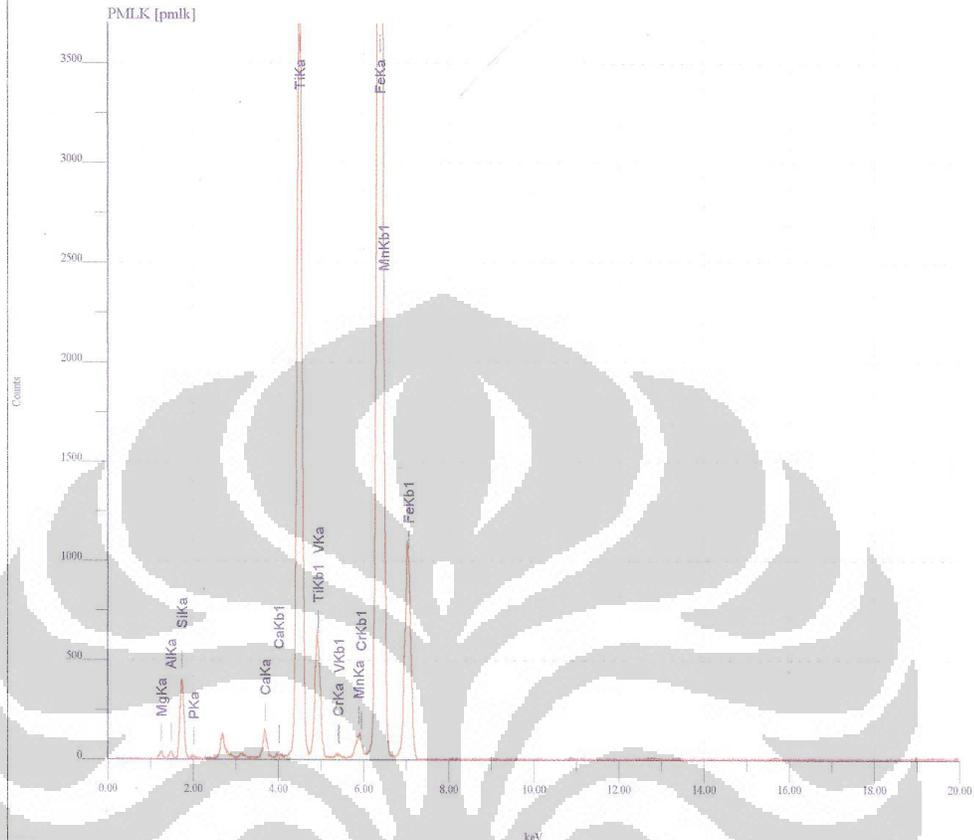
Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	3.9092	7.7996	0.0193462	265	1.7744
2	13 Al	1.9575	3.5192	0.0058657	422	0.5820
3	14 Si	5.4166	9.3550	0.0324524	2863	0.2494
4	20 Ca	0.8700	1.0529	0.0123421	1553	0.0960
5	22 Ti	13.6075	13.7799	0.1558724	33869	0.0759
6	24 Cr	0.1745	0.1627	0.0017258	491	0.0739
7	26 Fe	74.0647	64.3306	0.5196624	164440	0.1030



File Name : DAUSERMHSTADES-7.SPC Acq. Time: 2007/12/ 1 17:26:59
 Sample Name: Mag-Kuat
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.036mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Reference SUS1.SAN Stainless

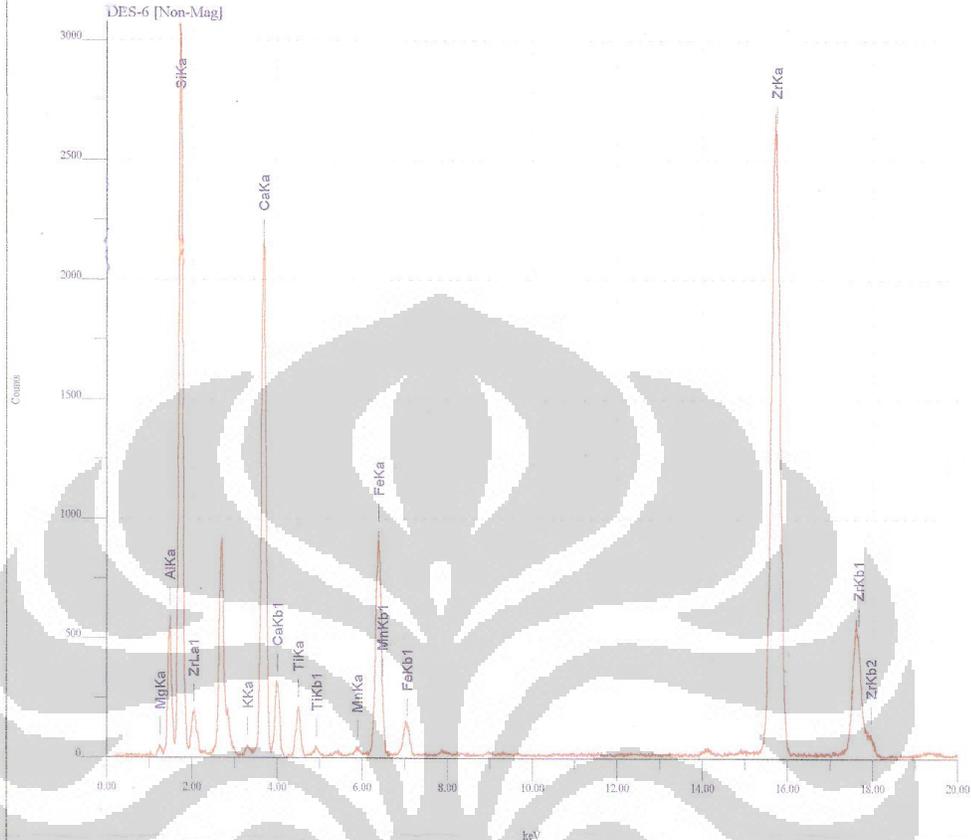
Analysis Element: Mg,Al,Si,P,Ca,Ti,Cr,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	2.1243	4.5035	0.0102263	131	2.1507
2	13 Al	1.8541	3.5418	0.0055400	373	0.6883
3	14 Si	1.6373	3.0047	0.0098484	813	0.2951
4	15 P	0.1438	0.2393	0.0028997	132	0.1809
5	20 Ca	0.2148	0.2763	0.0032586	384	0.1058
6	22 Ti	10.7254	11.5409	-0.1360535	27656	0.0808
7	24 Cr	0.2156	0.2137	0.0024568	653	0.0757
8	26 Fe	83.0846	76.6797	0.6124286	181291	-0.1156



File Name : DAUSERJANUAR~1PMLK.SPC Acq. Time: 2008/ 1/26 15:41:21
 Sample Name: pmk
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.044mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Analysis Element: Mg,Al,Si,P,Ca,Ti,V,Cr,Mn,Fe

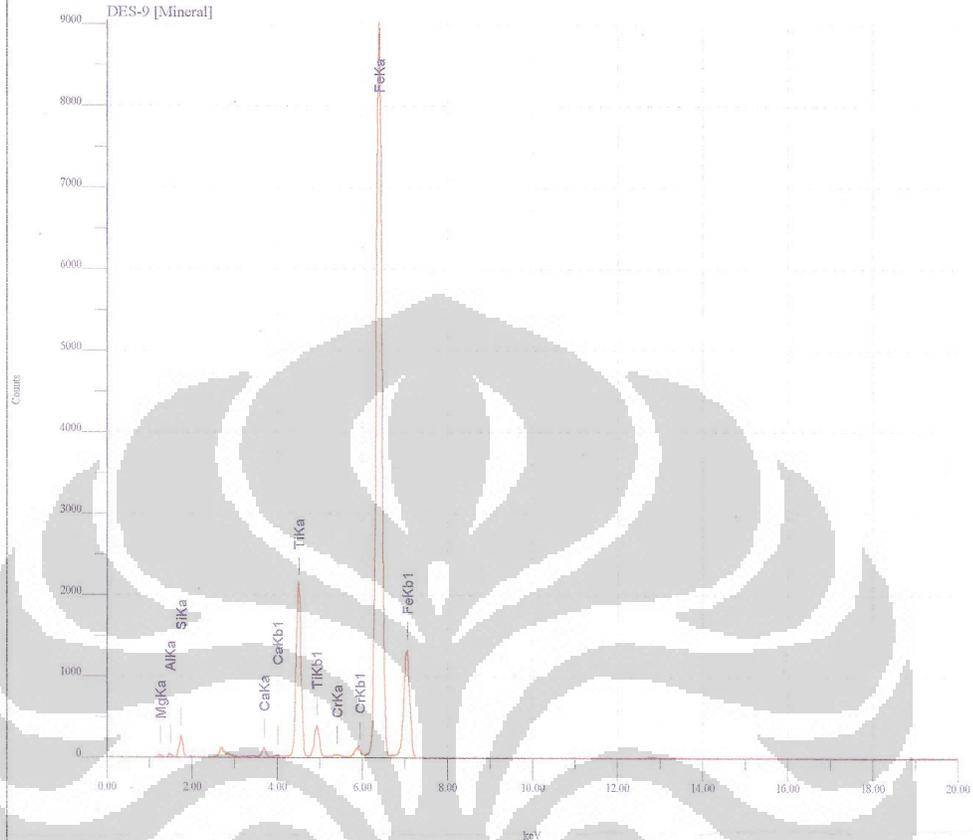
Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	4.5340	8.7155	0.0237188	366	1.5572
2	13 Al	1.6026	2.7759	0.0050176	407	0.5168
3	14 Si	7.2474	12.0595	0.0453802	4520	0.2230
4	15 P	0.1623	0.2449	0.0031513	173	0.1478
5	20 Ca	0.9590	1.1182	0.0133059	1890	0.0910
6	22 Ti	25.2775	24.6623	0.2578089	63247	0.0797
7	23 V	0.2129	0.1953	0.0022088	645	0.0696
8	24 Cr	0.1196	0.1075	0.0008852	284	0.0926
9	25 Mn	0.5547	0.4719	0.0036839	1189	0.1070
10	26 Fe	59.3300	49.6490	0.3665610	130960	0.1086



File Name : DAUSERMHSTADES-6.SPC Acq. Time: 2007/12/ 1 17:23:54
 Sample Name: Non-Mag
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.065mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Reference SUSI.SAN Stainless

Analysis Element: Mg,Al,Si,K,Ca,Ti,Mn,Fe,Zr

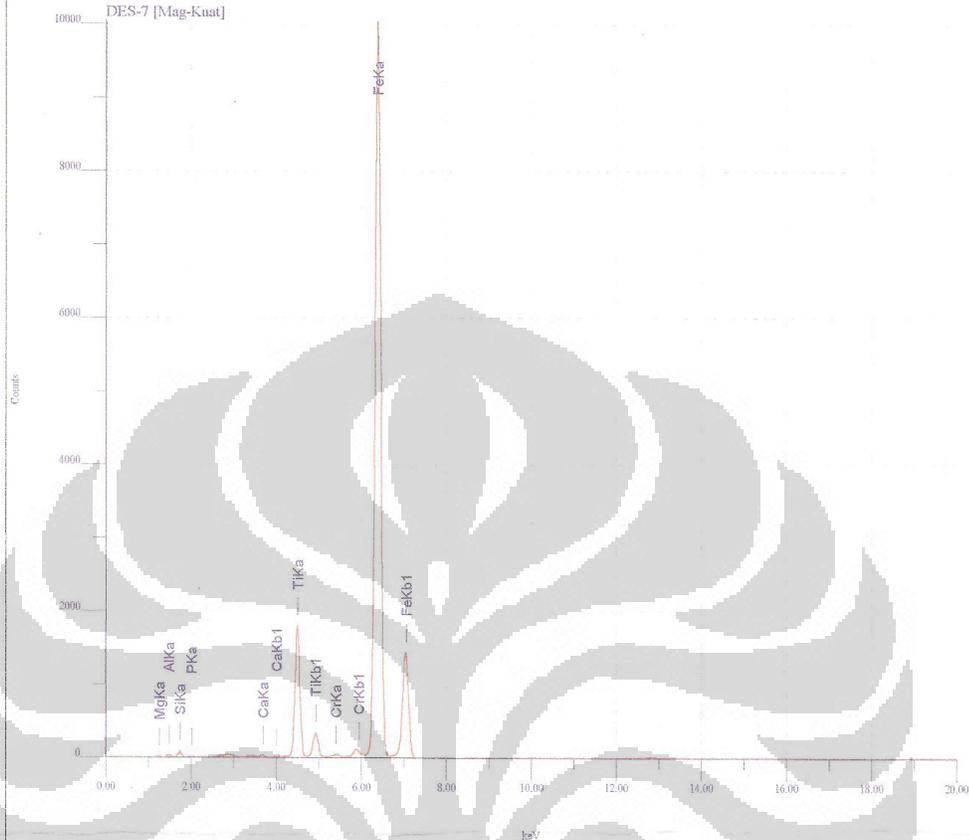
Num	Atom/Chem Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	2.3500	3.4301	0.0176165	404	1.1731
2	13 Al	11.6993	15.3869	0.0480581	5795	0.4252
3	14 Si	38.3444	48.4484	0.2358937	34911	0.2444
4	19 K	0.5495	0.4987	0.0034902	527	0.2791
5	20 Ca	24.0019	21.2513	0.1518316	32049	0.2156
6	22 Ti	2.0639	1.5290	0.0086489	3152	0.2078
7	25 Mn	0.1393	0.0900	0.0007913	379	0.1347
8	26 Fe	5.0878	3.2330	0.0306351	16261	-0.1202
9	40 Zr	15.7640	6.1326	0.2705746	78017	0.1878



File Name : D:\USER\MHSTADES-9.SPC Acq. Time: 2007/12/ 1 17:32:20
 Sample Name: Mineral
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.039mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Reference SUS1.SAN Stainless

Analysis Element: Mg,Al,Si,Ca,Ti,Cr,Fe

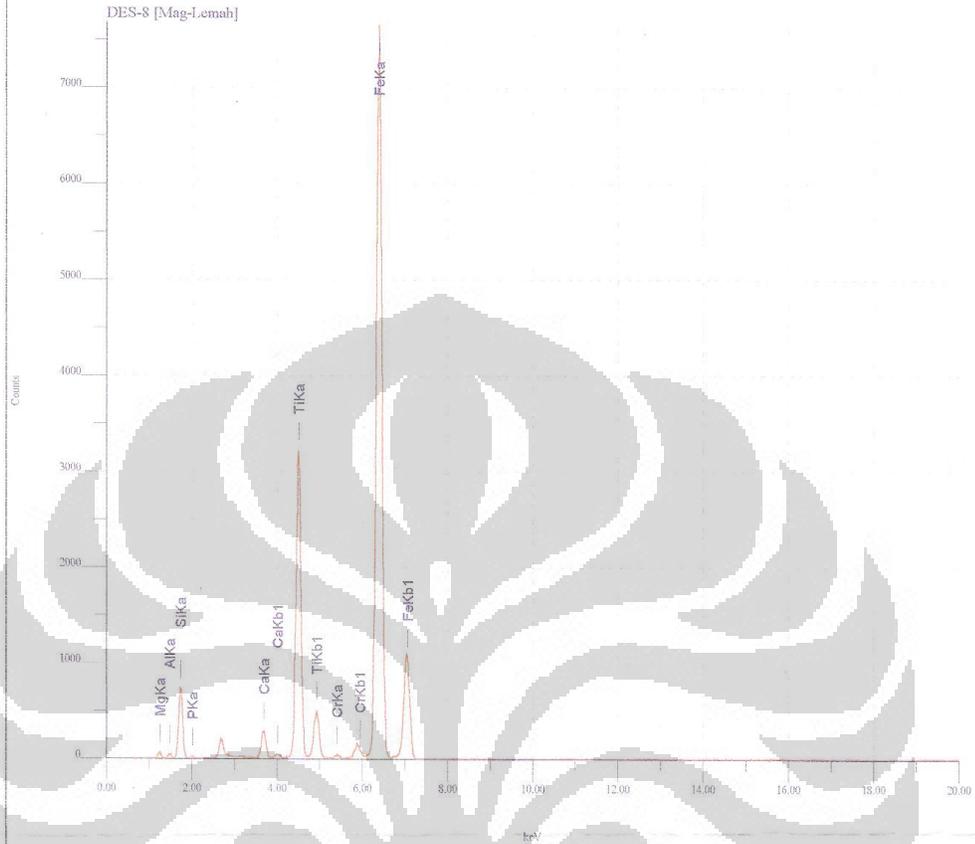
Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 MgO	4.8898	13.1218	0.0193462	265	2.2195
2	13 Al2O3	2.7567	2.9247	0.0058657	422	0.8196
3	14 SiO2	8.5643	15.4192	0.0324524	2863	0.3943
4	20 CaO	0.8677	1.6737	0.0123421	1553	0.0957
5	22 TiO2	15.7920	21.3810	0.1558724	33869	0.0881
6	24 Cr2O3	0.1717	0.1222	-0.0017258	491	0.0727
7	26 Fe2O3	66.9578	45.3574	0.5196624	164440	0.0932



File Name : D:\USER\MHSTADES-7.SPC Acq. Time: 2007/12/ 1 17:26:59
 Sample Name: Mag-Kuat
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.036mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Reference SUS1.SAN Stainless

Analysis Element: Mg,Al,Si,P,Ca,Ti,Cr,Fe

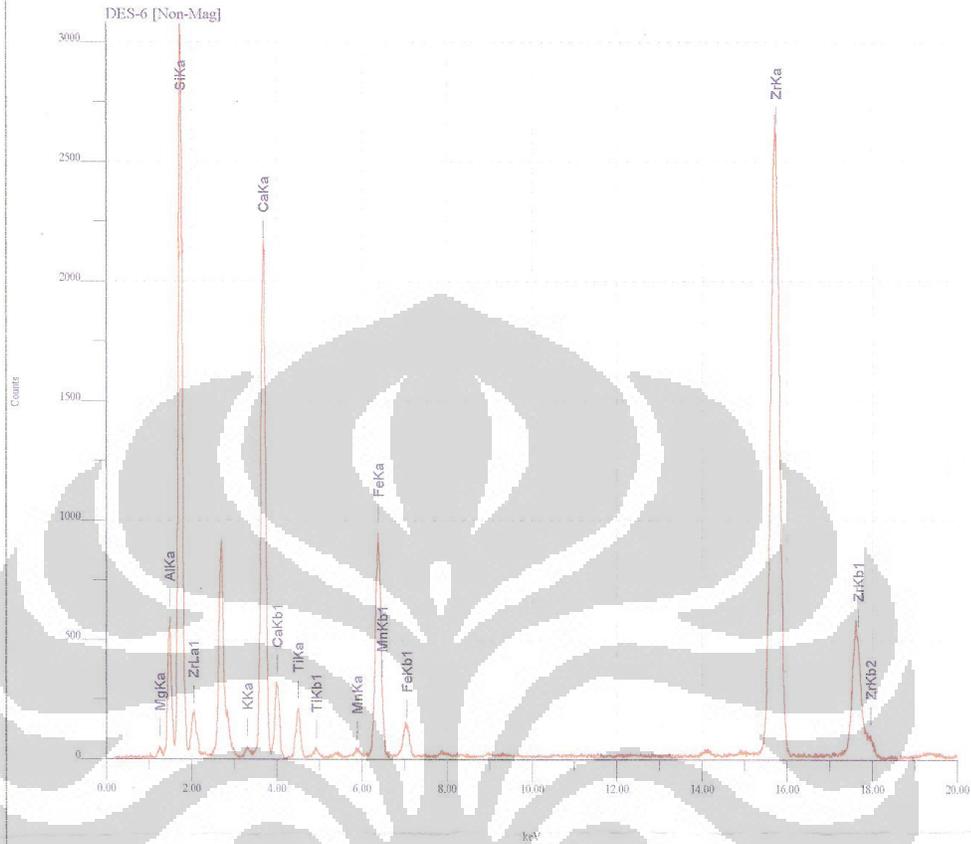
Num	Atom/Chem Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 MgO	2.7083	8.4297	0.0102263	131	2.7421
2	13 Al2O3	2.6701	3.2858	0.0055400	373	0.9912
3	14 SiO2	2.6512	5.5362	0.0098484	813	0.4778
4	15 P2O5	0.2480	0.2192	0.0028997	132	0.3119
5	20 CaO	0.2211	0.4947	0.0032586	384	0.1089
6	22 TiO2	12.9147	20.2807	0.1360535	27656	0.0973
7	24 Cr2O3	0.2216	0.1829	0.0024568	653	0.0777
8	26 Fe2O3	78.3650	61.5709	0.6124286	181291	-0.1091



File Name : D:\USER\MHSTADES-8.SPC Acq. Time: 2007/12/ 1 17:29:35
 Sample Name: Mag-Lemah
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.045mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Reference SUS1.SAN Stainless

Analysis Element: Mg,Al,Si,P,Ca,Ti,Cr,Fe

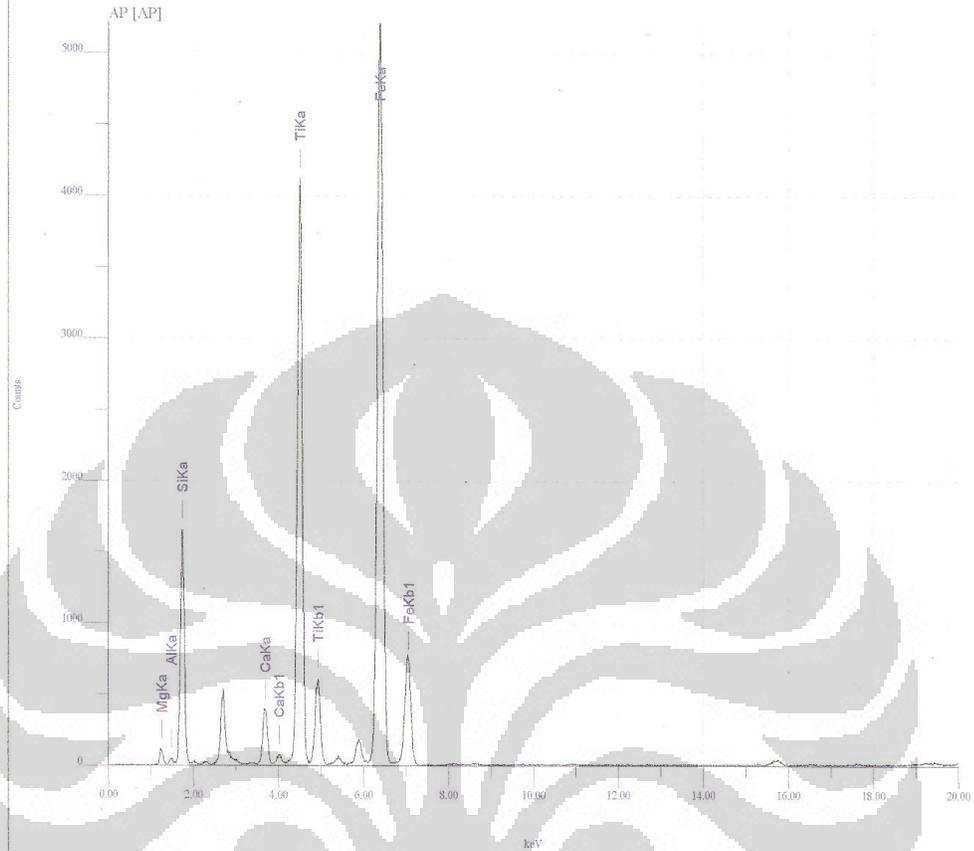
Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 MgO	8.7129	18.6758	0.0402618	640	1.6271
2	13 Al2O3	2.3470	1.9889	0.0055776	466	0.6284
3	14 SiO2	19.7546	28.4084	0.0830016	8504	0.3068
4	15 P2O5	0.3637	0.2214	0.0042079	238	0.2289
5	20 CaO	2.0506	3.1596	0.0288732	4219	0.0828
6	22 TiO2	21.1177	22.8376	-0.1962399	49518	0.0801
7	24 Cr2O3	0.2348	0.1335	0.0021058	695	0.0698
8	26 Fe2O3	45.4187	24.5749	0.3693960	135743	-0.0761



File Name : D:\USER\MH\STADES-6.SPC Acq. Time: 2007/12/ 1 17:23:54
 Sample Name: Non-Mag
 Memo : Lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.065mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Reference SUS1.SAN Stainless

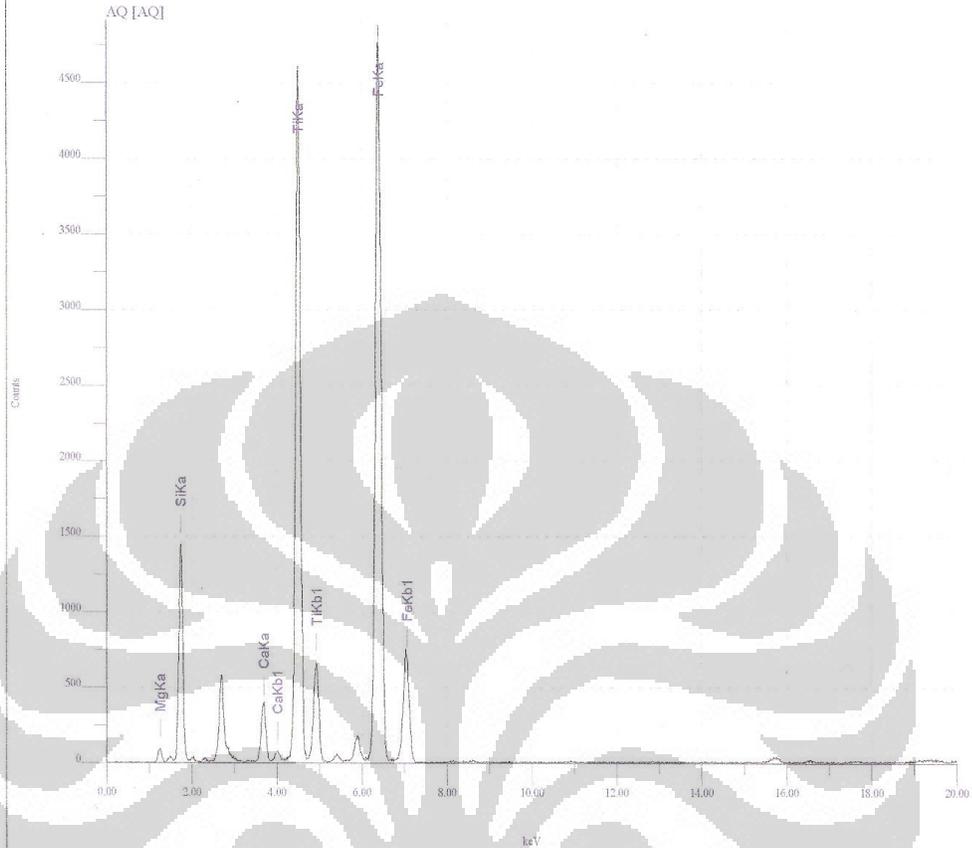
Analysis Element: Mg,Al,Si,K,Ca,Ti,Mn,Fe,Zr

Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 MgO	2.8971	4.8193	0.0176165	404	1.4462
2	13 Al2O3	15.3905	10.1220	0.0480581	5795	0.5594
3	14 SiO2	52.2271	58.2884	0.2358937	34911	0.3329
4	19 K2O	0.3286	0.2339	0.0034902	527	0.1669
5	20 CaO	16.2322	19.4098	0.1518316	32049	0.1458
6	22 TiO2	1.5389	1.2915	0.0086489	3152	0.1550
7	25 MnO	0.0785	0.0742	0.0007913	379	0.0759
8	26 Fe2O3	3.1587	1.3264	0.0306351	16261	-0.0747
9	40 ZrO2	8.1484	4.4345	0.2705746	78017	0.0971



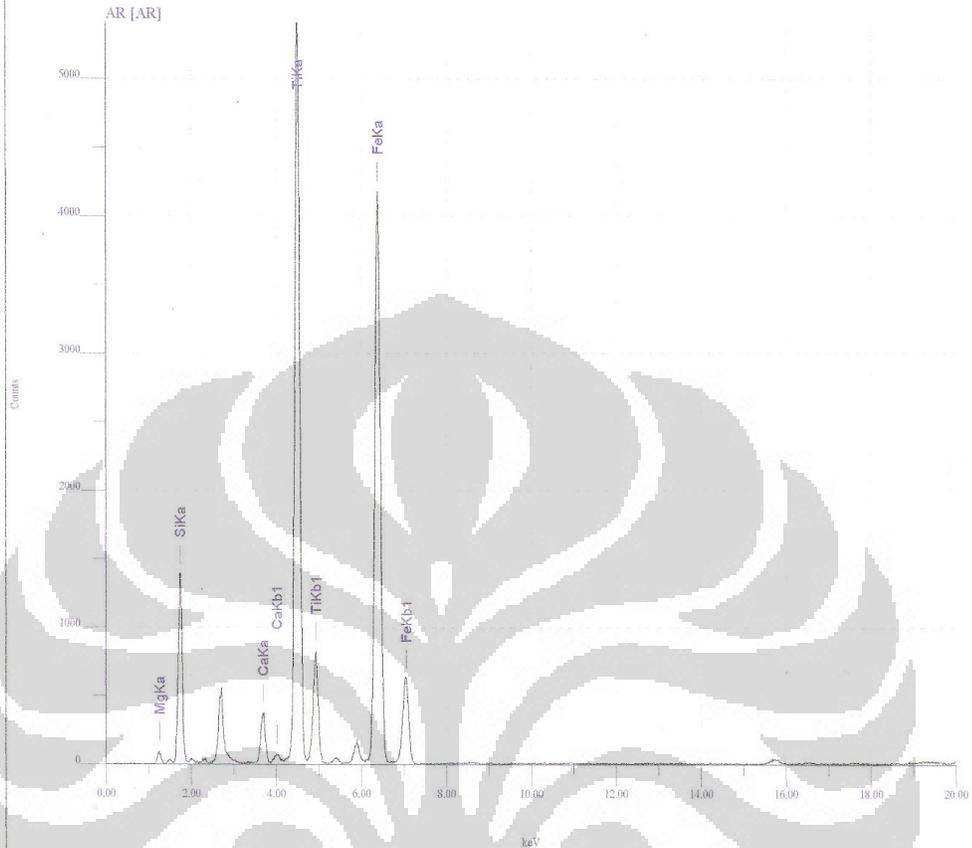
File Name : c:\jssx3200\data\AP.spc Acq. Time: 2008/ 3/28 14: 9:35
 Sample Name: AP
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.059mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Al,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	9.8653	15.8329	0.0540860	1122	1.5613
2	13 Al	1.1138	1.6106	0.0032899	359	0.5755
3	14 Si	23.8668	33.1571	0.1377498	18426	0.2523
4	20 Ca	3.0340	2.9537	0.0307998	5876	0.1307
5	22 Ti	26.2610	21.3919	0.1934669	63735	0.1151
6	26 Fe	35.8591	25.0537	0.1950755	93589	0.1295



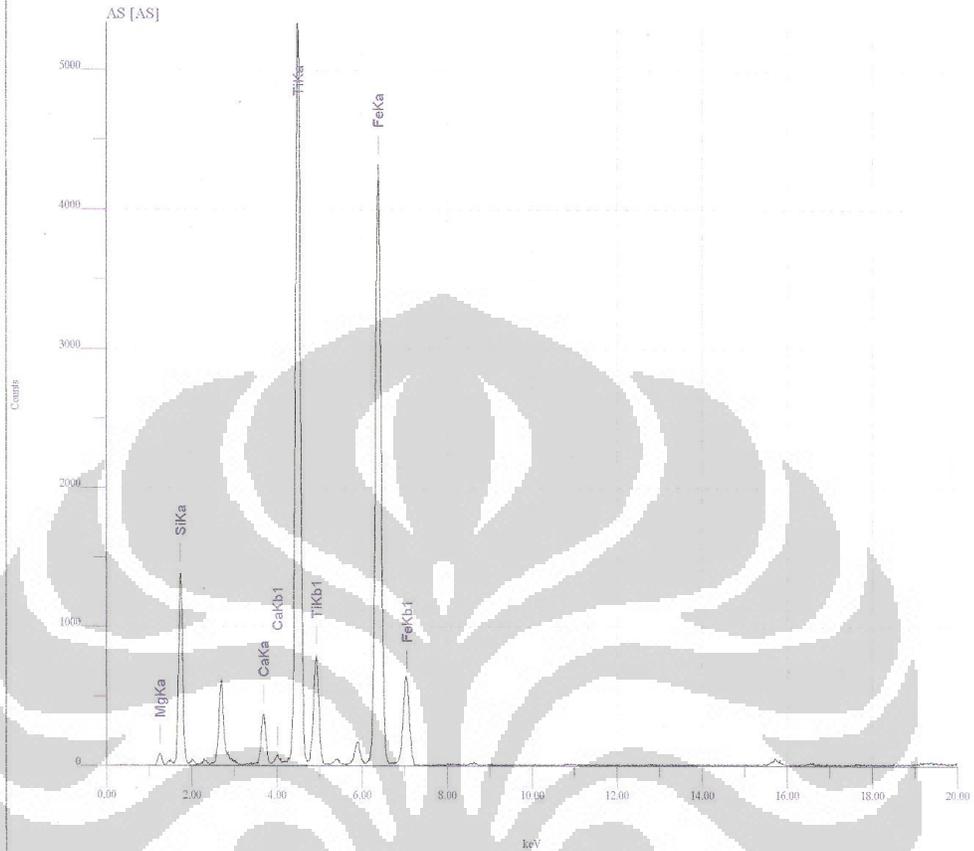
File Name : c:\jssx3200\data\AQ.spc Acq. Time: 2008/3/28 14:12:4
 Sample Name: AQ
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.059mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	9.2846	15.2661	0.0484293	1004	1.6524
2	14 Si	21.7333	30.9328	0.1233987	16506	0.2577
3	20 Ca	2.9291	2.9214	0.0296081	5649	0.1334
4	22 Ti	30.3136	25.2980	0.2157475	71075	0.1210
5	26 Fe	35.7393	25.5817	0.1795602	86145	0.1425



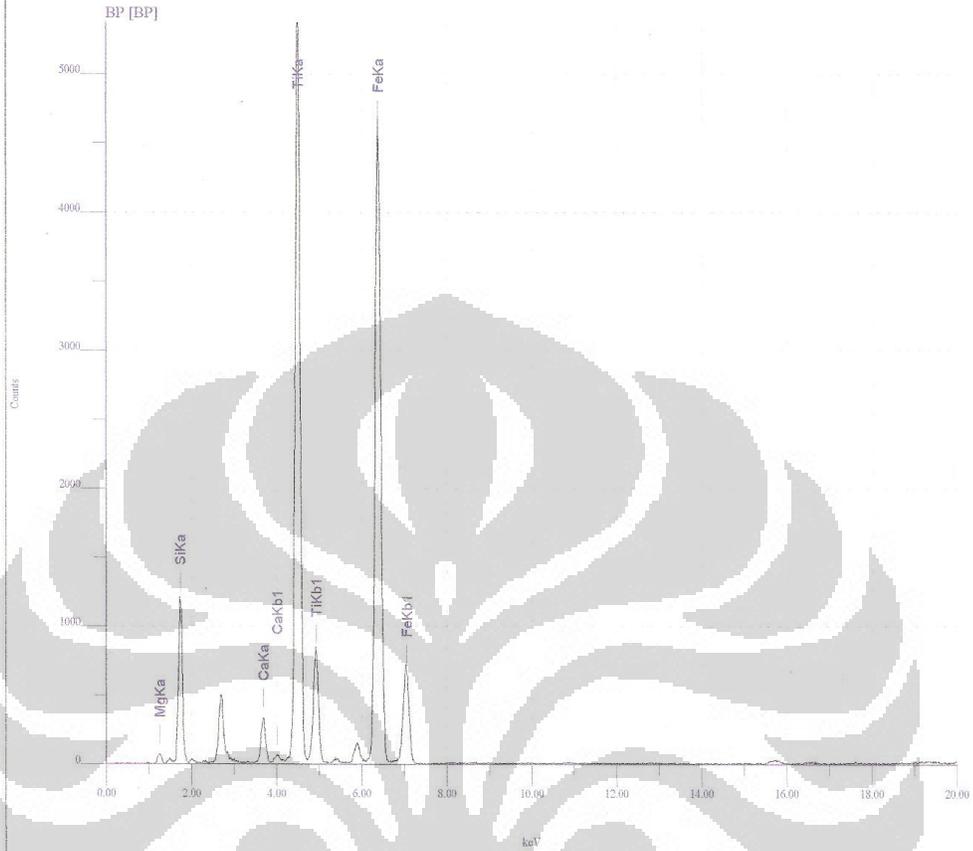
File Name : c:\jssx3200\data\AR.spc Acq. Time: 2008/3/28 14:15:16
 Sample Name: AR
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.060mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	8.1293	13.5789	0.0418081	886	1.6695
2	14 Si	20.0866	29.0436	0.1146884	15668	0.2553
3	20 Ca	2.6860	2.7216	0.0273939	5338	0.1317
4	22 Ti	36.5545	30.9913	0.2519453	84766	0.1245
5	26 Fe	32.5436	23.6646	0.1512076	74086	0.1535



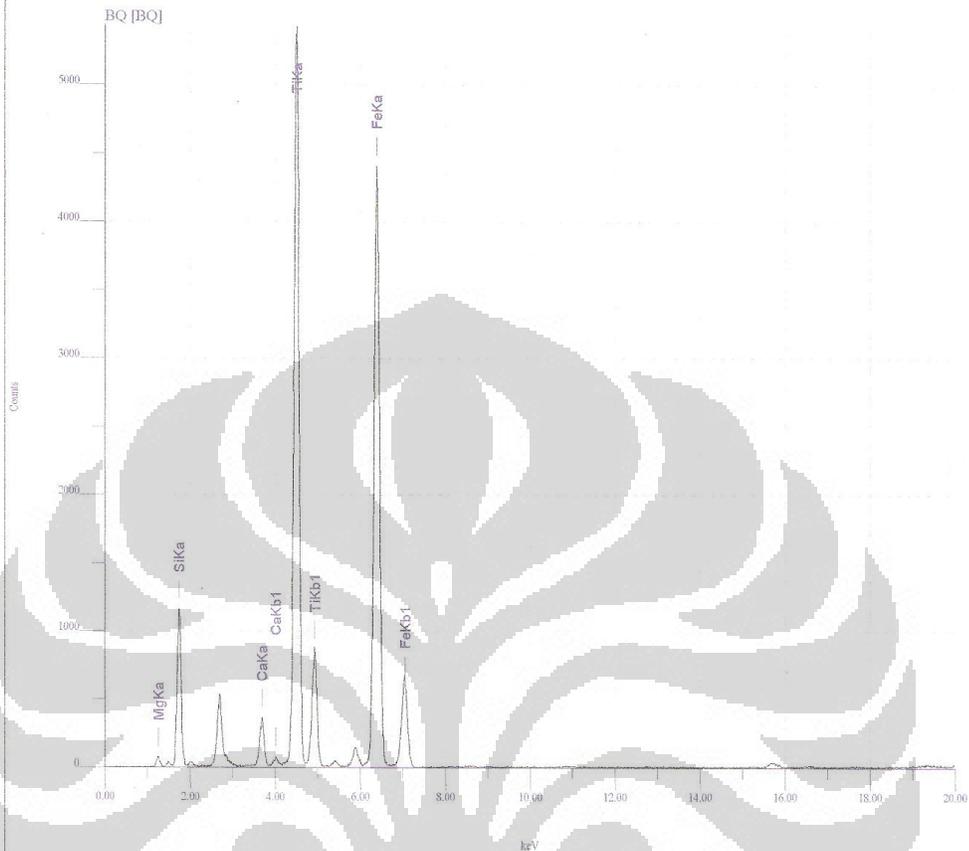
File Name : c:\jx3200\data\AS.spc Acq. Time: 2008/3/28 14:17:47
 Sample Name: AS
 Memó : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.060mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Analysis Element: Mg, Si, Ca, Ti, Fe

Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	8.3741	13.9774	0.0435942	923	1.8102
2	14 Si	20.0073	28.9074	0.1153074	15752	0.2776
3	20 Ca	2.6221	2.6548	0.0271075	5282	0.1426
4	22 Ti	35.8826	30.3989	0.2520893	84815	0.1340
5	26 Fe	33.1139	24.0614	0.1571514	76999	0.1650



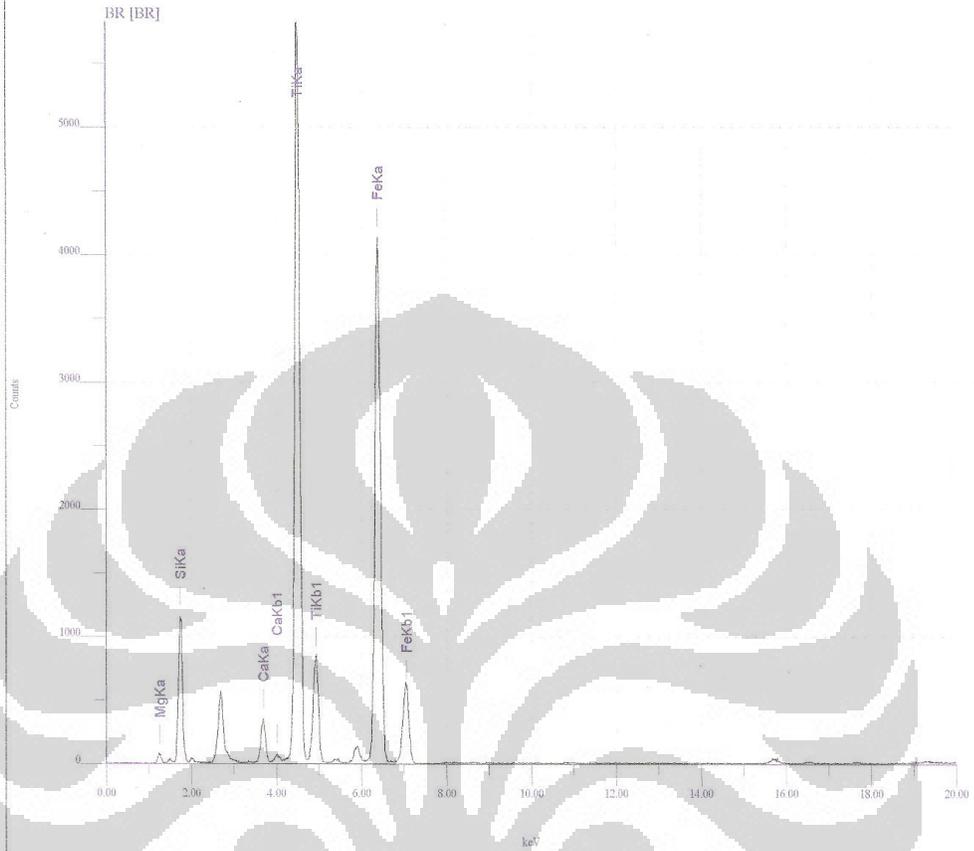
File Name : c:\jssx3200\data\BP.spc Acq. Time: 2008/ 3/28 14:20:21
 Sample Name: BP
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.057mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.6050	13.0099	0.0396963	806	1.8094
2	14 Si	17.7630	26.3040	0.1047974	13720	0.2718
3	20 Ca	2.3158	2.4031	0.0253118	4726	0.1352
4	22 Ti	35.8305	31.1110	0.2662394	85843	0.1270
5	26 Fe	36.4858	27.1720	0.1783655	83751	0.1605



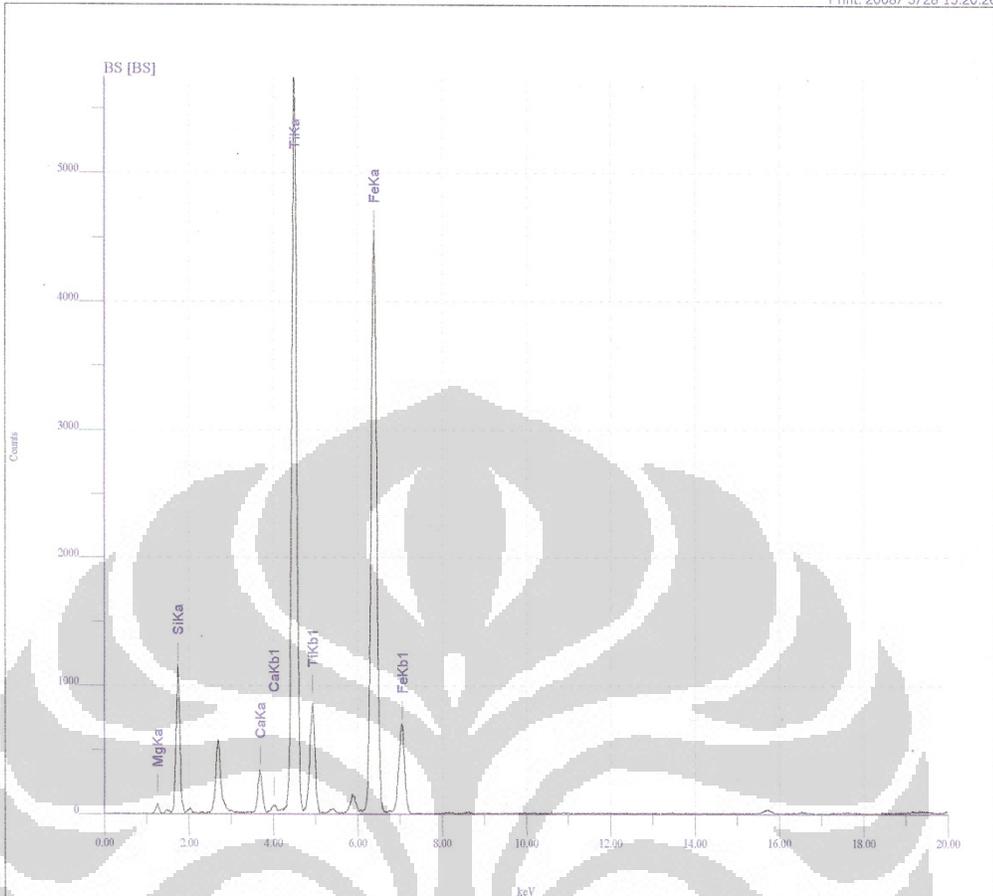
File Name : c:\jstx3200\data\BQ.spc Acq. Time: 2008/3/28 14:22:51
 Sample Name: BQ
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.057mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.5688	12.9612	0.0386024	784	1.7772
2	14 Si	17.3849	25.7705	0.1003188	13134	0.2667
3	20 Ca	2.4639	2.5594	0.0263211	4915	0.1327
4	22 Ti	37.1883	32.3230	0.2667210	85998	0.1263
5	26 Fe	35.3942	26.3860	0.1661604	78020	0.1604



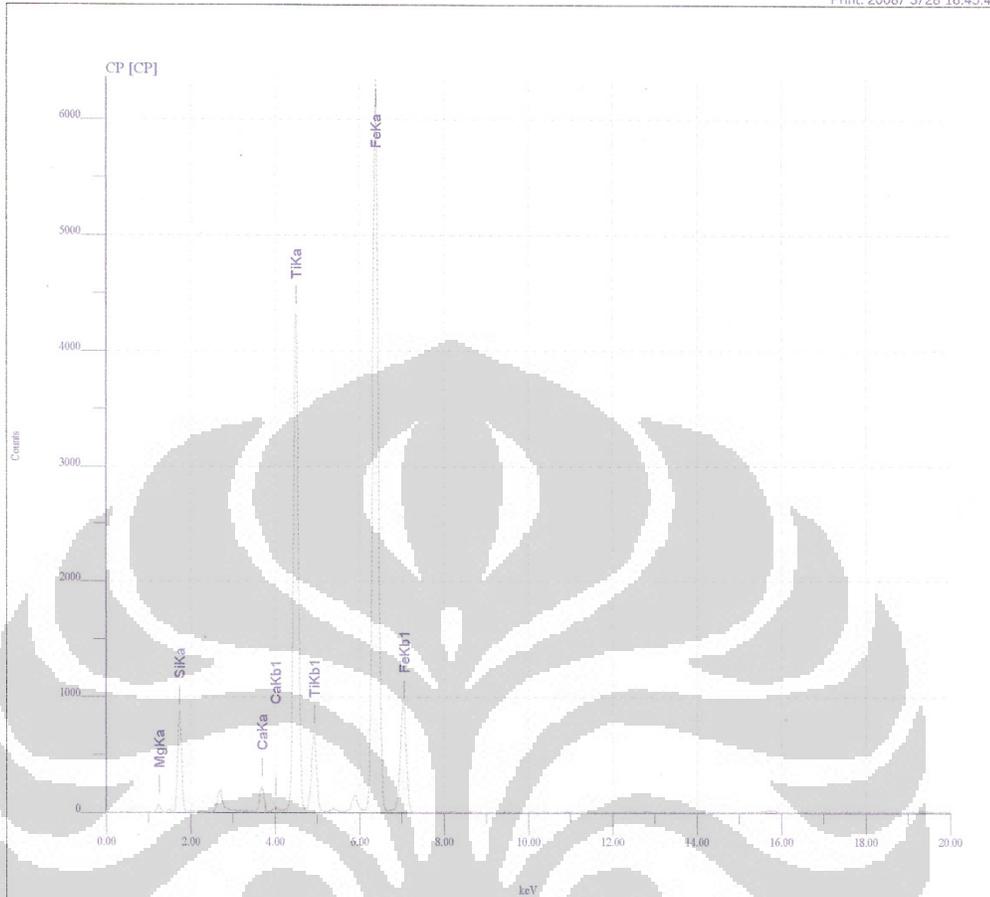
File Name : c:\jssx3200\data\BR.spc Acq. Time: 2008/3/28 14:25:21
 Sample Name: BR
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.057mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.6780	13.1278	0.0402314	817	1.7585
2	14 Si	17.1517	25.3852	0.1014872	13287	0.2644
3	20 Ca	2.3537	2.4411	0.0257538	4809	0.1317
4	22 Ti	39.2482	34.0601	0.2848134	91832	0.1269
5	26 Fe	33.5684	24.9858	0.1578327	74110	0.1628



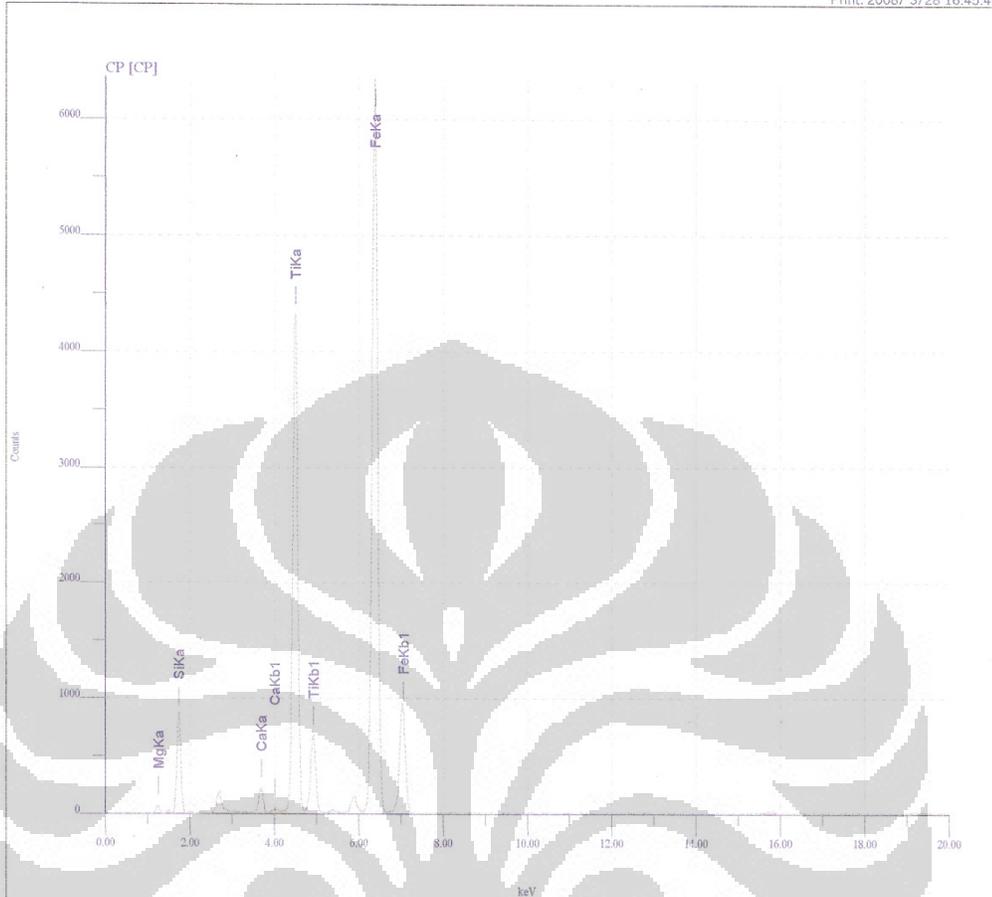
File Name : c:\jssx3200\data\BS.spc Acq. Time: 2008/ 3/28 14:27:51
 Sample Name: BS
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.057mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.0608	12.2506	0.0362054	735	1.9802
2	14 Si	16.2766	24.4454	0.0955218	12506	0.2938
3	20 Ca	2.2475	2.3654	0.0247852	4628	0.1440
4	22 Ti	37.7632	33.2551	0.2787717	89884	0.1374
5	26 Fe	36.6519	27.6835	0.1741441	81769	0.1775



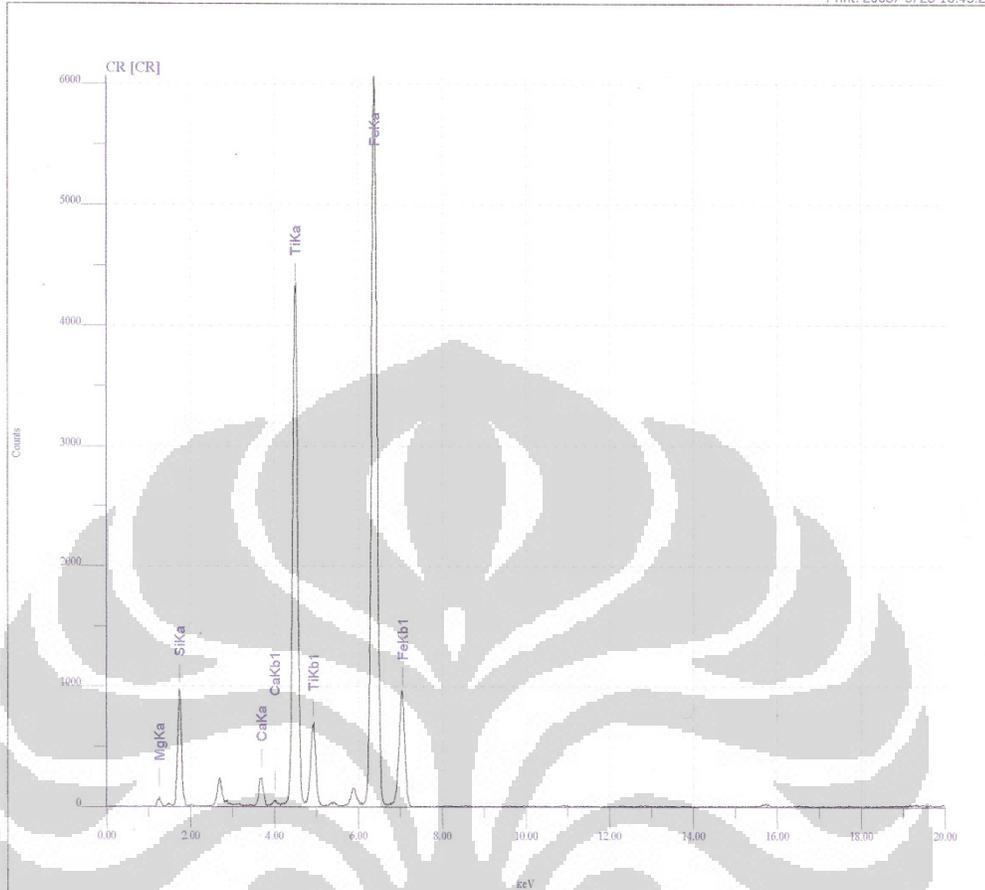
File Name : D:\USER\AZWAR\CP.SPC Acq. Time: 2008/ 3/28 16:28:56
 Sample Name: CP
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.052mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num.	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.4964	13.3402	0.0374022	693	2.1237
2	14 Si	14.2466	21.9459	0.0818985	9790	0.3130
3	20 Ca	1.6105	1.7385	0.0185348	3160	0.1440
4	22 Ti	27.9921	25.2831	0.2326022	68476	0.1274
5	26 Fe	48.6544	37.6923	0.2621407	112385	0.1634



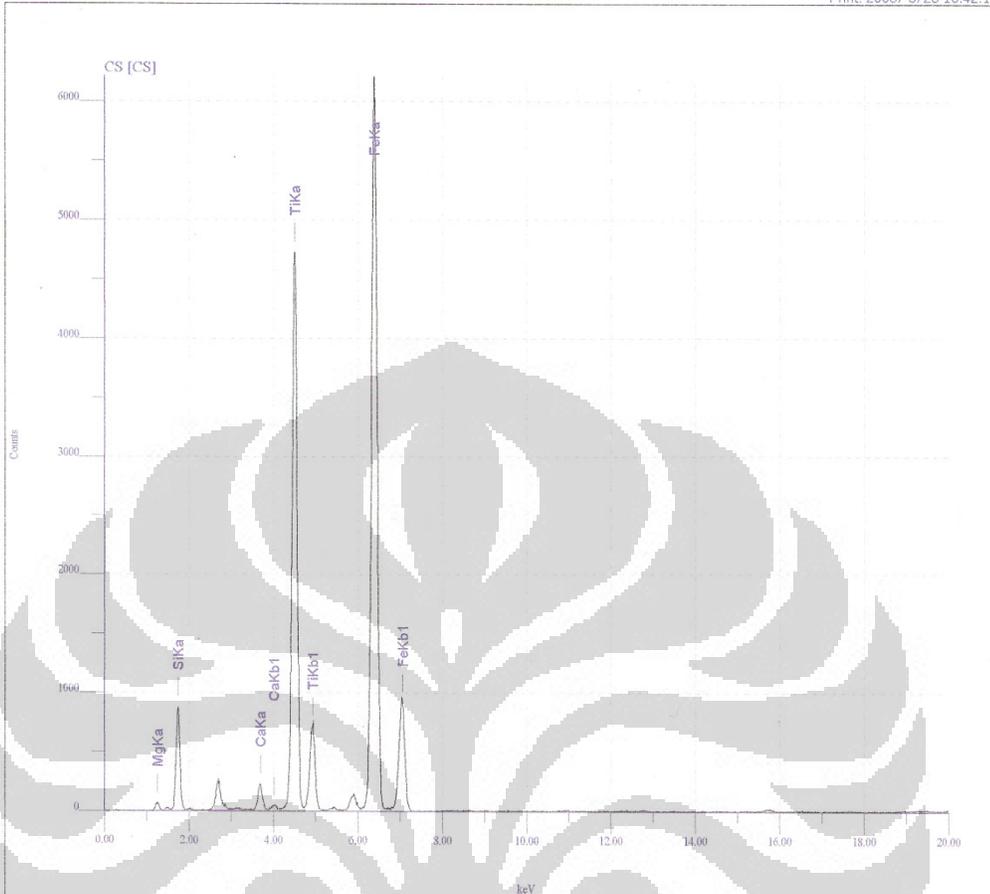
File Name : D:\USER\AZWAR\CP.SPC Acq. Time: 2008/ 3/28 16:28:56
 Sample Name: CP
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.052mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num.	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.4964	13.3402	0.0374022	693	2.1237
2	14 Si	14.2466	21.9459	0.0818985	9790	0.3130
3	20 Ca	1.6105	1.7385	0.0185348	3160	0.1440
4	22 Ti	27.9921	25.2831	0.2326022	68476	0.1274
5	26 Fe	48.6544	37.6923	0.2621407	112385	0.1634



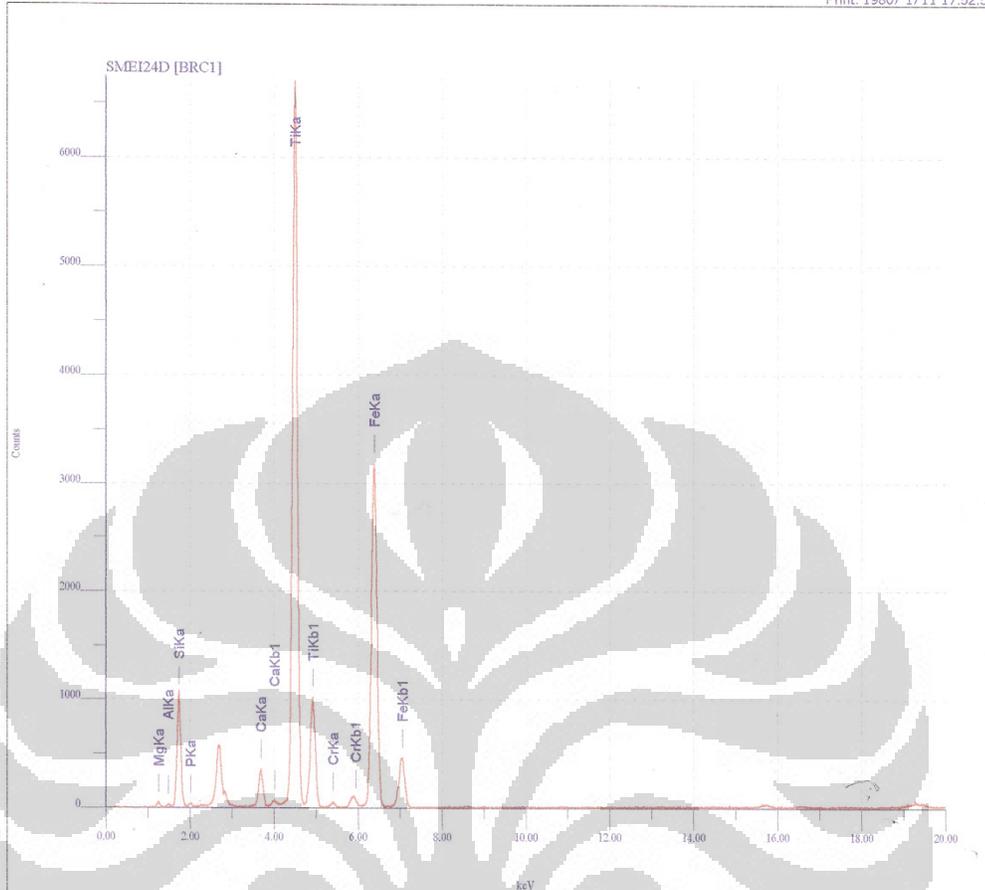
File Name : D:\USER\AZWAR\CR.SPC Acq. Time: 2008/ 3/28 16:34: 5
 Sample Name: CR
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.052mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Analysis Element: Mg,Si,Ca,Ti,Fe

Num	Atom/Chem.Formula	wl(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.8704	13.8148	0.0405543	752	2.1068
2	14 Si	15.4766	23.5154	0.0910019	10878	0.3135
3	20 Ca	1.7455	1.8585	0.0201886	3442	0.1468
4	22 Ti	28.1790	25.1047	0.2350057	69184	0.1301
5	26 Fe	46.7285	35.7066	0.2562152	109844	0.1645



File Name : D:\USER\AZWAR\CS.SPC Acq. Time: 2008/ 3/28 16:36:36
 Sample Name: CS
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.052mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Analysis Element: Mg, Si, Ca, Ti, Fe

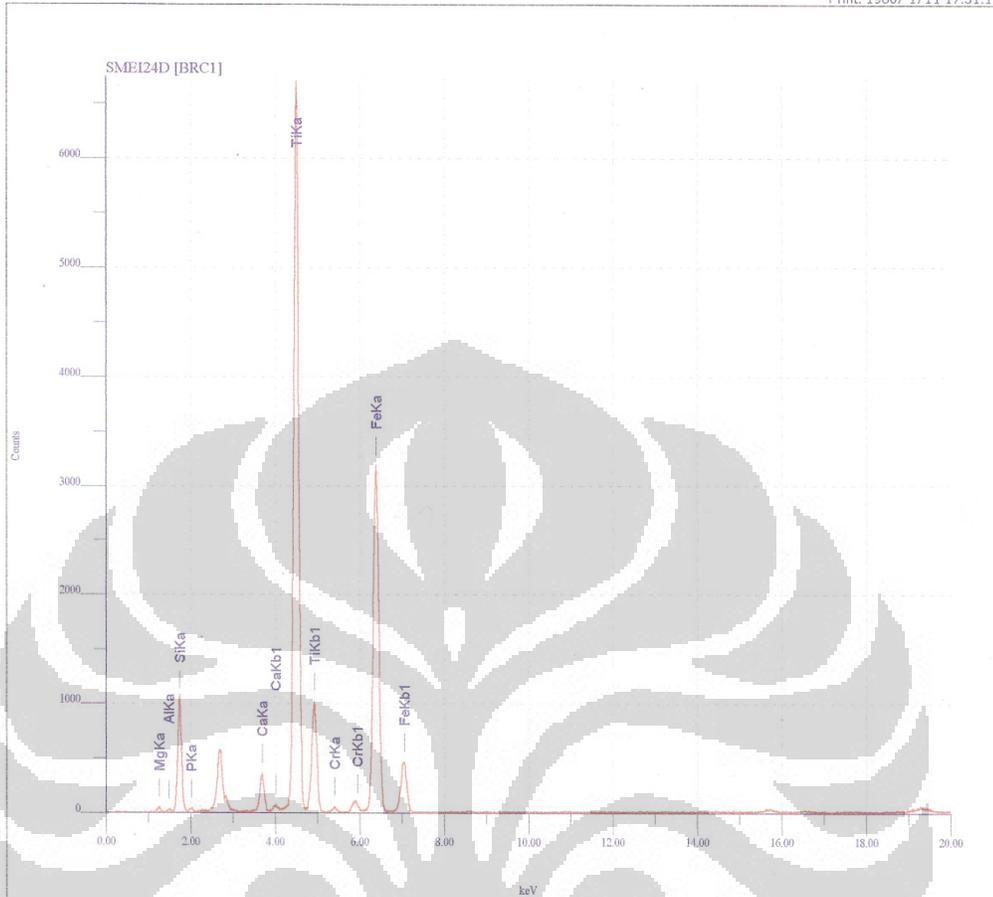
Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	7.6546	13.6311	0.0396040	734	2.0345
2	14 Si	13.6865	21.0976	0.0815012	9742	0.3001
3	20 Ca	1.4960	1.6160	0.0178941	3051	0.1377
4	22 Ti	29.8275	26.9595	0.2545587	74940	0.1232
5	26 Fe	47.3354	36.6959	0.2589060	110998	0.1599



File Name : D:\USER\AZWAR\SMEI24D.SPC Acq. Time: 1980/1/11 16:53:26
 Sample Name: BRC1
 Memo : lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.067mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Standard

Analysis Element: Mg, Al, Si, P, Ca, Ti, Cr, Fe

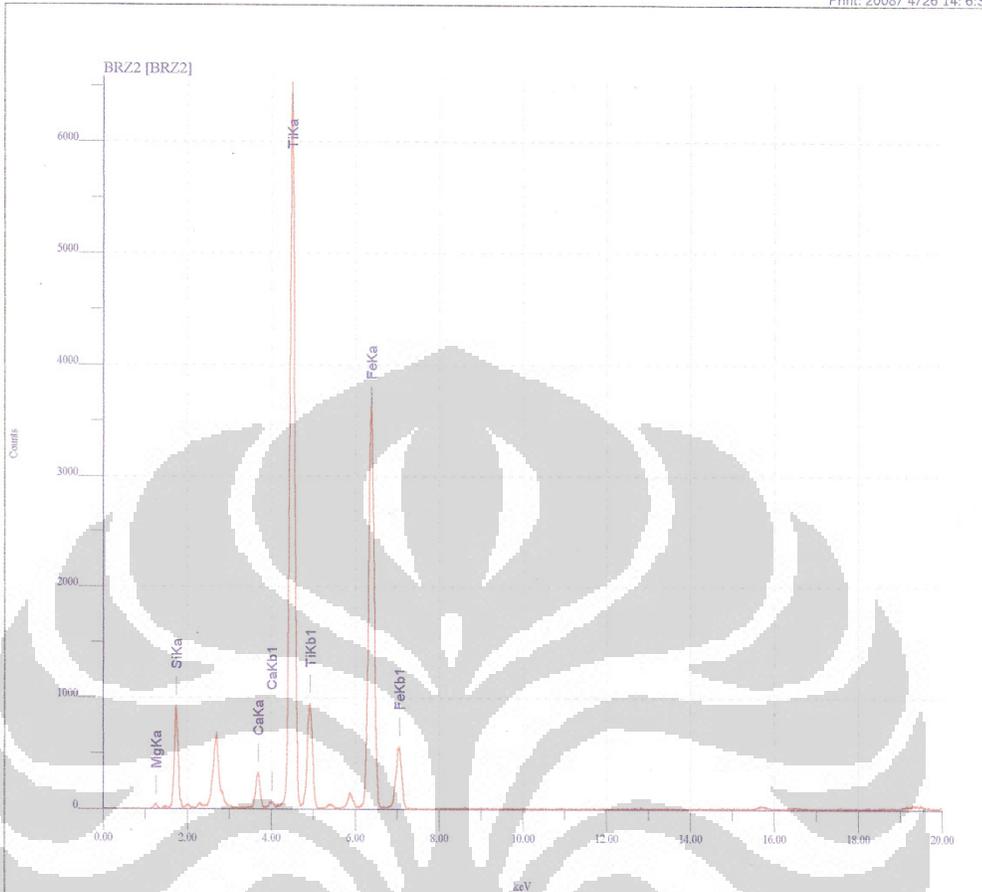
Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	4.5444	8.0173	0.0195168	465	1.7984
2	13 Al	0.4907	0.7801	0.0012420	156	0.6061
3	14 Si	14.7855	22.5800	0.0747691	11491	0.2618
4	15 P	0.3581	0.4959	0.0049515	420	0.1968
5	20 Ca	2.3497	2.5146	0.0219465	4811	0.1282
6	22 Ti	47.7571	42.7641	0.2775542	105055	0.1316
7	24 Cr	0.4632	0.3821	0.0015712	778	0.1896
8	26 Fe	29.2512	22.4658	0.1037254	57174	0.1793



File Name : D:\USER\AZWAR\SMEI24D.SPC Acq. Time: 1980/1/11 16:53:26
 Sample Name: BRC1
 Memo : lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.067mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Standard

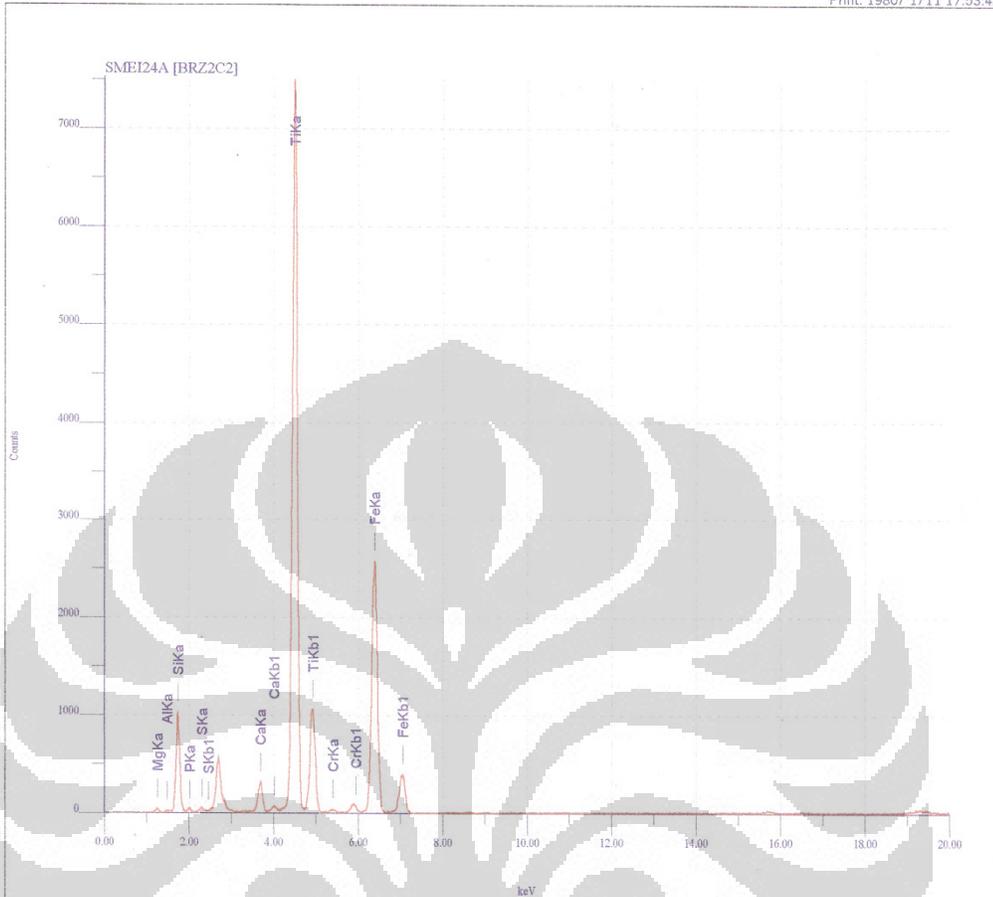
Analysis Element: Mg,Al,Si,P,Ca,Ti,Cr,Fe

Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 MgO	5.4491	10.5837	0.0195168	465	2.1565
2	13 Al2O3	0.6559	0.5036	0.0012420	156	0.8101
3	14 SiO2	22.0872	28.7816	0.0747691	11491	0.3911
4	15 P2O5	0.5521	0.3046	0.0049515	420	0.3034
5	20 CaO	2.1015	2.9340	0.0219465	4811	0.1147
6	22 TiO2	46.9272	45.9857	0.2775542	105055	0.1293
7	24 Cr2O3	0.3645	0.1878	0.0015712	778	0.1492
8	26 Fe2O3	21.8625	10.7190	0.1037254	57174	0.1340



File Name : D:\USER\AZWAR\BRZ2.SPC Acq. Time: 2008/ 4/26 13:50:37
 Sample Name: BRZ2
 Memo : LINDU
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.061mA Live time: 110.00sec Pass: Vac
 Analysis Element: Mg, Si, Ca, Ti, Fe

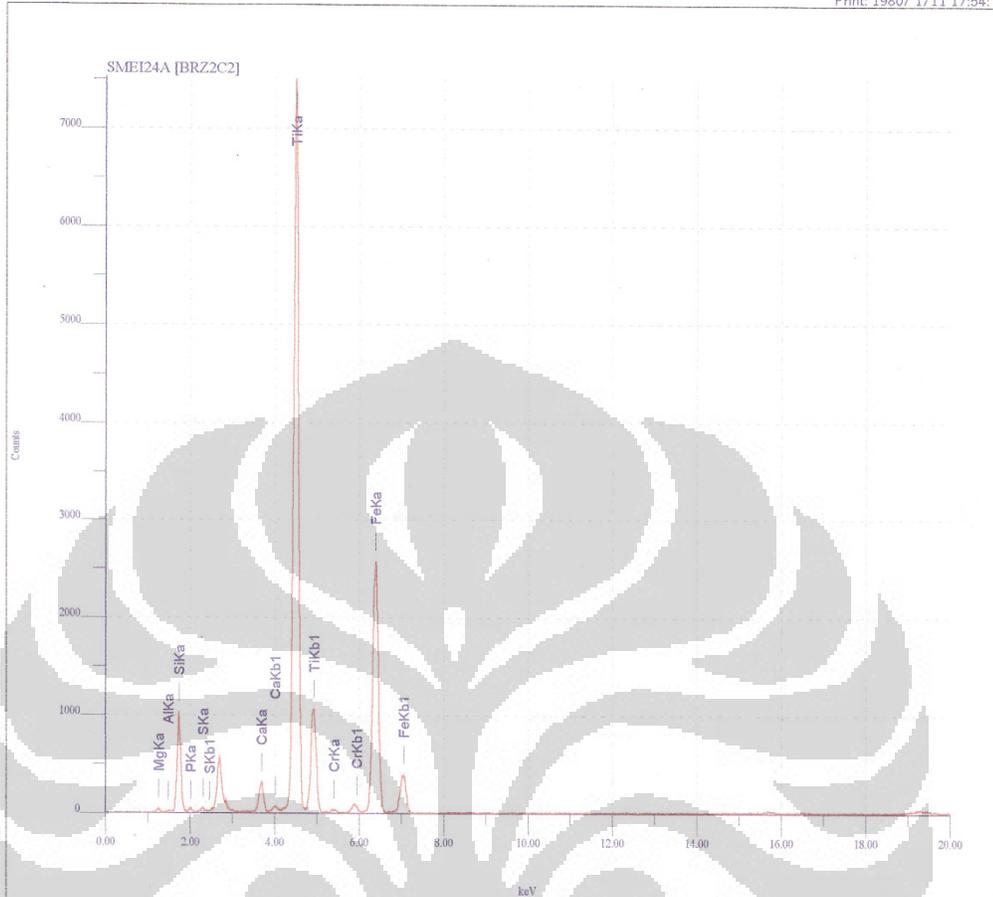
Num	Atom/Chem.Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	4.7381	8.5047	0.0212755	460	2.0232
2	14 Si	13.4827	20.9489	0.0721366	10060	0.2883
3	20 Ca	2.2508	2.4507	0.0229138	4558	0.1396
4	22 Ti	45.9135	41.8291	0.2936082	100841	0.1419
5	26 Fe	33.6149	26.2667	0.1304068	65226	0.1945



File Name : D:\USER\AZWAR\SMEI24A.SPC Acq. Time: 1980/1/11 16:45:12
 Sample Name: BRZ2C2
 Memo : lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.067mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Standard

Analysis Element: Mg,Al,Si,P,S,Ca,Ti,Cr,Fe

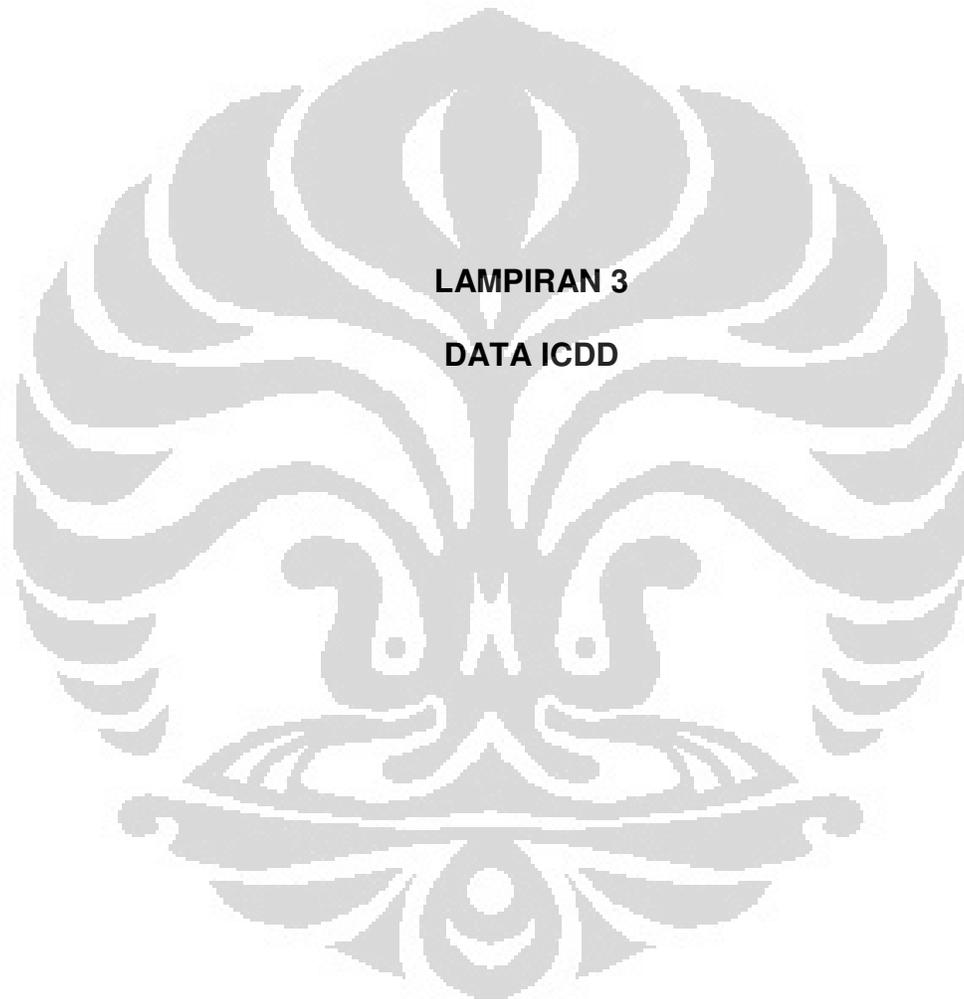
Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 Mg	4.1717	7.4019	0.0182531	435	1.6747
2	13 Al	0.4619	0.7385	0.0011981	150	0.5612
3	14 Si	13.4267	20.6223	0.0697235	10716	0.2419
4	15 P	0.3309	0.4609	0.0047643	404	0.1801
5	16 S	0.2798	0.3764	0.0014829	592	0.1027
6	20 Ca	2.0767	2.2351	0.0199629	4376	0.1182
7	22 Ti	54.0679	48.6924	0.3107879	117634	0.1262
8	24 Cr	0.3361	0.2788	0.0010586	524	0.1937
9	26 Fe	24.8483	19.1936	0.0842779	46455	0.1779



File Name : D:\USER\AZWAR\SMEI24A.SPC Acq. Time: 1980/1/11 16:45:12
 Sample Name: BRZ2C2
 Memo : lindu
 Acq. Cond. : Voltage: 30.0kV Current: 0.067mA Live time: 110.00sec Pass:Vac
 Quantitative Analysis Condition
 Quantitative Analysis Method: Standard

Analysis Element: Mg,Al,Si,P,S,Ca,Ti,Cr,Fe

Num	Atom/Chem. Formula	wt(%)	at/mole(%)	K-ratio	Integral Int.	Standard dev.
1	12 MgO	5.0274	9.6783	0.0182531	435	2.0183
2	13 Al2O3	0.6209	0.4726	0.0011981	150	0.7543
3	14 SiO2	20.1768	26.0598	0.0697235	10716	0.3636
4	15 P2O5	0.5139	0.2809	0.0047643	404	0.2796
5	16 S	0.1885	0.4563	0.0014829	592	0.0692
6	20 CaO	1.8656	2.5817	0.0199629	4376	0.1062
7	22 TiO2	52.8859	51.3665	0.3107879	117634	0.1235
8	24 Cr2O3	0.2616	0.1336	0.0010586	524	0.1508
9	26 Fe2O3	18.4593	8.9704	0.0842779	46455	0.1321



LAMPIRAN 3

DATA ICDD

Fe3O4	d(A)	Int	h	k	l
Iron Oxide	4.8480	100	1	1	1
	2.9687	295	2	2	0
	2.5317	999*	3	1	1
Magnetite – synthetic	2.4240	77	2	2	2
	2.0992	201	4	0	0
Rad.: CuK α 1 λ : 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	1.9264	5	3	3	1
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Icor.: 5.13	1.7140	86	4	2	2
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)	1.6160	277	3	3	3
Ref: O'Neill, H.St.C., Dollase, W.A., Phys. Chem. Miner., 20, 541 (1994)	1.4843	365	4	4	0
	1.4193	8	5	3	1
	1.3995	1	4	4	2
Sys.: Cubic S.G.: Fd3m (227)	1.3276	28	6	2	0
a: 8.397(1) b: c: A: C:	1.2805	69	5	3	3
	1.2659	29	6	2	2
α : β : γ : Z: 8 mp:	1.2120	21	4	4	4
Ref: Ibid.	1.1758	4	7	1	1
	1.1221	28	6	4	2
	1.0932	99	7	3	1
Dx: 5.195 Dm: ICSD # : 075627					

Peak height intensity. R-factor: 0.041. PSC: cF56. Mwt: 231.54. Volume[CD]: 592.07.

 . 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01



Fe2O3	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Iron Oxide	3.6824	322	0	1	2	1.1896	36	1	2	8
	2.6996	999*	1	0	4	1.1630	46	0	2	10
	2.5176	719	1	1	0	1.1459	2	0	0	12
	2.2918	20	0	0	6	1.1408	69	1	3	4
	2.2066	195	1	1	3	1.1033	65	2	2	6
	2.0783	18	2	0	2					
	1.8412	353	0	2	4					
	1.6947	427	1	1	6					
	1.6364	6	2	1	1					
	1.6027	26	1	2	2					
	1.5991	87	0	1	8					
	1.4861	276	2	1	4					
	1.4535	267	3	0	0					
	1.4137	3	1	2	5					
	1.3498	25	2	0	8					
	1.3114	94	1	0	10					
	1.3061	22	1	1	9					
	1.2626	3	2	1	7					
	1.2588	59	2	2	0					
	1.2274	21	3	0	6					
	1.2138	10	2	2	3					
	1.2047	1	1	3	1					
	1.1911	18	3	1	2					

Rad.: CuK α 1 λ : 1.54060 Filter: d-sp: Calculated

Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Icor.: 3.29

Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)

Ref: Perkins, D.A., Attfield, J.P., J. Chem. Soc., Chem. Commun., 1991, 229 (1991)

Sys.: Rhombohedral S.G.: R $\bar{3}c$ (167)

a: 5.03521(5) b: c: 13.7508(2) A: C: 2.7309

α : β : γ : Z: 6 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 5.270 Dm: ICSD #: 071194

Peak height intensity. R-factor: 0.031. PSC: hR10. Mwt: 159.69. Volume[CD]: 301.92.

 . 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

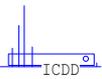
Fe ₂ TiO ₄	2 θ	Int	h	k	l
Iron Titanium Oxide	17.987	111	1	1	1
	29.579	337	2	2	0
	34.835	999*	3	1	1
Titanomagnetite	36.437	67	2	2	2
	42.324	190	4	0	0
Rad.: CuK α 1 λ : 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	46.332	1	3	3	1
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Icor.: 4.65	52.481	90	4	2	2
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)	55.934	297	5	1	1
Ref: Wechsler, B.A., Lindsley, D.H., Prewitt, C.T., Am. Mineral., 69, 754 (1984)	61.400	356	4	4	0
	64.544	9	5	3	1
	65.573	1	4	4	2
Sys.: Cubic S.G.: Fd3m (227)	69.612	27	6	2	0
a: 8.5348(2) b: c: A: C:	72.573	67	5	3	3
α : β : γ : Z: 8 mp:	73.548	31	6	2	2
Ref: Ibid.	77.406	18	4	4	4
	80.260	5	7	1	1
	84.968	29	6	4	2
	87.773	92	7	3	1
Dx: 4.778 Dm: ICSD # : 030868					

Peak height intensity. R-factor: 0.000. PSC: cF56. Mwt: 223.59. Volume[CD]: 621.70.

 . 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01



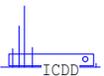
FeTiO ₃	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Iron Titanium Oxide	4.6806	2	0	0	3	1.3727	20	2	0	8
	4.2034	3	1	0	1	1.3378	91	1	0	10
	3.7316	348	0	1	2	1.3299	19	1	1	9
Ilmenite	2.7454	999*	1	0	4	1.2812	2	1	2	7
	2.5435	685	1	1	0	1.2717	54	2	2	0
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter:	2.3681	1	0	1	5	1.2438	20	3	0	6
d-sp: Calculated	2.3403	18	0	0	6	1.2272	10	2	2	3
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/ICor.: 2.89	2.2348	226	1	1	3	1.2172	1	3	1	1
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+., (1997)	2.1761	11	0	2	1	1.2080	30	2	1	8
Ref: Morosin, B., Baughman, R.J., Ginley, D.S., Butler, M.A.,	2.1017	17	2	0	2	1.2037	17	1	3	2
J. Appl. Crystallogr., 11, 121 (1978)	1.8658	338	0	2	4	1.1840	46	0	2	10
Sys.: Rhombohedral S.G.: R $\bar{3}$ (148)	1.8256	6	1	0	7	1.1701	2	0	0	12
a: 5.087(2) b: c: 14.042(6) A: C: 2.7604	1.7332	8	2	0	5	1.1539	64	3	1	4
α: β: γ: Z: 6 mp:	1.7222	447	1	1	6	1.1174	61	2	2	6
Ref: Ibid.	1.6535	7	1	2	1	1.1044	1	2	0	11
	1.6305	71	0	1	8	1.098	1	4	0	1
	1.6201	25	1	2	2					
	1.5602	1	0	0	9					
Dx: 4.804 Dm: ICSD #: 009805	1.5044	255	1	2	4					
	1.4831	2	0	2	7					
	1.4684	256	3	0	0					
Peak height intensity. R-factor: 0.049. PSC: hR10. Mwt:	1.4322	3	2	1	5					
151.75. Volume[CD]: 314.69.	1.4011	1	0	3	3					



© 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

SiO2	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Silicon Oxide	3.9456	999*	1	0	1	1.5027	35	3	1	1
	3.4476	15	1	1	0	1.4629	49	3	0	2
	3.0671	124	1	1	1	1.4012	7	3	1	2
Cristobalite lpha - from Ellora caves, Hyderabad State, India.	2.7656	157	1	0	2	1.3828	14	2	0	4
	2.4378	165	2	0	0	1.3658	12	2	2	3
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	2.4055	16	1	1	2	1.3522	1	3	2	0
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Icor.: 4.38	2.2915	1	2	0	1	1.3303	20	2	1	4
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)	2.1804	1	2	1	0	1.3256	16	3	2	1
Ref: Downs, R.T., Palmer, D.C., Am. Mineral., 79, 9 (1994)	2.0739	38	2	1	1	1.3152	3	3	0	3
	2.0345	2	1	0	3	1.2950	23	1	0	5
	1.9728	11	2	0	2	1.2698	33	3	1	3
Sys.: Tetragonal S.G.: P4 ₁ 2 ₁ 2 (92)	1.8776	57	1	1	3	1.2543	28	3	2	2
a: 4.8757(8) b: c: 6.7163(8) A: C: 1.3775	1.8287	53	2	1	2	1.2516	15	1	1	5
α: β: γ: Z: 4 mp:	1.7238	8	2	2	0	1.2189	1	4	0	0
Ref: Ibid.	1.6790	16	0	0	4	1.2027	4	2	2	4
	1.6697	1	2	2	1	1.1993	9	4	0	1
	1.6489	27	2	0	3	1.1825	9	4	1	0
	1.5875	4	1	0	4	1.1764	1	2	0	5
	1.5796	27	3	0	1	1.1677	1	3	0	4
Dx: 2.500 Dm: ICSD #: 075303	1.5620	4	2	1	3	1.1646	8	4	1	1
	1.5418	9	3	1	0	1.1575	8	3	2	3
Peak height intensity. R-factor: 0.065. PSC: tP12. Mwt: 60.08. Volume[CD]: 159.66.	1.5335	6	2	2	2	1.1492	6	3	3	0
	1.5095	1	1	1	4	1.1457	5	4	0	2

d(A)	Int	h	k	l
1.1436	13	2	1	5
1.1356	9	3	1	4
1.1327	8	3	3	1
1.1154	1	4	1	2
1.0902	1	4	2	0
1.0902	1	1	0	6



© 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

TiO ₂	2 θ	Int	h	k	l
Titanium Oxide	32.00	999*	1	1	0
	42.215	457	1	0	1
	45.889	59	2	0	0
Rutile, syn	48.345	174	1	1	1
	51.679	51	2	1	0
Rad.: CuK α 1 λ : 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	64.108	450	2	1	1
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Icor.: 3.45	66.914	140	2	2	0
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)	74.545	59	0	0	2
Ref: Schossberger, F., Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., 104, 358 (1942)	76.106	64	3	1	0
	77.952	3	2	2	1
Sys.: Tetragonal S.G.: P4 ₂ /mnm (136)	82.372	133	3	0	1
a: 4.589(1) b: c: 2.954(3) A: C: 0.6437	83.425	67	1	1	2
α : β : γ : Z: 2 mp:	86.747	10	3	1	1
Ref: Ibid.	89.303	2	3	2	0
	92.147	13	2	0	2
	96.515	6	2	1	2
	99.858	27	3	2	1
	102.462	20	4	0	0
Dx: 4.266 Dm: ICSD #: 024277	106.964	6	4	1	0
	109.963	42	2	2	2

Peak height intensity. R-factor: 0.057. PSC: tP6. Mwt: 79.90. Volume[CD]: 62.21.

 . 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

Ti2Fe207		2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Titanium Iron Oxide											
Landauite											
Rad.: CuK α 1	λ : 1.54060	Filter:	d-sp: Calculated								
Cut off: 17.7		Int.: Calculated		I/Icor.: 1.08							
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)											
Ref: Nikolaeva, L.E., Belov, N.V., Dokl. Akad. Nauk SSSR, 190, 1098 (1970)											
Sys.: Monoclinic			S.G.: A2/a (15)								
a: 5.225(7)	b: 8.955(7)	c: 9.783(5)	A: 0.5835	C: 1.0925							
α :	β : 107.000	γ :	Z: 4	mp:							
Ref: Ibid.											
Dx: 4.848	Dm: 4.420	ICSD #: 020625									
Peak height intensity. Specimen from Burpala Massiv, the North Baikal. R-factor: 0.156. C.D. Cell: a=9.650, b=8.955, c=5.225, β =104.19, a/b=1.0776, c/b=0.5835, S.G.=I2/a(15). PSC: mC44. Mwt: 319.49. Volume[CD]: 437.74.											

2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
67.026	120	3	2	$\bar{2}$	88.552	18	2	6	0	108.483	43	1	5	$\bar{7}$
67.157	335	0	4	4	88.708	16	0	4	6	110.167	14	4	4	0
68.695	4	0	3	5	89.063	9	4	1	$\bar{1}$	110.167	14	3	2	$\bar{8}$
68.974	49	1	1	5	89.709	31	1	6	4					
70.012	80	0	0	6	89.709	31	0	7	1					
70.331	52	0	5	3	89.871	28	4	0	4					
70.577	43	1	5	$\bar{3}$	89.967	25	1	3	$\bar{7}$					
70.995	12	2	0	$\bar{6}$	90.624	10	0	6	4					
70.995	12	3	1	$\bar{1}$	90.624	10	2	5	$\bar{5}$					
71.457	4	1	2	$\bar{6}$	91.461	72	4	0	0					
72.113	3	2	3	$\bar{5}$	92.286	55	2	5	3					
73.081	20	3	2	4	92.286	55	1	7	$\bar{1}$					
73.081	20	2	0	4	92.957	21	2	3	$\bar{7}$					
73.421	82	3	3	$\bar{1}$	93.446	8	3	5	$\bar{3}$					
73.642	66	0	6	0	94.145	11	3	1	$\bar{7}$					
73.776	50	2	3	3	94.449	15	4	2	4					
74.543	59	2	5	$\bar{1}$	94.599	21	1	7	1					
74.811	37	0	2	6	95.126	4	3	4	2					
74.979	8	3	3	$\bar{3}$	95.804	20	3	3	$\bar{3}$					
75.736	34	3	1	$\bar{5}$	95.804	20	4	1	$\bar{5}$					
75.736	34	2	2	$\bar{6}$	96.150	17	2	0	$\bar{8}$					
75.875	19	1	4	4	96.150	17	2	6	4					
77.435	47	1	6	0	96.893	9	1	1	7					
77.734	31	1	5	3	96.893	9	1	5	5					
77.965	12	0	6	2	98.182	14	0	7	3					
78.445	121	2	5	$\bar{3}$	98.182	14	4	1	1					
78.445	121	1	3	5	98.416	20	1	7	$\bar{3}$					
79.255	47	2	5	1	98.852	30	1	2	$\bar{8}$					
80.489	8	3	3	1	98.852	30	1	6	4					
80.780	23	1	1	$\bar{7}$	99.793	18	0	0	8					
81.366	34	3	4	$\bar{2}$	100.917	21	3	2	4					
81.366	34	3	2	2	101.186	12	3	4	$\bar{6}$					
83.797	59	2	1	$\bar{7}$	101.728	14	4	0	$\bar{6}$					
84.009	58	1	6	2	103.411	3	3	3	$\bar{7}$					
84.009	58	3	4	0	103.411	3	3	5	$\bar{5}$					
85.023	32	3	3	$\bar{5}$	104.374	15	3	6	$\bar{2}$					
85.537	68	1	4	$\bar{6}$	104.374	15	0	2	$\bar{8}$					
85.537	68	1	2	6	104.997	3	4	4	$\bar{2}$					
86.191	11	2	1	5	104.997	3	4	0	2					
86.474	10	4	0	$\bar{2}$	106.088	16	0	8	0					
86.646	17	3	1	3	106.088	16	2	7	$\bar{3}$					
87.394	53	3	2	$\bar{6}$	106.445	11	4	2	6					
87.394	53	0	5	5	107.170	13	3	6	0					
88.155	4	2	6	2	108.483	43	4	4	4					